Classification
Physics Abstracts
07.50 — 72.15G

Appareil de mesure d'effet Hall en alternatif. Application MoTe₂ monocristallin

D. Ramoul, A. Conan

Laboratoire de Physique des Matériaux et Composants de l'Electronique,
2, rue de la Houssinière, 44072 Nantes Cedex, France

et M. Zoaeter

Université Libanaise, Faculté des Sciences, Hadeth, Liban

(Reçu le 14 septembre 1981, révisé le 13 novembre 1981, accepté le 23 novembre 1981)

Résumé. — Un appareil de mesure d'effet Hall par la méthode double alternative a été réalisé au laboratoire. Le montage utilise un oscillateur pilote commun aux sources produisant, d'une part le courant électrique et, d'autre part, le champ magnétique dans un électro-aimant placé à l'intérieur du cryostat. On obtient une résolution élevée (de l'ordre de 10 nV) sur des échantillons fortement résistifs. Des mesures sur MoTe₂ monocristallin montrent une bonne linéarité courant-champ et mettent en évidence le type p du semi-conducteur.

Abstract. — A double AC method for measuring the Hall voltage is described. A single pilot oscillator is used to produce the electric current and the magnetic field. The sample is placed in an electromagnet built inside the cryostat. Hall voltage of some 10 nV can be detected. Measurements performed on MoTe₂ show good linearity between the AC current and the magnetic field and put into evidence that MoTe₂ behaves as a p type semiconductor.

1. **Introduction.** — La méthode de mesure d'effet Hall en alternatif s'est révélée beaucoup plus précise et a permis d'atteindre une sensibilité plus élevée par rapport aux méthodes plus anciennes en continu. Les méthodes combinées alternatif-continu [1, 2] et quelques modifications de ces dernières [3, 4] ont permis d'augmenter la sensibilité mais elles ont posé des problèmes électriques nouveaux. Pour un fort rapport signal-bruit, il est avantageux d'utiliser la double méthode alternative qui s'est développée au cours de ces dernières années et plusieurs montages ont été réalisés. Ces derniers sont très différents par leur conception. Les premiers auteurs [5-8] obtenaient un champ magnétique alternatif dans l'échantillon en le faisant tourner, ce qui entraîne des problèmes mécaniques (contacts glissants) difficiles à résoudre. Plus récemment, Altwein *et al.* [10] ont amélioré le dispositif de Lupu *et al.* [9] en plaçant l'électro-aimant dans un cryostat permettant ainsi de travailler à des fréquences plus élevées et à des puissances électriques plus faibles.

L'appareillage que nous décrivons possède un grand nombre de particularités qui lui confèrent une certaine originalité par rapport aux montages existants :

— Emploi d'un oscillateur pilote commun aux deux sources produisant le champ magnétique et le courant électrique, ce qui évite les dérives de fréquences relatives aux sources indépendantes.

— Production du champ magnétique et du courant électrique par un signal sinusoïdal synthétisé numériquement. La distorsion est ainsi inférieure à 0,1 %.

— Le signal de référence est obtenu par multiplication de deux signaux synchrones du champ magnétique et du courant électrique. Le signal à la fréquence différence est extrait par une boucle d'asservissement de phase (PLL) numérique placée à la sortie du multiplieur, ce qui présente de nombreux avantages par rapport aux filtres. Le risque d'oscillation est nul et le réglage de la bande passante est simplifié. De plus, la variation de la phase du signal de référence est pratiquement nulle.

— Utilisation d'un déphaseur à correction automatique.

— La valeur réelle du signal est affichée par le détecteur synchrone.

— Amplification de la tension de Hall par un

Fig. 1. — Schéma-bloc du circuit. 1 : oscillateur pilote; 2 : diviseur de fréquence; 3 : synthétiseur de sinusoïde; 4 : multiplieur; 5 : source de courant; 6 : boucle d'asservissement de phase (PLL); 7 : amplificateur de puissance; 8 : échantillon; 9 : amplificateur différentiel; 10 : filtre passe-bande; 11 : détecteur synchrone; G : gain.

