

Elaboration d'un Dispositif de Mesure des Propriétés électriques des Matériaux et Mesure de la Résistivité de CuO en Fonction de la Température.

L. Abadlia, M Mayoufi et A. Benmoussa*

Département de Physique, Université de Annaba, B.P 12, Annaba, Algérie
Département de Chimie, Université de Annaba, B.P 12, Annaba, Algérie

Résumé

La caractérisation des propriétés électriques est un axe important dans l'étude du comportement des matériaux ; leurs déterminations, telles que la résistivité ou la photo-conductivité, dépendent de la technique de mesure adoptée et des corrections appropriées ainsi que de l'atmosphère contenant l'échantillon. Dans le cadre de cette étude, nous avons réalisé un dispositif de mesure conçu pour effectuer la caractérisation dans un domaine de température allant de 4°K jusqu'à 800 °K en utilisant la technique dite des quatre pointes. La configuration de l'échantillon est prise en considération selon que celui-ci a la forme d'une couche mince, d'une pastille ou d'un barreau. L'étalonnage du dispositif a été effectué en exploitant les mesures de résistivité de certains phosphates bronzes de tungstène $[Na_{1.5}P_4W_8O_{32} - KP_2W_4O_{16} - P_4W_8O_{32}]$ obtenues par Benmoussa et col. [1], [2]. Nous avons ensuite mesuré à l'aide du dispositif élaboré, la résistivité d'une pastille d'oxyde de cuivre CuO de deux manières [3], [4] dans un intervalle de température [300 °K- 700 °K]. Le dépouillement de ces mesures révèle un comportement de semi-conducteur. L'évaluation de la largeur de la bande interdite à partir de la courbe d'Arrhenius donne une valeur du gap égale à 0.39 eV.

ملخص:

يعتبر التمييز الكهربائي والكهروضوئي محورًا لا يستهان به في علم الفيزياء عامة ، وعلم الإلكترونيك خاصة نظرًا للإمكانيات التي يتيحها للكشف عن خصائص وتصرفات المادة. إن التمييز يعني البحث عن مميزات وتصرفات تتصف بها مادة معينة دون غيرها عن طريق قياس تغيرات وسيط، قد يكون الناقلية (المقاومية) أو النقل الفوتوني. البحث عن هذه المميزات يتعلق أساسًا بتقنية القياس المعتمدة، وبالتصحيحات المناسبة وكذا الوسط الجوي الحاوي للعينة. في إطار هذه الدراسة، تم إنجاز خلية قياس خاصة، تعمل وفق تقنية المساري الأربعة لتمييز المواد في مجال من درجة الحرارة يمتد من 4°K حتى 800 °K. أخذت بعين الاعتبار هندسة العينة التي قد تكون في شكل شرائح رقيقة، أقرص أو في هيئة عمود. معايرة الخلية تمت باستغلال قياسات المقاومة لبعض أكاسيد المعادن الانتقالية $[Na_{1.5}P_4W_8O_{32} - KP_2W_4O_{16} - P_4W_8O_{32}]$ المتحصل عليها من طرف بن موسى [1],[2]. أخيرًا استغللت الخلية المنجزة في قياس مقاومة قرص لأكسيد النحاس بطريقتين [3] & [4] في مجال من درجة الحرارة يمتد من 300 °K إلى 700 °K. كما كشفت معالجة القياسات التصرف النصف ناقلية لأكسيد النحاس، حيث أتاح تقييم علو الشريط الممنوع ابتداءً من منحني ارنوس التوصل إلى قيمة هذا الشريط البالغة 0.39 eV.

INTRODUCTION:

Le principe de la technique employée qui a été initié par L.B.Valdes [3] repris par J.Laplume [4] et généralisée par la suite, consiste à injecter un courant connu dans un échantillon de géométrie connue et de mesurer la différence de potentiel à ses bornes.

