



Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul

FACULDADE DE ENGENHARIA

PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA E TECNOLOGIA DE MATERIAIS

**ESTIMATIVA DA INCERTEZA DE MEDIÇÃO DE UM SISTEMA  
UTILIZADO PARA CARACTERIZAÇÃO ELETRÔNICA DE MATERIAIS  
SEMICONDUCTORES**

**ANELISE FERNANDES BORCELLI**

BACHAREL EM FÍSICA MÉDICA E LICENCIADA EM FÍSICA

**DISSERTAÇÃO PARA A OBTENÇÃO DO TÍTULO DE MESTRE EM  
ENGENHARIA E TECNOLOGIA DE MATERIAIS**

**Porto Alegre  
Novembro, 2015**



Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul

FACULDADE DE ENGENHARIA

PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA E TECNOLOGIA DE MATERIAIS

**ESTIMATIVA DA INCERTEZA DE MEDIÇÃO DE UM SISTEMA  
UTILIZADO PARA CARACTERIZAÇÃO ELETRÔNICA DE MATERIAIS  
SEMICONDUCTORES**

**ANELISE FERNANDES BORCELLI**

BACHAREL EM FÍSICA MÉDICA E LICENCIADA EM FÍSICA

ORIENTADORA: PROF<sup>a</sup>. DR<sup>a</sup>. BERENICE ANINA DEDAVID

Dissertação de Mestrado realizada no Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Tecnologia de Materiais (PGETEMA) da Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul, como parte dos requisitos para a obtenção do título de Mestre em Engenharia e Tecnologia de Materiais.

*Trabalho financiado pelo Projeto Casadinho/Procad-CNPq 2012-2016-PROCESSO Nº 552415/2011-1, bolsa de incentivo PUCRS e bolsa-taxa HP (três meses finais).*

**Porto Alegre  
Novembro, 2015**



Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul

FACULDADE DE ENGENHARIA

PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA E TECNOLOGIA DE MATERIAIS

## **ESTIMATIVA DA INCERTEZA DE MEDIÇÃO DE UM SISTEMA UTILIZADO PARA CARACTERIZAÇÃO ELETRÔNICA DE MATERIAIS SEMICONDUTORES**

**CANDIDATA: ANELISE FERNANDES BORCELLI**

Esta Dissertação de Mestrado foi julgada para obtenção do título de MESTRE EM ENGENHARIA E TECNOLOGIA DE MATERIAIS e aprovada em sua forma final pelo Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Tecnologia de Materiais da Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul.

**DRA. BERENICE A. DEDAUID - ORIENTADORA**

### **BANCA EXAMINADORA**

**DR. JOÃO BERNARDES DA ROCHA FILHO - DO PPGECEM - PUCRS**

**DRA. IZETE ZANESCO - DO PGETEMA - FENG - PUCRS**

**PUCRS**

**Campus Central**

Av. Ipiranga, 6681 - Prédio 30 - Sala 103 - CEP: 90619-900

Telefone: (51) 3353.4059 - Fax: (51) 3320.3625

E-mail: [engenharia.pg.materiais@pucrs.br](mailto:engenharia.pg.materiais@pucrs.br)

[www.pucrs.br/feng](http://www.pucrs.br/feng)

*A ciência não é, e nunca será, um livro terminado. Todo progresso importante levanta novas questões. Dificuldades novas e mais profundas são reveladas posteriormente a cada desenvolvimento.*  
(Albert Einstein)

## **DEDICATÓRIA**

Dedico esta dissertação ao meu marido Rafael que me acompanha todos os dias com muita paciência e compreensão, sem o seu amparo e carinho eu não teria superado esta etapa e completado esta caminhada. Dedico também à minha avó Maria pelo apoio incondicional e incentivo para o meu crescimento profissional. Eles me motivaram para seguir em frente independente das dificuldades.

## **AGRADECIMENTOS**

Aos meus familiares, pela compreensão durante estes anos de superação nos quais estive ausente em muitas ocasiões.

À minha orientadora, profa. Dra. Berenice Anina Dedavid, por perseverar e acreditar que eu seria capaz de desenvolver esse trabalho quando eu estava quase desistindo.

À minha colega Morgana Streicher, por conceder as amostras para o desenvolvimento desta pesquisa.

Aos queridos professores e colegas do Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Tecnologia de Materiais, meus respeitosos e sinceros agradecimentos.

À Equipe Administrativa do Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Tecnologia de Materiais, especialmente às secretarias Cláudia Marina Meira e Viviane Nunes Dorneles, que sempre estiveram dispostas a ajudar nos momentos de dificuldades.

Ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Tecnologia de Materiais pelo acolhimento.

À PUCRS pelo aporte financeiro por meio da sua Política de Incentivo à Educação que me concedeu desconto para cursar o Mestrado.

À cooperação com a Hewlett-Packard Brasil Ltda. que financiou os últimos três meses desse projeto com recursos provenientes da Lei de Informática (Lei nº 8.248, de 1991).

## SUMÁRIO

<b>DEDICATÓRIA .....</b>	<b>5</b>
<b>AGRADECIMENTOS.....</b>	<b>6</b>
<b>SUMÁRIO .....</b>	<b>7</b>
<b>LISTA DE FIGURAS .....</b>	<b>9</b>
<b>LISTA DE TABELAS.....</b>	<b>12</b>
<b>LISTA DE QUADROS .....</b>	<b>14</b>
<b>LISTA DE SÍMBOLOS.....</b>	<b>16</b>
<b>RESUMO.....</b>	<b>18</b>
<b>ABSTRACT.....</b>	<b>19</b>
<b>1. INTRODUÇÃO .....</b>	<b>20</b>
<b>2. OBJETIVOS .....</b>	<b>22</b>
<b>2.1. Objetivos Específicos .....</b>	<b>22</b>
<b>3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA.....</b>	<b>23</b>
<b>3.1. Materiais Semicondutores.....</b>	<b>24</b>
3.1.1. Semicondutores Extrínsecos .....	27
<b>3.2. Propriedades Elétricas dos Semicondutores .....</b>	<b>30</b>
<b>3.3. Caracterização Eletrônica de Semicondutores .....</b>	<b>32</b>
3.3.1. Medidas Eletrônicas.....	32
3.3.2. Método de Van der Pauw.....	34
3.3.3. Medidas de Efeito Hall .....	37
<b>3.4. Contatos Metal-Semicondutor Ôhmicos .....</b>	<b>40</b>
<b>3.5. Avaliação dos Resultados de uma Medição .....</b>	<b>40</b>
3.5.1. Estimativa da Incerteza de Medição .....	41
<b>3.6. Precisão do Sistema de Medição.....</b>	<b>51</b>
<b>4. MATERIAIS E MÉTODOS .....</b>	<b>53</b>
<b>4.1. Sistema de Medição .....</b>	<b>53</b>
<b>4.2. Preparação das Amostras .....</b>	<b>54</b>
<b>4.3. Procedimento de Medição.....</b>	<b>57</b>
4.3.1. Medição da Resistividade .....	59
4.3.2. Medidas de Efeito Hall .....	60

<b>4.4. Procedimento para Estimativa da Incerteza .....</b>	<b>62</b>
<b>5. RESULTADOS E DISCUSSÕES .....</b>	<b>63</b>
<b>5.1. Resultados das Medições.....</b>	<b>63</b>
5.1.1. Espessura das Amostras .....	63
5.1.2. Contatos Metal-Semicondutor.....	69
5.1.3. Propriedades Elétricas.....	74
<b>5.2. Avaliação das Fontes de Incerteza .....</b>	<b>80</b>
<b>5.3. Precisão do Sistema de Medição.....</b>	<b>81</b>
5.3.1. Condições de Repetibilidade .....	81
5.3.2. Condições de Precisão Intermediária .....	82
5.3.3. Condições de Reprodutibilidade .....	84
<b>5.4. Planilha de Incerteza.....</b>	<b>85</b>
<b>6. CONCLUSÕES .....</b>	<b>90</b>
<b>7. PROPOSTAS PARA TRABALHOS FUTUROS .....</b>	<b>93</b>
<b>8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS.....</b>	<b>94</b>



## LISTA DE FIGURAS

Figura 3.1. Ilustração do modelo de bandas de energia para um semicondutor (Fonte: KITTEL, 2004).	24
Figura 3.2. Modelo de ligações químicas de semicondutores (Fonte: SWART, 2013).	25
Figura 3.3. Esquema do modelo de ligações e de bandas de energia para visualização dos estados: (a) sem portadores; (b) com elétron livre; e (c) com lacuna (Fonte: SWART, 2013).	26
Figura 3.4. (a) Função de Fermi-Dirac e (b) diagrama de bandas de um semicondutor a uma temperatura bem maior que 0 K, com igual número de elétrons na banda de condução e de lacunas na banda de valência (Fonte: SWART, 2013).	26
Figura 3.5. Diagrama da banda de energia do (a) silício e do (b) GaSb (SHEEL, 2000).	27
Figura 3.6. Ilustração do modelo de bandas de energia para um semicondutor do tipo n. (a) Estado doador localizado dentro do espaçamento entre bandas para $T = 0$ K. (b) Excitação de um elétron livre de um estado doador para a banda de condução para $T > 0$ K (Fonte: SWART, 2013).	28
Figura 3.7. Ilustração do modelo de bandas de energia para um semicondutor do tipo p. (a) Estado receptor localizado dentro do espaçamento entre bandas para $T = 0$ K. (b) Excitação de um elétron para o estado receptor para $T > 0$ K (Fonte: SWART, 2013).	29
Figura 3.8. (a) Barra de material semicondutor de comprimento $L$ e seção de área $A$ com aplicação de uma tensão $V$ ; (b) Representação esquemática da medida de quatro pontas (Fonte: SWART, 2013).	33
Figura 3.9. Esquema da configuração utilizada no método de Van der Pauw para determinar as resistências características (a) $R_A$ e (b) $R_B$ (Fonte: NIST, 2011).	35
Figura 3.10. Representação da medida de efeito Hall em sólido com portadores de: (a) cargas negativas; (b) cargas positivas (Fonte: SWART, 2013; HALL, 1879).	38
Figura 3.11. Etapas propostas no GUM para estimar a incerteza de uma medição.	41
Figura 3.12. Ilustração do diagrama de Ishikawa.	43

Figura 3.13. Tipos de correlação possíveis para um diagrama de dispersão. (a) Diagrama de dispersão em que não há correlação. (b) Diagrama de dispersão de correlação positiva. (c). Diagrama de dispersão de correlação negativa. ....	47
Figura 4.1. Sistema de medição Hall, modelo HMS-3000, Ecopia®. ....	53
Figura 4.2. Sistema de teste. (a) Fotografia do sistema de teste. (b) Desenho esquemático dos itens que compõem o sistema de teste. ....	54
Figura 4.3. (a) Cristal de GaInSb e no esquema as partes 1, 2 e 3 de onde foram retiradas as amostras. (b) Fotografia da amostra preparada para as medições Hall. ....	55
Figura 4.4. Relógio comparador analógico utilizado para medir a espessura das amostras. ....	55
Figura 4.5. Pontos de solda fria nos quatro cantos da amostra. ....	56
Figura 4.6. Amostra posicionada no porta-amostras. ....	56
Figura 4.7. Identificação dos contatos para medidas pelo método de Van der Pauw. ....	58
Figura 4.8. Sentido positivo da densidade do fluxo magnético (sentido norte-sul)....	61
Figura 4.9. Sentido negativo da densidade do fluxo magnético (sentido sul-norte). .	61
Figura 5.1. Gráfico do comportamento do contato ôhmico da amostra C1. (a) Curva antes das medições de tensão; (b) Curva depois das medições de tensão. ....	70
Figura 5.2. Gráfico do comportamento do contato ôhmico da amostra C2. (a) Curva antes das medições de tensão; (b) Curva depois das medições de tensão. ....	70
Figura 5.3. Gráfico do comportamento do contato ôhmico da amostra C3. (a) Curva antes das medições de tensão; (b) Curva depois das medições de tensão. ....	70
Figura 5.4. Gráfico do comportamento do contato ôhmico da amostra D1. (a) Curva antes das medições de tensão; (b) Curva depois das medições de tensão. ....	71

Figura 5.5. Gráfico do comportamento do contato ôhmico da amostra D2. (a) Curva antes das medições de tensão; (b) Curva depois das medições de tensão. ....	71
Figura 5.6. Gráfico do comportamento do contato ôhmico da amostra D3. (a) Curva antes das medições de tensão; (b) Curva depois das medições de tensão. ....	71
Figura 5.7. Gráfico do comportamento do contato ôhmico da amostra F1. (a) Curva antes das medições de tensão; (b) Curva depois das medições de tensão. ....	72
Figura 5.8. Gráfico do comportamento do contato ôhmico da amostra F2. (a) Curva antes das medições de tensão; (b) Curva depois das medições de tensão. ....	72
Figura 5.9. Gráfico do comportamento do contato ôhmico da amostra F3. (a) Curva antes das medições de tensão; (b) Curva depois das medições de tensão. ....	72
Figura 5.10. Gráfico do comportamento do contato ôhmico da amostra G1. (a) Curva antes das medições de tensão; (b) Curva depois das medições de tensão. ....	73
Figura 5.11. Gráfico do comportamento do contato ôhmico da amostra G2. (a) Curva antes das medições de tensão; (b) Curva depois das medições de tensão. ....	73
Figura 5.12. Gráfico do comportamento do contato ôhmico da amostra G3. (a) Curva antes das medições de tensão; (b) Curva depois das medições de tensão. ....	73
Figura 5.13. Gráfico dos valores de tensão entre os contatos para polarização direta. ....	75
Figura 5.14. Gráfico dos valores de tensão em função da corrente elétrica direta....	76
Figura 5.15. Gráfico dos valores de tensão entre os contatos para polarização inversa. ....	77
Figura 5.16. Gráfico dos valores de tensão em função da corrente elétrica inversa.	78
Figura 5.17. Carta de controle das medidas de tensão na amostra G1 em três dias diferentes.....	83
Figura 5.18. Diagrama causa-efeito para o sistema de medição Hall. ....	86

## LISTA DE TABELAS

Tabela 3.1. Exemplos de materiais semicondutor, bom isolante, e bom condutor (KITTEL, 2004; SWART, 2013; WANG, et al., 2010). .....	24
Tabela 4.1. Composição química dos lingotes utilizados nesse estudo.....	54
Tabela 5.1. Resultado das medições da espessura das amostras. ....	68
Tabela 5.2. Valores medidos das tensões entre os contatos da amostra G1 na temperatura de 300 K com polarização direta.....	74
Tabela 5.3. Valores medidos das tensões recíprocas entre os contatos da amostra G1 na temperatura de 300 K com polarização direta.....	76
Tabela 5.4. Valores medidos das tensões entre os contatos da amostra G1 na temperatura de 300 K com polarização inversa. ....	77
Tabela 5.5. Valores medidos das tensões recíprocas entre os contatos da amostra G1 na temperatura de 300 K com polarização inversa. ....	78
Tabela 5.6. Propriedades elétricas obtidas após aplicar uma corrente elétrica de 2 mA na temperatura de 77 K.....	79
Tabela 5.7. Propriedades elétricas obtidas após aplicar uma corrente elétrica de 2 mA na temperatura de 300 K.....	79
Tabela 5.8. Valores medidos da tensão V (em mV) entre os contatos após aplicar uma corrente de 1,00 mA com polaridade inversa na amostra G1 na temperatura de 300 K.....	81
Tabela 5.9. Valores medidos da tensão V (em mV) entre os contatos após aplicar uma corrente de 3,00 mA com polaridade inversa na amostra G1 na temperatura de 300 K.....	81
Tabela 5.10. Valores medidos da tensão V (em mV) entre os contatos após aplicar uma corrente de 5,00 mA com polaridade inversa na amostra G1 na temperatura de 300 K.....	82
Tabela 5.11. Valores medidos da tensão V (em mV) entre os contatos após aplicar uma corrente de 1,00 mA com polaridade inversa na amostra G1 na temperatura de 300 K em três dias diferentes.....	82

Tabela 5.12. Valores medidos das tensões V (em mV) entre os contatos após aplicar uma corrente de 1,00 mA com polaridade inversa na amostra G1 em 77 K. .....	84
Tabela 5.13. Valores medidos das tensões V (em mV) entre os contatos após aplicar uma corrente de 3,00 mA com polaridade inversa na amostra G1 em 77 K. .....	84
Tabela 5.14. Valores medidos das tensões V (em mV) entre os contatos após aplicar uma corrente de 5,00 mA com polaridade inversa na amostra G1 em 77 K. .....	85
Tabela 5.15. Resultado das medições da tensão entre os contatos da amostra G1 após aplicar uma corrente de 5,00 mA com polaridade inversa na temperatura de 77 K.....	89

## LISTA DE QUADROS

Quadro 4.1. Relação das grandezas de entrada configuradas no <i>software</i> .....	57
Quadro 4.2. Grandeza de saída do sistema de medição. ....	57
Quadro 4.3. Notação dos símbolos utilizados para as tensões de saída do sistema de medição.....	58
Quadro 4.4. Relação das grandezas de saída do modelo de medição. ....	59
Quadro 4.5. Configuração das grandezas de entrada no <i>software</i> . ....	60
Quadro 5.1. Planilha para o cálculo da incerteza das medições da espessura da amostra C1.....	64
Quadro 5.2. Planilha para o cálculo da incerteza das medições da espessura da amostra C2.....	64
Quadro 5.3. Planilha para o cálculo da incerteza das medições da espessura da amostra C3.....	65
Quadro 5.4. Planilha para o cálculo da incerteza das medições da espessura da amostra D1.....	65
Quadro 5.5. Planilha para o cálculo da incerteza das medições da espessura da amostra D2.....	65
Quadro 5.6. Planilha para o cálculo da incerteza das medições da espessura da amostra D3.....	66
Quadro 5.7. Planilha para o cálculo da incerteza das medições da espessura da amostra F1. ....	66
Quadro 5.8. Planilha para o cálculo da incerteza das medições da espessura da amostra F2. ....	66
Quadro 5.9. Planilha para o cálculo da incerteza das medições da espessura da amostra F3. ....	67
Quadro 5.10. Planilha para o cálculo da incerteza das medições da espessura da amostra G1.....	67

Quadro 5.11. Planilha para o cálculo da incerteza das medições da espessura da amostra G2.....	67
Quadro 5.12. Planilha para o cálculo da incerteza das medições da espessura da amostra G3.....	68
Quadro 5.13. Algumas possíveis fontes de erro do sistema de medição.....	80
Quadro 5.14. Planilha para cálculo da incerteza das medições da tensão $V_{ab}$ . ....	87
Quadro 5.15. Planilha para cálculo da incerteza das medições da tensão $V_{bc}$ . ....	87
Quadro 5.16. Planilha para cálculo da incerteza das medições da tensão $V_{ac}$ . ....	87
Quadro 5.17. Planilha para cálculo da incerteza das medições da tensão $V_{cd}$ . ....	88
Quadro 5.18. Planilha para cálculo da incerteza das medições da tensão $V_{da}$ . ....	88
Quadro 5.19. Planilha para cálculo da incerteza das medições da tensão $V_{db}$ . ....	88

## LISTA DE SÍMBOLOS

$v$	velocidade de deriva dos portadores de carga	cm/s
$\rho$	resistividade elétrica	$\Omega \cdot m$
$\sigma$	condutividade elétrica	$(\Omega \cdot m)^{-1}$
$\mu$	mobilidade dos portadores	$cm^2/Vs$
$\mu_n$	mobilidade dos elétrons	$cm^2/Vs$
$\mu_p$	mobilidade das lacunas	$cm^2/Vs$
$A$	área	$cm^2$
$a$	amplitude do intervalo	—
$B$	campo magnético	T
$c_i$	coeficiente de sensibilidade	—
$d$	espessura da amostra	cm
$E_C$	energia do nível mínimo da banda de condução	eV
$E_F$	energia do nível de Fermi	eV
$E_G$	largura da banda proibida	eV
$E_V$	energia do nível máximo da banda de valência	eV
$F$	força magnética	N
$G$	fator de forma dependente da geometria	—
$i$	corrente elétrica	A
$k$	fator de abrangência	—
$n$	concentração de portadores de carga	$cm^3$
$N$	dopagem da impureza doadora ou aceitadora	—
$n$	número de observações repetidas	—
$N$	número de fontes de entrada	—
$n_s$	densidade superficial de cargas	$cm^2$
$n_t$	número total de pares dos valores	—
$p$	concentração de lacunas no semiconductor	$cm^{-3}$
$P$	probabilidade de abrangência	—
$q$	carga elétrica do elétron	C
$R$	resistência elétrica	$\Omega$
$r(x_i, x_j)$	coeficiente de correlação	—



$R_H$	coeficiente Hall	$\text{cm}^3/\text{C}$
$R_S$	resistência de folha	$\Omega/\square$
$r_{x,y}$	coeficiente de Pearson	—
$S$	distância entre dois pontos	cm
$s(x_i)$	desvio-padrão	—
$T$	temperatura	K
$U$	incerteza expandida	—
$u(\bar{x}_i)$	incerteza-padrão	—
$u(x_i)$	incerteza-padrão de cada fonte de entrada	—
$u_c(y)$	incerteza-padrão combinada	—
$u_{x_i}(y)$	componente de incerteza do mensurado	—
$V$	diferença de potencial ou tensão elétrica	V
$v_{\text{eff}}$	graus de liberdade efetivos	—
$V_H$	tensão Hall	V
$v_i$	graus de liberdade de cada fonte de entrada	—
$x_i$	grandeza de entrada	—
$X_i$	fonte de incerteza de entrada	—
$y$	grandeza de saída	—

## RESUMO

Borcelli, Anelise. **Estimativa da incerteza de medição de um sistema utilizado para caracterização eletrônica de materiais semicondutores**. Porto Alegre. 2015. Dissertação. Programa de Pós-Graduação em Engenharia e Tecnologia de Materiais, Pontifícia Universidade Católica do Rio Grande do Sul.

A proposta desse trabalho foi apresentar um estudo de caso da aplicação do método clássico para a avaliação dos dados de medição e para a expressão da incerteza de medição. O objeto de estudo foi um cristal semicondutor definido como amostra do ensaio com base na sua estrutura eletrônica. O sistema de medição permite caracterizar a amostra através do método de Van der Pauw e do efeito Hall para determinar a resistividade e o coeficiente Hall do cristal. A escolha de um semicondutor como objeto de estudo e um método de caracterização eletrônica para avaliação da incerteza de medição é devida a sua importância na fabricação de dispositivos utilizados em praticamente todos os produtos eletrônicos. Primeiramente, foi realizada uma revisão da literatura sobre as características dos semicondutores para compreensão dos resultados que foram obtidos; em seguida, o desenvolvimento de uma pesquisa dos fenômenos físicos que explicam as medições realizadas; e, por último, a apresentação das características técnicas do sistema de medição destinado para obtenção dos valores das grandezas de estudo. Após, foi apresentado o método para avaliação da incerteza, e analisadas as fontes de incerteza inerentes ao processo de medição e aos fenômenos físicos envolvidos, e identificadas as componentes que não afetam o resultado da medição. O produto final desse trabalho foi uma planilha de cálculo com o balanço de incerteza para avaliação dos resultados das medições. Essa planilha foi desenvolvida para o sistema de medição utilizado nesse trabalho. Entretanto, propõem-se que seja testada por outros usuários para avaliação dos resultados obtidos com outro conjunto de instrumentos de medição.

Palavras-Chaves: Semicondutores. Método de Van der Pauw. Efeito Hall. Incerteza de medição.

## ABSTRACT

BORCELLI, Anelise. **Uncertainty measurement of a system used by electronics characterization of semiconductors materials.** Porto Alegre. 2015. Master. Graduation Program in Materials Engineering and Technology, PONTIFICAL CATHOLIC UNIVERSITY OF RIO GRANDE DO SUL.