[Block diagram of the circuit. 1 : pilot-oscillator; 2 : frequency divisor; 3 : sinusoidal-synthesizer; 4 : multiplier; 5 : current generator; 6 : PLL; 7 : power-amplifier; 8 : sample; 9 : differential amplifier; 10 : bandpass filter; 11 : lock-in amplifier; G : gain.]

montage classique mais utilisant des amplificateurs (BI-FET) très peu bruyants. La résolution est de l'ordre de 10 nV à la fréquence de détection.

2. Description des circuits. — Le schéma-bloc du montage est donné sur la figure 1. Les diverses parties de l'appareillage sont détaillées dans les paragraphes suivants.

2.1 LES GÉNÉRATEURS. — Le schéma synoptique du montage est représenté sur la figure 2. Il est identique pour les deux sources qui produisent le champ magnétique et le courant électrique. Il se compose :

- D'un oscillateur pilote à quartz (TCXO) de fréquence nominale $F = 5\text{ MHz}$. Cet oscillateur est très stable car sa conception permet de minimiser toutes les dérives de fréquence en fonction de la température.

- De deux circuits intégrés identiques (MC 14569) qui sont des compteurs programmables en technologie C MOS. Il assure la division en fréquence du signal issu de l'oscillateur. La fréquence du signal à la sortie des deux diviseurs est F/N où N est un nombre programmable compris entre 4 et $(256)^2$;

- D'un synthétiseur digital du signal sinusoïdal. C'est un ensemble de 5 bascules D constituant un compteur en anneau. Les cinq bascules ont le même signal d'horloge $5\text{ MHz}/N$. Elles ont donc à leurs sorties respectives des signaux de même fréquence $5\text{ MHz}/10N$, mais décalés dans le temps. Quatre des sorties du compteur sont additionnées au moyen d'un réseau sommateur de résistances. On obtient alors approximativement une sinusoïde. Ce signal est enfin lissé par un filtre passe-bas du 2^e ordre. La fréquence de la sinusoïde obtenue est le $1/10^{\text{e}}$ de la fréquence d'horloge. En conséquence, les harmoniques à considérer dans le signal (avant filtrage) sont les 9^e, 11^e, 18^e, 21^e, ..., etc. Ils sont donc facilement éliminés par le filtre. De plus, la sinusoïde étant engendrée numériquement, elle ne contient donc pas d'harmoniques pairs. La qualité du signal est très bonne. La distorsion est inférieure à 0,1 %.

2.2 LE CHAMP MAGNÉTIQUE. — Le champ magnétique est produit par un électro-aimant placé à l'intérieur du cryostat car cette disposition permet de minimiser les pertes et d'obtenir des champs intenses à fréquence élevée [10].

Cet électro-aimant est constitué d'une bobine à noyau de ferrite (du type 3 C 8) où est taillé un entrefer de 2 mm dans lequel sera placé l'échantillon à mesurer. Le type de ferrite utilisée est prévu pour fonctionner à des fréquences élevées (allant jusqu'à 50 kHz); le meilleur rendement est obtenu à des fréquences voisines de 6 kHz. Toutefois, les essais effectués au laboratoire et à la fréquence de travail (1 086 Hz), montrent que les résultats sont satisfaisants et que le champ magnétique peut être approximé par $\vec{B} = \mu_0 \frac{NI}{e}$ avec une erreur inférieure à 0,1 %.

Fig. 2. — Source.

[Supply.]

Fig. 3. — Alimentation de la bobine.

[Power-supply of the magnet.]

μ_0 = perméabilité de la ferrite ($> 20\,000$)

N = nombre de spires (= 180),

I = courant dans la bobine,

e = épaisseur de l'entrefer (= 2 mm).

Afin de disposer du maximum de puissance, nous avons placé un condensateur de capacité variable en série avec la bobine. L'ensemble est attaqué par un amplificateur de puissance (Fig. 3) dont les caractéristiques sont résumées ci-dessous :

Puissance disponible entre 0 et 30 kHz : 60 W.

Courant de sortie (crête) : 7 A.

Taux de distorsion : très faible.

Alimentation : ± 30 V.

A température ambiante, nous avons obtenu des champs de l'ordre de $0,4 \text{ Wb/m}^2$ à des fréquences pouvant aller jusqu'à 2 kHz. A basse température, des champs plus importants peuvent être produits.

