

Preparación y caracterización de muestras sinterizadas de CuInSe_2

O. Calzadilla, E. Hernández, D. Seuret, J. Vidal
Facultad Física-Matemática, Universidad de La Habana
F. Leccabue, Laboratorio Maspec, C.N.R. Italia

RESUMEN

Se describe la fabricación de muestras sinterizadas del compuesto semiconductor CuInSe_2 , brindándose los parámetros mecánicos y térmicos fundamentales para la obtención de bajas resistividades y movilidades en pastillas tanto p como n. Se adelantan algunas ideas sobre los factores limitantes en estos procesos.

ABSTRACT

The fabrication of samples sintering of Semiconducting compound CuInSe_2 is described, are presented the parameters mechanics and termodinamics basics for the obtencions of low resistivity and mobility in samples p or n. The Mechanisms limits are discussed.

INTRODUCCIÓN

En el presente trabajo se aborda la utilización del método de sinterización para la obtención de pastillas de CuInSe_2 .

Este método ha sido utilizado anteriormente con éxito en las celdas solares de $\text{CdS-Cu}_2\text{S}$ (1) y sirve de base también a la tecnología de ferritas magnéticas tanto suaves como duras (2-3). No

obstante este método ha sido poco empleado en materiales semiconductores.

En nuestros laboratorios hemos obtenido muestras sinterizadas de CuInSe_2 con bajas resistividades que pueden utilizarse para sustratos de dispositivos semiconductores lo que demuestra la viabilidad del método para su aplicación a este tipo de materiales.

A partir del material sinterizado y por trituración se obtiene polvo con la granulometría requerida, que en nuestro caso es menor de 250μ con el que se preparan cargas de 300-400 mg con valores del diámetro del grano de 20, 125 y 200μ .

El polvo se introduce en un troquel circular al que se le aplica una presión mecánica de entre $1-10 \text{ T-Cm}^2$, para lograr su compactación.

Las pastillas así obtenidas son tratadas a 800°C en períodos que fluctúan entre 1 y 8 horas, en ampulas cerradas al vacío y con una presión parcial entre 0,1 y 0,5 atm de Selenio o Cadmio según el interés de obtener las pastillas con conductividad P o N.

A las muestras les son hechas contactos de Oro o Indio para realizarle las mediciones de resistividad y movilidad.

DISCUSIÓN DE LOS RESULTADOS EXPERIMENTALES

En los experimentos realizados en nuestros laboratorios se ha puesto en evidencia que con polvos de diámetros menores de 40μ los resultados obtenidos no son satisfactorios en lo que a valores de resistividad y movilidad se refiere. Esto está relacionado con el número de fronteras de grano por unidad de longitud que encuentran los portadores en su recorrido y que, lógicamente, según el diámetro disminuya, éstas aumentan.

Por otro lado con granos de diámetro mayor de 250μ la coalescencia de la pastilla es mala, produciéndose fracturas que impiden un posterior trabajo con ella.

Para nuestros estudios hemos dividido las pastillas en tres tipos según el diámetro del grano empleado.

Como puede verse en el gráfico 1, la resistividad en los tres casos varía sensiblemente con la presión de Selenio en el ampula, pero no es notable la diferencia entre un tamaño de grano y otro, observándose que ya a partir de 0.4 atm. la resistividad se estabiliza entre 10 y $1 \Omega/\text{cm}$. Evidenciándose así que en este rango de diámetros se produce una compensación entre el número de fronteras de grano y la calidad de la compactación. Esto es que a diámetros menores la compactación es mejor, pero aumenta el número de fronteras y viceversa.

Se ve en el propio gráfico que en un inicio la presión de Selenio

no es suficiente para compensar la evaporación que de la propia pastilla se produce y la resistividad es muy alta como corresponde a un material P con vacancias de Selenio. A partir de 0,4 atm. se logra compensar las pérdidas por evaporación e incluso llenar las vacancias de Selenio que en su estado natural tiene este compuesto.

Un proceso similar ocurre para las muestras N, en este caso con presiones inferiores a 0,3 atm no se logra invertir el tipo de conducción, sin embargo, a partir de ese valor se disminuye un orden del valor de la resistividad con respecto a las P, para iguales condiciones experimentales, dado que la carencia de Selenio facilita la introducción del Cadmio tanto intersticial como sustitucional con lo que se alcanza una menor resistividad.

Por su parte, los valores de la presión mecánica con que se han obtenido mejores resultados están entre $2-5 \text{ T-Cm}^2$. Valores mayores afectan la plasticidad de los granos y las pastillas se quiebran con facilidad mientras que con presiones menores la coalescencia es muy baja y se destruyen las muestras durante el tratamiento térmico.