The purpose of this paper was to present a case on the application of the classic method for the evaluation of measurement data and expression of uncertainty in measurement. The object of study was a semiconductor crystal defined as test sample based on their electronic structure. The measurement system allow characterizing the sample by Van der Pauw technique and Hall effect to determine the resistivity and the Hall coefficient of the crystal. The choice of the semiconductor as the object of study and an electronic characterization method for evaluation of uncertainty in measurement is due to its importance in the manufacture of devices used in virtually all electronic products. Firstly, there was be a review of the literature about the characteristics of semiconductors for understanding the results that was be obtained; then, developing a research of physical phenomena that explain the measurements; and finally the presentation of the technical characteristics of the measuring system designed to obtain the values of the study variables. Eventually, classic method was be present and the inherent sources of uncertainty in measurement process was be analyzed as well as the physical phenomena involved and identifying the components that do not affect the measurement results. The final product of this work was be an uncertainty budget for evaluation of measurements. This worksheet was be developed for the measurement system used in this work. However, it is proposed that it should be is tested by other users to evaluate the results obtained with another set of measuring instruments.

Keywords: Semiconductors. Van der Pauw Method. Hall Effect. Uncertainty in measurement.

## 1. INTRODUÇÃO

Na etapa atual do desenvolvimento humano, denominada sociedade da informação, as condições de geração do conhecimento e processamento da informação foram alteradas por uma revolução tecnológica centrada nas tecnologias da informação. O domínio da informação e do conhecimento constituem a atividade social e econômica predominante, fundamentada na geração, no armazenamento, no tratamento, na transmissão e no uso da informação. Essencialmente, os produtos da sociedade da informação são baseados no emprego de dispositivos eletrônicos fabricados em semicondutores.

Apesar de todo o progresso ocorrido, especialmente durante o século XX, em relação aos conhecimentos da ciência básica dos materiais e seu desenvolvimento, continuam existindo demandas e desafios para a obtenção de novos materiais. Como por exemplo, materiais para a fabricação de circuitos integrados mais potentes, com mais funções, mais rápidos, de menor consumo de potência, de menor tamanho e mais baratos.

Nesse contexto, a caracterização eletrônica de materiais semicondutores é de fundamental importância. O conhecimento das propriedades desses materiais define a sua aplicação em diversas áreas, como por exemplo: na microeletrônica, nos dispositivos optoeletrônicos e estruturas fotônicas, nos sensores e atuadores, na micromecânica, nas estruturas para biologia e medicina, na fabricação de placas de circuitos impressos e suas evoluções.

Geralmente, na fase de fabricação dos dispositivos semicondutores, mede-se o tipo de condutividade e a resistividade dos cristais por métodos não-destrutivos. Os sistemas de medição empregados, normalmente, utilizam o método de Van der Pauw e as medidas de efeito Hall para a caracterização destas propriedades. Entretanto,

sem avaliar a confiabilidade metrológica desses sistemas não é possível associar uma indicação quantitativa da qualidade do resultado destas medições.

A incerteza de medição é a indicação quantitativa da qualidade do resultado de medições. Com a sociedade globalizada, tornou-se necessária a definição de uma metodologia internacionalmente aceita para a estimativa da incerteza, permitindo a comparabilidade entre os resultados obtidos em diferentes laboratórios ou instituições. O início da elaboração do Guia para a Expressão de Incerteza de Medição (GUM) ocorreu em 1977 após o reconhecimento do Comitê Internacional de Pesos e Medidas (CIPM) da ausência de um consenso mundial sobre a equação para o cálculo da incerteza de um resultado de medição (GUM, 2012; INMETRO, 2008).

A primeira versão do GUM foi publicada em 1993, e passou a nortear os trabalhos relacionados à medição em praticamente todas as áreas, realçando e tornando mais difundidos os conceitos metrológicos como rastreabilidade, incerteza expandida, graus de liberdade, probabilidade de abrangência, nível da confiança. Atualmente, o GUM é adotado na maioria dos países. O GUM e os seus diversos suplementos, juntamente com o Vocabulário Internacional de Metrologia (VIM), compõem um conjunto abrangente de publicações, extremamente eficiente para orientar e normatizar os trabalhos relacionados à área da metrologia.

A proposta desse trabalho foi avaliar a confiabilidade de um sistema de medição, utilizado para a caracterização eletrônica de materiais semicondutores, por meio de uma estimativa da incerteza associada aos resultados obtidos para os valores de tensão com o emprego do método de Van der Pauw e das medidas de efeito Hall.

## 2. OBJETIVOS

Nesse trabalho objetivou-se avaliar a confiabilidade metrológica de um sistema de medição por efeito Hall que utiliza o método de Van der Pauw para a caracterização eletrônica de materiais semicondutores.

### 2.1. Objetivos Específicos

Estimar as fontes de incerteza para o sistema de medição utilizado para determinar a resistividade, o número de portadores de carga e sua mobilidade em amostras do semicondutor  $Ga_{1-x}In_xSb:Al$  (dopado com alumínio).

Testar a liga eutética GaIn como solda fria para os contatos entre as ponteiras e a amostra, quanto à praticidade e a linearidade da curva  $i$  (corrente) x  $V$  (tensão).

Elaborar uma planilha para estimativa da incerteza de medição para o equipamento do LAMAT - HMS-3000/.55T Hall Measurement System, marca Ecopia®, com campo magnético fixo em 0,556 Tesla.

### 3. REVISÃO BIBLIOGRÁFICA

Desde a descoberta do diodo e o constante aprimoramento da tecnologia da informação, o avanço das pesquisas relacionadas com a transmissão de dados tem sido surpreendente e de grande impacto sobre a sociedade. Estas pesquisas aceleraram o interesse por outros materiais, que como o silício possuem características semicondutoras (MISHRA, 2008).

São três as principais características de um material semicondutor:

- ligação covalente;
- aumento da condutividade com a temperatura;
- aumento da condutividade do material pela adição de impurezas selecionadas na rede cristalina, ao contrário do que ocorre com os condutores ou metais.

Existem vários materiais, além do silício e do germânio, que possuem estas características. Alguns desses materiais são compostos formados a base dos elementos (12) (16) e (13) (15) da tabela periódica. Outros, formam ligas estequiométricas reunindo três ou mais desses elementos, como exemplo o  $Ga_{1-x}In_xSb$  para  $x$  variando entre 0 e 1 (ADACHI, 2009). Além desses, existem alguns óxidos metálicos que possuem características semicondutoras, por exemplo, o  $SnO_2$  (tipo n) que é utilizado na fabricação de sensores (WANG, et al., 2010).

Por simplificação e pela farta literatura sobre os semicondutores puros, será utilizado o silício como exemplo para os capítulos dedicado às propriedades elétricas dos materiais semicondutores.

### 3.1. Materiais Semicondutores

Os semicondutores são definidos como sendo materiais que possuem as bandas de valência e condução separadas por uma banda proibida de energia com valor não muito elevado, menor que 4 eV, conforme ilustram a Figura 3.1 e os exemplos da Tabela 3.1.

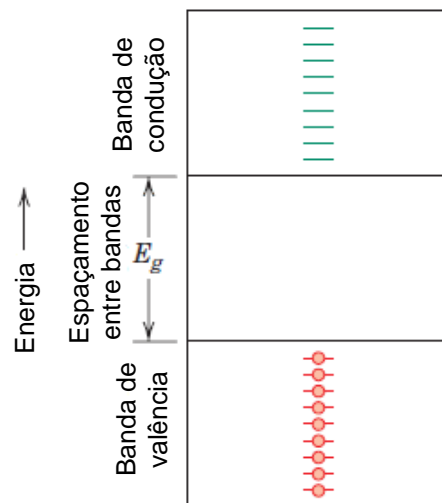


Figura 3.1. Ilustração do modelo de bandas de energia para um semicondutor  
(Fonte: KITTEL, 2004).

Tabela 3.1. Exemplos de materiais semicondutor, bom isolante, e bom condutor (KITTEL, 2004; SWART, 2013; WANG, et al., 2010).

Material	Banda de Energia à 300 K (eV)	Classificação
Germânio (Ge)	0,66	Semicondutor
Silício (Si)	1,12	Semicondutor
Arseneto de Gálio (GaAs)	1,42	Semicondutor
Antimoneto de Gálio (GaSb)	0,72	Semicondutor
Óxido de Estanho (SnO <sub>2</sub> )	3,60	Semicondutor
Diamante (C)	5,47	Bom isolante
Sílica (SiO <sub>2</sub> )	9,00	Bom isolante
Alumínio (Al)	0,00	Bom condutor

Esse tipo de material puro terá uma condutividade elétrica bastante reduzida em temperaturas normais de operação (entre 233 K e 313 K). A condutividade dos materiais semicondutores puros se posiciona entre a condutividade dos isolantes e a dos condutores, isto é, entre  $10^{-6}$  e  $10^4$  ( $\Omega \cdot m$ )<sup>-1</sup> (KITTEL, 2004).



Nos semicondutores puros os elétrons não estão livres, mas presos nas ligações covalentes entre os átomos, como ilustra a Figura 3.2. Cada um dos átomos da rede cristalina compartilha um ou mais elétrons entre si.

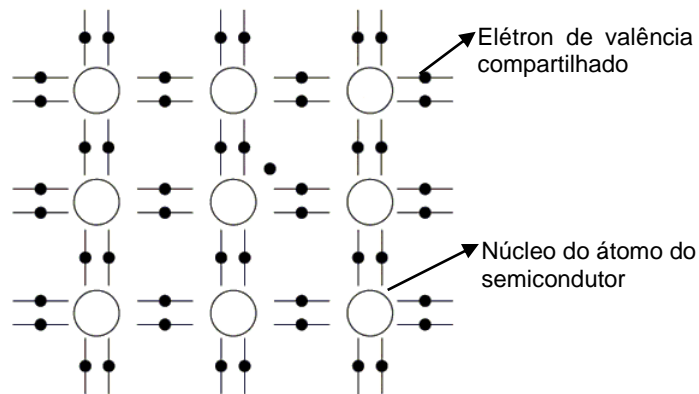


Figura 3.2. Modelo de ligações químicas de semicondutores (Fonte: SWART, 2013).

Entretanto, em temperaturas acima de 0 K, a vibração da rede cristalina é suficiente para romper uma pequena fração das suas ligações químicas conferindo certa condutividade elétrica aos semicondutores. Nesse tipo de ligação todos os orbitais ficam preenchidos com dois elétrons cada, cada átomo fica com a sua última camada completa, e a energia total do sistema é menor que a soma da energia interna dos átomos isolados garantindo, assim, a manutenção das ligações químicas e a coesão da estrutura (SWART, 2013).

Na temperatura de 0 K os semicondutores não poderão conduzir corrente elétrica, pois a banda de valência está totalmente preenchida por elétrons e a banda de condução totalmente vazia, com todos os estados desocupados. Aumentando-se a temperatura acima de 0 K de um material semicondutor com largura da banda proibida reduzida, alguns poucos elétrons da banda de valência adquirem energia térmica da rede cristalina, podendo saltar dos estados da banda de valência para os estados vazios da banda de condução, como ilustra a Figura 3.3 (KITTEL, 2004).

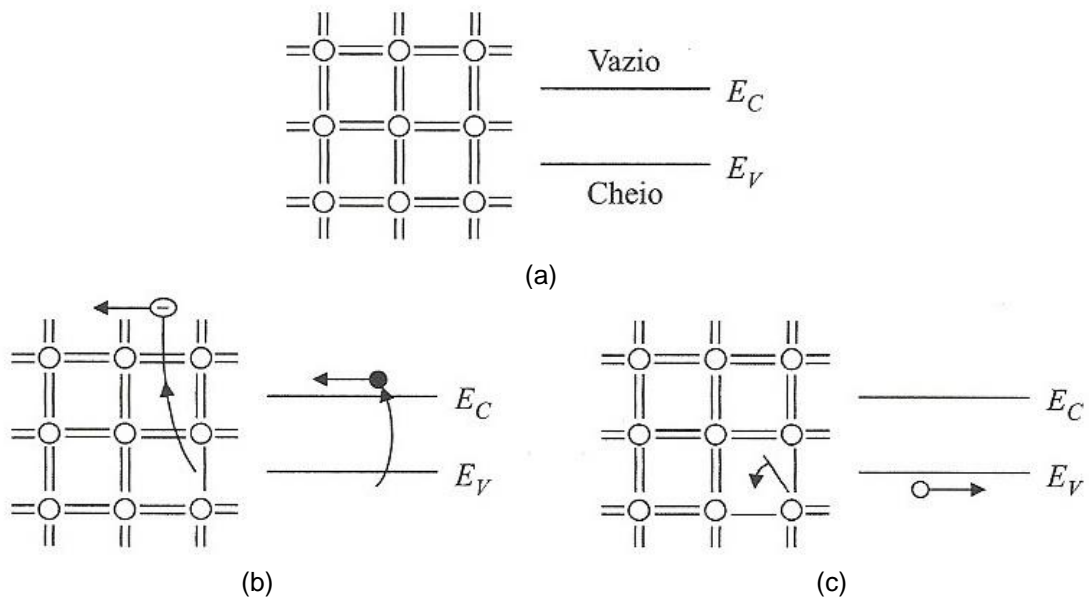


Figura 3.3. Esquema do modelo de ligações e de bandas de energia para visualização dos estados: (a) sem portadores; (b) com elétron livre; e (c) com lacuna (Fonte: SWART, 2013).

Dessa forma, se for aplicado um campo elétrico, o semicondutor responderá com uma corrente elétrica, dada pela soma da condução dos elétrons na banda de condução e das lacunas na banda de valência. Os elétrons e as lacunas são chamados de portadores de carga e, o processo de sua liberação é chamado de geração térmica de portadores.

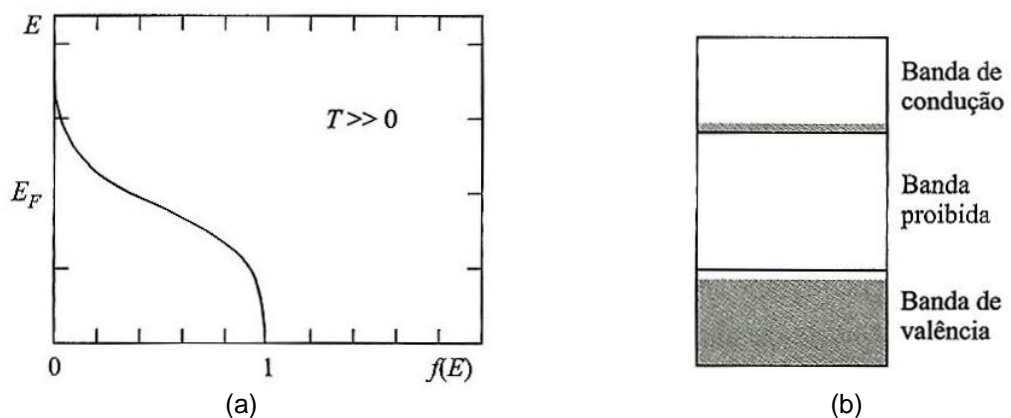


Figura 3.4. (a) Função de Fermi-Dirac e (b) diagrama de bandas de um semicondutor a uma temperatura bem maior que 0 K, com igual número de elétrons na banda de condução e de lacunas na banda de valência (Fonte: SWART, 2013).

Assim, quando um elétron passa para a banda de condução, por um processo térmico em um semicondutor puro, deixa uma lacuna na banda de valência formando

um par elétron-lacuna, como ilustram as Figuras 3.4 e 3.5 (SWART, 2013). Portanto, pode-se dizer que a condutividade será função da densidade dos portadores de carga na banda de condução.

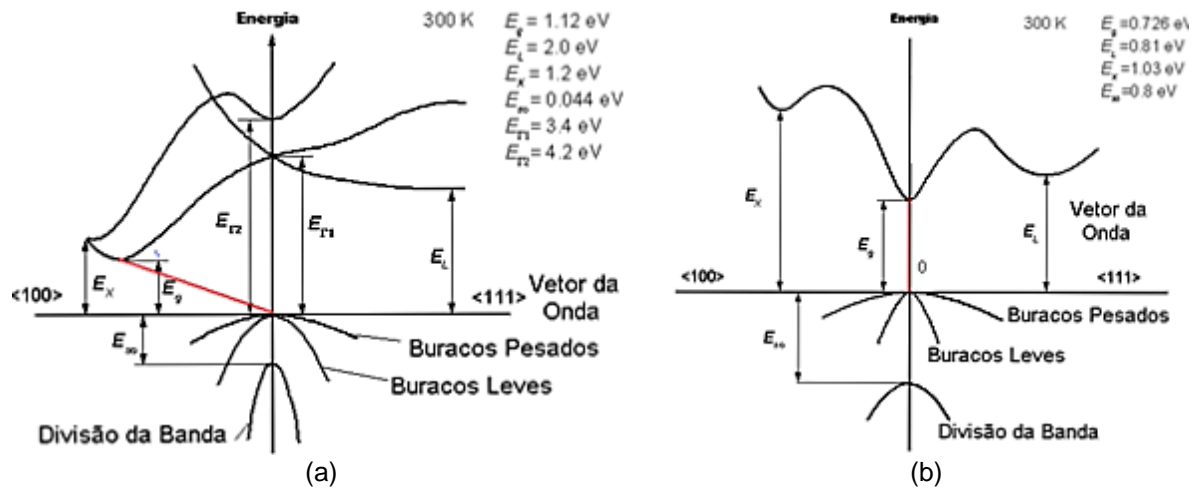


Figura 3.5. Diagrama da banda de energia do (a) silício e do (b) GaSb (SHEEL, 2000).

Tendo em vista o baixo número de elétrons que saltam da banda de valência para a banda de condução nos semicondutores puros, a condutividade é bem reduzida. Entretanto, é possível aumentar a densidade de portadores de carga do material com a inclusão de impurezas na rede cristalina (VAN VLACK, 2000).

O sucesso dos semicondutores se deve à disponibilidade de técnicas de dopagem (adição de pequena quantidade de impurezas específicas) controlada, em nível e local no semicondutor, permitindo, assim, alterar localmente as propriedades do semicondutor. Isso, por sua vez, permite o desenvolvimento de inúmeros dispositivos e circuitos integrados eletrônicos (SWART, 2013).

Se o dopante possuir cinco elétrons ou mais na última camada é um doador de elétrons, e se a impureza ou dopante possuir três ou menos elétrons na última camada é um aceitador de elétrons (KITTEL, 2004).

### 3.1.1. Semicondutores Extrínsecos

Nos semicondutores extrínsecos o comportamento elétrico é determinado pela presença de impurezas na rede cristalina as quais, quando presentes mesmo em

concentrações diminutas, introduzem um excesso de elétrons ou de lacunas no material (CALLISTER, 2002). Um semiconductor extrínseco é chamado do tipo n quando os elétrons são os portadores majoritários de carga em virtude da sua densidade ou concentração, e as lacunas são os portadores minoritários de carga.

O elétron adicional que não forma ligações fica fracamente preso à região ao redor do átomo de impureza, por meio de uma atração eletrostática fraca. A energia de ligação desse elétron é relativamente pequena, sendo facilmente removido do átomo de impureza, se tornando um elétron livre ou de condução. Cada evento de excitação doa um único elétron para a banda de condução, por esse motivo uma impureza desse tipo é chamada de doadora.

Uma vez que cada elétron doador é excitado de um nível de impureza, nenhuma lacuna correspondente é criada dentro da banda de valência (KITTEL, 2004). Para os semicondutores do tipo n, o nível de Fermi é deslocado para cima no espaçamento entre bandas e imediatamente abaixo da parte inferior da banda de condução, até próximo ao estado doador, e a sua posição exata é uma função tanto da temperatura como da concentração de doadores. O modelo de bandas de energia para um semiconductor tipo n está representado na Figuras 3.6.

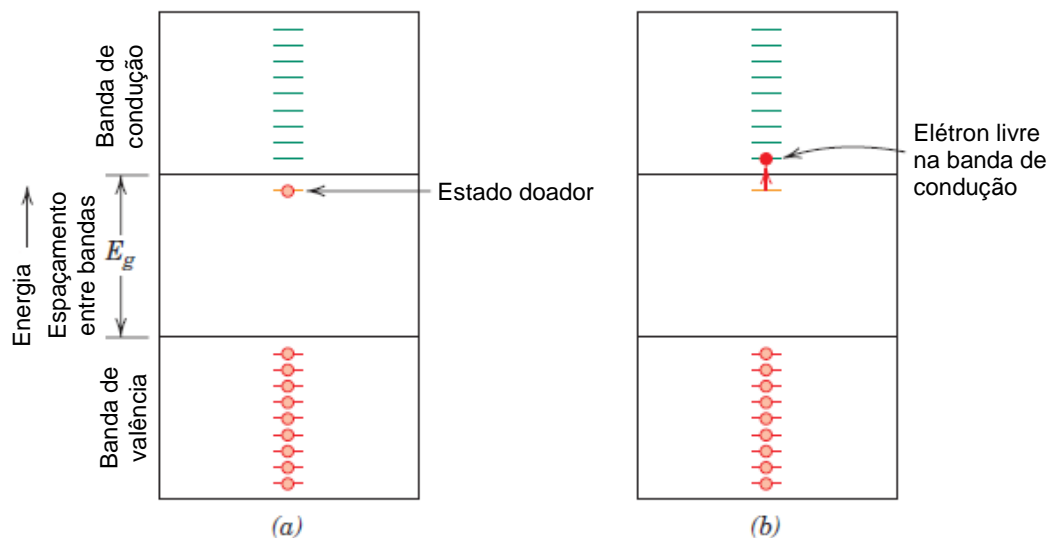


Figura 3.6. Ilustração do modelo de bandas de energia para um semiconductor do tipo n. (a) Estado doador localizado dentro do espaçamento entre bandas para  $T = 0$  K. (b) Excitação de um elétron livre de um estado doador para a banda de condução para  $T > 0$  K (Fonte: SWART, 2013).

O efeito oposto é produzido pela adição de impurezas aceitadoras de elétrons. Uma das ligações covalentes ao redor de cada átomo da rede cristalina fica deficiente de um elétron, isto pode ser visto como uma lacuna que se encontra fracamente ligada ao átomo de impureza. Essa lacuna pode ser liberada do átomo de impureza pela transferência de um elétron de ligação adjacente. Essencialmente, o elétron e a lacuna trocam de posições. Por isso, considera-se que uma lacuna em movimento está em um estado excitado e participa do processo de condução análogo ao de um elétron doador excitado.

Cada átomo de impureza desse tipo introduz um nível de energia dentro do espaçamento entre bandas, localizado acima, porém muito próximo, da parte superior da banda de valência. Uma lacuna é criada na banda de valência pela excitação térmica de um elétron da banda de valência para esse estado eletrônico da impureza. Como apenas um portador é produzido, não é criado um elétron livre no nível de impureza ou na banda de condução. Uma impureza desse tipo é chamada receptora, pois ela é capaz de aceitar um elétron deixando uma lacuna na banda de valência. As excitações extrínsecas em que são geradas lacunas também podem ser representadas através do modelo de bandas, conforme ilustra a Figura 3.7.

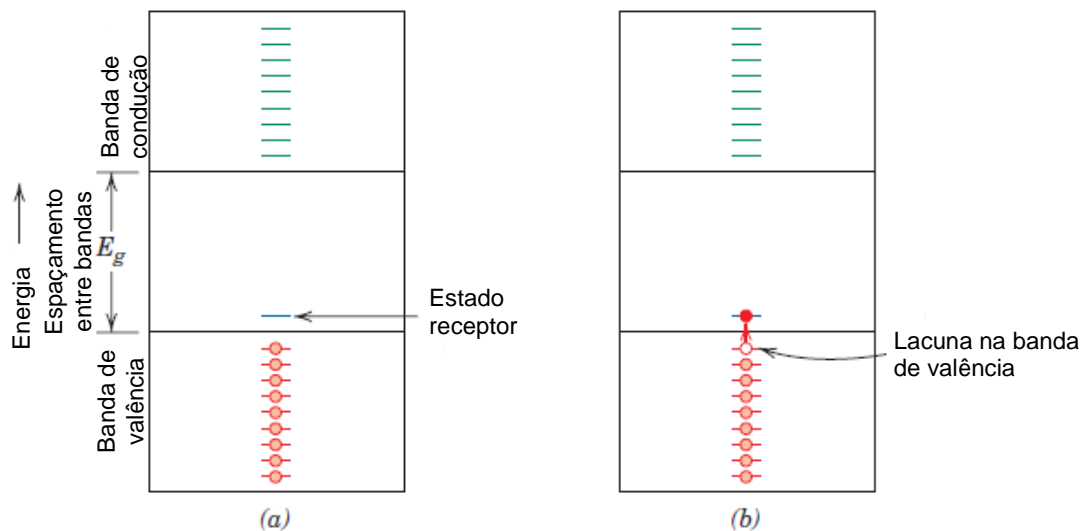


Figura 3.7. Ilustração do modelo de bandas de energia para um semicondutor do tipo p. (a) Estado receptor localizado dentro do espaçamento entre bandas para  $T = 0\text{ K}$ . (b) Excitação de um elétron para o estado receptor para  $T > 0\text{ K}$  (Fonte: SWART, 2013).

