

UNIVERSIDAD NACIONAL DE INGENIERIA
PROGRAMA ACADEMICO ESCUELA DE GRADUADOS



Medición de los coeficientes Galvanomagnéticos del
Bismuto con método de C-A a temperatura ambiente y a 77° K

T E S I S

Para optar el Grado de Magister en Ciencias
Mención en
FISICA

Presentada por

FRANCISCO JAVIER BARTRA GROS

LIMA - PERU

1977

I N D I C E

RESUMEN	Iiii
AGRADECIMIENTOS	iii
I. INTRODUCCION	1
II. EL TENSOR GALVANOMAGNETICO	5
III. EL METODO EXPERIMENTAL	9
3.1 Elección de muestras para las medidas	19
IV. - Muestra # 1	12
- Muestra # 2	14
3.2 Preparación de muestras	16
- Crecimiento de monocristales	16
- Ataque con ácido (etching)	20
- Orientación con un Laser	21
- El corte de las muestras	23
- Soldadura de contactos	23
3.3 El método de medición de C-A	25
3.4 El montaje de la muestra	27
3.5 Maniobras experimentales	29
3.6 Medición del coeficiente R_{123}	30
3.7 Calibración del campo magnético	31
3.8 Dimensiones de las muestras	31
IV. RESULTADOS	33
- Errores	34
- Tabla # 1	35
V. CONCLUSIONES	36
DIAGRAMAS	37
BIBLIOGRAFIA	42

R E S U M E N

En el presente trabajo se han medido los coeficientes galvanomagnéticos del Bismuto a temperatura ambiente y a temperatura del nitrógeno líquido. Estas medidas se han realizado teniendo en mente la eliminación de todos los efectos galvanotermomagnéticos, que tienen marcada importancia en esta sustancia; y es por esto que se ha sustituido el tradicional sistema de corriente directa (C-D) para medir los coeficientes mencionados, por un sistema de corriente alterna (C-A) con corrección de fase que garantiza la eliminación de los efectos galvanotermomagnéticos, y que según se ha podido verificar a lo largo de todo este trabajo, tiene un rendimiento altamente satisfactorio tanto a baja temperatura (donde los coeficientes son algunas veces dos órdenes de magnitud mas grandes), como a alta temperatura en la cual por ser estos coeficientes muy pequeños, la estabilidad y la sensibilidad del sistema de medición son importantísimas. #-

Nota: Parte del instrumental utilizado para la preparación de esta tesis ha sido adquirido a través del Plan de Desarrollo de la Física en el Perú con fondos provenientes del Programa Multinacional de Ciencia y Tecnología de la Organización de Estados Americanos (O.E.A.).

A G R A D E C I M I E N T O S

Cuando se llega al final de un largo camino como es la terminación de la tesis para optar el grado de Magister en Ciencias, no puede evitarse una mirada retrospectiva a todo lo actuado, desde el inicio hasta este momento final. Allí aparecen muchos rostros y nombres de personas que de una u otra manera han tomado parte activa en el logro de la finalidad propuesta. En el caso particular del autor, la lista de personas a las que hay que agradecer un consejo o una colaboración desinteresada es inmensa y llenaría varias páginas. Para todas ellas mi gratitud más reconocida.

Sin embargo quiero hacer presente un agradecimiento especial en primer lugar a las Autoridades de la Universidad Nacional de San Antonio Abad del Cusco, bajo cuyo auspicio se termina esta tesis, pues me otorgaron el pasaje aéreo y la licencia con goce de haber para concluir la tesis. También quiero agradecer a la Fundación Ford que me otorgó una beca parcial para seguir estudios en la Escuela de Graduados de la Universidad Nacional de Ingeniería. No puedo dejar de mencionar a los técnicos del taller mecánico adjunto a los laboratorios de investigación, quienes colaboraron en la preparación de los equipos para este trabajo.

A todos mis familiares por su apoyo moral y material a lo largo de todas las etapas de este camino.

He dejado para el final el agradecimiento más importante, y éste es para mi amigo y colega el Dr. Horacio Verdún Z. quien ha sido no so-

lamente el Asesor de esta Tesis, sino el verdadero artífice de ella, trabajando hombro a hombro conmigo durante horas fuera del horario normal de trabajo, inclusive sacrificando sus vacaciones y días de descanso. Su ejemplo, su calidad humana y académica no podrán borrarse de mi mente jamás, antes bien estarán presentes en ella a lo largo de toda mi vida como un modelo difícil de imitar.

F.J. B. G.

I.- INTRODUCCIÓN.-

El estudio de los fenómenos de transporte y de las propiedades galvanomagnéticas de algunos elementos y sus aleaciones ha concitado el interés de los investigadores en la Física del Estado Sólido desde unos 50 años atrás, interés que ha seguido aumentando considerablemente en los últimos años. Entre los elementos que más interés han despertado es tán los del grupo VA de la tabla periódica que son el Bismuto, el Antimonio, y el Arsénico que poseen idénticas características crystalográficas y un comportamiento híbrido entre el carácter metálico y el carácter semiconductor, de allí la denominación que reciben de semi-metales.

El estudio de los fenómenos de transporte permite conocer la movilidad de los portadores de carga según la orientación a lo largo de los ejes de simetría del cristal, y también permite estudiar ciertas interacciones entre estas partículas como son la interacción ~~electrón-espín~~ ~~no~~ ~~y~~ ~~electrón-electrón~~ (1).

Los primeros trabajos en este campo fueron realizados en la década del 30 por Kapitza y Stierstadt, quienes establecen los diagramas de rotación de la magnetorresistencia. Posteriormente los trabajos de Abell y Meiboom (2) quienes estudian el fenómeno a las mismas temperaturas que en el presente trabajo, pero usando muestras de mayor impureza que nosotros. En dicho trabajo se hace uso por primera vez de un sistema de C-A (ver referencia 12), que se diferencia del nuestro en que se usa un elemento cambiador de fase. Así mismo su aproximación a campo bajo se hace por extrapolación gráfica, método no muy confiable como hemos podido comprobar nosotros.

Por esta misma época tenemos el trabajo de Ckada (3) que realiza estas mismas mediciones pero a lo largo del rango de temperatura de 113°K a 318°K y usando el convencional método de C-D. Luego tenemos el trabajo de Zitter (4), realizado a temperatura del Helio líquido (4.2°K), y utilizando un convencional sistema de C-D al que se le ha añadido un amplificador de chopper semiconductor.

Tenemos además los trabajos de Michenaud e Issi (5) (6) quienes miden los coeficientes galvanomagnéticos a lo largo del rango de temperatura de 77°K a 300°K, usando el convencional método de C-D con compensación de efectos termoeléctricos longitudinales usando una resistencia que calienta el extremo frío y de esta forma elimina el gradiente de temperatura producido por el paso de la corriente a través de la muestra.

Finalmente tenemos el trabajo de Hartman (9) que mide los coeficientes galvanomagnéticos del Bismuto en el rango de 4 a 16°K, usando el mismo método de Zitter.

También se puede citar el aparato de medición propuesto por Dauphinee y Mooseer (15) que es una combinación del método de C-A y el método de C-D, para lo cual usa un sistema de doble chopper. Sin embargo hay que anotar que aún no ha sido utilizado en el estudio de las propiedades de transporte de los semimetales.

Como contraparte a lo apuntado líneas arriba, en el presente trabajo se ha preferido usar un sistema de C-A simple que elimina los efectos galvanotermomagnéticos, que posee una alta sensibilidad (hasta 10^{-9} volts) y que por otro lado permite realizar medidas a campos tan bajos como de 10 gauss, lo que elimina la extrapolación gráfica de dudosa

exactitud debido a que como se ha podido comprobar algunos de los coeficientes se saturan rápidamente con el incremento del campo magnético. Por otro lado se introduce la novedad de realizar la compensación para las mediciones de detector de cero con un sistema corrector de fase, que ha cumplido su tarea a satisfacción durante todo nuestro trabajo.

El presente trabajo se ha dividido en cinco secciones. En la primera hacemos una recopilación de los trabajos más importantes realizados en este campo, sobre todo aquellos que han hecho medidas dentro del mismo rango de temperatura que nosotros. Se hace además una comparación entre el método de C-D empleado por otros autores y el sistema de C-A del presente trabajo. También se hace una breve referencia a otros sistemas de C-A que han sido propuestos para hacer medidas a temperaturas muy bajas, pero que no han sido usados para el estudio de las propiedades de transporte del Bi a temperatura ambiente y campos magnéticos muy bajos lo cual es el aporte de originalidad de este trabajo.

En la segunda sección se da la formulación fenomenológica en la que se sustenta todo el método de medición. Esta sección teórica se presenta en esta tesis bastante simplificada, debido a que existe bastante literatura y presentada en forma muy extensa en las referencias que se citan en la bibliografía.

En la tercera sección que es la más voluminosa se presenta todo el trabajo experimental llevado a cabo para realizar nuestro trabajo, desde el crecimiento del cristal de Bi, pasando por la preparación de las muestras y su montaje, hasta llegar al método de medición y calibración del campo magnético utilizado. Así se puede ver que el esfuerzo en esta tesis ha sido puesto principalmente en el quehacer experimental. Y esto se pone de manifiesto en el hecho de que la mayoría de las instala

ciones han sido preparadas en los talleres de la universidad adjuntos a los laboratorios de investigaciones en Física.

En la cuarta sección se dan los resultados obtenidos y se hace un análisis de los resultados de otros autores.