Como puede observarse en la tabla 1 con un primer tratamiento térmico no se obtienen resultados de resistividad menores de 10^{30}-cm independientemente del tiempo de tratamiento y al mismo tiempo, se obtienen valores dispersos; sin

embargo aunque el tiempo total sea el mismo, la resistividad baja sensiblemente con un segundo tratamiento obteniéndose los mejores resultados para un proceso con un perfil de Tvs t como el que aparece en el gráfico 2.

La movilidad está afectada

lógicamente por el elevado número de fronteras de granos y las propias tensiones mecánicas, no obstante, el valor de $\mu_n = 40$
 $\mu_p = 12$ V cm s. es aceptable si se toma en cuenta que la movilidad de los monocristales de este material está en el orden de 10^2 V cm s.

CONCLUSIONES

Se han obtenido pastillas de CuInSe_2 con polvos de tamaño de grano entre 40 - 250 μ .

Los mejores resultados obtenidos son de 4 sLcm para las muestras P y de $0,4\Omega\text{-cm}$ para las N. En el caso de las N se ha detectado una movilidad de 40 cm SV.

La presión del dopante en el ampulla es determinante para los valores de resistividad, obteniendo los mejores resultados entre 0,4 y 0,5 atm tanto para las muestras N como para las P.

Presiones mecánicas mayores de 5T-Cm^2 o menores de 2T-Cm^2 producen la destrucción de las pastillas.

TABLA I

PASTILLA	1er. TRATAMIENTO (HORAS)	2do. TRATAMIENTO (HORAS)	ρ $\Omega\text{-cm}$
1	1	—	10^3
2	3	—	10^4
3	5	—	10^4
4	1	4	200
5	1	8	4,8