Le dispositif ayant servi de support aux mesures a été entièrement mis au point à partir de pièces en inox (Fig 5a). Il est constitué de deux cylindres concentriques. Le cylindre (12) assure l'étanchéité vis à vis du vide. Le cylindre (11) solidaire du porte échantillon (15) en cuivre, est utilisé comme réservoir d'azote liquide. Les électrodes de mesure (3) ainsi que les thermocouples

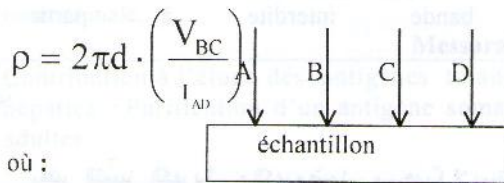
(Chromel-Alumel) (20) sont disposés dans l'espace vide créé entre les deux cylindres. Les électrodes utilisées sont en platine à bouts sphériques, le contact de ces derniers avec l'échantillon est assuré par serrage mécanique à l'aide du boulon (8). L'échantillon est mis en sandwich entre les disques en cuivre (3) et la lamelle en quartz (5). Les détails de conception sont explicités dans les figures 5a, 5b, 5c. Le caractère polyvalent du dispositif a été pris en considération de façon à permettre la mesure d'un maximum de propriétés telles que la résistivité, la photo-conductivité, l'effet Hall ou le pouvoir thermoélectrique absolu en fonction de la température dans une plage allant de 4°K à 800°K. La variation de la température se fait par chauffage interne avec

possibilité de travailler en atmosphère contrôlée. L'étalonnage du dispositif a été effectué en exploitant par comparaison, les mesures de résistivité de certains phosphates bronze de tungstène [$\text{Na}_{1.5}\text{P}_4\text{W}_8\text{O}_{32}$ - $\text{KP}_2\text{W}_4\text{O}_{16}$ - $\text{P}_4\text{W}_8\text{O}_{32}$] obtenues par Benmoussa et col [1], ces composés présentent un caractère métallique ou semi-métallique.

2. Partie expérimentale

L'échantillon étudié dans le cadre de ce travail a été préparé à partir de la poudre de l'oxyde de cuivre (CuO), commercial (Fluka, 98%) mis en pastille à une pression de 10 K.bars puis traité thermiquement à l'air pendant 24 heures à la température de 800°C.

La résistivité de la pastille d'oxyde de cuivre (CuO) a été mesurée à l'air de la température ambiante jusqu'à 700°C, les mesures à basse température n'ont pu être effectuées car nous ne disposons pas pour le moment des structures de l'azote liquide. Les données ont été collectionnées par un électromètre de type KEITHLEY 617 d'impédance d'entrée $2.10^4 \Omega$ et de sensibilité $\pm 10 \mu\text{V}$



V_{BC} est la tension prise entre les électrodes B et C
 I_{AD} est le courant injecté dans l'électrode A et récupéré à l'électrode D
 d est la distance entre deux électrodes consécutives.
 et d'autre part la relation établie par J.Lplume:

$$\rho = \pi \frac{V_{BC}}{I_{AD}} \cdot \left\{ \frac{I}{4a} K(a/z_0) + \frac{I}{z_0} \text{Log} \left[\text{Ch} \left(\frac{\pi a}{y_0} \right) \right] \right\}$$

où:
 2a est l'équivalent de la distance d dans la relation de Valdes.
 Y_0 rayon de l'échantillon ayant la forme circulaire.
 Z_0 épaisseur de l'échantillon.
 $K(a/Z_0)$ facteur de correction déterminé a partir de la courbe établie par J. Laplume.

3.RESULTATS ET DISCUSSION

Les résultats de l'étalonnage présentés dans les figures 1,2,3 montrent une bonne reproductibilité des résultats obtenus par Benmoussa et col par la même méthode des quatre pointes sur les trois échantillons étudiés, dont les mesures ont effectuées sous vide.