En la quinta sección se da la conclusión de todo lo actuado.

Finalmente podemos decir que nuestro trabajo a parte que contribuye al estudio de las propiedades galvanomagnéticas de los semimetales en el mundo, para nuestro país significa un paso importante en la formación de un equipo de investigadores que se dediquen a estudiar los materiales de nuestra industria extractiva, sobre todo en el caso del Bi del cual nuestro país es el primer productor a nivel mundial.

--o-o-o-o-o--

II.- EL TENSOR GALVANOMAGNETICO.-

El Bismuto al igual que los otros elementos pertenecientes al grupo V-A de la tabla periódica de los elementos, vecinos a él, posee una simetría cristalográfica de carácter trigonal. Esta característica es en parte responsable del singular comportamiento de estos elementos llamados semimetales como veremos a continuación.

Desde el punto de vista fenomenológico es como se estudian las propiedades de transporte de los cristales metálicos. Desde este punto de vista se han desarrollado las ecuaciones relativas al fenómeno, incluyendo las formas particulares que estas adoptan según la forma propia de cristalización del material. (13) Así podemos afirmar que la resistividad en un cristal con simetría uniaxial y en ausencia de campos magnéticos, presenta carácter tensorial con dos únicos componentes, uno perpendicular al eje trigonal (nos referimos al caso del Bi) que llamaremos ρ_{11}^0 y el otro paralelo al eje trigonal que designaremos con ρ_{33}^0 . A partir de estos conceptos podemos escribir el tensor de resistividad:

$$\vec{\rho} = \begin{vmatrix} \rho_{11}^0 & 0 & 0 & 0 \\ 0 & \rho_{11}^0 & 0 & \\ 0 & 0 & \rho_{33}^0 & \\ & & & \end{vmatrix} \quad (1)$$

Teniendo en cuenta lo antes dicho podemos escribir la ley de Ohm en ausencia de un campo magnético en la forma siguiente:

$$\vec{E} = \vec{\rho} \vec{J} \quad (2)$$

en donde \vec{E} es el campo eléctrico y \vec{J} la densidad de corriente que pasa por la muestra.

Sin embargo dado que la resistividad es un tensor, es más útil

escribir la ecuación (2) en la forma siguiente:

$$E_i = \rho_{ij} J_j \quad (3)$$

en donde se está usando la convención de suma cuando hay índices repetidos dada por Einstein. Dicha suma se realiza sobre el número total de ejes de referencia que como se verá más adelante en nuestro caso es de tres.

Con lo que acabamos de ver parece sencillo el comportamiento de un cristal trigonal frente al estudio del fenómeno de transporte en ausencia de un campo magnético externo. Sin embargo si se aplica un campo magnético exterior la situación cambia radicalmente, pues aparecen nuevos componentes del tensor de resistividad. Estos nuevos componentes debidos al campo magnético aplicado son dos: El primero que es muy notable en la mayoría de los metales es el efecto Hall y el segundo que tiene una importancia grande en los semimetales es la magnetorresistividad. Tanto el efecto Hall como la magnetorresistividad se expresan en forma de tensores en los que se manifiesta su dependencia con el campo magnético y el campo magnético al cuadrado respectivamente. Así si consideramos estos dos efectos producidos por la acción del campo magnético externo, en el estudio fenomenológico, el tensor de resistividad se convierte en un nuevo tensor que llamaremos el Tensor Galvanomagnético.

Si se considera una aproximación para campos magnéticos débiles ($\mu B \ll 1$) se pueden tomar en cuenta solamente términos hasta el segundo orden en el campo magnético, de manera que cada componente del tensor galvanomagnético está dado por la expresión siguiente:

$$\rho_{ij}(\vec{B}) = \rho_{ij}^0 + R_{ijk} B_k + A_{ijkl} B_k B_l \quad (4)$$

con la regla de sumatoria de Einstein, y donde R_{ijk} son los llamados coeficientes de Hall y A_{ijkl} son los coeficientes denominados de Magnetoresistencia.

Esta ecuación nos dá 117 coeficientes (9 por el primer sumando, 27 por el segundo y 81 por el tercero) que pueden reducirse a solamente doce, en base ados condiciones:

Primera: La relación de reciprocidad de Onsager: (13)

$$f_{ij}(B) = f_{ji}(-B) \quad (5)$$

que implica lo siguiente:

$$\begin{aligned} f_{ij}^0 &= f_{ji} \\ R_{ijk} &= -R_{jik} \\ A_{ijkl} &= A_{jilk} \end{aligned} \quad (6)$$

Segunda: La simetría trigonal del cristal.

Los doce coeficientes mutuamente independientes que se obtienen de la ecuación (4) aplicando las dos condiciones anteriores son:

- Dos coeficientes de resistividad sin campo magnético:

$$f_{11}^0 \text{ y } f_{33}^0$$

- Dos coeficientes de Hall:

$$R_{123} \text{ y } R_{231}$$

- Ocho coeficientes de magnetorresistencia:

(notación completa)

(notación abreviada)

$$A_{1111}$$

$$A_{11}$$

A_{3333}	A_{33}
A_{1122}	A_{12}
A_{1133}	A_{13}
A_{1123}	A_{14}
A_{2311}	A_{41}
A_{2323}	A_{44}
A_{3311}	A_{31}

En donde la notación abreviada hace corresponder la combinación de índices vecinos de la forma siguiente: 11 con 1, 22 con 2, 33 con 3, 23 con 4, 13 = 31 con 5, y 12 = 21 con 6. Los índices simplificados corresponden a los elementos del tensor de magnetorresistividad de un sistema cristalográfico trigonal dado en la referencia (13).

Usando estos doce coeficientes independientes y la ecuación (4) podemos escribir todo el tensor galvanomagnético en forma desarrollada.

Así los componentes del tensor galvanomagnético serán:

$$\begin{aligned}
 \rho_{11}(\vec{B}) &= \rho_{11}^0 + A_{11}B_1^2 + A_{12}B_2^2 + A_{13}B_3^2 + 2A_{14}B_2B_3 \\
 \rho_{22}(\vec{B}) &= \rho_{11}^0 + A_{12}B_1^2 + A_{11}B_2^2 + A_{13}B_3^2 - 2A_{14}B_2B_3 \\
 \rho_{33}(\vec{B}) &= \rho_{33}^0 + A_{31}B_1^2 + A_{31}B_2^2 + A_{33}B_3^2 \\
 \rho_{23}(\vec{B}) &= R_{231}B_1 + A_{41}B_1^2 - A_{41}B_2^2 + 2A_{44}B_2B_3 \\
 \rho_{31}(\vec{B}) &= R_{231}B_2 + 2A_{44}B_3B_1 + 2A_{41}B_1B_2 \\
 \rho_{12}(\vec{B}) &= R_{123}B_3 + 2A_{14}B_3B_1 + (A_{11} - A_{12})B_1B_2
 \end{aligned} \tag{7}$$

Las demás componentes se obtienen a partir de la relación de re-

reciprocidad de Onsager:

$$f_{23}(\vec{B}) = f_{32}(-\vec{B}), f_{31}(\vec{B}) = f_{13}(-\vec{B}), f_{12}(\vec{B}) = f_{21}(-\vec{B})$$

Todas las expresiones de los elementos del tensor galvanomagnético son válidas para todos los materiales que pertenecen al grupo cristalográfico $\bar{3}m$, lo cual se entiende de este modo, debido a que el tensor general ha sido simplificado usando las simetrías cristalográficas propias del grupo indicado.

Como complemento de lo anteriormente expuesto, es posible obtener los elementos del tensor galvanomagnético de conductividad, a partir de los componentes del tensor galvanomagnético de resistividad, si se tiene en cuenta la expresión que los relaciona:

$$\sigma_{ij}(\vec{B}) \rho_{ij}(\vec{B}) = \delta_{ij} \quad (8)$$

En donde $\sigma_{ij}(\vec{B})$ es un elemento cualquiera del tensor galvanomagnético de conductividad y δ_{ij} es la delta de Kronecker.

Las ecuaciones (7) nos permitirán luego, establecer la forma de obtener los valores de los coeficientes en base a medidas apropiadas del campo eléctrico en la muestra, la corriente y el campo magnético aplicado. También la elección de la forma geométrica de las muestras y la dirección de crecimiento de los monocristales no se elige en forma arbitraria, sino por el contrario, se realiza usando como referencia las ecuaciones ya mencionadas. Todo esto lo veremos más adelante.

III.- EL METODO EXPERIMENTAL.-

3.1.- Elección de muestras para las medidas.-

Ya se ha dicho anteriormente que la elección de las muestras pa-

ra efectuar las mediciones eléctricas, no puede hacerse en forma arbitraria sino que la elección de ellas se realiza bajo un criterio normado por la naturaleza cristalográfica del Bi y también en las ecuaciones (7). Por esto vamos a dar una breve referencia a la naturaleza de cristalización del Bi antes de describir los arreglos experimentales para las mediciones eléctricas.

El Bismuto cristaliza en el sistema romboédrico (trigonal) y pertenece al grupo espacial $R\bar{3} 2/m$ y al grupo puntual $\bar{3}m$.