Nesse caso, as lacunas estão presentes em concentrações muito mais altas do que os elétrons, e são responsáveis pela condução elétrica. Sendo, portanto, as lacunas os portadores majoritários de carga e os elétrons os portadores minoritários de carga. Para os semicondutores do tipo p, o nível de Fermi está posicionado dentro do espaçamento entre bandas, e próximo ao nível do receptor (KITTEL, 2004).

### 3.2. Propriedades Elétricas dos Semicondutores

As propriedades elétricas dos sólidos são primordialmente determinadas pelo comportamento dos elétrons do material, e dependem essencialmente do arranjo dos elétrons no material, ou seja, dos estados quânticos que eles ocupam (VAN VLACK, 2000).

Uma das características elétricas mais importantes de um material sólido é a capacidade de se opor à passagem de corrente elétrica  $i$  mesmo quando existe uma tensão  $V$  aplicada. A lei de Ohm afirma que a corrente fluindo através de um dispositivo é diretamente proporcional à tensão aplicada ao dispositivo (SWART, 2013).

A resistência  $R$  de um material entre dois pontos quaisquer é determinada aplicando-se uma diferença de potencial  $V$  entre esses pontos e medindo a corrente  $i$  resultante (VAN VLACK, 2000). Assim, a resistência  $R$  do material é definida pela Equação 3.1.

$$R = \frac{V}{i} \quad (3.1)$$

O valor de  $R$  é influenciado pela configuração da amostra, e para alguns materiais é independente da corrente. Um dispositivo obedece à lei de Ohm quando a sua resistência é independente do valor e da polaridade da diferença de potencial aplicada.

A resistência sozinha não é suficiente para caracterizar um material, uma vez que diferentes formas de amostras apresentam valores de resistência diferentes. Isto

levou à inclusão de uma propriedade intrínseca do material: a resistividade ou condutividade. Esta grandeza permite quantificar a capacidade de transporte de corrente no material e realizar comparações significativas entre os diferentes materiais (VAN VLACK, 2000). A resistividade  $\rho$  é independente da geometria de amostras homogêneas e sem descontinuidades, e está relacionada a R através da Equação 3.2 (HALLIDAY e RESNICK, 1993).

$$\rho = \frac{RA}{S} \quad (3.2)$$

Na qual S representa a distância entre os dois pontos onde é realizada a medida da tensão, e A é a área da seção reta perpendicular à direção da corrente. Um material obedece à lei de Ohm quando a sua resistividade é independente do módulo, da direção e do sentido do campo elétrico aplicado (VAN VLACK, 2000; SWART, 2013).

Algumas vezes, a condutividade elétrica  $\sigma$  é usada para especificar a natureza elétrica do material. A condutividade pode ser definida como o inverso da resistividade do material, conforme a Equação 3.3 (HALLIDAY e RESNICK, 1993).

$$\sigma = \frac{1}{\rho} \quad (3.3)$$

A condutividade elétrica, no caso dos materiais semicondutores, indica a facilidade do movimento dos portadores de cargas, elétrons ou lacunas, de uma posição para a outra no material (KITTEL, 2004). A medida do tipo de condutividade (tipo p ou tipo n), depende da quantidade de portadores de carga positivas (lacunas) e negativas (elétrons) incorporados na rede do cristal, conforme traduz a Equação 3.4.

$$\sigma = n_n |q| \mu_n + n_p |q| \mu_p \quad (3.4)$$

Sendo  $n_n$  e  $n_p$  os portadores de carga (negativos e positivos) e  $\mu_n$  e  $\mu_p$  a mobilidade dos portadores tipo n e tipo p. Entretanto, a resistividade não é um

parâmetro único para caracterizar um material, visto que materiais diferentes podem ter a mesma resistividade em temperaturas diferente (VAN VLACK, 2000). Além disso, um dado material pode apresentar diferentes valores de resistividade, dependendo da forma como ele foi sintetizado. Isto é notadamente válido para os semicondutores, onde a resistividade sozinha não explica todos os resultados experimentais observados (SWART, 2013; KITTEL, 2008).

A condutividade, no entanto, é bem reduzida para os semicondutores puros, tendo em vista o baixo número de elétrons que saltam da banda de valência para a banda de condução. Mas pode ser bem mais alta para os semicondutores extrínsecos. Tanto para os semicondutores puros quanto para os extrínsecos, a mobilidade dos portadores de carga será maior para os elétrons do que para as lacunas (SWART, 2013).

Portanto, a caracterização eletrônica de semicondutores é extremamente importante no processo de fabricação de dispositivos em estado sólido, pois permite avaliar se com as propriedades elétricas que o material apresenta, é possível utilizá-lo para executar funções específicas em diversas aplicações (SWART, 2013).

### **3.3. Caracterização Eletrônica de Semicondutores**

#### **3.3.1. Medidas Eletrônicas**

A resistividade pode ser medida diretamente no material semicondutor por meio da medida da resistência elétrica de uma peça com forma e dimensões geométricas conhecidas, como ilustra a Figura 3.8 (a). Esse método possui limitações, mas a principal delas é a pequena tolerância dimensional necessária para garantir uma medida confiável. Existem vários outros métodos experimentais que possibilitam a obtenção da resistividade elétrica em materiais semicondutores. Cada método fornece a resistividade com valores e precisão distintos.

Os métodos encontrados na literatura utilizam geralmente uma ponte de impedância tipo ponte de Wheatstone, entre eles destacam-se os métodos de pulsos, método sem contato, método duas pontas, método de sonda de quatro pontas,



método eletrômetro e método de Van der Pauw. O outro, é o método de quatro pontas ilustrado na Figura 3.8 (b), sendo esse o mais utilizado para a caracterização elétrica de lâminas (SWART, 2013; SCHMIDT,1997; SEILER, 2004; WEDSTER,1999; VAN DER PAUW,1958).

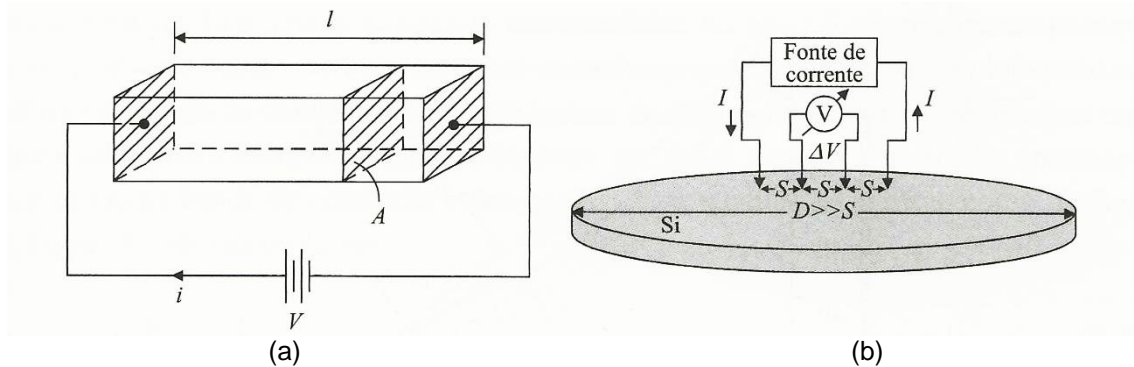


Figura 3.8. (a) Barra de material semiconductor de comprimento  $L$  e seção de área  $A$  com aplicação de uma tensão  $V$ ; (b) Representação esquemática da medida de quatro pontas (Fonte: SWART, 2013).

No método de quatro pontas, quatro agulhas alinhadas de forma equidistante (com distância  $S$  entre cada contato) são pressionadas sobre a superfície do semiconductor. Uma fonte de corrente faz passar uma dada corrente  $i$  entre as agulhas 1 e 4, enquanto entre as agulhas 2 e 3 mede-se a tensão  $V$ . Demonstra-se, então, que a relação apresentada na Equação 3.5 é válida para a resistividade (SMITH, 1958).

$$\rho = 2\pi S G \frac{V}{i} \quad (3.5)$$

Onde  $G$  é um fator de correção tabelado, que depende da geometria da amostra. Para amostras ou camadas finas com espessura  $d$  e dimensões horizontais muito maiores que a distância  $S$  entre as agulhas, vale a Equação 3.6.

$$\rho = \frac{\pi}{\ln 2} d \frac{V}{i} = 4,532 d \frac{V}{i} \quad (3.6)$$

Ainda é usual definir uma grandeza denominada resistência de folha  $R_s$  como sendo a resistência de uma amostra de área  $A$  de superfície quadrada e espessura  $d$ . A resistência de folha é uma medida de resistência usada para caracterizar finas camadas de semicondutores extrínsecos, normalmente uniformes em toda a sua

espessura. Como a resistividade é uma função direta da geometria da amostra, é conveniente expressar a resistência de folha  $R_s$  em unidades de ohms por quadrado, e calcular utilizando a Equação 3.7.

$$R_s = \frac{\rho}{d} \quad (3.7)$$

A ação de deriva de portadores somente ocorrerá quando houver um campo elétrico e altas concentrações de portadores, podendo ser considerável para os portadores majoritários.

A dopagem do semicondutor pode ser determinada considerando a sua relação com a mobilidade dos portadores. Se o nível de dopagem for significativo, a resistividade pode ser calculada por meio das Equações 3.8 e 3.9, para semicondutores tipo p e tipo n, respectivamente.

$$\rho = \frac{1}{qp\mu_p} \quad (3.8)$$

$$\rho = \frac{1}{qn\mu_n} \quad (3.9)$$

A dopagem está relacionada com a resistividade de acordo com a Equação 3.10.

$$N = \frac{1}{(q\mu\rho)} \quad (3.10)$$

Onde  $\mu$  é a mobilidade dos portadores e  $N$  é a dopagem da impureza doadora ou aceitadora.

### 3.3.2. Método de Van der Pauw

Todos os métodos experimentais quando utilizados para obtenção do valor de resistividade elétrica necessitam amostras com formato e área bem definidos, como mencionado anteriormente. Porém, o método de Van der Pauw é independente do

formato da amostra, desde que a sua espessura seja três vezes menor do que a área. Por esse motivo, é um dos métodos mais adequados para a obtenção da resistividade, densidade e mobilidade de portadores de carga em lâminas de materiais semicondutores.

O método de Van der Pauw é amplamente utilizado na indústria de semicondutores para determinar a resistividade de placas planas com formatos arbitrários.

As amostras devem satisfazer as seguintes condições (SEILER, 2004):

- os contatos entre a amostra e a ponta de prova devem ser ôhmicos;
- os contatos devem estar na periferia da amostra;
- os contatos devem ser suficientemente pequenos;
- a amostra deve ser homogênea em espessura, e não deve apresentar descontinuidades (furos isolados, por exemplo).

A grande vantagem desse método, em comparação às medições por quatro pontas, é a eliminação da correção geométrica da superfície da amostra. O objetivo da medição de resistividade é determinar a resistência de folha  $R_s$ . Van der Pauw (1958) demonstrou que existem duas resistências características  $R_A$  e  $R_B$ , associadas com os contatos correspondentes mostrados no esquema das medições representados na Figura 3.9.  $R_A$  e  $R_B$  estão relacionadas com a resistência de folha  $R_s$  pela Equação 3.11 (VAN DER PAUW, 1958).

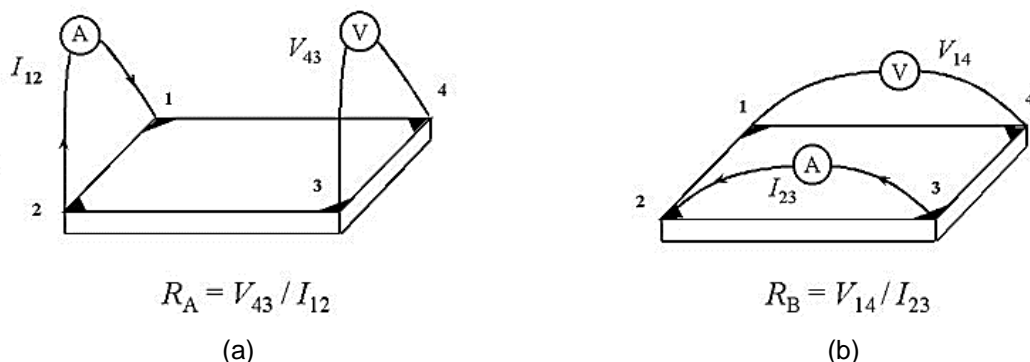


Figura 3.9. Esquema da configuração utilizada no método de Van der Pauw para determinar as resistências características (a)  $R_A$  e (b)  $R_B$  (Fonte: NIST, 2011).

$$\exp\left(-\frac{\pi d R_A}{R_S}\right) + \exp\left(-\frac{\pi d R_B}{R_S}\right) = 1 \quad (3.11)$$

Onde  $R_A$  ( $R_{12,43}$ ) e  $R_B$  ( $R_{23,14}$ ) são as resistências elétricas características (ver Figura 3.9),  $R_S$  é a resistência de folha, e  $d$  é a espessura da amostra. A resistividade  $\rho$  pode ser calculada utilizando a Equação 3.7 apresentada no Capítulo 3.3.1.

Para a obtenção das duas resistências características utiliza-se a seguinte metodologia: aplica-se uma corrente direta  $i_{12}$  entre os contatos 1 e 2 e mede-se a tensão  $V_{34}$  entre os contatos 3 e 4, conforme esquema apresentado na Figura 3.9 (a). Em seguida, aplica-se uma corrente elétrica  $i_{23}$  entre os contatos 2 e 3 e mede-se a tensão  $V_{14}$  entre os contatos 1 e 4, conforme esquema apresentado na Figura 3.9 (b). Os valores de  $R_A$  e  $R_B$  podem ser calculados por meio da lei de Ohm.

Assim, é possível resolver numericamente o teorema de Van der Pauw (1958) para obter o valor de  $R_S$ . A solução, contudo, pode ser obtida quando as dimensões superficiais da amostra forem simétricas. Nesse caso, considera-se o teorema da reciprocidade definido na Equação 3.12.

$$R_{12,34} = R_{34,12} \quad (3.12)$$

Por consequência, é possível obter um valor mais preciso para as resistências  $R_{12,34}$  e  $R_{23,41}$  fazendo duas medições adicionais dos valores recíprocos  $R_{23,41}$  e  $R_{12,34}$  utilizando as Equações 3.13 e 3.14, respectivamente, e calculando a média dos resultados.

$$R_A = \frac{R_{12,34} + R_{34,12}}{2} \quad (3.13)$$

$$R_B = \frac{R_{23,41} + R_{41,23}}{2} \quad (3.14)$$

As medições de resistência podem ser realizadas ainda com maior precisão. Isto pode ser obtido mediante a repetição das medições de resistência depois de mudar as polaridades, tanto da fonte de corrente, como do medidor de tensão. Uma vez que as medições sejam realizadas nos mesmos pontos da amostra, apenas no

sentido oposto, os valores  $R_A$  e  $R_B$  podem ainda ser calculados como a média das medições realizadas na polaridade padrão e na polaridade inversa. A vantagem de fazer isso é que qualquer desvio nos valores de tensão, como potenciais termelétricos devido ao efeito Seebeck, serão cancelados (VAN DER PAUW, 1958).

Combinando esses métodos com as medidas recíprocas, obtemos as Equações 3.15 e 3.16.

$$R_A = \frac{R_{12,34} + R_{34,12} + R_{21,43} + R_{43,21}}{4} \quad (3.15)$$

$$R_B = \frac{R_{23,41} + R_{41,23} + R_{23,14} + R_{14,32}}{4} \quad (3.16)$$

Em geral com o teorema de Van der Pauw (1958) não é possível calcular a resistência de folha  $R_S$  utilizando as equações conhecidas. A exceção é quando  $R = R_A = R_B$ , nesse caso, a resistência de folha é dada pela Equação 3.17.

$$R_S = \frac{\pi R}{\ln 2} \quad (3.17)$$

Normalmente, para determinar a mobilidade  $\mu$  e a densidade superficial de cargas  $n_s$  é necessário realizar uma combinação das medidas de resistividade obtidas pelo método de Van der Pauw (1958) e as medidas de efeito Hall.

### 3.3.3. Medidas de Efeito Hall

Esse efeito é um resultado do fenômeno segundo o qual um campo magnético aplicado perpendicularmente à direção do movimento de uma partícula carregada exerce sobre a partícula uma força perpendicular tanto ao campo magnético quanto à direção de movimento da partícula.

Após realizar medidas de efeito Hall (1879) em vários semicondutores, observou-se que alguns desses sólidos conduziam eletricidade por portadores de carga negativa - q, enquanto outros por portadores de carga positiva + q. Tal medida fornece as seguintes propriedades do semiconductor: tipo de portador majoritário,

concentração do portador majoritário e sua mobilidade. A medida do efeito Hall é realizada como indicado na Figura 3.10, na qual uma corrente elétrica  $i$  passa através de uma amostra com a forma de um paralelepípedo.

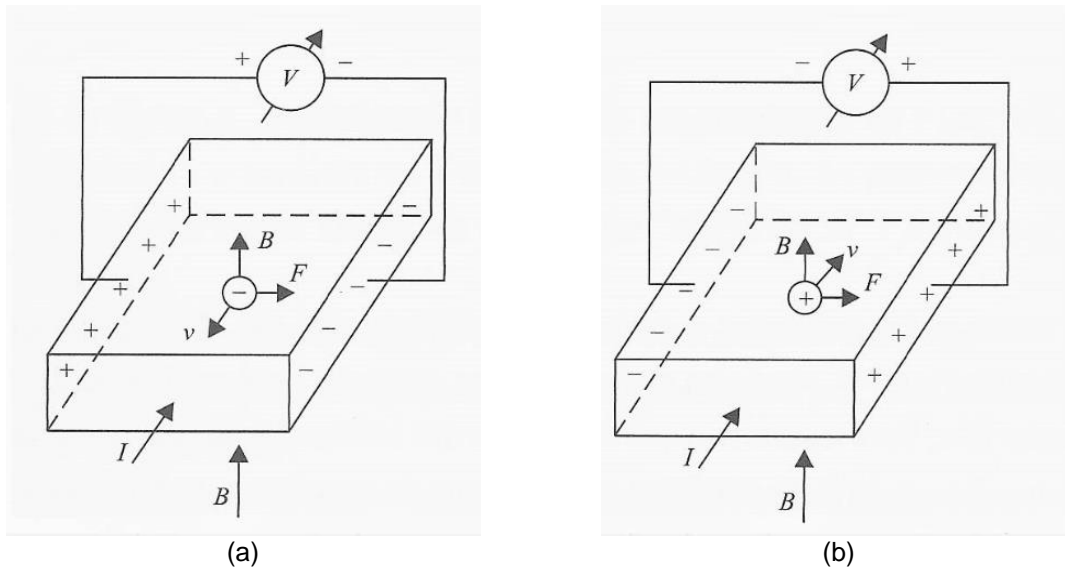


Figura 3.10. Representação da medida de efeito Hall em sólido com portadores de: (a) cargas negativas; (b) cargas positivas (Fonte: SWART, 2013; HALL, 1879).

Aplica-se um campo magnético  $B$  perpendicular ao sólido, o qual irá defletir as cargas com uma força magnética  $F$  perpendicular ao campo  $B$  e ao deslocamento dos portadores de carga  $v$ , de acordo com a Equação 3.18.

$$\vec{F} = q(\vec{v} \times \vec{B}) \quad (3.18)$$

Como os vetores do campo magnético e da velocidade dos portadores são perpendiculares entre si, o módulo do produto vetorial da Equação 3.19 é dado pelo produto do módulo de ambos.

$$F = qvB \quad (3.19)$$

Essa deflexão irá acumular cargas nas faces laterais do sólido até uma situação de regime estacionário, em que a força total lateral de Lorentz é nula (HALLIDAY et al,1993). Esse acúmulo de cargas nas faces laterais corresponde à indução de um potencial denominado tensão Hall  $V_H$ , que pode ser medido com um voltímetro. As tensões Hall medidas serão de sinais opostos quando as partículas condutoras forem

de sinais opostos. O valor de  $V_H$  depende da corrente  $i$ , do campo magnético  $B$ , e da espessura da amostra  $d$ , de acordo com a Equação 3.20.

$$V_H = \frac{R_H i B}{d} \quad (3.20)$$

Nessa expressão,  $R_H$  é um valor constante característico de cada material semiconductor denominado coeficiente Hall (1879). Para os semicondutores extrínsecos tipo n, onde os portadores de carga majoritários são os elétrons, o valor de  $R_H$  é negativo e pode ser determinado através da Equação 3.21.

$$R_H = \frac{1}{n|q|} \quad (3.21)$$

Dessa forma,  $n$  pode ser determinado, uma vez que  $R_H$  pode ser medido e o valor de  $q$  é conhecido. Medindo-se  $V_H$  e conhecendo os valores de  $i$  e  $B$  é possível determinar a densidade superficial de cargas  $n_s$  por meio da Equação 3.22.

$$n_s = \frac{iB}{q|V_H|} \quad (3.22)$$

Além disso, é possível determinar a mobilidade do elétron  $\mu_n$  (SCHMIT,1979; SEILER, 2004) com a Equação 3.23.

$$\mu_n = \frac{\sigma}{n|q|} \quad (3.23)$$

Ou, usando a Equação 3.24.

$$\mu_n = |R_H|\sigma \quad (3.24)$$

Dessa forma, o valor de  $\mu_n$  pode ser determinado se a condutividade  $\sigma$  também for medida. Para semicondutores extrínsecos tipo p, obtêm-se expressões totalmente análogas, com a diferença que a tensão Hall será de sinal oposto.

### 3.4. Contatos Metal-Semicondutor Ôhmicos

A junção ou contato metal-semicondutor é de fundamental importância para dispositivos eletrônicos, pois é ela que permite a formação das interconexões entre dispositivos dentro do circuito integrado (SEILER, 2004). Além de conexões com dispositivos, a junção metal-semicondutor também pode constituir a parte interna de alguns tipos de dispositivos (SWART, 2013).

As junções metal-semicondutor podem apresentar comportamento de contato ôhmico: relação I-V linear e simétrica em torno de  $V = 0$  com baixa resistência elétrica, ou seja, quase uma reta vertical passando pela origem. Ou, de contato tipo retificador: conduz corrente para polarização direta e praticamente não conduz corrente para polarização reversa (SEILER, 2004; WEDSTER, 1999).

Lembrando que a natureza sempre procura a situação de mínima energia (SWART, 2013; SEILER, 2004; WEDSTER, 1999), um bom contato ôhmico entre as pontes ou pontas de medição pode ser realizado através de uma solda metálica ou metaloide apropriada.

### 3.5. Avaliação dos Resultados de uma Medição

O resultado de uma medição é uma aproximação ou estimativa do valor do mensurando. Com base nas informações disponíveis a partir da medição é possível estabelecer uma probabilidade de que esse valor supostamente único se encontre dentro de um intervalo de valores da grandeza medida.

A qualidade do resultado de medição de uma grandeza física pode ser quantificada quando pretende-se avaliar a sua confiabilidade metrológica. Isto permite que esses resultados possam ser comparados, tanto entre medições repetidas com o mesmo ou outro sistema de medição, como com valores de referência (padrão de medição primário, valores de referência especificados ou normas). Por esse motivo, é necessário que exista um procedimento aceito internacionalmente para caracterizar a qualidade do resultado por meio do valor da sua incerteza.