2.3 LA SOURCE DE COURANT. — Le montage permet d'alimenter l'échantillon soit en courant, soit en tension. La source de tension est plus facile à mettre en œuvre mais nécessite une mesure supplémentaire du courant pour chaque mesure de la tension de Hall. Elle est cependant utilisée pour les échantillons très résistifs ($R > 10 \text{ M}\Omega$). L'utilisation d'une source à courant permet d'éliminer l'influence de la magnéto-résistance. Par contre, pour des échantillons dont la résistance varie rapidement avec la température, il est préférable d'utiliser une source de tension car la tension de désalignement varie de la même façon que la résistance de l'échantillon.

3. Circuits de mesure. — La tension de Hall est mesurée à l'aide d'un détecteur synchrone. Il est donc nécessaire de disposer d'un signal de référence dont la phase et la fréquence sont identiques à celles de la tension de Hall.

3.1 SIGNAL DE RÉFÉRENCE. — La tension de Hall est proportionnelle au produit du champ magnétique de fréquence F_m et du courant électrique de fréquence F_c . Sa fréquence est donc $|F_c \pm F_m|$. Le signal de référence est obtenu en attaquant un multiplieur analogique par les deux tensions synchrones du champ magnétique et du courant électrique issues des diviseurs de fréquence. A la sortie du multiplieur, des

Fig. 4. — Tension de référence. 1 : multiplieur ; 2 : comparateur de phase ; 3 : filtre ; 4 : oscillateur contrôlé en tension.

[Reference-voltage supply. 1 : multiplier ; 2 : phase-comparator ; 3 : filter ; 4 : voltage controlled oscillator.]

signaux de fréquences F_c , F_m , $F_c + F_m$, $|F_c - F_m|$, seule la composante à la fréquence différence est extraite par une boucle d'asservissement de phase (PLL) (Fig. 4).

Le choix de la fréquence somme, également possible, a été écarté du fait que s'il existe une forte tension de désalignement, la suppression des signaux d'interférence est d'autant meilleure que le rapport des fréquences des tensions d'interférence et du signal de Hall est plus élevé.

Le schéma de principe d'une boucle d'asservissement de phase comporte trois éléments :

- un comparateur de phase dont le signal de sortie est fonction de la différence de phase entre les deux signaux d'entrée (y_{e1} et y_{s2}),
- un filtre de boucle passe-bas,
- un oscillateur local (VCO), asservi, dont la fréquence est proportionnelle à la tension issue du filtre de boucle.

L'oscillateur local reste asservi au signal d'entrée dans une plage de fréquence réglable que l'on appelle plage d'accrochage.

Dans cette plage, toute variation de la fréquence ou de la phase du signal d'entrée y_e provoque instantanément une variation de la tension u_1 .

Après le filtrage, la variation de u_2 entraîne une modification de la fréquence de y_s de manière à ce que cette fréquence devienne égale à celle de y_e .

Il faut remarquer que l'oscillateur local ne suit le signal d'entrée que pour une plage de fréquence (plage d'accrochage) inférieure à la plage de décrochage.

Le circuit intégré MC 14046 en technologie C MOS est celui qui a été employé. La raison principale qui a guidé notre choix est la nature de comparateur de phase ; c'est un circuit logique réalisant la fonction OU exclusif. A la sortie du comparateur le signal est digital, ce qui assure un très bon comportement en présence de bruit et un risque d'oscillation nulle.

Le condensateur C_1 et les résistances R_1 et R_2 servent à fixer la fréquence centrale du VCO.

La plage d'accrochage est fixée par le filtre de boucle (passe-bas).

Le signal V_{ref} est le signal de référence. Sa fréquence est $|F_c - F_m|$. Les signaux d'attaque du multiplieur seront pris au point Q_5 de la dernière bascule D (cf. Fig. 2) afin de ne pas perturber les sources.

3.2 AMPLIFICATEUR DE LA TENSION DE HALL. — Le signal de Hall peut être très faible (de l'ordre du micro-volt pour nos échantillons à la température ambiante); il est donc nécessaire de l'amplifier.

Néanmoins, sur les électrodes pour la prise de tension de Hall, on trouve aussi des tensions d'amplitude assez importantes et qui sont dues essentiellement aux désalignements des électrodes et au couplage bobine-échantillon; ces tensions indésirables peuvent saturer le détecteur synchrone. Ce problème est résolu par l'utilisation d'un amplificateur différentiel suivi d'un filtre d'ordre 2. Un schéma synoptique est donné en figure 5. C'est un montage classique mais il utilise des amplificateurs opérationnels très performants et très peu bruyants. Les performances de cet amplificateur sont les suivantes :

gain : programmable de 1 à 1 000.