Esta estructura cristalina puede imaginarse en forma aproximada a un cubo que ha sido estirado a lo largo de una de sus diagonales la cual determina la dirección del eje de rotación de orden tres (14). Las ligaduras entre los planos perpendiculares al eje trigonal, y que por esto se denominan planos trigonales, son de tipo covalente y las fuerzas que los mantienen unidos son esencialmente del tipo de Van der Waals, a lo largo del eje trigonal. Esto permite que los planos trigonales sean planos de clivaje casi perfectos, lo que facilita el corte de los cristales de Bi paralelamente a este plano por el método del clivaje. Sin embargo la existencia de estos planos de clivaje tan fácil, convierten al Bi en un elemento muy frágil ya que una presión no muy fuerte o un golpe pueden producir capas de maclas y planos de deslizamiento dañándose el cristal.

La naturaleza trigonal del Bi establece en forma natural un sistema de tres ejes oblicuos que siguen la dirección de las aristas concurrentes en un vértice por el que pasa el eje trigonal en la celda primitiva, sin embargo por comodidad en el estudio de las propiedades de los semimetales se prefiere usar como uno de los ejes de referencia del cris

tal el eje trigonal antes mencionado, y a partir de él establecer un sistema tridimensional de ejes mutuamente perpendiculares. De acuerdo con este criterio es que vamos a establecer el sistema de ejes siguiente: Como primer eje se toma el eje binario (que llamaremos eje 1 ó eje x). Este eje es perpendicular al eje trigonal (que llamaremos eje 3 o eje z), y finalmente el eje bisectriz (que llamaremos eje 2 o eje y), que forma con los dos anteriores una tríada derecha, con lo cual ya podemos relacionar el cristal a un sistema de tres ejes en el laboratorio.

Vamos a explicar ahora como utilizando únicamente dos muestras de un mismo cristal, podemos obtener orientándolas convenientemente los doce coeficientes del tensor galvanomagnético.

Las muestras se cortan en forma de paralelepípedos, uno a lo largo del eje binario y el otro a lo largo del eje trigonal, tal como se muestra en la figura # 1.

Utilizando la muestra # 1 se pueden medir los siguientes coeficientes: A_{44} , A_{41} , R_{231} , A_{33} , A_{31} y f_{33}^0 .

Utilizando la muestra # 2 se pueden medir los coeficientes restantes: A_{11} , A_{12} , A_{13} , A_{14} , R_{123} , y f_{11}^0 .

Vamos a establecer como convención para la orientación de las muestras que las caras del cristal perpendiculares a uno de los ejes de referencias, lleven el número correspondiente a dicho eje. Así la cara 1 será la que es perpendicular al eje 1, la cara 2 la perpendicular al eje 2, y la cara 3 la perpendicular al eje 3. (Muchos autores usan indistintamente los números de los ejes paralelos a una cara para designarla o la convención dada aquí). La dirección de la corriente se indicará con un subíndice que es el número correspondiente al eje para-

lelo a ella (por ejemplo I_3 indica que la corriente es paralela a la dirección trigonal), y la dirección del campo magnético exterior por un subíndice con el número del eje paralelo a él.

3.1.1 Muestra # 1

Para esta muestra la corriente se estableció paralela a la dirección trigonal en todos los arreglos.

a) Primer arreglo.-

Se colocan dos electrodos en la cara 1 superior y un electrodo en la cara 1 inferior, todos a lo largo de la dirección 1. La muestra se ubica en posición horizontal en el portamuestras. El campo magnético se ubica paralelo al plano 1 sobre el que puede rotar 360° . Con este arreglo y las ecuaciones (7) se obtienen los coeficientes mencionados de la siguiente manera:

$$f_{33}^0 : \quad E_{33} = f_{33}^0 J_3 \quad \vec{B} = (0,0,0)$$

Tomemos la tercera ecuación de (7)

$$f_{33}(\vec{B}) = f_{33}^0 + \Lambda_{31} B_1^2 + \Lambda_{32} B_2^2 + \Lambda_{33} B_3^2 \quad (9)$$

la cual nos dá:

$$\Delta f_{33}(\vec{B}) = f_{33}(\vec{B}) - f_{33}^0 = \Lambda_{31} B_1^2 + \Lambda_{32} B_2^2 + \Lambda_{33} B_3^2 \quad (10)$$

así se tendrá lo siguiente:

$$\Lambda_{33} : \quad \Delta f_{33}(\vec{B}) = \Lambda_{33} B_3^2 \quad \vec{B} = (0,0,B_3)$$

$$\Lambda_{31} : \quad \Delta f_{33}(\vec{B}) = \Lambda_{31} B_1^2 \quad \vec{B} = (0,B_1,0)$$

De la quinta ecuación de (7) se tiene:

$$f_{13}(\vec{B}) = f_{31}(\vec{B}) = R_{231} B_2 + 2\Lambda_{44} B_3 B_1 + 2\Lambda_{41} B_1 B_2 \quad (11)$$

de aquí se obtiene:

$$R_{231}: \quad f_{13}(\vec{B}) = \dagger B_2 R_{231} \quad \vec{B} = (0, B_2, 0)$$

Aquí se debe invertir el campo magnético y tomar el promedio de las dos medidas, debido a que podrían estar un poco desalineados los electrodos. El voltaje que se mide es V_1 ya que se toma a lo largo de la dirección paralela al eje 1.

b) Segundo arreglo.-

La muestra #1 se gira en el portamuestras un ángulo de 45° paralelamente al plano 2. En esta posición se eliminan las posibles contribuciones de R_{231} y de A_{44} colocando el campo magnético haciendo un ángulo de 45° con los ejes 1 y 3.

Así se obtiene:

$$f_{31}(\vec{B}) = f_{13}(\vec{B}) = 2A_{44} \sqrt{2}/2 B \sqrt{2}/2 B \quad \vec{B} = (\sqrt{2}/2B, 0, \sqrt{2}/2B)$$

de aquí nos queda:

$$A_{44}: \quad f_{13}(\vec{B}) = A_{44} B^2$$

c) Tercer arreglo.-

La muestra #1 se coloca en posición vertical en el portamuestras, pero ahora con los electrodos en la dirección 2. La corriente sigue a lo largo de la dirección 3 y el campo magnético está paralelo al plano 3.

Ahora hacemos uso de la cuarta ecuación de (7)

$$f_{23}(B) = R_{231} B_1 \dagger A_{41} B_1^2 - A_{41} B_2^2 \dagger 2A_{44} B_2 B_3 \quad (12)$$

De esta ecuación se obtiene:

$$A_{41} : \rho_{23}(\vec{B}) = A_{41} B_2^2 \quad \vec{B} = (0, B_2, 0)$$

Para llevar a cabo correctamente esta medición es necesario eliminar posibles contribuciones de efecto Hall, debido a un mal alineamiento de los contactos de potencial. Esto se realiza colocando el campo magnético luego de la compensación, y volviendo a corregir el cero por medio de desplazamientos convenientes de la muestra hasta lograr esto. Luego de esta operación se mide el coeficiente.

3.1.2 Muestra # 2

Para esta muestra, en todos los arreglos la corriente se establece en la dirección paralela al eje 1.

a) Primer arreglo:

La muestra se coloca en el portamuestras en posición vertical. Los electrodos se colocan paralelos al eje 2. La corriente sigue la dirección 1 y el campo magnético es paralelo al plano 1.

Con estas condiciones obtenemos:

$$\rho_{11}^0 : \quad E_{11} = \rho_{11}^0 J_1 \quad \vec{B} = (0, 0, 0)$$

De la primera ecuación de (7) se tiene:

$$\rho_{11}(\vec{B}) = \rho_{11}^0 + A_{11} B_1^2 + A_{12} B_2^2 + A_{13} B_3^2 + 2A_{14} B_2 B_3 \quad (13)$$

de aquí se obtiene:

$$\rho_{11}(\vec{B}) - \rho_{11}^0 = \Delta \rho_{11}(\vec{B}) = A_{11} B_1^2 + A_{12} B_2^2 + A_{13} B_3^2 + 2A_{14} B_2 B_3 \quad (14)$$

y de aquí:

$$A_{13} : \Delta \rho_{11}(\vec{B}) = A_{13} B_3^2 \quad \vec{B} = (0, 0, B_3)$$

Igualmente se tiene:

$$A_{12} : \Delta \rho_{11}(\vec{B}) = A_{12} B_2^2 \quad \vec{B} = (0, B_2, 0)$$

Para medir el coeficiente Λ_{14} se debe seguir un método singular y es el siguiente: Estando la muestra en posición vertical como para hacer las medidas de los dos coeficientes anteriores se coloca el campo magnético haciendo un ángulo de 45° con el eje 3 y con el eje 2, es decir $\vec{B} = (0, \sqrt{2}/2B, \sqrt{2}/2B)$ de manera que la ecuación (14) queda convertida en

$$\Delta f_{11}(\vec{B}) = 1/2 \Lambda_{12} B^2 + 1/2 \Lambda_{13} B^2 + 2\Lambda_{14} \sqrt{2}/2 B \sqrt{2}/2 B \quad (15)$$

factorizando se tendrá:

$$\Delta f_{11}(\vec{B}) = B^2/2 (\Lambda_{12} + \Lambda_{13}) + \Lambda_{14} B^2 \quad (16)$$

desplazando el campo magnético 90° en dirección al eje 3 se tendrá:

$$\vec{B}' = (0, -\sqrt{2}/2B, \sqrt{2}/2B).$$

Usando la misma ecuación (14) con esta nueva posición del campo magnético, tendremos:

$$\Delta f'_{11}(\vec{B}') = 1/2 \Lambda_{12} B^2 + 1/2 \Lambda_{13} B^2 - 2\Lambda_{14} \sqrt{2}/2 B \sqrt{2}/2 B \quad (17)$$

factorizando tendremos:

$$\Delta f'_{11}(\vec{B}') = 1/2 B^2 (\Lambda_{12} + \Lambda_{13}) - \Lambda_{14} B^2 \quad (18)$$

La semidiferencia de las ecuaciones (16) y (18) nos permite obtener el coeficiente Λ_{14} .