Os métodos estudados para estimar e expressar a incerteza não se aplicam apenas aos resultados de uma medição, mas também são aplicáveis a um projeto conceitual e, à análise teórica de experimentos, de métodos de medição, de componentes e sistemas complexos. Conseqüentemente, o resultado de uma medição e sua incerteza podem ser conceituais e fundamentados em dados hipotéticos e devem ser interpretados nesse sentido mais amplo (GUM, 2012; INMETRO, 2008).

### 3.5.1. Estimativa da Incerteza de Medição

O Guia para a Expressão de Incerteza de Medição (GUM) propõe uma metodologia para avaliar e expressar a incerteza associada ao resultado de uma medição. Tal método pode ser implementado em muitos campos de atuação, e pode ser resumido na sequência de etapas apresentadas no diagrama da Figura 3.11.

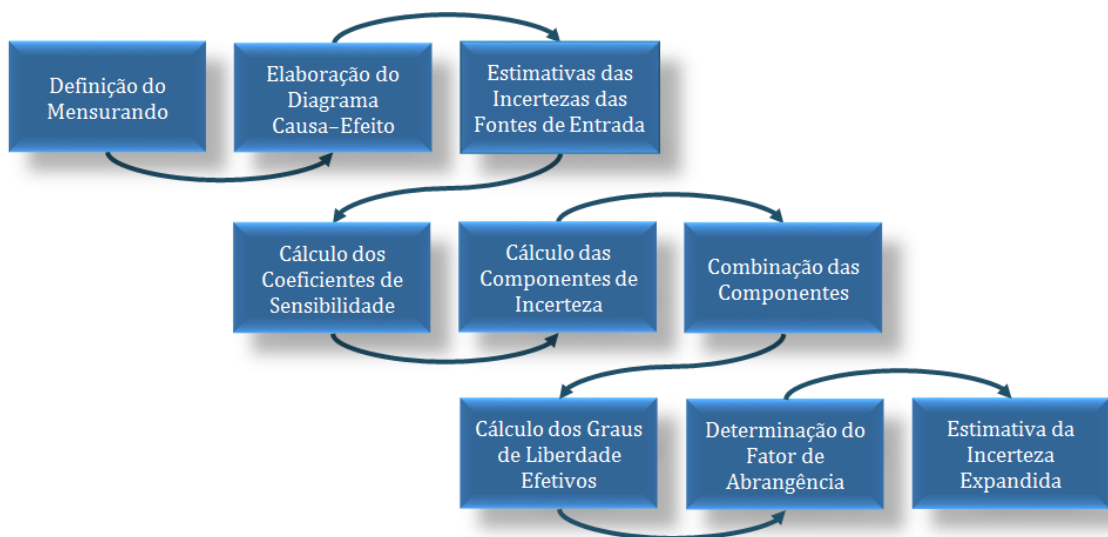


Figura 3.11. Etapas propostas no GUM para estimar a incerteza de uma medição.

Dentre essas etapas, a mais importante é estabelecer a grandeza física de estudo, ou seja, a definição do mensurando. Na maioria das vezes, o mensurando não é medido diretamente, mas determinado a partir de  $n$  grandezas de entrada  $x_i$ , relacionadas por meio de uma função matemática, conforme a Equação 3.25.

$$y = f(x_1, x_2, \dots, x_n) \quad (3.25)$$

Após o processo de investigação das possíveis variáveis envolvidas para a obtenção do resultado da medição é possível organizar essas informações utilizando recursos gráficos que permitem identificar com razoável clareza as fontes de incerteza de entrada que contribuem para a estimativa da incerteza expandida<sup>1</sup>. O diagrama de Ishikawa, mais conhecido como diagrama causa-efeito ou espinha-de-peixe, é o recurso frequentemente utilizado (OLIVEIRA, 1995).

O diagrama causa-efeito é utilizado para organizar de forma estruturada e hierárquica as informações, permitindo identificar a relação entre o efeito (fenômeno físico) sob investigação e as suas causas mais prováveis e merecedoras de maior atenção (variáveis que influenciam significativamente no resultado). Esta avaliação exige o conhecimento do problema para a geração de uma lista das causas, retroagindo-se a partir do efeito estudado, da direita (cabeça do peixe) para a esquerda (espinhas).

O procedimento para elaborar um diagrama causa-efeito pode ser sistematizado da seguinte forma: determinar o efeito cujas causas pretende-se identificar; listar quais as causas mais prováveis e que têm uma influência direta no problema a ser resolvido (causas primárias); esboçar o esqueleto do diagrama colocando na extremidade direita o efeito, e partindo desta traçar uma linha horizontal para esquerda de onde irradiam as ramificações com as causas consideradas como primárias; identificar as causas secundárias que afetam as causas primárias e, caso aplicável, as causas terciárias que afetam as causas secundárias. Cada um desses

---

<sup>1</sup> Produto da incerteza-padrão combinada com um fator maior do que o número um (VIM, 2012).

níveis constitui ramificações nas causas de nível imediatamente inferior, conforme exemplificado no diagrama da Figura 3.12 (OLIVEIRA, 1995).

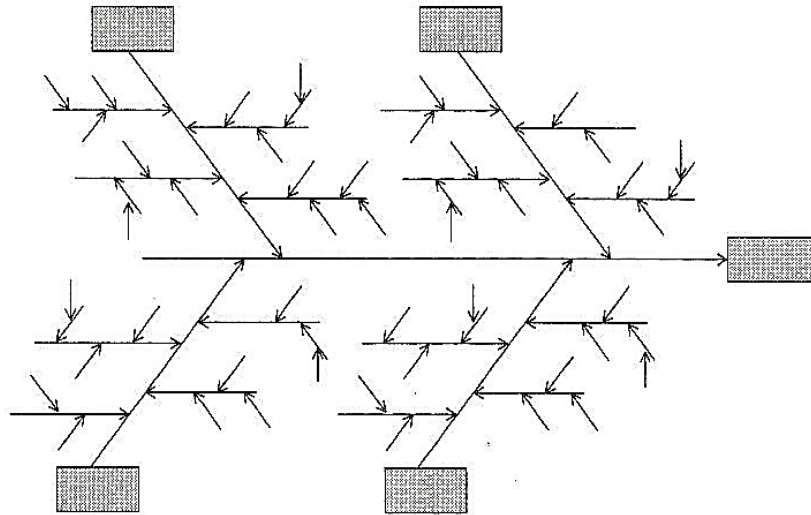


Figura 3.12. Ilustração do diagrama de Ishikawa.

Após elaborar o diagrama causa-efeito é possível visualizar com maior facilidade as condições de contorno do modelo matemático e as fontes que definem a incerteza de medição do mensurando. As incertezas-padrão<sup>2</sup> de cada fonte de entrada,  $u(x_i)$ , são estimadas em função da maneira como a fonte de entrada aparece para definir o mensurando.

A incerteza de medição geralmente engloba muitas causas (chamadas de componentes no vocabulário metrológico). Algumas delas podem ser estimadas por

---

<sup>2</sup> Incerteza de medição expressa na forma de um desvio-padrão (VIM, 2012).

uma avaliação do Tipo A<sup>3</sup> da incerteza de medição, aplicando uma distribuição estatística dos valores provenientes de séries de medições que podem ser caracterizadas por desvios-padrão. Outras componentes podem ser estimadas por uma avaliação do Tipo B<sup>4</sup> da incerteza de medição, também determinadas por desvios-padrão calculados a partir de funções de densidade de probabilidade fundamentadas na experiência ou em outras informações.

A avaliação Tipo A da incerteza-padrão é inerente ao processo de medição e realizada através de um tratamento estatístico do conjunto de repetições das observações da grandeza de entrada  $x_i$ . Quando são executadas repetidas medições da grandeza de entrada  $x_i$  sob condições de repetitividade, uma das avaliações Tipo A da incerteza-padrão  $u(\bar{x}_i)$  é determinada conforme a Equação 3.26.

$$u(\bar{x}_i) = \frac{s(x_i)}{\sqrt{n}} \quad (3.26)$$

Onde  $s(x_i)$  é o desvio-padrão dos valores individuais do conjunto de observações, e  $n$  é o número de observações repetidas.

---

<sup>3</sup> Avaliação de uma componente da incerteza de medição por uma análise estatística dos valores medidos, obtidos sob condições definidas de medição (VIM, 2012).

<sup>4</sup> Avaliação de uma componente da incerteza de medição determinada por meios diferentes daquele adotado para uma avaliação do Tipo A da incerteza de medição. Por exemplo, avaliação baseada na informação, associada a valores publicados por autoridade competente, ao valor de um material de referência certificado, obtida a partir de um certificado de calibração, relativa à deriva, obtida a partir da classe de exatidão de um instrumento de medição verificado, obtida a partir de limites deduzidos da experiência pessoal (VIM, 2012).

Contudo, a avaliação do Tipo B da incerteza-padrão é realizada por um método diferente do estatístico. Normalmente é avaliada por julgamento científico embasado nas informações disponíveis sobre a possível variabilidade da grandeza de entrada  $x_i$ . O conjunto de informações pode incluir dados de medições prévias, experiência ou conhecimento do comportamento e das propriedades de materiais e instrumentos relevantes, especificações dos fabricantes ou documentos normativos, dados fornecidos em certificados de calibração e outros certificados, incertezas atribuídas a dados de referência extraídos de manuais.

De tal modo que uma incerteza-padrão do Tipo A é obtida a partir de uma função densidade de probabilidade derivada de uma distribuição de frequência observada, enquanto que uma incerteza-padrão do Tipo B é obtida de uma função densidade de probabilidade assumida como conveniente e adequada com base no grau de credibilidade de que um evento poderá ocorrer. Ambos os enfoques empregam interpretações reconhecidas de probabilidade, por exemplo, retangular, triangular, normal e t-Student.

Uma das estimativas da incerteza-padrão Tipo B,  $u(x_i)$ , é obtida quando os valores de  $u(x_i)$  têm uma determinada distribuição de probabilidade aceita e um intervalo de dispersão. Assumindo-se que a variação de  $u(x_i)$  tenha distribuição retangular para um intervalo simétrico  $\pm a$ , a estimativa da incerteza-padrão nesse caso é definida pela Equação 3.27.

$$u(x_i) = \frac{a}{\sqrt{3}} \quad (3.27)$$

Admitindo-se que  $u(x_i)$  tenha uma distribuição triangular no intervalo  $\pm a$ , a estimativa da incerteza-padrão é definida pela Equação 3.28.

$$u(x_i) = \frac{a}{\sqrt{6}} \quad (3.28)$$

Quando a incerteza de uma fonte de entrada  $u(x_i)$  provém de um certificado de calibração com as informações da probabilidade e do fator de abrangência  $k^5$ , a estimativa da incerteza-padrão é definida pela Equação 3.29.

$$u(x_i) = \frac{U}{k} \quad (3.29)$$

Onde  $U$  é a incerteza expandida e  $k$  é o fator de abrangência declarados no certificado de calibração da respectiva fonte de entrada.

O passo seguinte é avaliar se duas ou mais variáveis estão inerentemente relacionadas, sendo necessário explorar a natureza dessa relação. A técnica estatística usualmente empregada para modelar e investigar a relação entre duas ou mais variáveis é a análise de regressão.

O diagrama de dispersão é uma forma qualitativa de identificar se as duas variáveis estão correlacionadas, como demonstrado na Figura 3.13. Esse diagrama é um gráfico no qual cada par  $(x_i, y_i)$  é representado como um ponto plotado em um sistema bidimensional de coordenadas. A inspeção desse diagrama de dispersão indica que, embora nenhuma curva simples passe exatamente através de todos os pontos, há uma forte indicação de que os pontos estão dispostos aleatoriamente dispersos em torno de uma linha reta. Duas variáveis podem apresentar-se como tendo uma correlação positiva, negativa, ou não apresentarem correlação (MONTGOMERY, 2003).

---

<sup>5</sup> Número maior do que um pelo qual uma incerteza-padrão combinada é multiplicada para se obter uma incerteza de medição expandida (VIM, 2012).

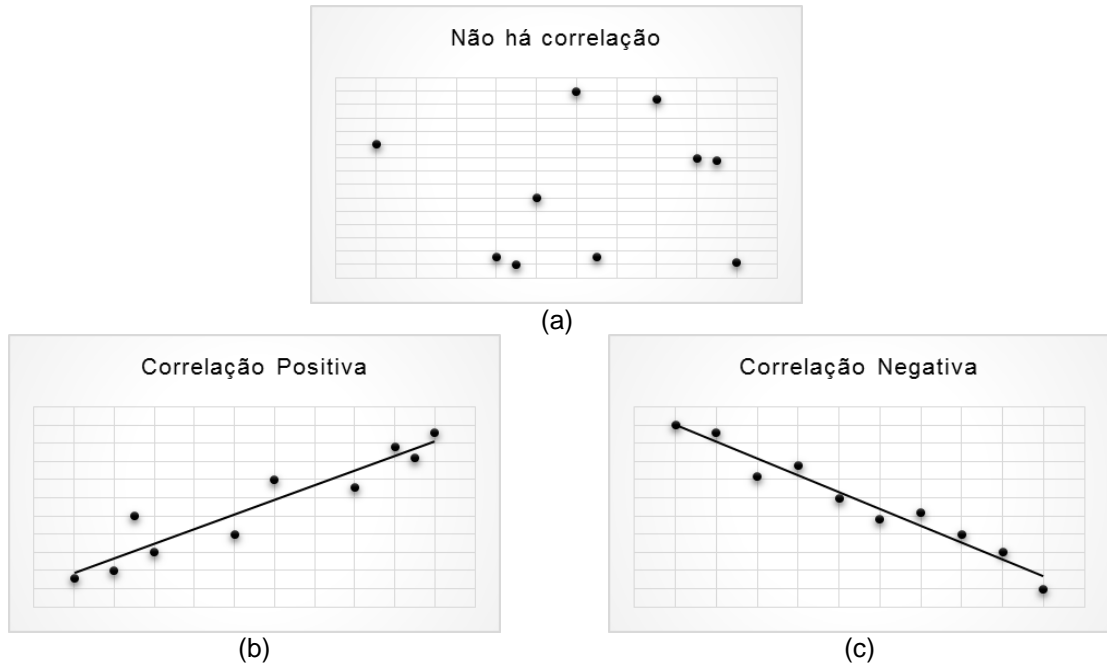


Figura 3.13. Tipos de correlação possíveis para um diagrama de dispersão. (a) Diagrama de dispersão em que não há correlação. (b) Diagrama de dispersão de correlação positiva. (c). Diagrama de dispersão de correlação negativa.

Uma das formas quantitativas de avaliação da intensidade da correlação entre duas variáveis  $x$  e  $y$  é o cálculo do coeficiente de Pearson  $r_{x,y}$ , o qual é definido pela Equação 3.30 (INMETRO, 2008).

$$r_{x,y} = \frac{n_t \sum x_i y_i - \sum x_i \sum y_i}{\sqrt{[n_t \sum x_i^2 - (\sum x_i)^2] \times [n_t \sum y_i^2 - (\sum y_i)^2]}} \quad (3.30)$$

Onde  $x_i$  e  $y_i$  são os pares dos valores que definem os pontos no diagrama de dispersão, e  $n_t$  é o número total de pares dos valores.

A etapa seguinte é estimar as incertezas das fontes de entrada. Caso exista correlação entre uma fonte de entrada e o mensurando é necessário calcular o coeficiente de sensibilidade. O coeficiente de sensibilidade  $c_i$  do mensurando  $y$  em relação a cada fonte de entrada  $x_i$  é definido na Equação 3.31 (INMETRO, 2008).

$$c_i = \frac{\partial y}{\partial x_i} \quad (3.31)$$

No caso de não existir uma relação direta entre o mensurando e alguma fonte de entrada, o coeficiente de sensibilidade pode ser determinado experimentalmente.

Após estimar as incertezas-padrão de todas as fontes de entrada do mensurando e calcular os seus coeficientes de sensibilidade, pode-se estimar cada componente de incerteza na unidade do mensurando pela Equação 3.32 (INMETRO, 2008).

$$u_{x_i}(y) = \frac{\partial y}{\partial x_i} u(x_i) = c_i(x_i) \cdot u(x_i) \quad (3.32)$$

Onde  $u_{x_i}(y)$  é a componente de incerteza do mensurando referente a cada fonte  $x_i$ ,  $c_i(x_i)$  é o coeficiente de sensibilidade referente a cada fonte  $x_i$ ,  $u(x_i)$  é a incerteza referente a cada fonte  $x_i$ .

Nesta etapa da metodologia de cálculo da incerteza de medição pelo GUM é possível avaliar de forma mais objetiva o impacto da incerteza de cada fonte de entrada na incerteza combinada do mensurando. Também é possível definir a exatidão necessária de qualquer uma das fontes de entrada do mensurando em relação à tolerância do seu respectivo processo (GUM, 2012).

A estimativa da incerteza-padrão combinada,  $u_c(y)$ , é obtida a partir da combinação das incertezas-padrão  $u(x_i)$  de cada uma das fontes de entrada  $x_i$ . O GUM estabelece duas equações para a combinação de incertezas: uma para quando não há correlação entre as incertezas das fontes de entrada e outra quando há correlação entre as incertezas das fontes de entrada.



Quando não há correlação entre as incertezas das fontes de um mensurando, a sua respectiva incerteza-padrão combinada  $u_c(y)$  é calculada pela Equação 3.33.

$$u_c(y) = \sqrt{\sum_{i=1}^N \left( \frac{\partial f}{\partial x_i} \cdot u(x_i) \right)^2} = \sqrt{\sum_{i=1}^N (c_i(x_i) \cdot u(x_i))^2} = \sqrt{\sum_{i=1}^N (u_{xi}(y))^2} \quad (3.33)$$

Quando há correlação entre as incertezas das fontes de um mesurando, a sua respectiva incerteza-padrão combinada  $u_c(y)$  é calculada pela Equação 3.34:

$$u_c^2(y) = \sum_{i=1}^N \left( \frac{\partial f}{\partial x_i} \right)^2 u^2(x_i) + 2 \sum_{i=1}^{N-1} \sum_{j=i+1}^N \frac{\partial f}{\partial x_i} \frac{\partial f}{\partial x_j} u(x_i) u(x_j) r(x_i, x_j) \quad (3.34)$$

Onde o coeficiente de correlação entre duas fontes de incertezas  $x_i$  e  $x_j$  é definido pela Equação 3.35.

$$r(x_i, x_j) = \frac{u(x_i, x_j)}{u(x_i)u(x_j)} \quad (3.35)$$

Sendo que  $r(x_i, x_j)$  deve estar contido no intervalo  $-1 \leq r(x_i, x_j) \leq +1$ . Quando as incertezas das fontes de entrada são correlacionadas, ou seja,  $r(x_i, x_j) = 1$ , a incerteza-padrão combinada será a soma linear delas, duas a duas.

O número de graus de liberdade efetivos  $v_{eff}$  da incerteza-padrão combinada de um mensurando é calculado pela Equação 3.36 de Welch-Satterthwaite (GUM, 2012; INMETRO, 2008).

$$v_{eff} = \frac{u_c^4(y)}{\sum_{i=1}^N \frac{u_i^4}{v_i}} = \frac{u_c^4(y)}{\sum_{i=1}^N \frac{(u(x_i) \cdot c_i(x_i))^4}{v_i}} \quad (3.36)$$

Onde:

- $N$  é o número de fontes de entrada;
- $\nu_i$  são os graus de liberdade de cada fonte de entrada;
- $u_i(y)$  é a incerteza-padrão de cada fonte de entrada na unidade do mensurando;
- $u(x_i)$  é a incerteza-padrão de cada fonte de entrada;
- $c_i(x_i)$  é o coeficiente de sensibilidade do mensurando em relação a cada fonte de entrada.

O número de graus de liberdade é um número inteiro. Sempre que houver números decimais no valor dos graus de liberdade efetivos, somente a parte inteira do número deve ser considerada. O número de graus de liberdade de uma incerteza-padrão tipo B é considerado pelo GUM como infinito (GUM, 2012).

O fator de abrangência  $k$  é definido a partir da distribuição t-Student e o mesmo depende da probabilidade de abrangência  $P$ , geralmente de 95,45%, e também do número de graus de liberdade efetivos  $V_{\text{eff}}$  da incerteza-padrão combinada  $u_c(y)$ . Eventualmente, a incerteza-padrão combinada  $u_c(y)$  pode ser utilizada para expressar a incerteza de um resultado de medição.

Porém, em algumas aplicações se faz necessária a declaração de uma incerteza que defina um intervalo em torno do resultado de medição. Espera-se que esse intervalo englobe uma grande porção da distribuição de valores que podem razoavelmente ser atribuídos ao mensurando. A incerteza expandida  $U$ , para uma determinada probabilidade de abrangência  $P$ , é estimada pela Equação 3.37. A sua probabilidade de abrangência  $P$  geralmente citada é 95% ou 95,45%.

$$U = k_{(P,\nu)} \cdot u_c(y) \quad (3.37)$$

A incerteza expandida pode ser expressa em termos da unidade do mensurando ou também de forma relativa (% , ppm, ppb). O valor da incerteza

expandida deverá ser declarado no máximo com dois algarismos significativos; desta maneira é definida a respectiva resolução do seu valor. Por sua vez, a resolução do valor da incerteza expandida estabelece a resolução do valor mais provável do mensurando.

### **3.6. Precisão do Sistema de Medição**

A precisão de um sistema de medição pode ser avaliada pelo grau de concordância entre as indicações ou valores medidos, obtidos por medições repetidas, no mesmo objeto ou em objetos similares (VIM, 2012).

Geralmente, a precisão é expressa numericamente por medidas como o desvio-padrão, a variância ou o coeficiente de variação, sob condições especificadas de medição. Tais “condições especificadas” podem ser, por exemplo, condições de repetibilidade, condições de precisão intermediária ou condições de reprodutibilidade.

A repetibilidade de um sistema de medição pode ser avaliada após serem realizadas repetidas medições de uma grandeza nas seguintes condições: o mesmo procedimento de medição, os mesmos operadores, o mesmo sistema de medição, as mesmas condições de operação e o mesmo local, assim como medições repetidas no mesmo objeto ou em objetos similares durante um curto período de tempo.

As condições de precisão intermediária compreendem o mesmo procedimento de medição, o mesmo local e medições repetidas no mesmo objeto ou em objetos similares, ao longo de um período extenso de tempo, mas pode incluir outras condições submetidas à mudanças. As condições que podem variar compreendem novas calibrações, padrões, operadores, sistemas de medição e outras de acordo com o fenômeno físico estudado.

As condições de reprodutibilidade incluem diferentes locais, diferentes operadores, diferentes sistemas de medição e medições repetidas no mesmo objeto ou em objetos similares. Os diferentes sistemas de medição podem utilizar procedimentos de medição diferentes.

É adequado que sejam especificadas as condições que mudaram quando a avaliação da precisão do sistema de medição for realizada sob condições de precisão intermediária ou condições de reprodutibilidade.

## 4. MATERIAIS E MÉTODOS

### 4.1. Sistema de Medição

Para a caracterização das propriedades elétricas de amostras de cristais semicondutores obtidos por STREICHER (2015) foi utilizado o sistema de medição Hall, modelo HMS-3000, fabricado pela Ecopia® (ver Figura 4.1). Com esse instrumento foi possível realizar medições em condições térmicas de 77 K (temperatura do nitrogênio líquido) e de 300 K (temperatura ambiente).

O sistema de medição consiste de uma fonte de corrente constante, um sistema de chaveamento pela técnica de Van der Pauw, um sistema de teste para medições a baixa temperatura (77 K), e um ímã permanente com valor nominal de 0,556 T.



Figura 4.1. Sistema de medição Hall, modelo HMS-3000, Ecopia®.

O sistema de teste apresentado na Figura 4.2 é composto por um porta-amostras modelo SPCB-01, uma placa com conexão para os contatos do porta-amostras, e um recipiente (*dewar*) que objetiva manter as condições térmicas para realizar as medições. O porta-amostras é uma placa de circuito impresso com quatro grampos de ouro (pontas de prova) utilizados para prender a amostra na placa e aplicar a técnica de Van der Pauw. As amostras devem ter dimensões superficiais de aproximadamente 5 mm por 5 mm até 30 mm por 30 mm, e espessura máxima 5,5 mm.