Impédance d'entrée différentielle : $10^{12} \Omega$.

Impédance d'entrée du mode commun : $10^{12} \Omega$.

Distorsion : 0,01 %.

Réjection du mode commun : 120 dB.

Courant d'entrée : 1 pA;

Bruit à l'entrée pour une fréquence de 100 Hz avec une résistance de source $R_s = 10 \text{ k}\Omega$: $55 \text{ nV}/\sqrt{\text{Hz}}$.

L'influence des parasites de la capacité des câbles de liaison est compensée par l'adjonction d'un circuit de garde actif. Ce circuit est constitué de l'amplificateur opérationnel LM 310.

L'amplificateur décrit utilisé avec le détecteur synchrone (ORTHOLOC SC 9505) dont la sensibilité est de $0,2 \mu\text{V}$ nous permet de mesurer des tensions de l'ordre de $0,2 \text{ nV}$.

La tension équivalente du bruit à l'entrée est estimée (d'après les paramètres donnés par le constructeur) à 1 nV à la fréquence de détection (132 Hz).

La tension de Hall la plus faible qui sera mesurable est donc de l'ordre de 10 nV .

Si le courant alimentant l'échantillon développe à ses bornes une tension $V_{\text{éch}} = 10 \text{ V}$ pour un rapport entre la longueur (L) et la largeur (I) de l'échantillon

de l'ordre de 4 et un champ magnétique B de $0,4 \text{ Wb/m}^2$, la plus petite mobilité détectable est :

$$\mu_{\min} = \frac{V_H L}{V_{\text{éch}} I B} = 10^{-8} \text{ m}^2 \text{ s}^{-1} \text{ V}^{-1}.$$

4. Résultats expérimentaux. — **4.1 CONDITIONS EXPÉRIMENTALES.** — Des mesures d'effet Hall ont été faites sur des échantillons MoTe_2 monocristallin dans la gamme de température 80 à 500 K.

Les fréquences du champ magnétique et du courant électrique sont respectivement de $F_B = 1\,086 \text{ Hz}$ et $F_C = 1\,218 \text{ Hz}$. La tension de Hall est donc détectée à la fréquence $F_{\text{réf}} = 132 \text{ Hz}$. Ce choix de fréquence n'est pas totalement arbitraire car c'est un compromis entre :

- La fréquence F_B qui doit être la plus élevée possible afin de bénéficier de la méthode alternative et pour pouvoir accorder le circuit bouchon (capacité et bobine) par un condensateur d'une valeur correcte ($\approx$ quelques μF).

Cette même fréquence doit être la plus basse possible pour diminuer les pertes et réduire l'influence de la tension parasite proportionnelle à $\frac{d\phi}{dt}$ où ϕ est le flux magnétique [5].

- La fréquence F_C qui ne doit pas être très élevée pour diminuer l'influence de la composante capacitive de l'échantillon (surtout s'il est très résistif).

- La détection à la fréquence différence permet un filtrage de la tension de Hall par un montage simple (filtre d'ordre 2). De plus, elle doit être différente d'un multiple entier de la fréquence du secteur (50 Hz).

Les échantillons MoTe_2 monocristallins étudiés se présentent sous forme d'aiguilles de très faibles dimensions. Les contacts électriques ont été réalisés par soudure indium à l'ultrason. Une fine goutte de laque d'or est ajoutée ensuite sur la soudure afin d'assurer une meilleure résistance mécanique de la soudure. Ceci est nécessaire pour éviter, au niveau des sondes, un mélange de signaux donnant naissance à une fausse tension de Hall (fréquence identique à la vraie tension de Hall).

4.2 RÉSULTATS. — Deux séries de mesures ont été faites sur deux échantillons de MoTe_2 .

— La première série de mesure tend à vérifier la linéarité de la tension de Hall avec B et I . On relève donc la variation de V_H en fonction de B ou I avec I ou B constant. Ces mesures faites à l'ambiante sont représentées par la figure 6. Dans les deux cas on obtient une droite, la tension mesurée est la vraie tension de Hall. On constate dès le début que le fait que la tension mesurée sur les sondes de Hall est fonction linéaire du courant implique que l'influence de la fausse tension est faible, étant donné que celle-ci donnerait une contribution non linéaire aux mesures.