Es interesante añadir en este momento que la suma de las ecuaciones (16) y (18) permite obtener la suma de los coeficientes Λ_{12} y Λ_{13} ; esto tiene un interés particular por cuanto permite por medio de esta operación obtener una apreciación de las medidas anteriores de Λ_{12} y Λ_{13} pues de las mediciones de Λ_{14} se obtiene como subproducto la suma de los otros dos coeficientes. Esta comprobación fué realizada

por nosotros, tanto a alta temperatura como a baja temperatura, obteniéndose en ambos casos un buen acuerdo dentro del error experimental.

b) Segundo arreglo:

La muestra se coloca en posición horizontal en el portamuestras. Los electrodos se colocan paralelos al eje 2 y el voltaje que se mide es V_2 . La corriente sigue la dirección 1 y el campo magnético se coloca paralelo al plano 2.

Así tendremos de la sexta ecuación del sistema (7):

$$\rho_{12}(\vec{B}) = \rho_{21}(-\vec{B}) = R_{123}B_3 + 2A_{14}B_3B_1 + (A_{11} - A_{12})B_1B_2 \quad (19)$$

de la ecuación anterior se tiene:

$$R_{123}: \quad \rho_{21}(-B) = R_{123}B_3 \quad \vec{B} = (0,0,B_3)$$

Finalmente utilizando este mismo arreglo y la ecuación (14) se puede obtener el último de los coeficientes:

$$A_{11}: \quad \Delta \rho_{11}(\vec{B}) = A_{11}B_1^2 \quad \vec{B} = (B_1,0,0)$$

3.2 Preparación de muestras.-

3.2.1 Crecimiento de monocristales.-

Las muestras del Bi usadas para el presente trabajo las hemos preparado en el laboratorio a partir de un lingote de Bismuto obtenido de las minas de Cerro de Pasco, cuya pureza está garantizada en 99.999 por ciento. De este lingote se una cantidad de Bi de aproximadamente 80 gramos (esta cantidad puede ser variable dependiendo del tamaño del crisol de grafito utilizado) que se pulveriza en granos bastante gruesos, a los cuales se les lava en una solución de ácido nítrico diluido. Se debe lavar luego con agua destilada (para evitar la formación de u-

na costra blanca debido a impurezas del agua corriente) diluyendo la mezcla poco a poco hasta que no contenga nada del ácido.

El crisol en que se prepara el monocristal está construido en grafito y puede separarse en dos mitades aflojando dos tornillos que las mantienen firmemente juntas. La parte que contiene al Bi tiene una forma muy especial (ver figura # 2) para evitar la nucleación del Bi que cristaliza, lo cual hace perder al cristal la dirección de cristalización de la muestra que ha sido establecida por la semilla.

Como puede verse en la figura # 2, el crisol se compone de dos recipientes unidos por un canal estrecho. En el recipiente de la izquierda se coloca la masa de Bismuto que se va a fundir; y en el recipiente de la derecha se ubica una semilla de Bi (monocristal de Bi con la orientación apropiada para la obtención de un monocristal a lo largo de todo el crisol y cuya orientación sea la misma que la de la semilla), colocada en la entrada del canal que comunica ambos recipientes.

Previamente a la colocación del Bi y de la semilla en el crisol éste debe limpiarse de toda partícula de grasa que pueda haber adquirido por la manipulación en la fresadora en que se preparara el crisol. Para esto se coloca el crisol vacío dentro de un tubo de cuarzo en el que se mantiene el vacío por medio de una buena bomba de vacío mecánica (el vacío para que sea bueno debe ser menor de cinco militorr), y se calienta el conjunto de tubo y crisol hasta unos 1000°C, con lo que luego de unas cuantas horas de calentamiento, el crisol queda completamente limpio.

Una vez hecha esta operación se coloca el Bi en el crisol y se ubica la semilla que es mantenida a una mayor altura que la masa líquida.

da del Bismuto y parcialmente aislada térmicamente, por medio de vidrios portamuestra de microscopio, para procurar que el contacto de la masa líquida con la semilla se realice en una zona pequeña de ésta, de lo contrario se corre el peligro de fundir la semilla.

El horno para el crecimiento de este monocristal es del tipo que se utiliza para el proceso de purificación por zona fundida.

El control de la temperatura en el horno se hace por medio de un estabilizador de corriente y un variac que permite regular a voluntad la alimentación de corriente al horno.

El procedimiento a seguir para obtener un buen monocristal se puede sintetizar del modo siguiente:

- Se prepara el Bi y se coloca en el crisol de grafito (todo previamente lavado tal como se explicó antes). Se debe tener mucho cuidado en la ubicación de la semilla en su posición correcta, de otro modo no se obtiene la dirección de cristalización deseada.

- Se introduce el crisol en un tubo de cuarzo conectado a una bomba de vacío. Se pone a funcionar la bomba de vacío hasta que se extrae el aire.

- Luego se enciende el horno que está ubicado en el lado izquierdo del crisol y se deja así hasta que se disuelva toda la masa de Bismuto, pero sin que toque la semilla. Hay que observar que este horno tiene una inercia térmica bastante elevada y para que alcance el equilibrio deben transcurrir un mínimo de cuatro horas por lo menos. Si no llega a alcanzar el equilibrio térmico, se corre el peligro de fundir la semilla en el momento en que se pone en contacto la masa fundida con la semilla.

Luego de alcanzado el equilibrio térmico se desplaza el horno hasta que la masa fundida se pone en contacto con la semilla y se une a ella. Una vez logrado esto, se invierte el movimiento del horno, el que se desplaza hacia la izquierda una distancia prudencial para que el material dentro del canal se solidifique y también quede un poco del material fundido del receptáculo de la izquierda, solidificado. Una vez logrado esto hay que observar la forma de la interfase. Si la materia sólida presenta una interfase convexa, entonces la temperatura de cristalización está correcta. Si por el contrario no presenta esta convexidad, entonces la temperatura del horno está muy alta y hay que bajarla ligeramente (lo suficiente para no afectar demasiado al equilibrio térmico).

Es sumamente importante esta operación, por cuanto de la aplicación correcta de este criterio depende la obtención posterior de un buen monocristal, ya que cuando no se presenta la convexidad de la interfase sólida, se produce nucleación en los bordes del canal de comunicación, fenómeno este que produce puntos de diferente orientación de la cristalización dentro del material que se está solidificando, con lo cual lo que se obtiene es un policristal en lugar de un monocristal.

-- Una vez comprobado que la temperatura de cristalización es correcta, se traslada el horno hacia la región donde se encuentra la semilla nuevamente a una velocidad de 2 ó 3 cm./h. Aquí hay que controlar que el avance de la zona fundida no disuelva la semilla. O también puede ocurrir que la semilla no esté bien unida (lo que traería como consecuencia un mal crecimiento del cristal), entonces lo que hay que hacer es sacudir cadenciosamente el crisol hasta que se establezca

el ansiado contacto. Esta última operación debe hacerse con sumo cuidado para evitar que la semilla cambie de posición, pues de ocurrir así se perdería la orientación prefijada.

- Una vez unida la semilla con la masa líquida se invierte el sentido del desplazamiento del horno y se disminuye la velocidad a 1 cm/h.

-- Cuando se solidifica el monocristal se detiene el horno y se le apaga. La bomba de vacío debe seguir trabajando hasta que todo esté completamente frío.

- Una vez que se ha enfriado todo, se saca el crisol de dentro del tubo de cuarzo (sin cogerlo con las manos para evitar su contaminación), y se aflojan los pernos del crisol para facilitar la salida del cristal. Luego se introduce en una cubeta llena de una solución de ácido nítrico al 33%, a la vez que se frota suavemente con un algodón. El tratamiento con el ácido no debe durar más de dos minutos. Luego se va diluyendo el contenido de la cubeta agregando poco a poco agua destilada hasta que ya no queda más ácido nítrico en ella, y luego con mucho cuidado se retira el cristal de la cubeta y se seca con papel absorbente.

Es importante destacar el gran cuidado que debe ponerse al manipular el monocristal en esta y en sucesivas etapas, pues al menor golpe o tracción se producen dislocaciones que malogran el cristal, pues estas imperfecciones alteran las mediciones eléctricas.

3.2.2 Ataque con ácido (etching).-

Se ha mencionado líneas arriba que el monocristal obtenido en el crisol se debe lavar en una solución de ácido nítrico al 33%. Existe u-

na razón muy importante para hacerlo. Cuando el ácido diluido se deposita en la superficie del cristal, ataca ligeramente esa superficie disolviendo el material en las superficies que son perpendiculares a la dirección del eje trigonal, produciéndose en ellas unas cavidades microscópicas en forma de pirámides huecas de base triangular y con el vértice hacia dentro (véase la figura # 3). A estas cavidades se les llama figuras de ataque o etch pits.