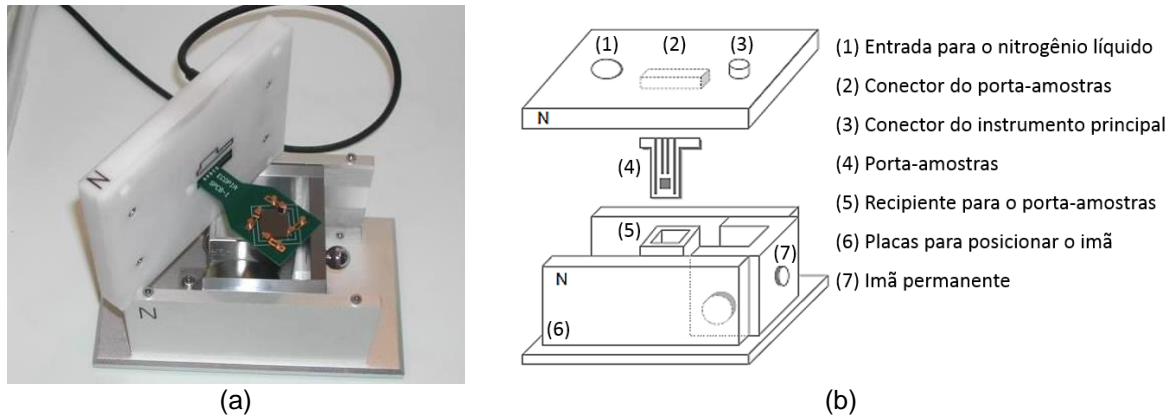


Figura 4.2. Sistema de teste. (a) Fotografia do sistema de teste. (b) Desenho esquemático dos itens que compõem o sistema de teste.

## 4.2. Preparação das Amostras

As amostras utilizadas nesse estudo foram retiradas de lingotes crescidos pelo método Bridgman em trabalhos anteriores realizados por pesquisadores do grupo e fazem parte do acervo do NUCLEMAT. Esses lingotes são cristais formados a partir de ligas ternárias de materiais semicondutores III-V ( $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{Sb}$ ) com as composições químicas descritas na Tabela 4.1.

Tabela 4.1. Composição química dos lingotes utilizados nesse estudo.

Lingote	Composição	Carga (g)		
		GaSb	InSb	Al
C	$\text{Ga}_{0,8}\text{In}_{0,2}\text{Sb}:\text{Al}$	20,7335	6,4041	0,0217
D	$\text{Ga}_{0,8}\text{In}_{0,2}\text{Sb}:\text{Al}$	36,2845	11,2074	0,0380
F	$\text{Ga}_{0,8}\text{In}_{0,2}\text{Sb}:\text{Al}$	20,7335	6,4041	0,0217
G	$\text{Ga}_{0,8}\text{In}_{0,2}\text{Sb}:\text{Al}$	20,7335	6,4041	0,0217

Os lingotes foram divididos em três partes, numeradas no sentido do seu crescimento, conforme indicado na Figura 4.3. Amostras de cada uma das partes foram cortadas na forma de um paralelogramo, lixadas e polidas com produtos metalográficos convencionais. As amostras foram previamente polidas com lixas d'água, seguindo a granulometria 400-600-1200-4000 grão/ $\text{pol}^2$ . Para as medições, três amostras dos cristais C, D, F e G retiradas do início, do meio, e do fim do lingote foram utilizadas.

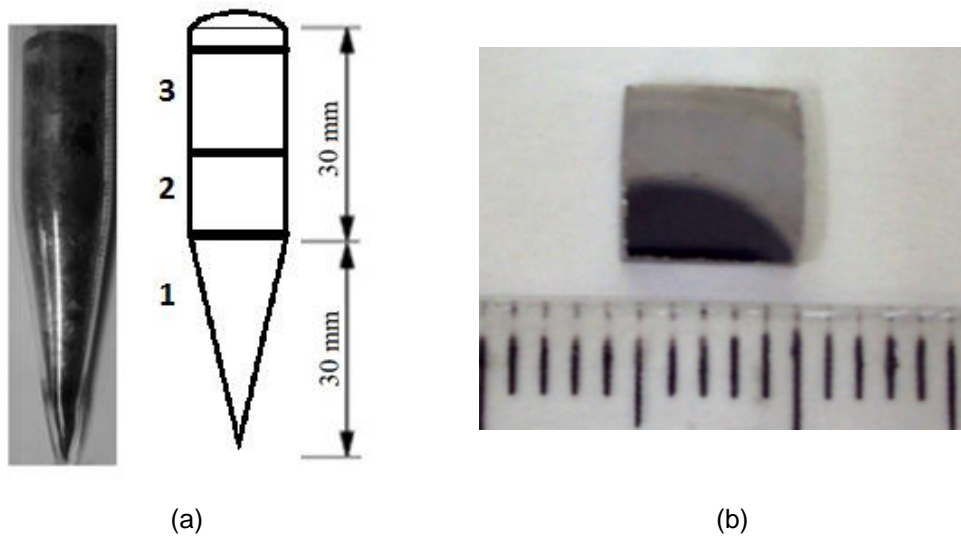


Figura 4.3. (a) Cristal de GaInSb e no esquema as partes 1, 2 e 3 de onde foram retiradas as amostras. (b) Fotografia da amostra preparada para as medições Hall.

As dimensões dos lados do paralelogramo foram medidas para garantir que as amostras pudessem ser posicionadas adequadamente no porta-amostra utilizado. Tais medições foram realizadas utilizando um paquímetro analógico, fabricante Mitutoyo.

As medidas da espessura das amostras foram realizadas utilizando um relógio comparador analógico, fabricante Mitutoyo, modelo CBW40, divisão da escala de 0,01 mm (ver Figura 4.4). Foram realizadas medidas em cinco pontos da amostra (nos quatro cantos e no centro).



Figura 4.4. Relógio comparador analógico utilizado para medir a espessura das amostras.

Para garantir o contato ôhmico nas junções metal-semicondutor entre o cristal e os grampos, utilizou-se uma liga eutética de Ga (75,5 %) e In (24,5 %), cuja temperatura de fusão é 12 °C como solda fria nos quatro cantos da amostra, conforme mostra a Figura 4.5.

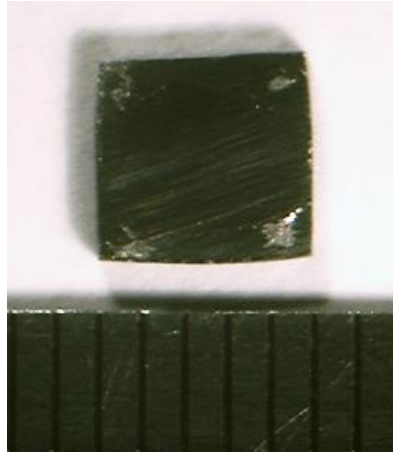


Figura 4.5. Pontos de solda fria nos quatro cantos da amostra.

Após a preparação, a amostra foi colocada no porta-amostra, sendo que os quatro grampos foram posicionados sobre os pontos de solda, como mostra a Figura 4.6. Após a montagem do sistema de teste o porta-amostra foi conectado ao sistema de medição principal.

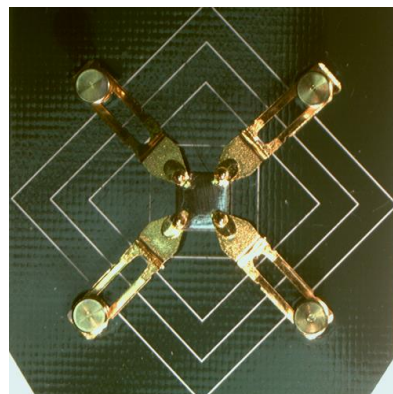


Figura 4.6. Amostra posicionada no porta-amostras.

Utilizando o sistema de comutação de corrente e tensão entre cada grampo foram verificadas as seguintes condições:

- se todas as combinações de corrente e tensão em ambas as polaridades eram simétricas em torno de  $V = 0$ ;



- a linearidade do circuito amostra-solda e grampo; e
- se a resistência elétrica era baixa.

Assim, com base nos resultados pode-se averiguar a qualidade do contato ôhmico da amostra-solda-grampo e suas características elétricas básicas.

### 4.3. Procedimento de Medição

A aquisição dos dados foi realizada através do *software* HMS-3000, versão 3.52, da Ecopia<sup>®</sup>, que acompanha o sistema de medição.

- As grandezas de entrada do *software* e do modelo de medição são (ver Quadro 4.1): corrente elétrica, densidade de fluxo magnético, espessura da amostra e temperatura. Esses valores são configurados na tela inicial do *software*.

Quadro 4.1. Relação das grandezas de entrada configuradas no *software*.

Grandezas	Símbolos	Unidades
Corrente elétrica	i	mA
Densidade de fluxo magnético	B	T
Espessura da amostra	d	μm
Temperatura	T	K

- As grandezas de saída do *software* são (ver Quadro 4.2): as tensões elétricas entre os contatos. Nesse caso, as grandezas de saída do sistema de medição são as grandezas de entrada do modelo de medição.

Quadro 4.2. Grandeza de saída do sistema de medição.

Grandeza	Símbolo	Unidade
Tensão elétrica	V	mV

O sistema de comutação do equipamento principal realiza várias combinações de medições da tensão elétrica entre as quatro pontas de prova. As informações referentes aos valores medidos de corrente e de tensão utilizando o sistema de comutação são transferidas para o computador.

Os contatos foram identificados consecutivamente (com as letras A, B, C e D), no sentido horário em torno da periferia da amostra, conforme indicado na Figura 4.7. Da mesma forma, a resistência  $R_{AB, CD}$  foi definida como a relação entre a tensão  $V_C - V_D$  dividida pela corrente que entra pelo contato A e sai pelo contato B.

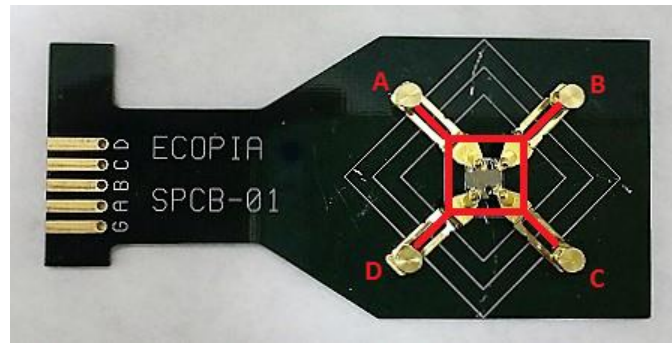


Figura 4.7. Identificação dos contatos para medidas pelo método de Van der Pauw.

A notação utilizada pelo *software* para os símbolos que identificam as tensões elétricas medidas segue a norma ASTM F76-08 (ver Quadro 4.3). Onde,  $V_{AB, CD}$  refere-se à diferença de potencial  $V_C - V_D$  medida entre os contatos C e D, quando a corrente elétrica entra pelo contato A e sai pelo contato B. Tanto o sinal como o valor das tensões foram medidos e registrados.

Quadro 4.3. Notação dos símbolos utilizados para as tensões de saída do sistema de medição.

Corrente $i$ (A)	Tensão $V$ (V)	Símbolo
B - A	C - D	$V_{BA, CD}$
A - B	C - D	$V_{AB, CD}$
C - B	D - A	$V_{CB, DA}$
B - C	D - A	$V_{BC, DA}$
D - C	A - B	$V_{DC, AB}$
C - D	A - B	$V_{CD, AB}$
A - D	B - C	$V_{AD, BC}$
D - A	B - C	$V_{DA, BC}$

- As grandezas de saída do *software* são (ver Quadro 4.4): coeficiente Hall, concentração de portadores de carga, condutividade, densidade superficial de carga, mobilidade dos portadores, resistência de folha e resistividade

Quadro 4.4. Relação das grandezas de saída do modelo de medição.

Grandezas	Símbolos	Unidades
Coeficiente Hall	$R_H$	$\text{cm}^3/\text{C}$
Coeficiente Hall A - C	$R_{HA}$	$\text{cm}^3/\text{C}$
Coeficiente Hall B - D	$R_{HB}$	$\text{cm}^3/\text{C}$
Concentração de portadores de carga	$N$	$\text{cm}^{-3}$
Condutividade	$\sigma$	$(\Omega \cdot \text{cm})^{-1}$
Densidade superficial de carga	$n_s$	$\text{cm}^{-2}$
Mobilidade dos portadores	$\mu$	$\text{cm}^2/\text{Vs}$
Resistência de folha	$R_s$	$\Omega/\square$
Resistividade	$\rho$	$\Omega \cdot \text{cm}$

Antes de serem iniciadas as medições das tensões elétricas entre as quatro pontas de prova, o sistema verificou a qualidade dos contatos amostra-solda-grampo através de uma curva I-V. Somente quando os contatos apresentaram comportamento ôhmico, o *software* iniciou as medições através do seu sistema de chaveamento. Caso contrário, a amostra precisava ser reposicionada no porta-amostras ou a solda precisava ser refeita. Foram realizadas dez medições com valores de corrente na faixa de -1,00 mA a 1,00 mA para verificar se a curva apresentava um comportamento linear em torno de  $V = 0$ .

Para as medidas de efeito Hall, foi utilizado o imã permanente com valor nominal de 0,556 T. Durante o ensaio, move-se o imã sem perturbar a amostra e seu suporte, de modo a minimizar a possibilidade de uma mudança de temperatura que deve permanecer dentro da tolerância de  $\pm 1^\circ\text{C}$ , ou deslocar a amostra no porta-amostras alterando o posicionamento dos contatos. O sistema de medição identifica estas falhas e informa pelo *software* que ocorreu um erro durante as medições.

#### 4.3.1. Medição da Resistividade

A resistividade de um material é uma relação entre o gradiente de potencial paralelo à corrente no material e a densidade de corrente. Para os fins desse método, a medição da resistividade foi realizada com um fluxo magnético nulo, seguindo as etapas abaixo.

[1] Configurou-se as grandezas de entrada no *software* com os valores apresentados no Quadro 4.5.

Quadro 4.5. Configuração das grandezas de entrada no *software*.

Grandeza	Valor	Unidade
Corrente elétrica	1,00	mA
Densidade de fluxo magnético	0,556	T
Temperatura	300	K

[2] Verificou-se a qualidade dos contatos amostra-solda-grampo por meio das curvas I-V e I-R.

[3] Mediram-se as tensões  $V_{BA,CD}$ ,  $V_{AB,CD}$ ,  $V_{CD,DA}$ ,  $V_{BC,DA}$ ,  $V_{DC,AB}$ ,  $V_{CD,AB}$ ,  $V_{DA,BC}$ .

[4] Repetiram-se a medição das tensões invertendo a polaridade da corrente.

[5] Repetiram-se as etapas [3] e [4] aplicando os seguintes valores de corrente elétrica: 2 mA, 3 mA, 4 mA e 5 mA.

[6] Repetiram-se as etapas [3], [4], e [5] utilizando nitrogênio líquido no recipiente que mantém as condições térmicas para medições à 77 K.

[7] Repetiu-se a etapa [2] para verificar a estabilidade do sistema e se os grampos não se moveram durante as medições.

#### 4.3.2. Medidas de Efeito Hall

As medidas de efeito Hall foram realizadas após a medição de resistividade e, portanto, as etapas [1] e [2] descritas no capítulo 4.3.1 já haviam sido executadas. Então, foram realizadas as etapas seguintes do procedimento.

[1] Posicionou-se o ímã permanente no sentido positivo da densidade de fluxo magnético, conforme a Figura 4.8. Desse modo, o sentido do campo magnético era perpendicular às duas faces planas da amostra separadas pela espessura  $d$ .

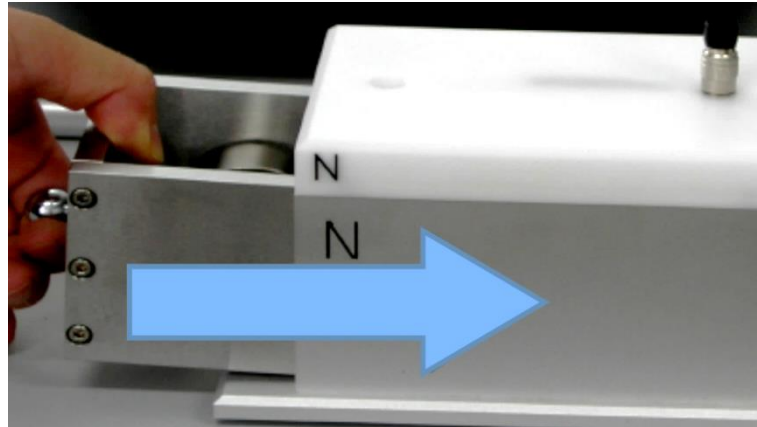


Figura 4.8. Sentido positivo da densidade do fluxo magnético (sentido norte-sul).

- [2] Mediram-se as tensões  $V_{CA,DB(+B)}$ ,  $V_{AC,DB(+B)}$ ,  $V_{DB,AC(+B)}$ , e  $V_{BD,AC(+B)}$ .
- [3] Repetiu-se a medição das tensões invertendo a polaridade da corrente.
- [4] Inverteu-se o sentido do campo magnético posicionando o ímã permanente no sentido negativo da densidade do fluxo magnético, conforme demonstrado na Figura 4.9.

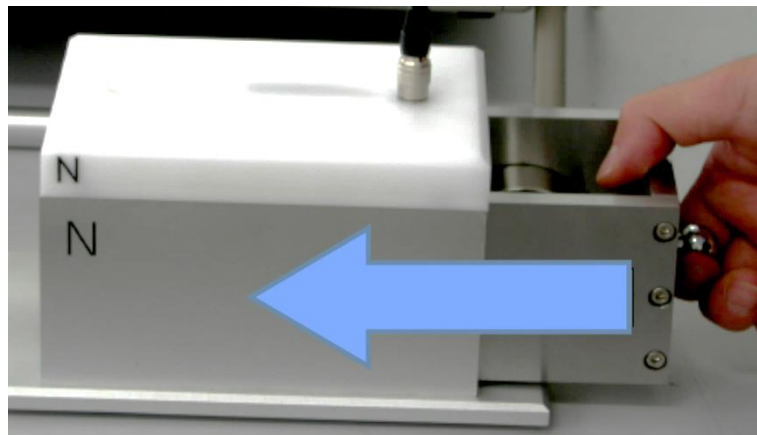


Figura 4.9. Sentido negativo da densidade do fluxo magnético (sentido sul-norte).

- [5] Mediram-se as tensões  $V_{BD,AC(-B)}$ ,  $V_{DB,AC(-B)}$ ,  $V_{AC,DB(-B)}$ , e  $V_{CA,DB(-B)}$ .
- [6] Repetiram-se as etapas anteriores aplicando os seguintes valores de corrente elétrica: 2 mA, 3 mA, 4 mA e 5 mA.
- [7] Repetiram-se as etapas anteriores utilizando nitrogênio líquido no recipiente que mantêm as condições térmicas para medições à 77 K.
- [8] Repetiu-se a etapa [2] do Capítulo 4.3.1 para verificar a estabilidade do sistema e se os grampos não se moveram durante as medições.

#### 4.4. Procedimento para Estimativa da Incerteza

A avaliação das fontes de incerteza dos resultados das medições foi realizada de acordo com o procedimento indicado no GUM que foi apresentado no capítulo 3.5.1. A metodologia proposta foi implementada utilizando a sequência de etapas apresentadas no diagrama da Figura 3.11, conforme segue:

- [1] Definição do mensurando.
- [2] Elaboração do diagrama causa-efeito.
- [3] Estimativas das incertezas das fontes de entrada.
- [4] Cálculo dos coeficientes de sensibilidade.
- [5] Cálculos das componentes de incerteza.
- [6] Combinação das componentes.
- [7] Cálculo dos graus de liberdade efetivos.
- [8] Determinação do fator de abrangência.
- [9] Estimativa da incerteza expandida.

O cálculo da incerteza de medição foi formulado utilizando uma planilha de incerteza, também chamada de balanço de incerteza. Nesta planilha foram apresentadas as estimativas e incertezas de medição associadas às grandezas consideradas no modelo de medição, os tipos de funções de densidade de probabilidade utilizadas, os graus de liberdade, e o fator de abrangência. Assim como, o cálculo e combinação das componentes de incerteza.

Por definição, assumiu-se como sendo um valor infinito os graus de liberdade efetivos ( $v_{\text{eff}}$ ) calculados acima de 10.000. E, utilizou-se o divisor da distribuição de probabilidade t-Student como sendo  $\sqrt{n}$ , onde  $n$  é o número de observações repetidas.

## 5. RESULTADOS E DISCUSSÕES

### 5.1. Resultados das Medições

#### 5.1.1. Espessura das Amostras

Realizaram-se, inicialmente, as medidas dimensionais da espessura das amostras com o relógio comparador em cinco pontos (nos quatro cantos e no centro). Após, foram repetidas as medições em todas as amostras, obtendo-se desta forma dez leituras da espessura de cada amostra ( $n = 10$ ). O cálculo da incerteza de medição foi realizado para o resultado da medição da espessura de cada amostra individualmente por meio de um balanço de incerteza.

A planilha foi elaborada de forma que todas as informações necessárias para implementar cada etapa da metodologia proposta ficassem evidentes. Os dados foram distribuídos em oito colunas, nas quais foram apresentadas as seguintes informações:

- descrição da fonte de incerteza (ou componente de incerteza);
- valor estimado para a fonte de incerteza;
- distribuição de probabilidade adotada;
- divisor do valor estimado para distribuição de probabilidade adotada;
- coeficiente de sensibilidade;
- incerteza-padrão de cada fonte de incerteza;
- graus de liberdade de cada fonte de incerteza;
- valor calculado da incerteza-padrão elevado na quatro dividido pelos graus de liberdade de cada fonte de incerteza.

Na última linha constam na sequência: a probabilidade de abrangência, o fator de abrangência, a incerteza expandida, a raiz quadrada da soma quadrática das incertezas-padrão, os graus de liberdade efetivos, e o resultado da equação de Welch-Satterthwaite.

A planilha de incerteza dos resultados das medições da espessura da amostra C1 (lingote C, parte 1) está apresentada no Quadro 5.1.

Quadro 5.1. Planilha para o cálculo da incerteza das medições da espessura da amostra C1.

Descrição da fonte de incerteza $X_i$	Valor estimado	Distribuição de probabilidade	Divisor	Coefficiente de sensibilidade ( $C_i$ )	Incerteza-padrão $\pm u(x_i)$	$V_{eff}$	$u(x_i)^2/V_{eff}$
Desvio-padrão experimental da média	0,006 mm	t-Student	3,162	1 mm	0,002	9	1,83E-12
Divisão da escala	0,005 mm	Retangular	1,732	1 mm	0,003	infinito	6,94E-15
Contribuição do operador	0,005 mm	Retangular	1,732	1 mm	0,003	infinito	6,94E-15
P = 95,45%		k = 2,01	$\pm U = 0,01$ mm		0,005	233	1,84E-12

A planilha de incerteza dos resultados das medições da espessura da amostra C2 (lingote C, parte 2) está apresentada no Quadro 5.2.

Quadro 5.2. Planilha para o cálculo da incerteza das medições da espessura da amostra C2.

Descrição da fonte de incerteza $X_i$	Valor estimado	Distribuição de probabilidade	Divisor	Coefficiente de sensibilidade ( $C_i$ )	Incerteza-padrão $\pm u(x_i)$	$V_{eff}$	$u(x_i)^2/V_{eff}$
Desvio-padrão experimental da média	0,006 mm	t-Student	3,162	1 mm	0,002	9	1,28E-12
Divisão da escala	0,005 mm	Retangular	1,732	1 mm	0,003	infinito	6,94E-15
Contribuição do operador	0,005 mm	Retangular	1,732	1 mm	0,003	infinito	6,94E-15
P = 95,45%		k = 2,01	$\pm U = 0,01$ mm		0,004	312	1,29E-12

A planilha de incerteza dos resultados das medições da espessura da amostra C3 (lingote C, parte 3) está apresentada no Quadro 5.3.