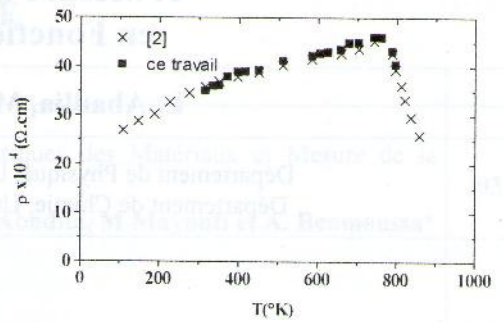


Fig. 1: Variation de la résistivité en fonction de la température de $\text{Na}_{1.5}\text{P}_4\text{W}_8\text{O}_{32}$.

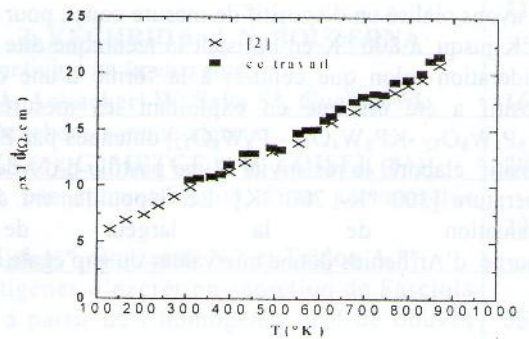


Fig. 2 : Variation de la résistivité en fonction de la température de $\text{KP}_2\text{W}_4\text{O}_{16}$

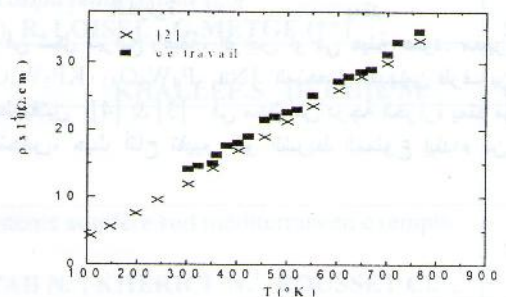


Fig. 3 : Variation de la résistivité en fonction de la température de $\text{P}_4\text{W}_8\text{O}_{32}$

Mis à part une étude de la résistivité sur un monocristal [5 peu d'études ont été menées sur l'oxyde de cuivre CuO .

Les mesures de résistivité sur une pastille de CuO obtenues par les deux méthodes décrite plus haut sont identiques figures 4a et 4b. Voir tableau.

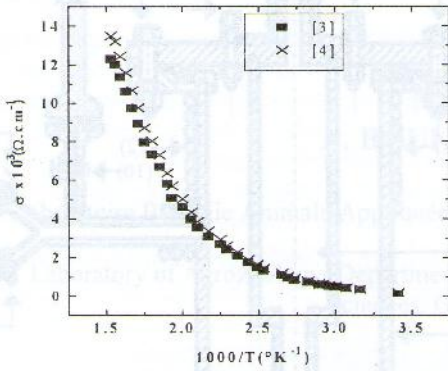


Fig. 4a : Variation de la conductivité en fonction de l'inverse de la température de l'oxyde de cuivre (CuO).

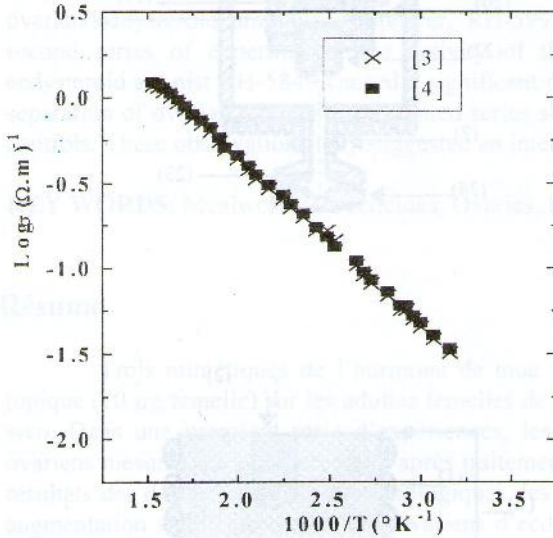


Fig.4b : Variation du logarithme de la conductivité en fonction de l'inverse de la température de l'oxyde de cuivre (CuO).