Los planos interiores de las figuras de ataque, aunque no son planos binarios, interceptan a la superficie trigonal en líneas que son paralelas a las direcciones binarias y que forman las aristas de la base de la pirámide, de manera de manera que se puede usar este método de ataque con ácido para determinar el sistema de ejes del cristal (para los arreglos de las muestras tal como se ha visto antes), pues si en la figura # 3 tenemos el eje trigonal entrando en la hoja de papel, la con ve ni ón es ta bl ec ci da () para este tipo de figuras de ataque es que el eje bisectriz positivo apunte hacia el interior de la pirámide partiendo de la dirección del eje binario. Finalmente la determinación del eje binario positivo se hace automáticamente pues los tres ejes deben formar una terna derecha.

3.2.3 Orientación con un Laser.-

La operación descrita en el párrafo anterior para orientar un cristal puede hacerse si se tiene un buen microscopio que permita distinguir claramente las figuras de ataque. Sin embargo existe una forma muy sencilla de orientar la muestra sin cometer un error mayor de un grado y es usando un rayo de luz de un Laser de He-Ne. En la figura # 4 vemos el montaje para realizar la orientación con el Laser.

Se coloca una pantalla con un pequeño agujero en el centro exactamente perpendicular al rayo de luz (esto se consigue fácilmente usando la reflexión del rayo en la pantalla que debe ser paralela al rayo incidente) luego se hace pasar el rayo por el agujero de la pantalla y se intercepta dicho rayo con la cara trigonal del cristal previamente tratado con la solución de ácido nítrico. Al llegar el haz de Laser a la pirámide producida por el ácido, la luz se refleja en las caras internas de ella produciendo en la pantalla una figura en forma de estrella de tres picos, que aparecen separados 120° cuando el centro de la estrella coincide con el haz de Laser.

Con lo que se acaba de decir se ve que es una operación muy sencilla la orientación por medio del rayo del laser. La regla es la siguiente: Se usa el rayo de luz como referencia para establecer la dirección trigonal paralelamente a él tal como se ha visto antes; si se toma como eje z el rayo incidente en el cristal cualquiera de los tres haces de la estrella señalan una dirección bisectriz positiva. El eje binario positivo se adopta automáticamente perpendicular al eje bisectriz elegido y formando una terna derecha con el tercer eje.

El método anteriormente descrito permite orientar los cristales para ser cortadas las muestras, con una aproximación más que suficiente. Ya que si utilizamos un soporte goniométrico (se usó el de la máquina cortadora para este fin) y líneas de referencia en la pantalla que recibe la reflexión del rayo de luz, se obtiene una muy buena orientación del cristal y se obtiene la otra ventaja de asegurarse las direcciones de corte de las muestras perfectamente paralelas en sus caras.

No está demás insistir en el papel importantísimo que juega la colocación de la pantalla en posición perpendicular al haz del Laser, pues una desviación de unos pocos grados puede introducir errores muy grandes en la orientación de los ejes trigonal y binario. Pero esto también se resuelve con el montaje goniométrico utilizado en el presente trabajo, que nos permitió con giros de 90° y de 180° (según el caso) comprobar la correcta orientación de los ejes de referencia del cristal antes y después de ser cortado. Incluso en caso de cometerse algún error se podía corregir con el mismo goniómetro del soporte.

3.2.4 El corte de las muestras.-

El corte de las muestras se realizó con una máquina cortadora de cristales por vaivén, usando un hilo metálico de 0.008 pulgadas de diámetro impregnado de partículas de diamante. A esto se le añadió una mezcla de carborundum mezclado con glicerina y agua para darle mayor viscosidad al abrasivo. Con esta combinación se obtienen cortes limpios y rápidos.

En el proceso del corte de las muestras con esta máquina es muy importante regular correctamente la tensión del hilo, de lo contrario se corre el riesgo de desviaciones en el corte.

La muestra se sujetó al soporte del cortador por medio de esmalte de uñas.

3.2.5 Soldadura de los contactos .

Los contactos de corriente se hicieron con hilos de cobre delgados y trezados luego de eliminar el aislamiento en los extremos. Estos contactos se soldaron a la muestra haciendo uso de metal de Wood y un

cautín de calentamiento por resistencia y con alimentación regulable con un variac. Este proceder se debe al desco de proteger la muestra de Bismuto de cualquier daño producido por un calentamiento excesivo que podría derretir el extremo de ella. Por esto se trabajó en todo momento a temperatura menor que la temperatura de fusión del Bi.

Para los contactos de potencial el procedimiento es bastante diferente. La condición primordial para una medición galvanomagnética correcta es que la conexión de los contactos de potencial sea puntual. Si se usa soldadura de estaño para unir dichos contactos a la muestra, y más aún si esta soldadura es metal de Wood, se forma una protuberancia en el contacto que puede ser tan ancha como un milímetro cuadrado o más; esto evidentemente destruye la condición establecida de que el contacto debe ser puntual.

Nosotros hemos preferido utilizar un método diferente para soldar los contactos de potencial. El sistema se basa en la descarga de un condensador a través del punto de contacto entre el hilo de potencial y la muestra, esto produce una chispa en el punto de unión que funde el punto de contacto únicamente produciendo una soldadura que aunque más débil que la soldadura con metal de Wood, garantiza plenamente la condición de contacto puntual, tal como pudimos comprobar por medio de un microscopio.

El procedimiento para soldar con descarga de condensador es el siguiente: Se monta el circuito de la figura # 5. Cuando el manipulador está en la posición inicial se carga el condensador C, luego se oprime el manipulador y se produce la descarga del condensador. Esto se observa visualmente porque aparece una chispa en el punto de contacto. Luego

se comprueba si se ha establecido la soldadura por medio de descargas sucesivas. Si ya no salen más chispas, el contacto es bueno. Sin embargo no es suficiente que la conducción sea buena en el contacto sino que es importante que éste se encuentre mecánicamente bien unido a la muestra, para evitar que durante el experimento se desprenda, por eso tomamos la precaución de asegurarnos de esto por medio de un pequeño tironcito del contacto, el cual mostraba su solidez al no desprenderse. ■

El diámetro del hilo de los contactos de potencial es de 0,08 milímetros. El material de este hilo es cobre.

La técnica para soldar por medio de la descarga de un condensador, aunque es muy sencilla, requiere de experiencia y bastante pericia de parte del operador. Se basa en el hecho de que tanto en la superficie de la muestra como en la punta del contacto se deposita una capa de óxido muy delgada y que es mala conductora de la corriente. Cuando se establece una diferencia de potencial entre la punta del contacto y la muestra a través de la capa de óxido, se llega fácilmente al punto de ruptura de la capacidad dieléctrica del óxido, produciéndose una fuerte corriente instantánea que produce una chispa. Esta chispa funde una pequeñísima cantidad del contacto y de la superficie que al enfriarse instantáneamente deja bastante bien unido el alambre de cobre del contacto a la muestra produciéndose el contacto puntual.

3.3 El método de medición con C. A.-

El método de medición con C-A que hemos usado en el presente trabajo es básicamente un detector potenciométrico de cero con compensación de fas, utilizando un amplificador con detección de fase marca

PAR modelo 124 con preamplificador PAR modelo 116. La corriente en la muestra es producida por intermedio de un amplificador de audio, y se usa como oscilador el contenido en la unidad PAR, ajustado a una frecuencia de 400 Hz. La alimentación al circuito se hace por medio de un transformador, diseñado especialmente para acoplar las impedancias de los dos circuitos y evitar que el circuito de compensación se conecte a la tierra de los aparatos de medición. Es por esta razón que se usan los canales A y B del lock-in para la recepción de la señal medida.

En la figura # 6 se muestra en forma de bloques nuestro sistema básico de medición.

El circuito para la medición de los coeficientes se muestra en la figura # 7. Consiste en tres partes fundamentales: a) la alimentación de corriente a través del transformador; b) Un sistema de compensación de cero y c) Un sistema corrector de fase.

En principio el circuito corrector de fase no es necesario para llevar a cabo las medidas propuestas cuando se usa un detector de fase; sin embargo en la práctica fué necesario incluirlo dicho corrector de fase, por cuanto se tiene un desfasaje de aproximadamente 5° entre la señal a través de la muestra y la señal en el circuito de compensación. Típicamente la amplitud de esta señal es de 500 microvoltios, entonces aparece una señal no compensada de 50 microvoltios a 90° fuera de fase; y dado que nuestro amplificador Lock-in trabajando a alta sensibilidad (por ejemplo en la escala de 0.1 microvoltios) se satura con 0.3 microvoltios, entonces es necesario compensar el desfasaje inicial para poder realizar las medidas.

La disposición de los sistemas de compensación en el circuito ga rantizan que las fluctuaciones en la corriente no afectan ni a la compensación ni a la corrección de fase.

La resolución máxima de nuestro instrumento de medición es de un nanovoltio con un ruido de fondo de 10 nanovoltios, trabajando con una constante de tiempo de 0.3 segundos.

La resistencia de 50 miliohms ubicada cerca de la muestra ha sido puesta para alinear el circuito compensador cuando se mide magnetorresistividad y ha sido elegida suficientemente grande respecto a la resistencia de la muestra, como para que los cambios en la resistencia de la muestra por acción del campo magnético aplicado, no afecten la alimentación del circuito de compensación.

La corriente se ha medido por medio de un voltímetro digital mar ca Keithley modelo 190 que da lecturas con cinco cifras decimales en la escala de un voltio, con un error de \pm (0.3% \pm 0.0006 V) a través de una resistencia de 0.04 Ohms medida con una precisión de 0.1 %.