Quadro 5.3. Planilha para o cálculo da incerteza das medições da espessura da amostra C3.

Descrição da fonte de incerteza $X_i$	Valor estimado	Distribuição de probabilidade	Divisor	Coefficiente de sensibilidade ( $C_i$ )	Incerteza-padrão $\pm u(x_i)$	$V_{eff}$	$u(x_i)^4/V_{eff}$
Desvio-padrão experimental da média	0,009 mm	t-Student	3,162	1 mm	0,003	9	6,64E-12
Divisão da escala	0,005 mm	Retangular	1,732	1 mm	0,003	infinito	6,94E-15
Contribuição do operador	0,005 mm	Retangular	1,732	1 mm	0,003	infinito	6,94E-15
P = 95,45%		k = 2,03	$\pm U = 0,01$ mm		0,005	89	6,66E-12

A planilha de incerteza dos resultados das medições da espessura da amostra D1 (lingote D, parte 1) está apresentada no Quadro 5.4.

Quadro 5.4. Planilha para o cálculo da incerteza das medições da espessura da amostra D1.

Descrição da fonte de incerteza $X_i$	Valor estimado	Distribuição de probabilidade	Divisor	Coefficiente de sensibilidade ( $C_i$ )	Incerteza-padrão $\pm u(x_i)$	$V_{eff}$	$u(x_i)^4/V_{eff}$
Desvio-padrão experimental da média	0,008 mm	t-Student	3,162	1 mm	0,002	9	4,00E-12
Divisão da escala	0,005 mm	Retangular	1,732	1 mm	0,003	infinito	6,94E-15
Contribuição do operador	0,005 mm	Retangular	1,732	1 mm	0,003	infinito	6,94E-15
P = 95,45%		k = 2,02	$\pm U = 0,01$ mm		0,005	128	4,01E-12

A planilha de incerteza dos resultados das medições da espessura da amostra D2 (lingote D, parte 2) está apresentada no Quadro 5.5.

Quadro 5.5. Planilha para o cálculo da incerteza das medições da espessura da amostra D2.

Descrição da fonte de incerteza $X_i$	Valor estimado	Distribuição de probabilidade	Divisor	Coefficiente de sensibilidade ( $C_i$ )	Incerteza-padrão $\pm u(x_i)$	$V_{eff}$	$u(x_i)^4/V_{eff}$
Desvio-padrão experimental da média	0,008 mm	t-Student	3,162	1 mm	0,003	9	5,78E-12
Divisão da escala	0,005 mm	Retangular	1,732	1 mm	0,003	infinito	6,94E-15
Contribuição do operador	0,005 mm	Retangular	1,732	1 mm	0,003	infinito	6,94E-15
P = 95,45%		k = 2,03	$\pm U = 0,01$ mm		0,005	98	5,79E-12

A planilha de incerteza dos resultados das medições da espessura da amostra D3 (lingote D, parte 3) está apresentada no Quadro 5.6.

Quadro 5.6. Planilha para o cálculo da incerteza das medições da espessura da amostra D3.

Descrição da fonte de incerteza $X_i$	Valor estimado	Distribuição de probabilidade	Divisor	Coefficiente de sensibilidade (Ci)	Incerteza-padrão $\pm u(x_i)$	$V_{\text{eff}}$	$u(x_i)^4/V_{\text{eff}}$
Desvio-padrão experimental da média	0,004 mm	t-Student	3,162	1 mm	0,001	9	2,01E-13
Divisão da escala	0,005 mm	Retangular	1,732	1 mm	0,003	infinito	6,94E-15
Contribuição do operador	0,005 mm	Retangular	1,732	1 mm	0,003	infinito	6,94E-15
P = 95,45% k = 2,00			$\pm U = 0,01$ mm		0,004	1511	2,15E-13

A planilha de incerteza dos resultados das medições da espessura da amostra F1 (lingote F, parte 1) está apresentada no Quadro 5.7.

Quadro 5.7. Planilha para o cálculo da incerteza das medições da espessura da amostra F1.

Descrição da fonte de incerteza $X_i$	Valor estimado	Distribuição de probabilidade	Divisor	Coefficiente de sensibilidade (Ci)	Incerteza-padrão $\pm u(x_i)$	$V_{\text{eff}}$	$u(x_i)^4/V_{\text{eff}}$
Desvio-padrão experimental da média	0,014 mm	t-Student	3,162	1 mm	0,004	9	3,88E-11
Divisão da escala	0,005 mm	Retangular	1,732	1 mm	0,003	infinito	6,94E-15
Contribuição do operador	0,005 mm	Retangular	1,732	1 mm	0,003	infinito	6,94E-15
P = 95,45% k = 2,08			$\pm U = 0,01$ mm		0,006	32	3,88E-11

A planilha de incerteza dos resultados das medições da espessura da amostra F2 (lingote F, parte 2) está apresentada no Quadro 5.8.

Quadro 5.8. Planilha para o cálculo da incerteza das medições da espessura da amostra F2.

Descrição da fonte de incerteza $X_i$	Valor estimado	Distribuição de probabilidade	Divisor	Coefficiente de sensibilidade (Ci)	Incerteza-padrão $\pm u(x_i)$	$V_{\text{eff}}$	$u(x_i)^4/V_{\text{eff}}$
Desvio-padrão experimental da média	0,004 mm	t-Student	3,162	1 mm	0,001	9	1,98E-13
Divisão da escala	0,005 mm	Retangular	1,732	1 mm	0,003	infinito	6,94E-15
Contribuição do operador	0,005 mm	Retangular	1,732	1 mm	0,003	infinito	6,94E-15
P = 95,45% k = 2,00			$\pm U = 0,01$ mm		0,004	1532	2,11E-13

A planilha de incerteza dos resultados das medições da espessura da amostra F3 (lingote F, parte 3) está apresentada no Quadro 5.9.

Quadro 5.9. Planilha para o cálculo da incerteza das medições da espessura da amostra F3.

Descrição da fonte de incerteza $X_i$	Valor estimado	Distribuição de probabilidade	Divisor	Coefficiente de sensibilidade (Ci)	Incerteza-padrão $\pm u(x_i)$	$V_{eff}$	$u(x_i)^4/V_{eff}$
Desvio-padrão experimental da média	0,012 mm	t-Student	3,162	1 mm	0,004	9	1,99E-11
Divisão da escala	0,005 mm	Retangular	1,732	1 mm	0,003	infinito	6,94E-15
Contribuição do operador	0,005 mm	Retangular	1,732	1 mm	0,003	infinito	6,94E-15
P = 95,45%		k = 2,06	$\pm U = 0,01$ mm		0,005	45	1,99E-11

A planilha de incerteza dos resultados das medições da espessura da amostra G1 (lingote G, parte 1) está apresentada no Quadro 5.10.

Quadro 5.10. Planilha para o cálculo da incerteza das medições da espessura da amostra G1.

Descrição da fonte de incerteza $X_i$	Valor estimado	Distribuição de probabilidade	Divisor	Coefficiente de sensibilidade (Ci)	Incerteza-padrão $\pm u(x_i)$	$V_{eff}$	$u(x_i)^4/V_{eff}$
Desvio-padrão experimental da média	0,010 mm	t-Student	3,162	1 mm	0,003	9	1,06E-11
Divisão da escala	0,005 mm	Retangular	1,732	1 mm	0,003	infinito	6,94E-15
Contribuição do operador	0,005 mm	Retangular	1,732	1 mm	0,003	infinito	6,94E-15
P = 95,45%		k = 2,04	$\pm U = 0,01$ mm		0,005	66	1,06E-11

A planilha de incerteza dos resultados das medições da espessura da amostra G2 (lingote G, parte 2) está apresentada no Quadro 5.11.

Quadro 5.11. Planilha para o cálculo da incerteza das medições da espessura da amostra G2.

Descrição da fonte de incerteza $X_i$	Valor estimado	Distribuição de probabilidade	Divisor	Coefficiente de sensibilidade (Ci)	Incerteza-padrão $\pm u(x_i)$	$V_{eff}$	$u(x_i)^4/V_{eff}$
Desvio-padrão experimental da média	0,004 mm	t-Student	3,162	1 mm	0,001	9	2,14E-13
Divisão da escala	0,005 mm	Retangular	1,732	1 mm	0,003	infinito	6,94E-15
Contribuição do operador	0,005 mm	Retangular	1,732	1 mm	0,003	infinito	6,94E-15
P = 95,45%		k = 2,00	$\pm U = 0,01$ mm		0,004	1428	2,28E-13

A planilha de incerteza dos resultados das medições da espessura da amostra G3 (lingote G, parte 3) está apresentada no Quadro 5.12.

Quadro 5.12. Planilha para o cálculo da incerteza das medições da espessura da amostra G3.

Descrição da fonte de incerteza $X_i$	Valor estimado	Distribuição de probabilidade	Divisor	Coefficiente de sensibilidade (C <sub>i</sub> )	Incerteza-padrão $\pm u(x_i)$	$V_{\text{eff}}$	$u(x_i)^4/V_{\text{eff}}$
Desvio-padrão experimental da média	0,011 mm	t-Student	3,162	1 mm	0,004	9	1,87E-11
Divisão da escala	0,005 mm	Retangular	1,732	1 mm	0,003	infinito	6,94E-15
Contribuição do operador	0,005 mm	Retangular	1,732	1 mm	0,003	infinito	6,94E-15
P = 95,45%    k = 2,06			$\pm U =$	0,01 mm	0,005	47	1,88E-11

O valor atribuído ao mensurando foi a média das medidas e a incerteza de medição foi estimada através das planilhas de incerteza apresentadas nos Quadros acima. Os resultados das medições estão apresentados na Tabela 5.1.

Observou-se que o valor obtido para estimativa da incerteza dos resultados das medições das espessuras para todas as amostras foram iguais a  $\pm 0,01$  mm. Isto ocorreu porque a componente de incerteza mais significativa nesse caso foi a divisão da escala do relógio comparador. Entretanto, os valores calculados do fator de abrangência e dos graus de liberdade efetivos foram distintos para cada amostra devido à pequena diferença na espessura entre os cinco pontos de medição que influenciam o valor do desvio-padrão experimental das leituras.

Tabela 5.1. Resultado das medições da espessura das amostras.

Amostra	Média das medidas (mm)	Incerteza (mm)	k	$V_{\text{eff}}$
C1	1,41	0,01	2,01	233
C2	1,18	0,01	2,01	312
C3	1,29	0,01	2,03	89
D1	1,45	0,01	2,02	128
D2	1,41	0,01	2,03	98
D3	1,55	0,01	2,00	1511
F1	1,70	0,01	2,08	32
F2	1,46	0,01	2,00	1532
F3	1,34	0,01	2,06	45
G1	1,42	0,01	2,04	66
G2	1,80	0,01	2,00	1428
G3	1,71	0,01	2,06	47

As amostras utilizadas eram muito frágeis e teriam que ser manuseadas com atenção, como relatado por Streicher (2015). Por isso, temia-se pela integridade da amostra durante as medições de espessura. Porém, pelos dados da Tabela 5.1 observou-se que esse predicado pode ser superado.

### 5.1.2. Contatos Metal-Semicondutor

Avaliou-se a qualidade dos quatro contatos ôhmicos amostra-solda-grampo antes das medições das propriedades elétricas de cada amostra. Foram realizadas dez medições das tensões entre os contatos aplicando-se uma corrente com valores na faixa de -1,00 mA a 1,00 mA para verificar se a curva I-V apresentava um comportamento linear em torno de  $V = 0$ . Os dados foram plotados em gráficos e estão apresentados nesse capítulo.

Tal análise foi realizada antes e depois dos ensaios para validar a estabilidade do sistema. Os ensaios aplicando correntes nos valores de 1 mA, 2 mA, 3 mA, 4 mA, e 5 mA foram realizados sem modificar a montagem experimental, ou seja, as amostras não foram retiradas do porta-amostras entre cada sequência de leituras. O *software* permitiu as medições das propriedades elétricas apenas depois da verificação da qualidade dos contatos ôhmicos.

Mediu-se os valores de tensão entre os contatos A e B (curva azul), B e C (curva verde), C e D (curva amarela), D e A (curva rosa). As medidas foram realizadas sequencialmente para cada valor de corrente por meio do sistema de comutação e foram plotados dois gráficos para cada amostra (antes e depois dos ensaios)

As curvas I-V geradas pelo *software* antes e depois das medições realizadas em temperatura ambiente (em torno de 300 K) são mostradas nas Figuras 5.1 (amostra C1), 5.2 (amostra C2), 5.3 (amostra C3), 5.4 (amostra D1), 5.5 (amostra D2), 5.6 (amostra D3), 5.7 (amostra F1), 5.8 (amostra F2), 5.9 (amostra F3), 5.10 (amostra G1), 5.11 (amostra G2), e 5.12 (amostra G3).

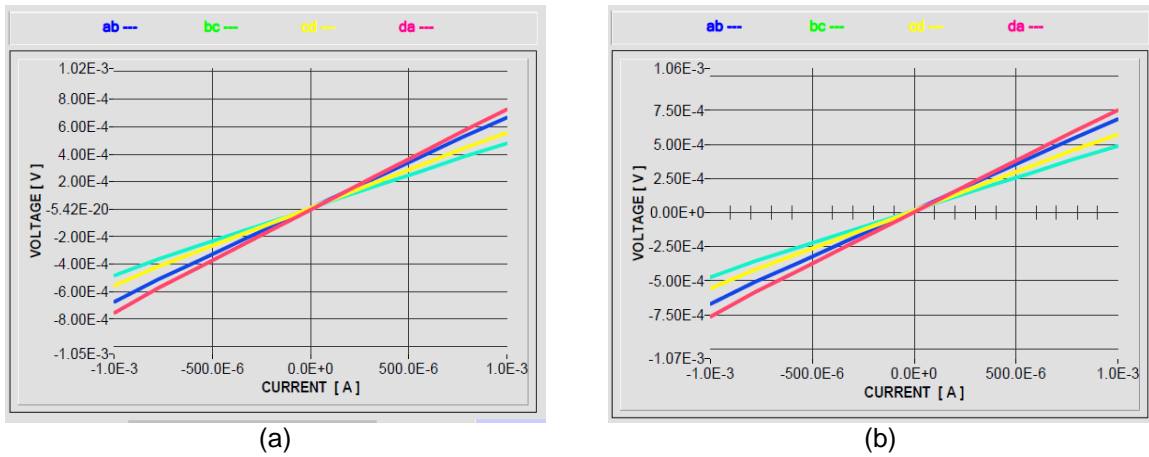


Figura 5.1. Gráfico do comportamento do contato ôhmico da amostra C1. (a) Curva antes das medições de tensão; (b) Curva depois das medições de tensão.

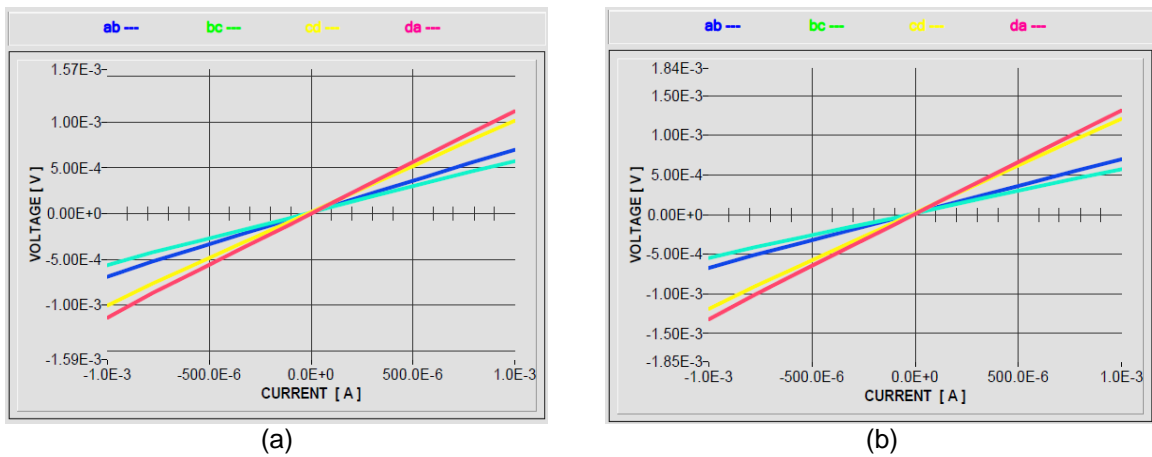


Figura 5.2. Gráfico do comportamento do contato ôhmico da amostra C2. (a) Curva antes das medições de tensão; (b) Curva depois das medições de tensão.

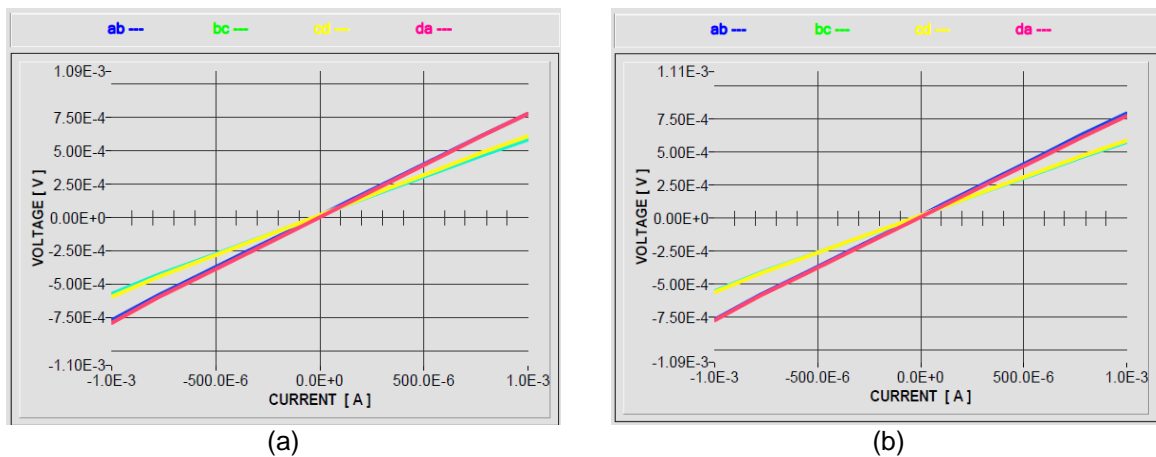


Figura 5.3. Gráfico do comportamento do contato ôhmico da amostra C3. (a) Curva antes das medições de tensão; (b) Curva depois das medições de tensão.

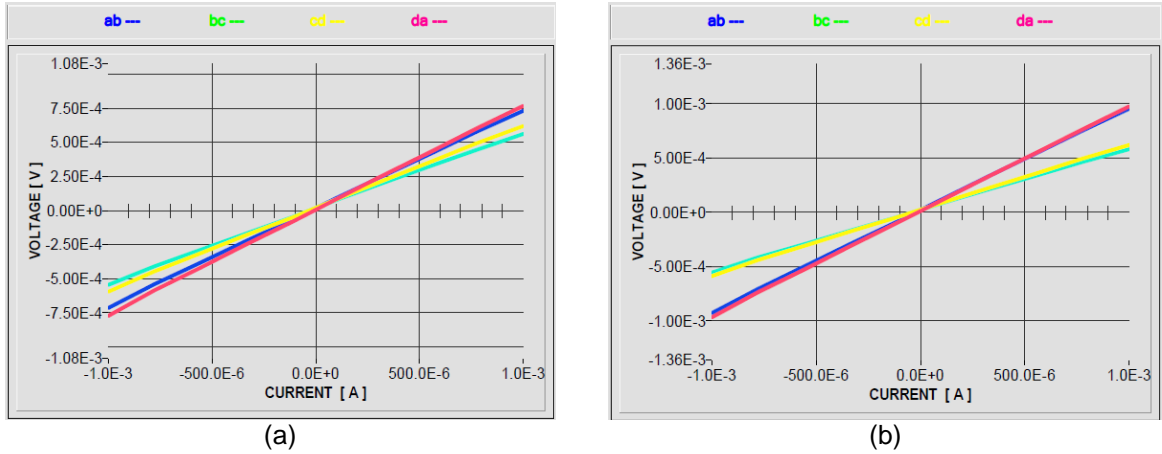


Figura 5.4. Gráfico do comportamento do contato ôhmico da amostra D1. (a) Curva antes das medições de tensão; (b) Curva depois das medições de tensão.

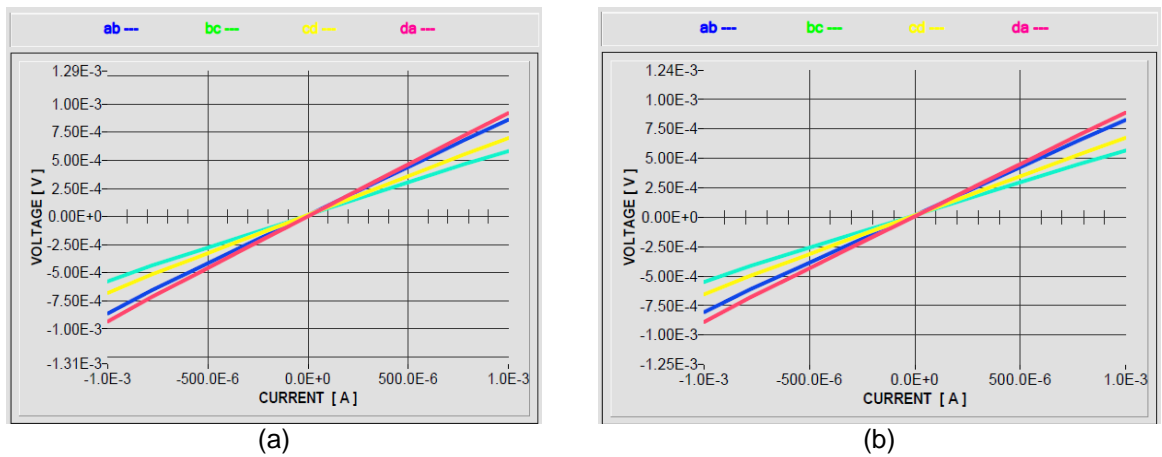


Figura 5.5. Gráfico do comportamento do contato ôhmico da amostra D2. (a) Curva antes das medições de tensão; (b) Curva depois das medições de tensão.

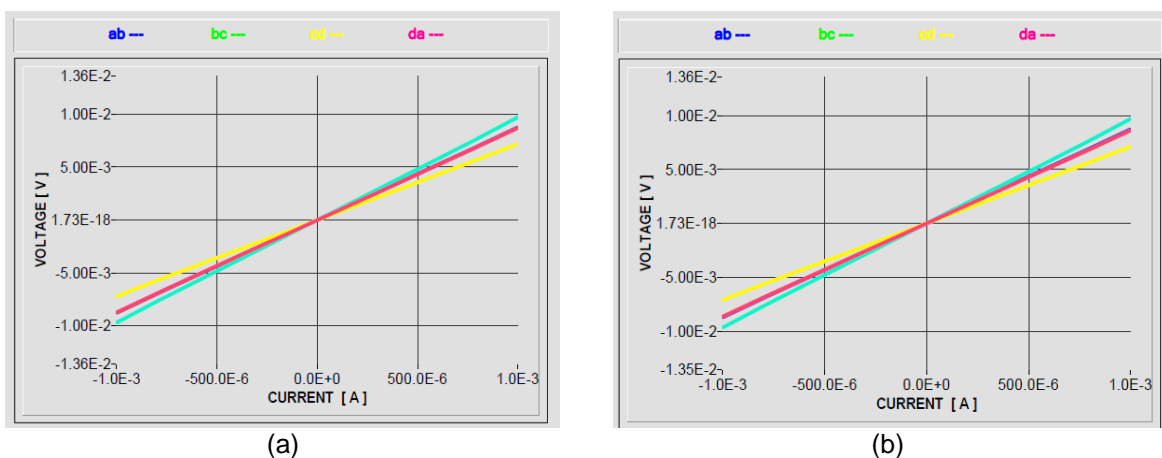


Figura 5.6. Gráfico do comportamento do contato ôhmico da amostra D3. (a) Curva antes das medições de tensão; (b) Curva depois das medições de tensão.