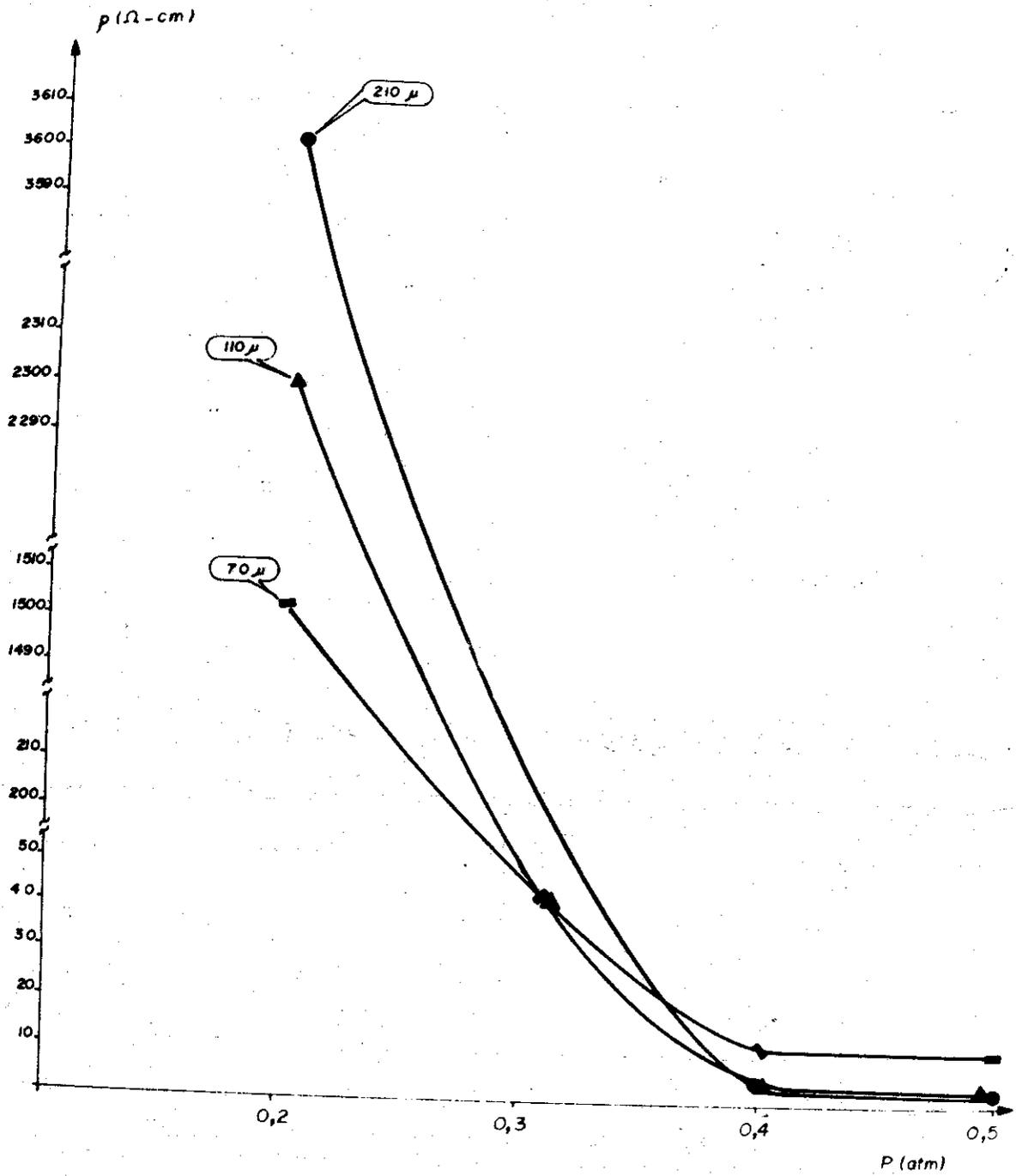


FIG 1

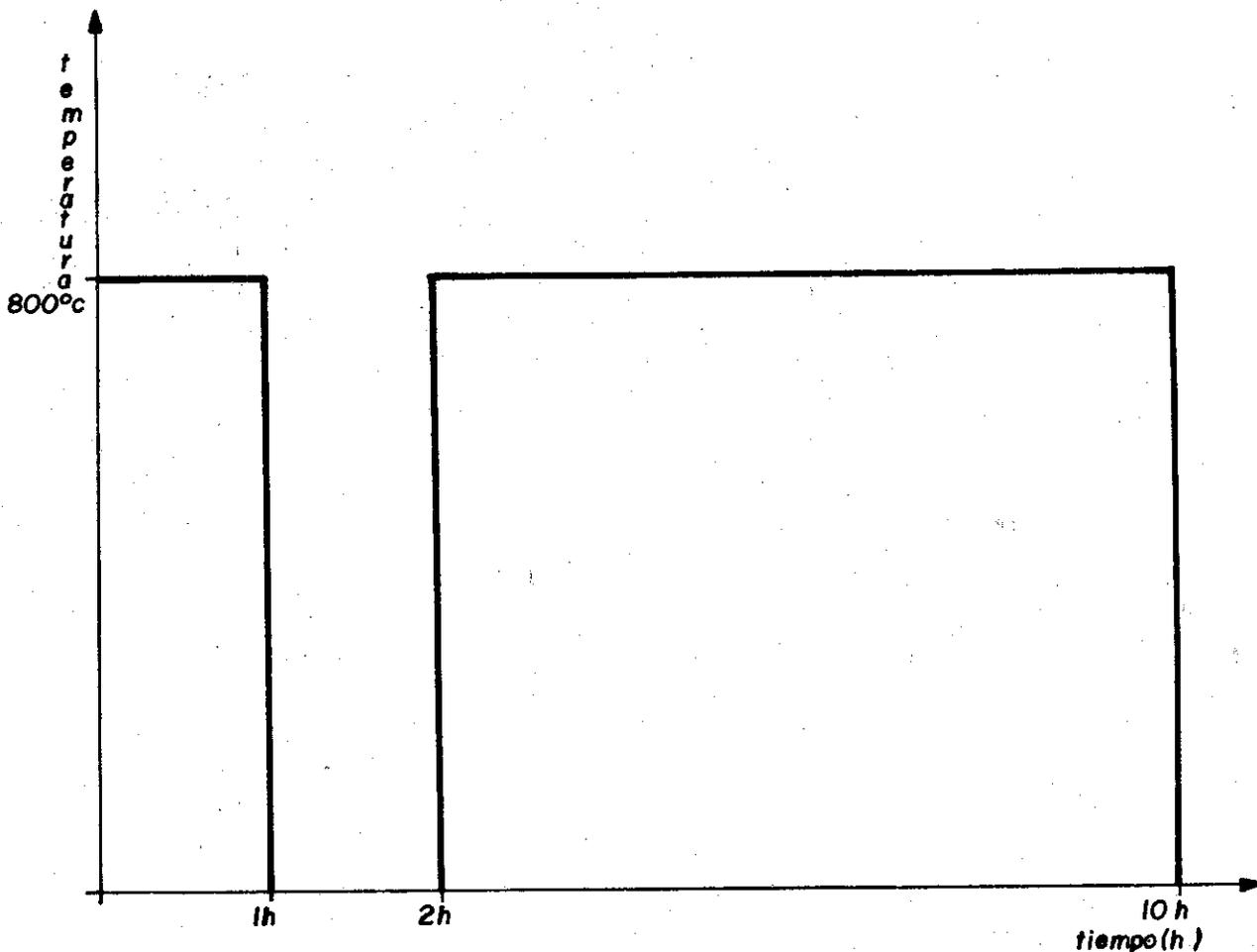


FIG. 2

BIBLIOGRAFÍA

- 1) Matsumoto, H.; N. Nakayama, K. Yamaguchi and S. Ikegami
Japan J. Appl. Physcs 15 (1976) 1849 (sin publicar)
- 2) González, F. y A. González
Revista Cubana de Física
- 3) Ares, O.
Revista Cubana de Física (sin publicar)

Recibido 21 de febrero de 1983