3.4 El montaje de la muestra,-

El portamuestras fue construido de manera de tener suficiente rigidez para proteger la muestra contra posibles accidentes y a la vez con suficiente versatilidad como para tener fácil acceso a ella, ya que como se ha visto en acápites anteriores el uso de solamente dos muestras implica constantes cambios en la posición de la misma. Así se tiene que básicamente el portamuestras es un tubo de bronce (por el que van a ir los conductores de corriente y los hilos de potencial) que puede sujetarse en su parte superior. En la parte inferior lleva un semicilindro

de cobre mas ancho en el cual se sujeta la muestra pegándola con esmalte de uñas [⌘].

Antes de pegar la muestra en el soporte se coloca una capa muy delgada de mica para evitar el contacto directo de la muestra con el cobre del soporte, de manera de tener la muestra bien aislada del soporte metálico.

Finalmente el semicilindro de cobre se cubre con una caperuza de bronce para evitar cualquier contacto con el nitrógeno líquido cuando se trabaja a baja temperatura y también fluctuaciones térmicas por corrientes de aire cuando se trabaja a temperatura ambiente. También es una protección adicional de la muestra contra accidentes.

El soporte de la muestra con la caperuza van dentro de un dewar muy estrecho que sirve para contener el nitrógeno líquido. Este montaje permite introducir la muestra entre las bobinas de un electroiman que puede girar 360° en el plano perpendicular al soporte de la muestra.

El diseño de este soporte se hizo de esta forma para tener además la facilidad de poder desviar la muestra uno o varios grados para hacer correcciones o comprobaciones en la correcta orientación de la muestra.

El esmalte de uñas resultó un excelente medio para pegar las muestras por cuanto las sujeta muy bien, contribuye al aislamiento eléctrico, no produce desviación apreciable de la muestra respecto al plano del soporte (ya que la película que oficia de pegamento es muy delgada y bastante uniforme en toda su extensión a lo largo de la muestra). Además tiene la ventaja adicional de que es muy fácil de despegar la muestra aplicando una pequeña cantidad de acetona. Este mismo esmalte fue utilizado para sujetar el cristal en el cortador, con las mismas ventajas apuntadas antes.

3.5 Maniobras experimentales.-

La corriente que pasa por la muestra se midió en forma indirecta es decir se coloca una resistencia de 0.04 Ohms en el circuito y se mide la caída de potencial a través de ella. De este mismo modo se mide la corriente que pasa por las bobinas de Helmholtz usadas para producir el campo magnético externo con valores menores de 200 gauss. En ambos casos se mide la caída de potencial con un voltímetro digital.

La orientación de la muestra dentro del campo se hace a ojo inicialmente tratando de ubicarla lo mejor posible entre las bobinas, luego en el momento de realizar las medidas se puede hacer un ajuste más fino de la orientación de los ejes de la muestra respecto a la dirección del campo magnético haciendo uso de los diagramas de rotación de la referencia (4); en esos diagramas se establece la relación simetría del efecto con respecto a los ejes cristalográficos. Teniendo presente esto se puede ajustar muy bien la posición de la muestra respecto al plano horizontal.

En las mediciones de los coeficientes de magnetorresistencia es necesario tomar las medidas con el campo magnético en un sentido y luego con el campo magnético en sentido opuesto. Esto se hace porque si los contactos de potencial no se encuentran perfectamente bien alineados, entonces se puede tener una contribución del efecto Hall en la medida de los otros coeficientes. Como el efecto Hall es varios órdenes de magnitud más grande que la magnetorresistencia, el error en la lectura puede ser bastante grande.

La operación de invertir el campo magnético tiene la virtud

invertir el signo del efecto Hall (ya que depende linealmente con el valor del campo magnético), de modo que tomando el promedio de las lecturas con campo normal y campo invertido se elimina la contribución del efecto Hall.

5.6 Medición del coeficiente R_{123} .

Cuando se quiere medir el coeficiente R_{123} se presenta un problema y es la posible superposición de una contribución del coeficiente R_{231} en la lectura del coeficiente R_{123} . Esto puede ocurrir debido a un desalineamiento en la posición de los contactos de potencial respecto a su ubicación en el plano 3, y a la presencia de una componente del campo magnético en la dirección 2. Este hecho trae como consecuencia que en el momento de medir el voltaje de Hall en la dirección 2 lo que se mide en realidad es la suma de este voltaje y una contribución del voltaje de Hall en la dirección 3. Ahora bien si tenemos una contribución del campo magnético en la dirección 2 (aunque sea muy pequeña) y dado que $|R_{231}| \gg |R_{123}|$, entonces la lectura obtenida no corresponde al coeficiente deseado, sino a la superposición de las dos contribuciones. Todo esto que se acaba de explicar se puede entender muy bien observando las dos ecuaciones últimas de (7) en las que se pone de manifiesto la existencia de ambas contribuciones.

Este problema se puede evitar poniendo el máximo cuidado en el alineamiento de los contactos de potencial. Nosotros lo hicimos así utilizando para este fin una lupa binocular y un micromanipulador como ayudas para ubicar el contacto en el lugar correspondiente. Sin embargo a pesar de tener la seguridad de un alineamiento casi perfecto, creí

nos necesario comprobarlo midiendo la posible contribución de R_{231} en caso de desalineamiento. Para esto se le desvió unos 2° al campo magnético en la dirección 2, para tener una componente más fuerte en esa dirección y se midió la contribución de R_{231} debido a este desplazamiento angular respecto de su paralelismo con el eje trigonal. La contribución medida fué de 20 nanovoltios en 250 nanovoltios a temperatura ambiente y de 40 nanovoltios en 560 nanovoltios a temperatura del nitrógeno líquido, lo cual indica que la alineación de los contactos es muy buena y que el error producido por una contribución de área al voltaje de Hall debida al coeficiente R_{231} , es menor que un 10%.

3.7 Calibración del campo magnético.-

Para calibrar las bobinas de Helmholtz del campo magnético se ha hecho uso de un magnetómetro y la resonancia magnética de spin electrónico en DPPH.

El valor de la constante de calibración es de 36.5 Gauss/ Amp.

Las bobinas de Helmholtz se usaron para tener campos magnéticos entre 10 y 160 Gauss. Para campos magnéticos más elevados (que son necesarios para algunos coeficientes) se usó un electroimán Varian 3605.

3.8 Dimensiones de las muestras.-

Ya se ha dicho que las muestras utilizadas tienen forma de paralelepípedos de caras muy paralelas y bien definidas. Por eso no hay ninguna dificultad en dar sus dimensiones, que han sido obtenidas por medio de un micrómetro óptico de uso corriente en el laboratorio, y con el que además se pudo comprobar el paralelismo de las caras de las muestras utilizadas.

a) Muestra # 1:

Cara 1: 0,2640 cm

Cara 2: 0.3387 cm

Distancia entre electrodos: $L = 0.3907$ cm

Largo de la muestra: 1.2 cm.

b) Muestra # 2:

Cara 2: 0,208 cm.

Cara 3: 0,350 cm.

Distancia entre electrodos: $L = 0.3407$ cm.

Largo de la muestra: 1.5 cm.

IV.- RESULTADOS.-

Han sido obtenidos los coeficientes galvanomagnéticos del Bismuto tanto a temperatura ambiente como a temperatura del nitrógeno líquido.

En la Tabla # 1 se consignan los valores de todos estos coeficientes a las dos temperaturas y además se han puesto los valores de otros dos autores como comparación.

Al analizar la tabla # 1 hay que hacer notar que luego de tomar el valor del coeficiente A_{12} a temperatura ambiente, se aumentó la corriente al doble de su valor para observar el efecto de la corriente en la medida de este coeficiente, lamentablemente por una inesperada casualidad el sistema entró en resonancia eléctrica produciéndose una fuerte vibración en los hilos de corriente. Esto nos hace sospechar que la vibración pudo introducir dislocaciones en la muestra. (Se sabe que las dislocaciones no afectan mucho el valor de los coeficientes a temperatura ambiente pero a bajas temperaturas si lo afectan). En cierta forma se puede decir que se ha confirmado nuestra sospecha, porque los únicos coeficientes que se midieron con esta muestra luego del accidente antes mencionado, fueron A_{12} , A_{11} , \int_{11}^0 y R_{123} . Coincidentemente estos dos coeficientes son los únicos que acusan una marcada discrepancia con los valores obtenidos por Michenaud a esta misma temperatura, tal como puede verse en esta misma tabla. En cambio con otros coeficientes la discrepancia es bastante pequeña y parece deberse a la presencia de efectos galvanotermomagnéticos.

4.1 Errores .-

Los errores relativos en la medición se obtienen de la suma de los errores relativos de los factores que intervienen en el cálculo de cada coeficiente.

El error relativo en la medición de las resistividades es del orden del 4% para ambas temperaturas.

El error relativo en la medición del coeficiente R_{231} es del orden del 8 % para ambas temperaturas.

El error relativo en la medición del coeficiente R_{123} es del orden del 20 % a temperatura ambiente y del orden del 15% a baja temperatura.

Los errores relativos en la medición de los coeficientes de magnetorresistencia fluctúan entre el 10 % y el 15 % a baja y alta temperaturas respectivamente.