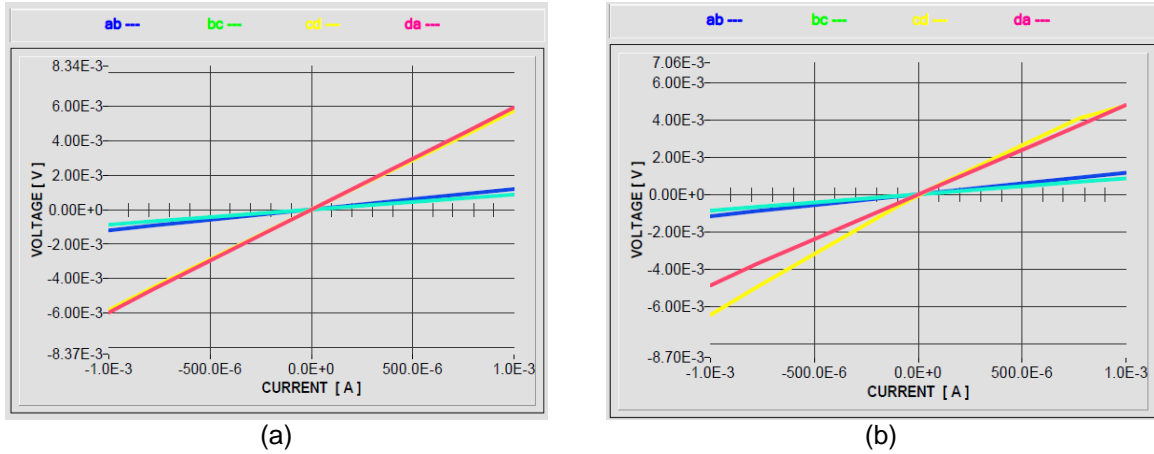


Figura 5.7. Gráfico do comportamento do contato ôhmico da amostra F1. (a) Curva antes das medições de tensão; (b) Curva depois das medições de tensão.

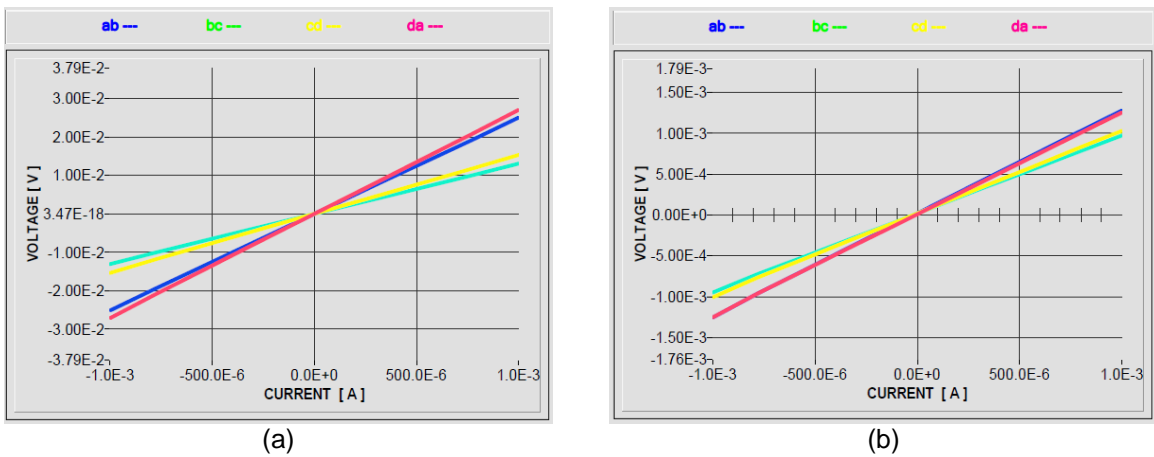


Figura 5.8. Gráfico do comportamento do contato ôhmico da amostra F2. (a) Curva antes das medições de tensão; (b) Curva depois das medições de tensão.

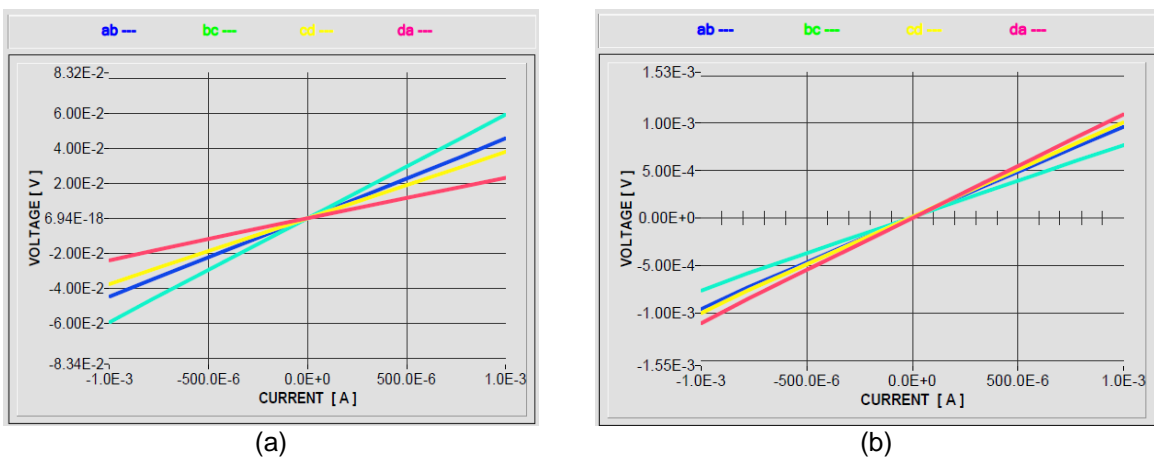
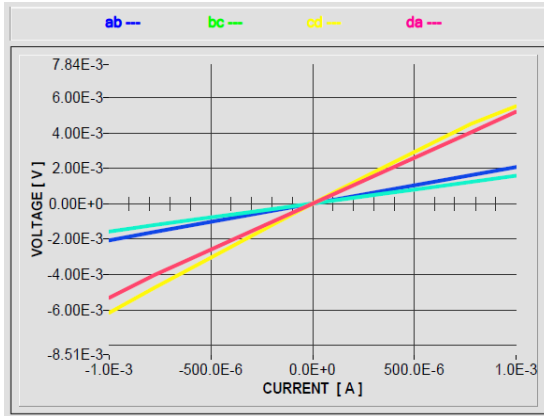
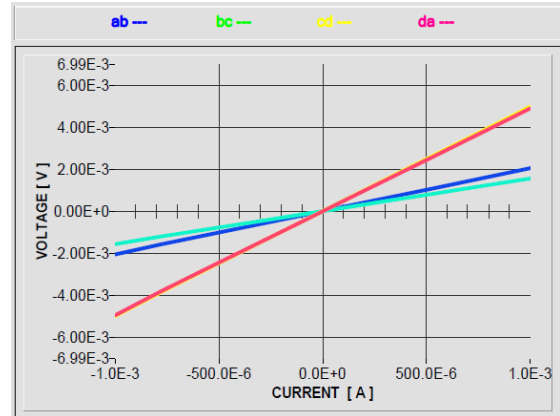


Figura 5.9. Gráfico do comportamento do contato ôhmico da amostra F3. (a) Curva antes das medições de tensão; (b) Curva depois das medições de tensão.



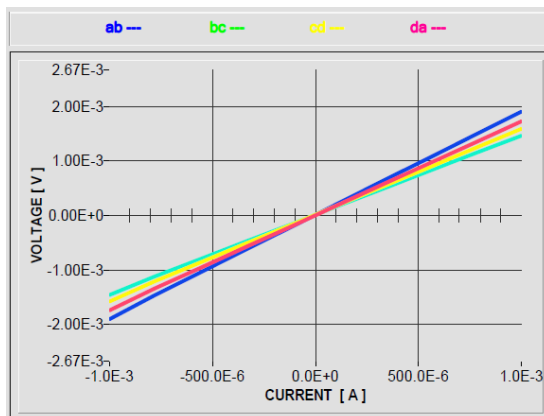


(a)

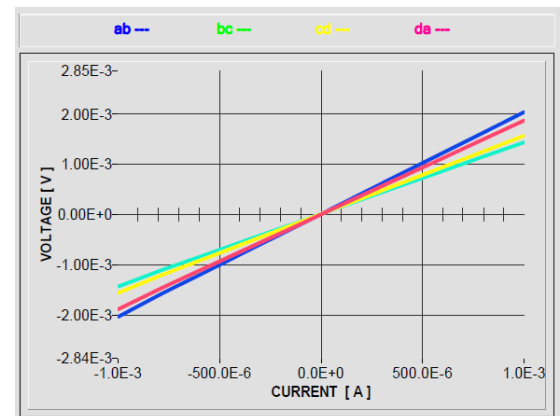


(b)

Figura 5.10. Gráfico do comportamento do contato ôhmico da amostra G1. (a) Curva antes das medições de tensão; (b) Curva depois das medições de tensão.

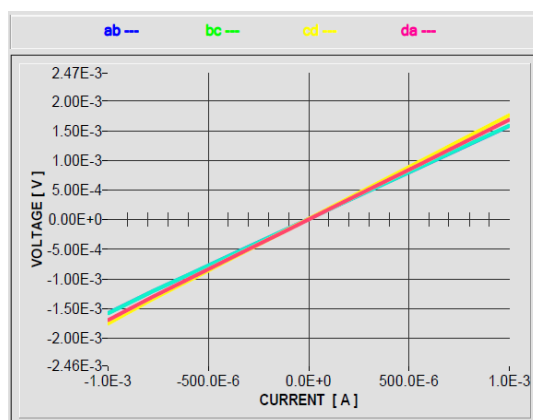


(a)

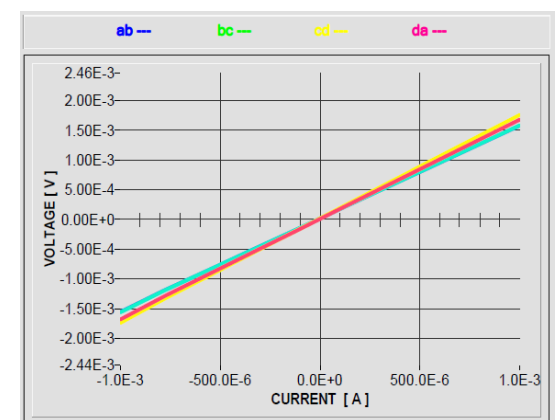


(b)

Figura 5.11. Gráfico do comportamento do contato ôhmico da amostra G2. (a) Curva antes das medições de tensão; (b) Curva depois das medições de tensão.



(a)



(b)

Figura 5.12. Gráfico do comportamento do contato ôhmico da amostra G3. (a) Curva antes das medições de tensão; (b) Curva depois das medições de tensão.

Verificou-se, através da análise dos gráficos, que foram obtidos bons contatos ôhmico amostra-solda-grampo nos quatro pontos de contato utilizando como solda fria a liga eutética Galn antes e depois das medições nas doze amostras avaliadas. As curvas apresentaram um comportamento linear para todas as combinações de corrente e tensão, em ambas as polaridades, e simétricas em torno de  $V = 0$ .

### 5.1.3. Propriedades Elétricas

Foram realizadas as medições das tensões elétricas entre os contatos A, B, C e D, nas seguintes condições: polaridade direta; polaridade inversa; sem campo magnético; com campo magnético no sentido positivo da densidade do fluxo magnético (sentido norte-sul) e no sentido negativo da densidade do fluxo magnético (sentido sul-norte).

Utilizou-se para identificar o conjunto de valores obtidos a notação indicada na norma ASTM F76-08, conforme apresentada no Quadro 4.3:  $V_{BA,CD}$ ,  $V_{AB,CD}$ ,  $V_{CD,DA}$ ,  $V_{BC,DA}$ ,  $V_{DC,AB}$ ,  $V_{CD,AB}$ ,  $V_{DA,BC}$ ,  $V_{AD,BC}$ ,  $V_{CA,DB(+B)}$ ,  $V_{AC,DB(+B)}$ ,  $V_{DB,AC(+B)}$ ,  $V_{BD,AC(+B)}$ ,  $V_{BD,AC(-B)}$ ,  $V_{DB,AC(-B)}$ ,  $V_{AC,DB(-B)}$ , e  $V_{CA,DB(-B)}$ . Na Tabela 5.2 estão apresentados os valores medidos das tensões elétricas (em mV) entre os contatos  $V_{ab}$ ,  $V_{ac}$ ,  $V_{ac(B+)}$ ,  $V_{ac(-B)}$ ,  $V_{cd}$ ,  $V_{bd}$ ,  $V_{db(+B)}$ ,  $V_{db(-B)}$  após aplicar uma corrente elétrica  $i$  (em mA) com polaridade direta na temperatura ambiente (em torno de 300 K).

Tabela 5.2. Valores medidos das tensões entre os contatos da amostra G1 na temperatura de 300 K com polarização direta.

$i$ (mA)	$V_{ab}$	$V_{ac}$	$V_{ac(+B)}$	$V_{ac(-B)}$	$V_{cd}$	$V_{bd}$	$V_{db(+B)}$	$V_{db(-B)}$
1,00	-0,355	-0,289	-0,278	-0,307	-0,349	-0,282	-0,296	-0,267
2,00	-0,681	-0,552	-0,533	-0,592	-0,686	-0,551	-0,583	-0,525
3,00	-1,015	-0,825	-0,792	-0,882	-1,021	-0,823	-0,871	-0,780
4,00	-1,353	-1,100	-1,053	-1,172	-1,359	-1,097	-1,163	-1,041
5,00	-1,688	-1,371	-1,311	-1,465	-1,696	-1,368	-1,450	-1,299

Os valores da corrente elétrica somente foram alterados no *software* após serem finalizadas todas as medições das tensões elétricas entre os contatos dois a dois. Nos ensaios foram aplicadas correntes nos valores de 1 mA, 2 mA, 3 mA, 4 mA, e 5 mA. A peça utilizada foi a amostra G1 (lingote G, parte 1) e as medições foram realizadas na temperatura ambiente (em torno de 300 K). Para simplificar a notação utilizada indicou-se apenas os contatos de tensão.

Com os dados da Tabela 5.2 pode-se identificar um padrão dos valores de tensão entre os contatos para a mesma corrente aplicada. O gráfico mostra na Figura 5.13 que a tensão entre os contatos apresenta uma curva de tendência linear principalmente para as correntes de menor valor. Observou-se também que a variação no valor da tensão é praticamente constante, em torno de 0,2 mV, conforme o valor da corrente aumenta em 1 mA.

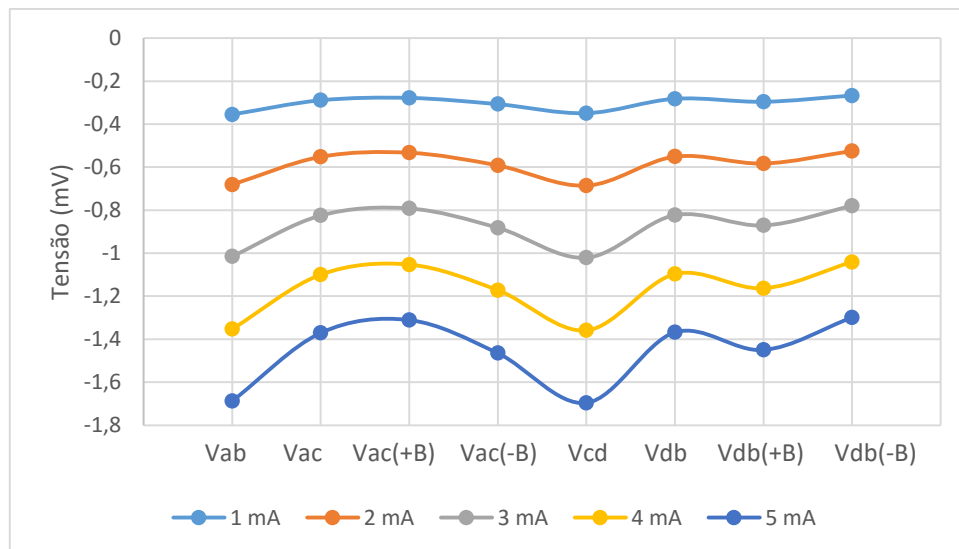


Figura 5.13. Gráfico dos valores de tensão entre os contatos para polarização direta.

Na Tabela 5.3 estão os outros valores medidos das tensões elétricas (em mV) entre os contatos  $V_{ab}$ ,  $V_{bc}$ ,  $V_{ac}$ ,  $V_{cd}$ ,  $V_{da}$ ,  $V_{bd}$  após aplicar uma corrente elétrica  $i$  (em mA) com polaridade direta nos valores de 1 mA, 2 mA, 3 mA, 4 mA, e 5 mA. Tais valores não foram apresentados na tabela anterior e correspondem às medições das tensões recíprocas, ou seja, medições realizadas entre os mesmos contatos.

Tabela 5.3. Valores medidos das tensões recíprocas entre os contatos da amostra G1 na temperatura de 300 K com polarização direta.

<b>i (mA)</b>	<b>Vab</b>	<b>Vbc</b>	<b>Vac</b>	<b>Vcd</b>	<b>Vda</b>	<b>Vbd</b>
1,00	-0,355	-0,077	-0,289	-0,349	-0,085	-0,282
2,00	-0,681	-0,132	-0,552	-0,686	-0,143	-0,551
3,00	-1,015	-0,194	-0,825	-1,021	-0,206	-0,823
4,00	-1,353	-0,256	-1,1	-1,359	-0,267	-1,097
5,00	-1,688	-0,318	-1,371	-1,696	-0,33	-1,368

O conjunto de dados da Tabela 5.3 foi utilizado para plotar o gráfico da Figura 5.14. Pode-se verificar que as curvas I-V utilizando os resultados obtidos para as medições das tensões recíprocas se sobrepõem independente do sentido da medição da tensão elétrica.

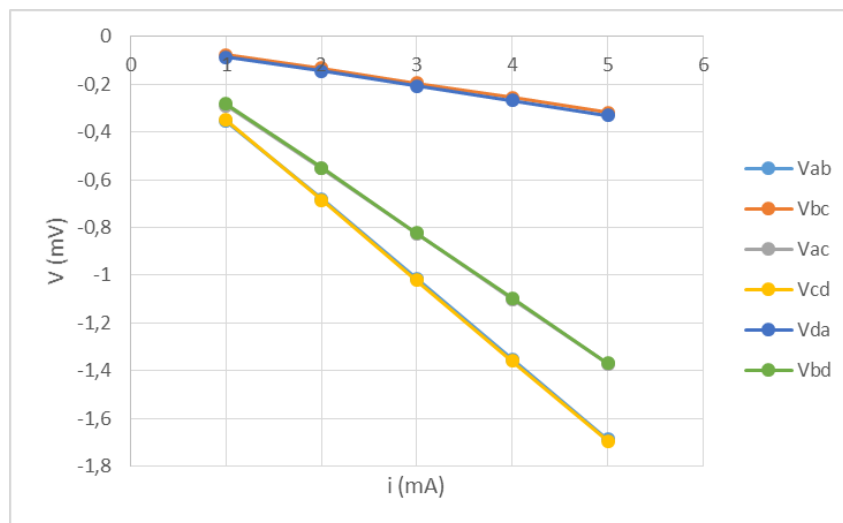


Figura 5.14. Gráfico dos valores de tensão em função da corrente elétrica direta.

Pode-se afirmar que o gráfico da Figura 5.14 evidencia que o teorema da reciprocidade se aplica para as medições que foram realizadas, uma vez que demonstra a consistência entre os valores medidos quando realizamos medições de tensão entre os mesmos contatos, invertendo o sentido da medição de tensão.

Verificou-se experimentalmente que para as medições realizadas nas condições descritas são válidas as seguintes igualdades:  $V_{db} = V_{ac}$ ;  $V_{da} = V_{bc}$ ; e  $V_{cd} = V_{ab}$ .

Na Tabela 5.4 estão os valores medidos das tensões elétricas (em mV) entre os contatos  $V_{ab}$ ,  $V_{ac}$ ,  $V_{ac(+B)}$ ,  $V_{ac(-B)}$ ,  $V_{cd}$ ,  $V_{bd}$ ,  $V_{db(+B)}$ ,  $V_{db(-B)}$  nas mesmas condições já descritas, porém invertendo-se a polaridade da corrente elétrica.

Tabela 5.4. Valores medidos das tensões entre os contatos da amostra G1 na temperatura de 300 K com polarização inversa.

$i$ (mA)	$V_{ab}$	$V_{ac}$	$V_{ac(+B)}$	$V_{ac(-B)}$	$V_{cd}$	$V_{bd}$	$V_{db(+B)}$	$V_{db(-B)}$
1,00	0,326	0,260	0,244	0,273	0,332	0,268	0,284	0,253
2,00	0,674	0,546	0,511	0,569	0,672	0,547	0,576	0,516
3,00	1,015	0,826	0,771	0,862	1,012	0,824	0,868	0,778
4,00	1,354	1,103	1,031	1,153	1,353	1,096	1,161	1,038
5,00	1,696	1,384	1,295	1,446	1,692	1,376	1,455	1,303

Os dados da Tabela 5.4 foram utilizados para plotar o gráfico da Figura 5.15. Observou-se o mesmo comportamento da tensão elétrica para polarização direta e inversa.

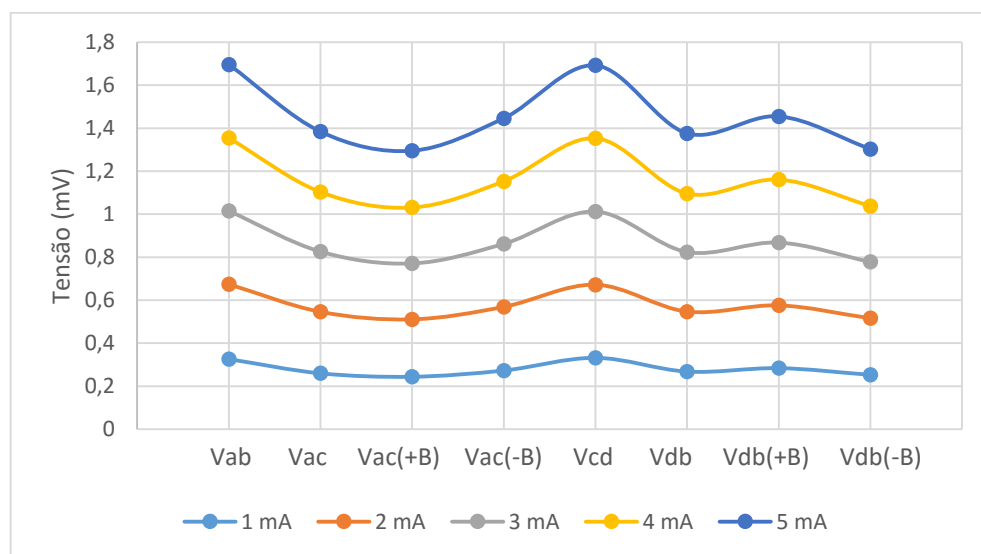


Figura 5.15. Gráfico dos valores de tensão entre os contatos para polarização inversa.

Na Tabela 5.5 estão apresentados os valores medidos das tensões elétricas entre os contatos  $V_{ab}$ ,  $V_{bc}$ ,  $V_{ac}$ ,  $V_{cd}$ ,  $V_{da}$ ,  $V_{bd}$  nas mesmas condições já descritas, porém invertendo-se a polaridade da corrente elétrica.

Tabela 5.5. Valores medidos das tensões recíprocas entre os contatos da amostra G1 na temperatura de 300 K com polarização inversa.