La variation de la résistivité en fonction de la température obéit à une loi exponentielle décroissante, caractéristique d'un comportement semi-conducteur. Le calcul effectué à partir de la courbe $\log_e \sigma = f(1/T)$, afin d'évaluer la largeur de la bande interdite, nous a permis de confirmer l'aspect traduit par les mesures. En effet $\log_e \sigma$ est une droite

de pente $-\frac{E_g}{2K_B}$ qui vaut -0.9971 ce qui donne

une valeur de la bande interdite égale à 0.39 eV légèrement différente de celle trouvée ZHENG et col [5] (0.11 eV). La différence entre les deux valeurs

pourrait provenir du fait que ZHENG a fait ses mesures sur un monocristal.

Conclusion :

Le but de ce travail consistant en la mise au point d'une cellule de mesure des propriétés physiques s'est avéré concluant au vu de la bonne reproductibilité des résultats obtenus, ceci nous permettra dans un prochain travail d'améliorer ce dispositif et d'envisager d'autres études sur d'autres types de composés.

$\sigma \cdot 10^{-3}$ ($\Omega \cdot \text{cm}$) ⁻¹ [3]	$\rho \cdot 10^{-3}$ ($\Omega \cdot \text{cm}$)[4]	$\sigma \cdot 10^{-3}$ ($\Omega \cdot \text{cm}$) ⁻¹ [3]	$\rho \cdot 10^{-3}$ ($\Omega \cdot \text{cm}$)[3]	1000/T (°K ⁻¹)
0.1748	52.2558	0.1914	57.2151	3.41
0.3373	27.0759	0.3693	29.6478	3.16
0.4096	22.4948	0.4446	24.6316	3.07
0.4771	19.1428	0.5224	20.9612	3.00
0.5268	17.3359	0.5768	18.9826	2.96
0.5994	15.2366	0.6563	16.6839	2.92
0.6019	15.1932	0.6582	16.6364	2.89
0.7247	12.6023	0.7935	13.7994	2.82
0.8549	10.6814	0.9362	11.6960	2.73
0.9503	9.6103	1.0406	10.5232	2.69
1.0957	8.3346	1.1998	9.1263	2.65
1.3297	6.8759	1.4544	7.5290	2.53
1.5144	6.0304	1.6583	6.6031	2.49
1.7330	5.2685	1.8981	5.7689	2.43
2.0881	4.3735	2.2865	4.7889	2.36
2.3940	3.8147	2.6214	4.1771	2.29
2.6986	3.3842	2.9549	3.7056	2.25
3.0957	2.9501	3.3898	3.2303	2.17
3.5324	2.5853	3.8680	2.8309	2.10
3.9693	2.3008	4.3464	2.5113	2.06
4.5950	1.9873	5.0319	2.1769	2.00
5.0830	1.7507	5.7120	1.9670	1.93
5.8160	1.5720	6.3686	1.7193	1.90
6.6814	1.3669	7.3161	1.4967	1.85
7.3300	1.2442	8.0372	1.3624	1.80
7.9560	1.1479	8.7116	1.2569	1.75
8.9180	1.0240	9.7659	1.1212	1.71
9.7300	0.9378	10.6633	1.0269	1.67
10.5800	0.8632	11.5855	0.8451	1.63
11.3600	0.8037	12.4427	0.8800	1.59
12.0000	0.7567	13.2160	0.8285	1.56
12.3000	0.7407	13.5017	0.8100	1.53

Tableau: Mesures expérimentales de la conductivité et de la résistivité de CuO selon les méthodes de Valdès et Laplume.

REFERENCES

[1]. A. Benmoussa ,Thèse de Doctorat de 3ème cycle Université de Caen (1983).
 [2]. A. Benmoussa, D. Groult et B. Raveau , Revue de Chimie minérale, T21 p170,(1984). [3]. L.B.Valdes " Resistivity Measurements on Germanium fortransistors," proc.IRE 42, 420-427, Feb.(1954).
 [4]. J.Laplume "L'onde électrique", p, 335, 113 (1955).
 [5] ZHENG XG; SUZUKI M; XU CN Materials research bulletin MRBUAC; USA; VOL. 33; NO. 4; pp. 605-610, (1998).