— La deuxième série a porté sur les variations de

Fig. 5. — Amplificateur de la tension de Hall.

[Hall voltage amplifier.]

Fig. 6. — Variation de V_H en fonction de B et I .[B and I dependence of the Hall voltage.]

V_H en fonction de la température (80 à 500 K). Sur la figure 7 nous avons porté les variations de $\ln |R_H|$ en fonction de $\frac{10^3}{T}$. On observe les comportements

suivants :

— aux basses températures, la variation est linéaire, la droite représentative a une pente de $a = 8 \text{ meV/K}$, d'où $R_H = R_H \cdot \exp \frac{a}{T}$.

Ce résultat montre que la mobilité des porteurs est thermiquement activée (domaine d'ionisation des impuretés).

Aux températures intermédiaires, $\ln |R_H|$ croît légèrement, puis atteint un maximum (domaine d'épuisement). A la température $T = 406 \text{ K}$, R_H s'annule. Il change de signe et conserve une valeur presque constante. Ce comportement est caractéristique d'un semi-conducteur du type p.

Aux températures plus élevées, $\ln |R_H|$ conserve sa valeur constante pour décroître par la suite. Les mesures effectuées à des températures inférieures à 500 K montrent que le début du domaine intrinsèque est atteint.

5. Conclusion. — La méthode double alternative que nous proposons permet d'atteindre un rapport

Fig. 7. — Variation de R_H en fonction de $\frac{10^3}{T}$ pour des échantillons de MoTe_2 monocristallin.[Hall coefficient of MoTe_2 single crystal as a function of the reciprocal temperature.]

élevé signal-bruit pour les mesures d'effet Hall. La précision sur la mesure de la tension de Hall est limitée par l'erreur due à l'amplification qui dépend du choix des résistances utilisées et par la mesure de la tension. On peut estimer que cette erreur est inférieure à 0,1 %.

La précision de mesure de la tension de Hall n'est donc limitée que par la détermination des dimensions géométriques de l'échantillon. Cette détermination est très délicate du fait des formes variées des monocristaux utilisés. Nous estimons que cette erreur est de l'ordre de 10 %.

La méthode décrite est originale et présente un certain nombre d'améliorations par rapport aux méthodes existantes et en particulier les éléments constitutifs des circuits sont standards et simples à mettre en œuvre.

Les principales causes de dérive des fréquences ont été éliminées par l'emploi d'un oscillateur pilote commun aux deux sources alternatives.

L'utilisation d'une boucle d'asservissement de phase numérique permet d'obtenir un signal de référence dont la variation de phase est pratiquement nulle; de plus, les signaux étant synthétisés numériquement présentent une faible distorsion.

Bibliographie

- [1] GUTHRIE, G. L., *Rev. Sci. Instrum.* **36** (1965) 1177.
- [2] OLSON, E. E. et WERTZ, J. E., *Rev. Sci. Instrum.* **41** (1970) 419.
- [3] PELL, E. M. et SPROULL, R. L., *Rev. Sci. Instrum.* **23** (1952) 1023.
- [4] EISELE, I. et KEVAN, L., *Rev. Sci. Instrum.* **43** (1972) 189.
- [5] PERLUZZO, G. et YAHIA, J., *Can. J. Phys.* **50** (1972) 1379.
- [6] YAHIA, J. et PERLUZZO, G., *Rev. Sci. Instrum.* **44** (1973) 335.
- [7] PARKER, D. et YAHIA, J., *Phys. Rev.* **169** (1968) 605.
- [8] HERMAN, A. M. et HAM, J. S., *Rev. Sci. Instrum.* **36** (1965) 1553.
- [9] LUPU, N. Z., TALLAN, N. M. et TANNHAUSER, D. S., *Rev. Sci. Instrum.* **43** (1972) 872, **38** (1967) 1658.
- [10] ALTWEIN, M., FINKENRATH, H. et STÖKEL, T., *J. Phys. E : Sci. Instrum.* **6** (1973) 623.