	PRESENTE TRABAJO método C-A (1977)		ABELES y MEIBCCN ⁽²⁾ método C-A (1956)		MICHENAUD ⁽⁵⁾ método C-D (1970)	
	300°K	77°K	300°K	80°K	300°K	77°K
ρ_{11}^0 *	11.1 \pm 4 %	5.2 \pm 4%	13.1	4.0	11.2	3.2
ρ_{33}^0	13.9 \pm 4 %	3.5 \pm 4%	17.6	4.1	13.4	3.6
A_{11} *	1.02 \pm 15%	36.8 \pm 10%	0.78	290	0.7	133
A_{12} *	1.5 \pm 15%	206 \pm 10%	1.3	450	1.6	160
A_{13}	0.25 \pm 15%	24.5 \pm 10%	0.27	80	0.33	35.5
A_{14}	0.19 \pm 15%	29.3 \pm 10%	---	---	0.35	34
A_{31}	1.74 \pm 15%	153. \pm 10%	1.3	330	2.4	160
A_{33}	0.13 \pm 15%	12.4 \pm 10%	0.1	30	0.14	12.2
A_{41}	0.30 \pm 15%	25.4 \pm 10%	---	---	0.25	20
A_{44}	-0.18 \pm 15%	-11.6 \pm 10%	---	---	-0.19	-13.0
R_{231}	1.49 \pm 8 %	10.1 \pm 10%	1.5	9.3	1.47	10.6
R_{123} *	- 0.066	- 0.27	0.19	---	-0.043	- 0.21

* Valores tomados después de que la muestra sufriera daños mecánicos debido a un accidente.

TABLA # 1 : Coeficientes del tensor galvanomagnético a temperatura ambiente y temperatura del nitrógeno líquido obtenidos en el presente trabajo y comparación con los mismos coeficientes obtenidos por otros métodos.

El coeficiente R_{123} no incluye el error relativo por falta de espacio pero es de 20 % a temperatura ambiente y 15% a temperatura del nitrógeno líquido.

Unidades: ρ : $10^{-5} \Omega - \text{cm}$; R : $10^{-8} \Omega - \text{cm} - \text{G}^{-1}$; A : $10^{-12} \Omega - \text{cm} - \text{G}^{-2}$

V.- CONCLUSIONES.-

En la tabla # 1 se encuentran los valores de los coeficientes del tensor galvanomagnético obtenidos en el presente trabajo y los valores de esos mismos coeficientes obtenidos a las mismas temperaturas por otros autores, utilizando otros métodos de medición diferentes al nuestro. Si se comparan los valores dados en la tabla para los tres métodos se puede ver que existe bastante acuerdo entre los valores obtenidos en nuestro trabajo y los valores obtenidos por Michenaud. Sin embargo hay que anotar que existe una diferencia bastante sistemática entre los valores de Michenaud y los nuestros que casi siempre son menores. Esto podría deberse a la presencia de contribuciones de los efectos galvanotermomagnéticos en el método de C-D, y que en nuestro trabajo no aparecen debido a que hemos usado un método de C-A.

También podemos anotar que la calidad de nuestras muestras (en cuanto a daños o dislocaciones se refiere), está garantizada por el modo en que se han preparado. En cambio desconfiamos del método de preparación por clivaje, que puede introducir daños que no aparecen superficialmente y que son muy importantes en las medidas en Bismuto.

Siguiendo la comparación con los trabajos de otros, podemos decir que nuestro sistema posee una resolución de hasta 1 nanovoltio que es superior a la de los otros métodos. Por otro lado la medición de los valores de R_{123} es sencilla con nuestro sistema, en cambio parece más complicada con otros métodos. Puede decirse además que la posibilidad de tomar medidas a campos tan bajos como 10 Gauss, nos evita tener que extrapolar gráficamente. En conclusión nuestro método de medición ha resultado probadamente satisfactorio.

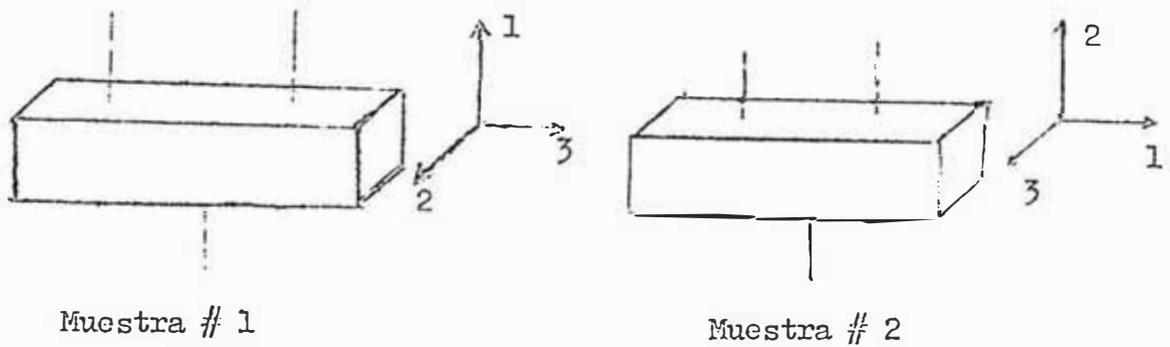
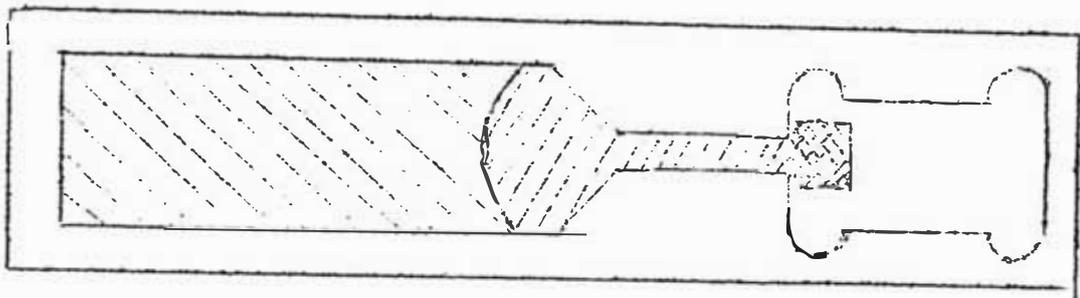


Figura # 1: Muestras utilizadas en la medición de los coeficientes. Se ven los ejes con las posiciones de los contactos de potencial en cada muestra.



-  Material sólido
-  Material líquido
-  Senilla
-  Grafito

Figura # 2: Aquí se muestra el crisol de grafito en el que se hizo el crecimiento de los monocristales.

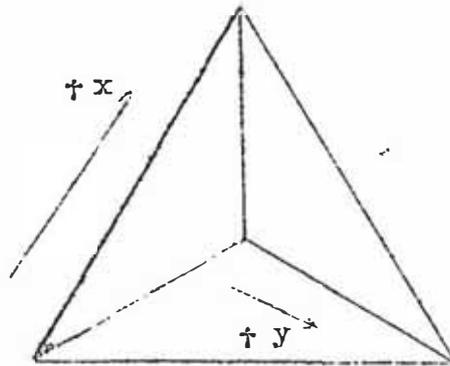


Figura # 3: Figura de ataque sobre la cara trigonal (cara 3); se muestra la convención de las direcciones de los ejes. El eje trigonal se tona entrando al papel.

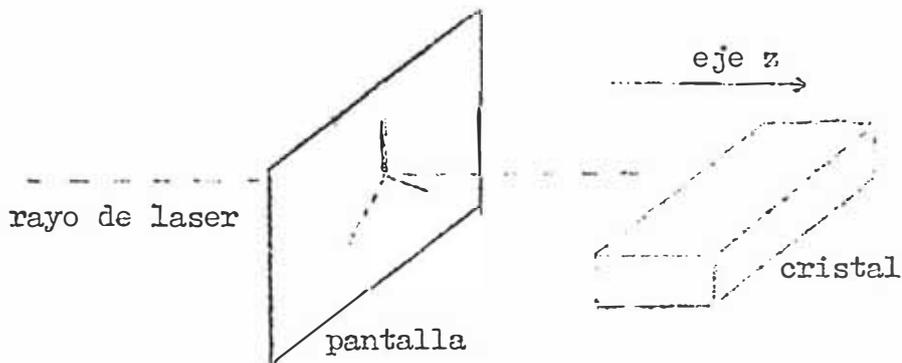


Figura # 4: En esta figura se muestra la forma en que se orientó el cristal tomando como referencia la dirección del rayo del Laser. Sobre la pantalla se puede ver la estrella de tres picos que se forma por la reflexión de la luz en una figura de ataque del cristal. Si el centro de la estrella pasa por el agujero por donde la luz atraviesa la pantalla entonces el eje trigonal coincide con el rayo de luz.

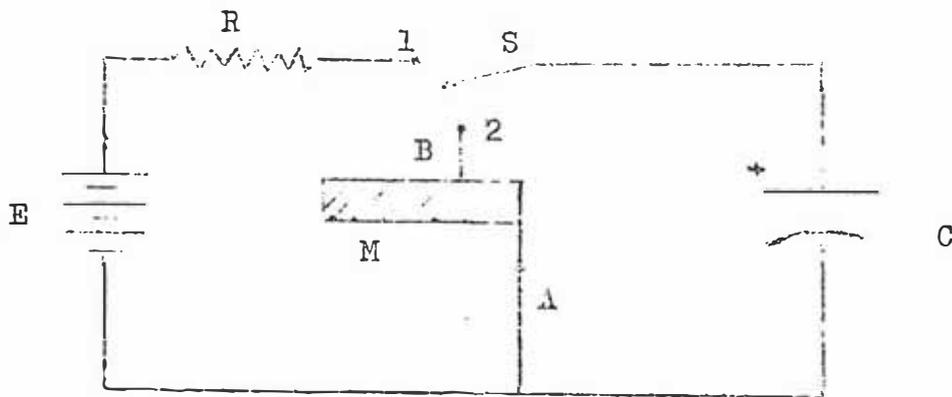


Figura # 5: Aquí se muestra el diagrama del circuito para soldar los contactos de potencial por medio de la descarga de un condensador.