Fig. 5a :Cellule de mesure de résistivité vue d'ensemble

- (1)- ouverture du cryostat (2)-circuit de refroidissement
- 3)- bornes de mesure (4)- boulons de fixation
- 5)- flasque supérieur (6)- joint torique (7)- jauge à vide
- 8)- vanne pour le vide (9)- vanne pour le gaz rare
- 10)-vanne d'isolation (11)- cryostat (12) cylindre extérieur (13)- soudure au brassage Cu - Inox (14)- tige filetée d'assemblage (15)- cylindre plein en cuivre (16)- thermocoaxe d'assemblage (15)- cylindre plein en cuivre(16)- thermocoaxe (17)- disques en cuivre (18)-les quatre électrodes 19)- échantillon (20)- thermocouples (21)- lamelle en quartz 22) - boulon creux (23)- joint torique (24)- bouchon en Inox ou lamelle en quartz

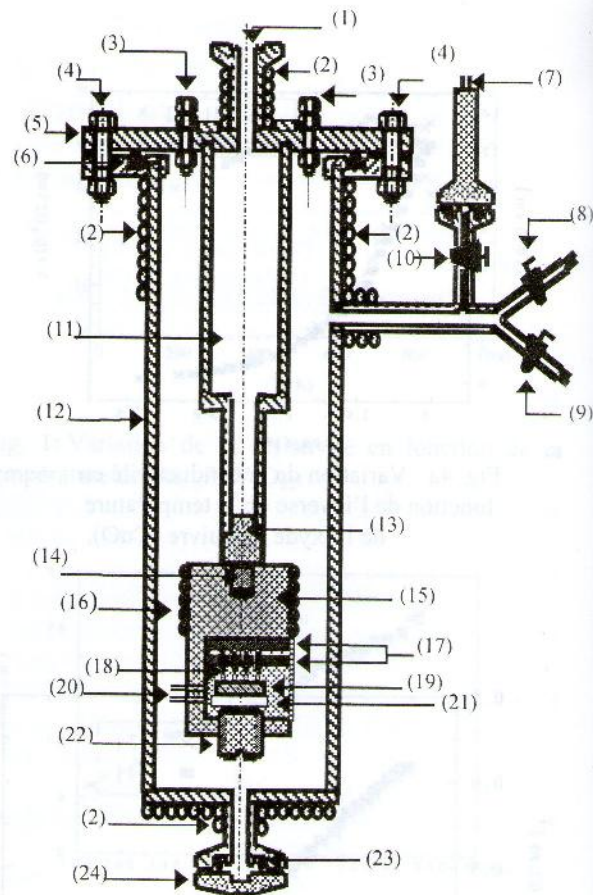


Fig.5b : Vue de dessus

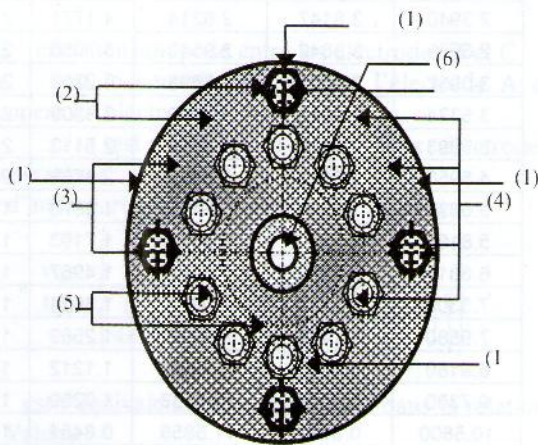


Fig. 5c: Four électrique et Porte échantillon

- (a) - four électrique (1) - Fil de chauffage
- (2) - alésage fileté permettant le changement du porte échantillon
- (b) - porte échantillon : (3) - disques en cuivre
- (4) - quatre électrodes (5) - échantillon
- (6) - lamelle en quartz (7) - thermocouple
- (8) - boulon creux