E = Eliminator de Batería (14 voltios aproximadamente)

R = Resistencia de 100 Ohmios.

C = Condensador electrolítico de 47 microfaradios.

S = Manipulador de telegrafía.

M = Muestra de Bismuto.

B = Borne de potencial a soldarse.

A = Contacto de corriente soldado.

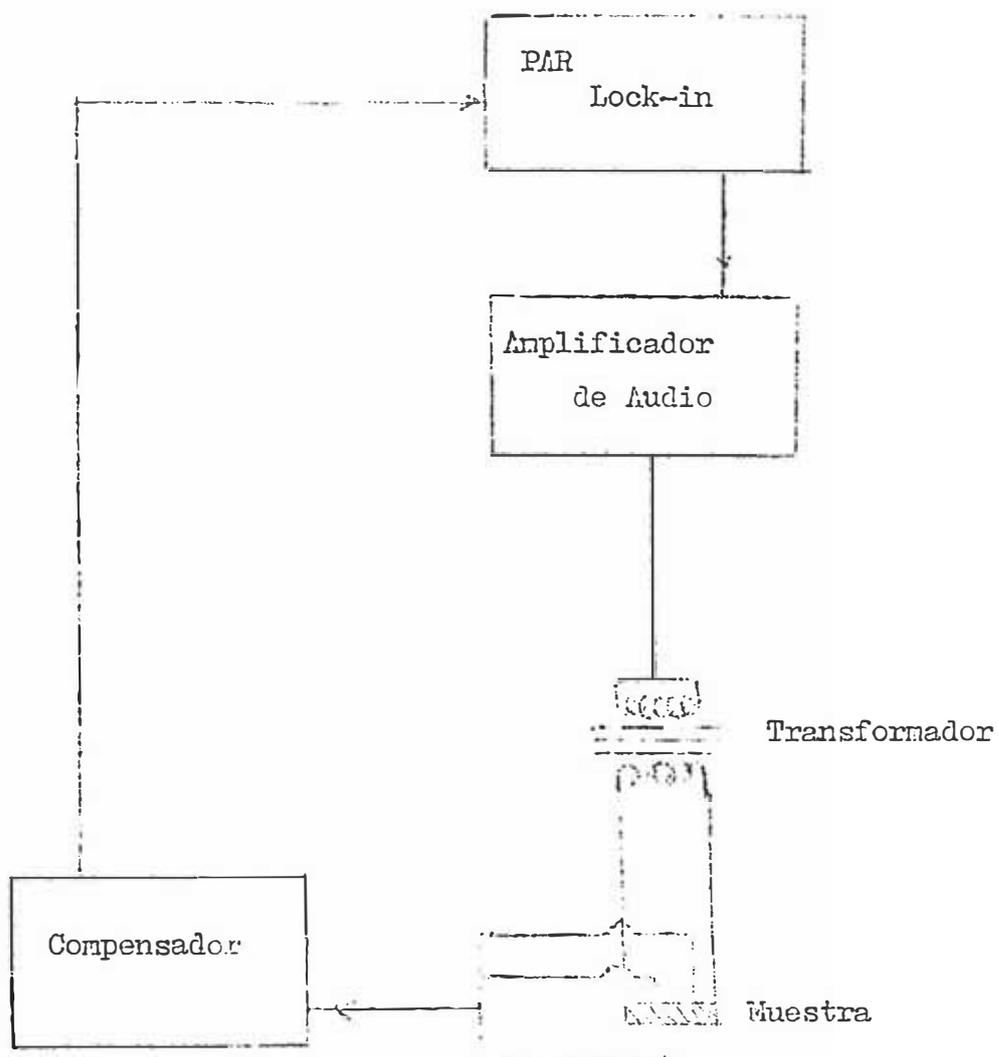


Figura # 6: Diagrama de bloques del circuito de medición utilizado.

Voltímetro
Digital

Amplificador
de Audio

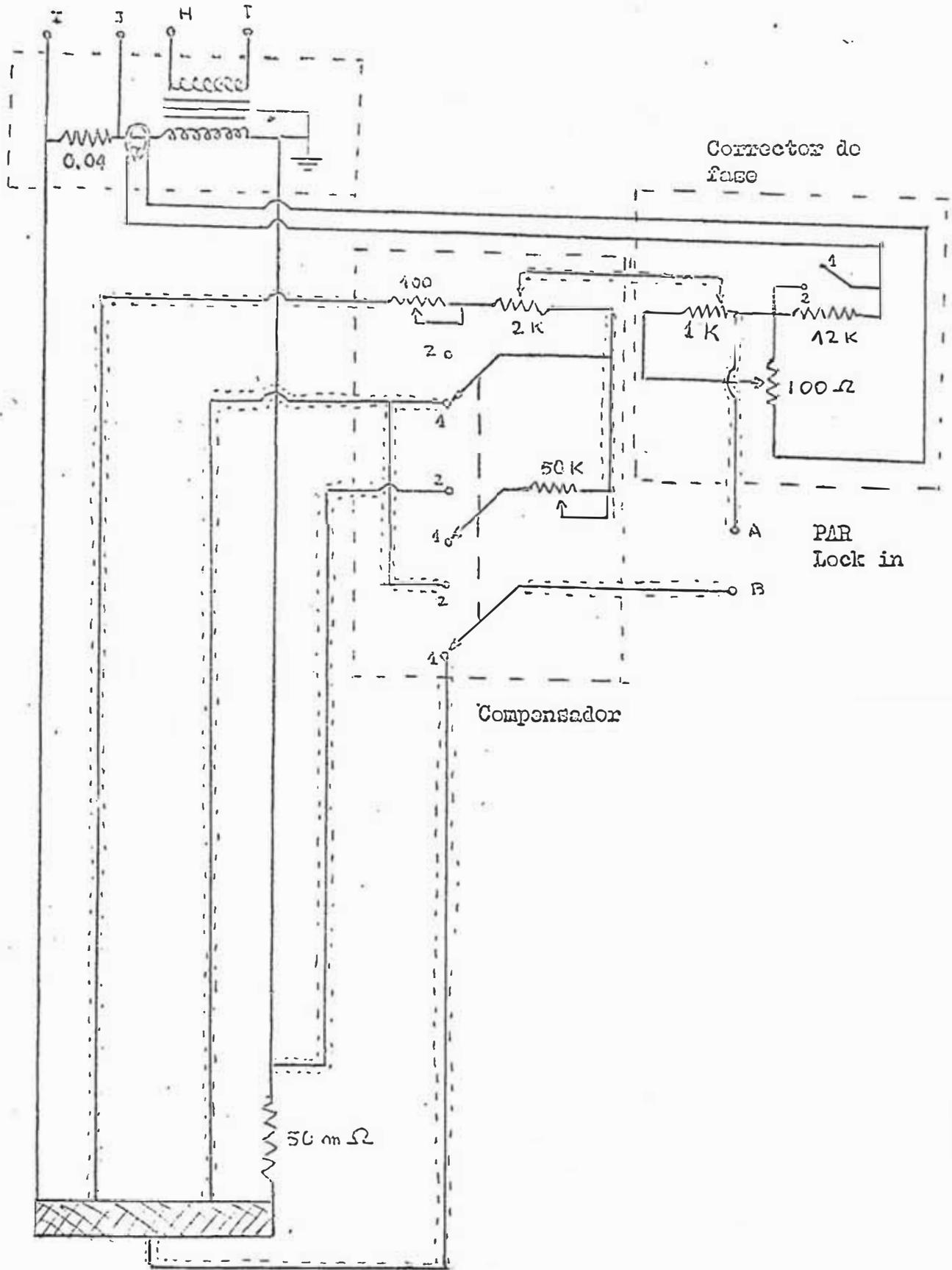


Figura # 7: Diagrama del circuito. Posición 1: Efecto Hall
Posición 2: Magneto-Resistividad

B I B L I O G R A F I A

- (1) Verán H., Tesis Ph. D. Maryland 1975
- (2) Abeles B., Meiboon S.; Phys. Rev. 101 544 (1956)
- (3) Okada T.; J. Phys. Soc Japan 12 1327 (1957)
- (4) Zitter R.; Phys. Rev. 127 1471 (1962)
- (5) Michenaud J.; Tesis Doctoral (1970)
- (6) Michenaud J, Issi J.; J. Phys. C. Sol Sta. Phys. 5 3061. (1972)
- (7) Alkgöz Y. Farley J. Saunders G., J. Mater. Sci. 7 (1972)
- (8) Abeles B., Meiboon S. Phys. Rev. 79 32 (1950)
- (9) Hartman R., Phys. Rev. 181 1070 (1969)
- (10) Oktü O., Saunders G. Proc. Phys. Soc. 91 156 (1967)
- (11) Beer A., Galvanomagnetic Effects in Semiconductors. Solid State Phys
 Supplement 4. Accad. Press. London 1963
- (12) Donoghue J, Earthy W., Rev. Sci. Inst. 22 513 (1951)
- (13) Juretscheke H., Act. Cryst. 8 716 (1955)
- (14) Brown R. D. Hartman R., Koenig S., Phys. Rev. 172 598 (1968)
- (15) Dauphinee T., Mooser E. Rev. Sci. Inst. 26 660 (1955)