<b>i (mA)</b>	<b>Vab</b>	<b>Vbc</b>	<b>Vac</b>	<b>Vcd</b>	<b>Vda</b>	<b>Vbd</b>
1,00	0,326	0,054	0,260	0,332	0,045	0,268
2,00	0,674	0,126	0,546	0,672	0,114	0,547
3,00	1,015	0,195	0,826	1,012	0,185	0,824
4,00	1,354	0,259	1,103	1,353	0,245	1,096
5,00	1,696	0,333	1,384	1,692	0,320	1,376

O conjunto de dados da Tabela 5.5 foi utilizado para plotar o gráfico da Figura 5.16. Observou-se o mesmo comportamento da tensão para polarização direta e inversa. Uma análise em conjunto com o gráfico da Figura 5.16, permite afirmar que o teorema da reciprocidade também é válido quando invertemos a polaridade da corrente elétrica.

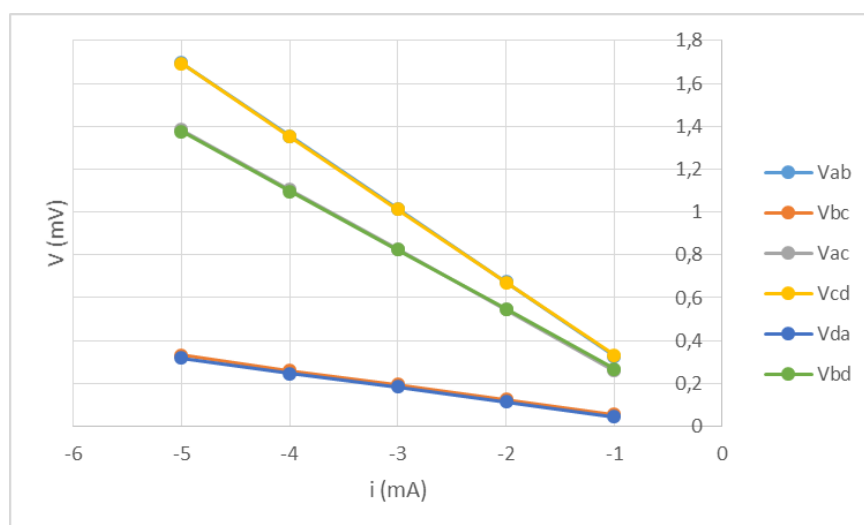


Figura 5.16. Gráfico dos valores de tensão em função da corrente elétrica inversa.

Seguem nas tabelas abaixo os valores obtidos para as propriedades elétricas de todas as amostras estudadas após aplicar uma corrente elétrica de 2 mA na temperatura de 77 K (Tabela 5.6) e na temperatura de 300 K (Tabela 5.7). Onde N é a concentração de portadores de carga,  $\mu$  é a mobilidade dos portadores,  $\rho$  é a resistividade,  $R_H$  é o coeficiente Hall,  $n_s$  é a densidade superficial de carga,  $\sigma$  é a condutividade, e  $R_s$  é a resistência de folha.

Tabela 5.6. Propriedades elétricas obtidas após aplicar uma corrente elétrica de 2 mA na temperatura de 77 K.

Amostra	N (cm <sup>-3</sup> )	$\mu$ (cm <sup>2</sup> /Vs)	$\rho$ ( $\Omega$ -cm)	$R_H$ (cm <sup>3</sup> /C)	$n_s$ (cm <sup>-2</sup> )	$\sigma$ ( $\Omega$ -cm) <sup>-1</sup>	$R_s$ ( $\Omega/\square$ )
C1	1,341E+19	1,950E+01	2,387E-02	4,655E-01	1,891E+18	4,189E+01	1,693E-01
C2	5,730E+19	2,451E+02	4,444E-04	1,089E-01	6,761E+18	2,250E+03	3,766E-03
C3	1,123E+19	6,840E+02	8,127E-04	5,559E-01	1,449E+18	1,230E+03	6,300E-03
D1	7,213E+19	2,821E+01	3,068E-03	8,654E-02	1,046E+19	3,260E+02	2,116E-02
D2	1,034E+19	1,117E+02	5,407E-03	6,039E-01	1,457E+18	1,849E+02	3,835E-02
D3	8,736E+15	1,626E+03	4,395E-01	7,145E+02	1,354E+15	2,275E+00	2,835E+00
F1	6,025E+17	3,771E+02	2,747E-02	1,036E+01	1,024E+17	3,640E+01	1,616E-01
F2	7,535E+17	3,370E+02	2,458E-02	8,284E+00	1,100E+17	4,068E+01	1,684E-01
F3	6,930E+17	3,702E+02	2,433E-02	9,007E+00	9,425E+16	4,110E+01	1,789E-01
G1	7,764E+16	9,422E+02	8,533E-02	8,040E+01	1,102E+16	1,172E+01	6,009E-01
G2	8,469E+16	9,607E+02	7,672E-02	7,371E+01	1,516E+16	1,303E+01	4,286E-01
G3	8,810E+16	7,760E+02	9,131E-02	7,085E+01	1,507E+16	1,095E+01	5,339E-01

Tabela 5.7. Propriedades elétricas obtidas após aplicar uma corrente elétrica de 2 mA na temperatura de 300 K.

Amostra	N (cm <sup>-3</sup> )	$\mu$ (cm <sup>2</sup> /Vs)	$\rho$ ( $\Omega$ -cm)	$R_H$ (cm <sup>3</sup> /C)	$n_s$ (cm <sup>-2</sup> )	$\sigma$ ( $\Omega$ -cm) <sup>-1</sup>	$R_s$ ( $\Omega/\square$ )
C1	7,971E+19	2,025E+02	3,867E-04	-2,778E-01	1,124E+19	2,586E+03	2,742E-03
C2	1,318E+19	1,891E+03	2,505E-04	6,117E-01	1,555E+18	3,992E+03	2,123E-03
C3	1,946E+19	3,735E+03	8,586E-05	1,277E-01	2,511E+18	1,165E+04	6,656E-04
D1	2,518E+19	2,074E+02	1,195E-03	4,373E-02	3,652E+18	8,366E+02	8,244E-03
D2	2,233E+21	4,576E+02	6,109E-06	2,816E-03	2,233E+16	1,637E+05	6,109E-01
D3	2,313E+21	3,976E+02	6,787E-06	2,676E-03	2,313E+16	1,473E+05	6,787E-01
F1	6,397E+17	2,954E+02	3,303E-02	9,822E+00	1,087E+17	3,028E+01	1,943E-01
F2	6,968E+17	3,103E+02	2,887E-02	9,171E+00	1,017E+17	3,464E+01	1,977E-01
F3	6,904E+17	3,160E+02	2,862E-02	8,971E+00	9,389E+16	3,494E+01	2,104E-01
G1	1,671E+17	3,510E+02	1,064E-01	3,750E+01	2,373E+16	9,397E+00	7,494E-01
G2	1,445E+17	4,069E+02	1,061E-01	4,318E+01	2,587E+16	9,421E+00	5,930E-01
G3	1,539E+17	3,579E+02	1,134E-01	4,032E+01	2,631E+16	8,821E+00	6,629E-01

## 5.2. Avaliação das Fontes de Incerteza

Os instrumentos de medição e os outros dispositivos suplementares utilizados nos ensaios realizados estão listados no Quadro 5.13. Todos eles podem agregar um erro no resultado de medição, contudo o objetivo desse trabalho foi identificar quais destas possíveis fontes de erro afetaram significativamente o resultado.

Quadro 5.13. Algumas possíveis fontes de erro do sistema de medição.

Fontes de erro do sistema de medição	Valor estimado	Unidade
Relógio comparador para medição da espessura da amostra com exatidão de $\pm 1\%$ do valor da leitura.	$\pm 1\%$	mm
Paquímetro para medição das dimensões superficiais da amostra com exatidão de $\pm 1\%$ do valor da leitura.	$\pm 1\%$	mm
Uniformidade da espessura da amostra.	$\pm 1\%$	mm
Ímã permanente capaz de fornecer uma densidade de fluxo magnético com uniformidade de $\pm 1\%$ .	$\pm 1\%$	T
Fonte de corrente capaz de manter um valor dentro de um intervalo de $\pm 0,5\%$ do sinal de saída durante a medição.	$\pm 0,5\%$	A
Voltímetro com exatidão de $\pm 0,5\%$ do fundo de escala da faixa de medição.	$\pm 0,5\%$	V
Cabo triaxial com um bom isolamento para que a corrente de fuga seja inferior a 0,1% da corrente injetada na amostra.	1%	A
Linearidade dos contatos ôhmicos para materiais de baixa resistividade.	–	–
Sensor para monitoramento da temperatura durante a medição com uma precisão de $\pm 1^\circ\text{C}$ .	$\pm 1$	$^\circ\text{C}$
Definição incompleta do mensurando.	–	–
Amostragem não representativa.	–	–
Resolução finita do instrumento.	$\pm 0,001$	mV
Aproximações incorporadas ao método e ao procedimento de medição.	–	–
Variações nas observações do mensurando sob condições idênticas.	–	–

Para cada fonte de erro foi estimado um valor de incerteza utilizando como referência as especificações declaradas pelos fabricantes dos equipamentos (precisão, exatidão, uniformidade), os critérios de aprovação para uso do equipamento definidos na norma ASTM F76-08, as dimensões e uniformidade da amostra, os erros relativos à montagem e instalação do sistema de medição, e os erros do operador. As fontes de erro apresentadas que não possuem um valor estimado precisam ser avaliadas durante as medições e, também, dependem do tipo de amostragem utilizado.



### 5.3. Precisão do Sistema de Medição

#### 5.3.1. Condições de Repetibilidade

Realizaram-se repetidas medidas dos valores da tensão entre os contatos nas seguintes condições de repetibilidade: mesmo sistema de medição, mesmo procedimento de medição, mesmo operador, mesmas condições de operação, mesmo local, e na mesma amostra durante um curto período de tempo.

A amostra G1 (lingote G, parte 1) foi utilizada nas medições das tensões elétricas (em mV) entre os contatos à 300 K, após aplicar uma corrente elétrica com polaridade inversa nos valores 1,00 mA (ver Tabela 5.8), 3,00 mA (ver Tabela 5.9), e 5,00 mA (ver Tabela 5.10). Também foram realizadas medidas aplicando-se um campo magnético de 0,556 T no sentido positivo (+B) e no sentido negativo (-B) da densidade de fluxo magnético e perpendicular às duas faces planas da amostra.

Tabela 5.8. Valores medidos da tensão V (em mV) entre os contatos após aplicar uma corrente de 1,00 mA com polaridade inversa na amostra G1 na temperatura de 300 K.

n	Vab	Vbc	Vac	Vac(+B)	Vac(-B)	Vcd	Vda	Vbd	Vbd(+B)	Vbd(-B)
1	0,326	0,054	0,260	0,244	0,273	0,332	0,045	0,268	0,284	0,253
2	0,328	0,055	0,263	0,244	0,275	0,332	0,047	0,268	0,283	0,253
3	0,330	0,056	0,263	0,246	0,278	0,332	0,047	0,267	0,282	0,253
4	0,329	0,057	0,267	0,246	0,277	0,332	0,048	0,269	0,282	0,252
5	0,330	0,056	0,267	0,249	0,277	0,332	0,049	0,269	0,283	0,254
<b>Média</b>	<b>0,329</b>	<b>0,056</b>	<b>0,264</b>	<b>0,246</b>	<b>0,276</b>	<b>0,332</b>	<b>0,047</b>	<b>0,268</b>	<b>0,283</b>	<b>0,253</b>
<b>s(x<sub>i</sub>)</b>	<b>0,002</b>	<b>0,001</b>	<b>0,003</b>	<b>0,002</b>	<b>0,002</b>	<b>0,000</b>	<b>0,001</b>	<b>0,001</b>	<b>0,001</b>	<b>0,001</b>

Tabela 5.9. Valores medidos da tensão V (em mV) entre os contatos após aplicar uma corrente de 3,00 mA com polaridade inversa na amostra G1 na temperatura de 300 K.

n	Vab	Vbc	Vac	Vac(+B)	Vac(-B)	Vcd	Vda	Vbd	Vbd(+B)	Vbd(-B)
1	1,015	0,195	0,826	0,771	0,862	1,012	0,185	0,824	0,868	0,778
2	1,014	0,194	0,826	0,774	0,864	1,012	0,184	0,823	0,870	0,780
3	1,012	0,194	0,826	0,771	0,862	1,010	0,182	0,822	0,868	0,779
4	1,012	0,194	0,825	0,773	0,860	1,011	0,187	0,822	0,868	0,775
5	1,012	0,194	0,826	0,773	0,862	1,011	0,181	0,823	0,869	0,779
<b>Média</b>	<b>1,013</b>	<b>0,194</b>	<b>0,826</b>	<b>0,772</b>	<b>0,862</b>	<b>1,011</b>	<b>0,184</b>	<b>0,823</b>	<b>0,869</b>	<b>0,778</b>
<b>s(x<sub>i</sub>)</b>	<b>0,001</b>	<b>0,0004</b>	<b>0,0004</b>	<b>0,001</b>	<b>0,001</b>	<b>0,001</b>	<b>0,002</b>	<b>0,001</b>	<b>0,001</b>	<b>0,002</b>

Tabela 5.10. Valores medidos da tensão V (em mV) entre os contatos após aplicar uma corrente de 5,00 mA com polaridade inversa na amostra G1 na temperatura de 300 K.

n	Vab	Vbc	Vac	Vac(+B)	Vac(-B)	Vcd	Vda	Vbd	Vbd(+B)	Vbd(-B)
1	1,696	0,333	1,384	1,295	1,446	1,692	0,320	1,376	1,455	1,303
2	1,695	0,330	1,381	1,294	1,444	1,693	0,319	1,377	1,454	1,304
3	1,696	0,331	1,381	1,296	1,446	1,693	0,317	1,375	1,456	1,306
4	1,696	0,331	1,383	1,297	1,447	1,692	0,320	1,379	1,456	1,305
5	1,698	0,332	1,383	1,296	1,443	1,692	0,320	1,377	1,453	1,302
<b>Média</b>	<b>1,696</b>	<b>0,331</b>	<b>1,382</b>	<b>1,296</b>	<b>1,445</b>	<b>1,692</b>	<b>0,319</b>	<b>1,377</b>	<b>1,455</b>	<b>1,304</b>
<b>s(x<sub>i</sub>)</b>	<b>0,001</b>	<b>0,001</b>	<b>0,001</b>	<b>0,001</b>	<b>0,002</b>	<b>0,001</b>	<b>0,001</b>	<b>0,001</b>	<b>0,001</b>	<b>0,002</b>

O valor atribuído ao mensurando foi a média das medidas e o desvio-padrão  $s(x_i)$  foi considerado como uma componente de incerteza das medições de tensão, denominada “repetibilidade do sistema de medição”.

Observou-se que o desvio-padrão para ambas as medidas realizadas na amostra G1 (lingote G, parte 1), com correntes de 1,00 mA, 3,00 mA e 5 mA são baixos, isto é, na ordem de  $10^{-3}$  e  $10^{-4}$ . Isso garante que a solda fria, utilizada para realizar o contato ôhmico, não interfere na medição.

### 5.3.2. Condições de Precisão Intermediária

Realizaram-se repetidas medidas dos valores da tensão elétrica entre os contatos nas seguintes condições de precisão intermediária: mesmo sistema de medição, mesmo procedimento de medição, mesmo local, e medições repetidas na mesma amostra ao longo de um período de tempo. Os valores obtidos estão apresentados na Tabela 5.11.

Tabela 5.11. Valores medidos da tensão V (em mV) entre os contatos após aplicar uma corrente de 1,00 mA com polaridade inversa na amostra G1 na temperatura de 300 K em três dias diferentes.

n	Vab	Vbc	Vac	Vac(+B)	Vac(-B)	Vcd	Vda	Vbd	Vbd(+B)	Vbd(-B)
1	0,322	0,082	0,254	0,232	0,265	0,329	0,070	0,259	0,279	0,242
2	0,329	0,087	0,261	0,236	0,272	0,331	0,075	0,261	0,280	0,246
3	0,325	0,072	0,259	0,242	0,271	0,324	0,063	0,260	0,274	0,245
<b>Média</b>	<b>0,325</b>	<b>0,080</b>	<b>0,258</b>	<b>0,237</b>	<b>0,269</b>	<b>0,328</b>	<b>0,069</b>	<b>0,260</b>	<b>0,278</b>	<b>0,244</b>
<b>s(x<sub>i</sub>)</b>	<b>0,004</b>	<b>0,008</b>	<b>0,004</b>	<b>0,005</b>	<b>0,004</b>	<b>0,004</b>	<b>0,006</b>	<b>0,001</b>	<b>0,003</b>	<b>0,002</b>

A amostra G1 (lingote G, parte 1) foi utilizada nas medições da tensão elétrica entre os contatos na temperatura de 300 K após aplicar uma corrente elétrica com polaridade inversa no valor de 1,00 mA em três dias diferentes e os valores obtidos foram apresentados na Tabela 5.11. Os dados foram plotados no gráfico da Figura 5.17 das medidas de tensão em função do tempo, chamado de carta de controle (ASTM, 2015).

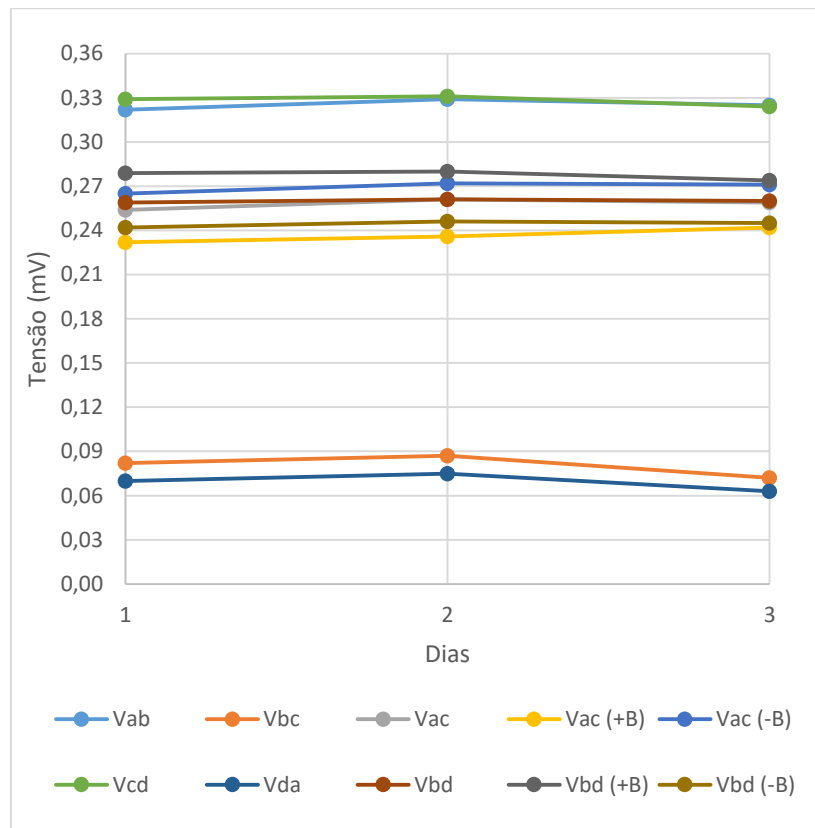


Figura 5.17. Carta de controle das medidas de tensão na amostra G1 em três dias diferentes.

Novamente, pôde-se observar que os desvios-padrão mostrados na Tabela 5.11, calculados considerando os valores obtidos nos três dias de medição, é da mesma ordem de grandeza que os desvios-padrão mostrados nas Tabelas 5.8, 5.9 e 5.10. Esse resultado mostra que o sistema é estável ao longo do tempo e que as medições na amostra da liga  $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{Sb:Al}$  podem ser rastreadas com segurança no sistema de medição utilizado.

Analisou-se esse gráfico para avaliar a estabilidade do sistema de medição ao longo de um período de tempo. O desvio-padrão destas medidas foi considerado

como uma componente para o cálculo da incerteza das medições de tensão, denominada “precisão intermediária”.

### 5.3.3. Condições de Reprodutibilidade

Realizaram-se repetidas medidas dos valores da tensão elétrica entre os contatos mudando apenas a condição de temperatura e mantendo as demais condições de repetibilidade (mesmo sistema de medição, mesmo procedimento de medição, mesmo operador, mesmas condições de operação, mesmo local, mesma amostra).

As medidas de tensão foram realizadas na amostra G1 (lingote G, parte 1), em 77 K, após aplicar uma corrente elétrica com polaridade inversa nos valores 1,00 mA, 3,00 mA, e 5,00 mA. Os dados obtidos estão relacionados nas Tabelas 5.12, 5.13 e 5.14 abaixo.

Tabela 5.12. Valores medidos das tensões V (em mV) entre os contatos após aplicar uma corrente de 1,00 mA com polaridade inversa na amostra G1 em 77 K.

n	Vab	Vbc	Vac	Vac(+B)	Vac(-B)	Vcd	Vda	Vbd	Vbd(+B)	Vbd(-B)
1	0,227	0,056	0,159	0,129	0,191	0,234	0,070	0,165	0,196	0,132
2	0,226	0,055	0,156	0,126	0,187	0,232	0,070	0,165	0,197	0,132
3	0,225	0,055	0,156	0,125	0,188	0,231	0,068	0,162	0,194	0,130
4	0,229	0,056	0,161	0,131	0,190	0,231	0,070	0,165	0,197	0,131
5	0,226	0,058	0,156	0,125	0,188	0,225	0,065	0,156	0,189	0,127
<b>Média</b>	<b>0,227</b>	<b>0,056</b>	<b>0,158</b>	<b>0,127</b>	<b>0,189</b>	<b>0,231</b>	<b>0,069</b>	<b>0,163</b>	<b>0,195</b>	<b>0,130</b>
<b>s(xi)</b>	<b>0,002</b>	<b>0,001</b>	<b>0,002</b>	<b>0,003</b>	<b>0,002</b>	<b>0,003</b>	<b>0,002</b>	<b>0,004</b>	<b>0,003</b>	<b>0,002</b>

Tabela 5.13. Valores medidos das tensões V (em mV) entre os contatos após aplicar uma corrente de 3,00 mA com polaridade inversa na amostra G1 em 77 K.

n	Vab	Vbc	Vac	Vac(+B)	Vac(-B)	Vcd	Vda	Vbd	Vbd(+B)	Vbd(-B)
1	0,698	0,200	0,498	0,402	0,587	0,703	0,210	0,502	0,593	0,405
2	0,698	0,200	0,494	0,403	0,589	0,702	0,212	0,497	0,593	0,407
3	0,698	0,199	0,495	0,404	0,589	0,702	0,208	0,498	0,592	0,404
4	0,700	0,194	0,493	0,403	0,591	0,699	0,205	0,495	0,593	0,406
5	0,702	0,198	0,496	0,403	0,591	0,703	0,206	0,498	0,591	0,405
<b>Média</b>	<b>0,699</b>	<b>0,198</b>	<b>0,495</b>	<b>0,403</b>	<b>0,589</b>	<b>0,702</b>	<b>0,208</b>	<b>0,498</b>	<b>0,592</b>	<b>0,405</b>
<b>s(xi)</b>	<b>0,002</b>	<b>0,002</b>	<b>0,002</b>	<b>0,001</b>	<b>0,002</b>	<b>0,002</b>	<b>0,003</b>	<b>0,003</b>	<b>0,001</b>	<b>0,001</b>

Tabela 5.14. Valores medidos das tensões V (em mV) entre os contatos após aplicar uma corrente de 5,00 mA com polaridade inversa na amostra G1 em 77 K.

n	Vab	Vbc	Vac	Vac(+B)	Vac(-B)	Vcd	Vda	Vbd	Vbd(+B)	Vbd(-B)
1	1,175	0,339	0,834	0,680	0,997	1,174	0,347	0,835	0,993	0,680
2	1,168	0,338	0,830	0,679	0,990	1,173	0,351	0,833	0,994	0,682
3	1,169	0,340	0,841	0,679	0,993	1,175	0,352	0,834	0,997	0,683
4	1,171	0,339	0,831	0,681	0,994	1,175	0,351	0,834	0,996	0,683
5	1,174	0,342	0,836	0,684	0,995	1,176	0,351	0,837	0,998	0,681
<b>Média</b>	<b>1,171</b>	<b>0,340</b>	<b>0,834</b>	<b>0,681</b>	<b>0,994</b>	<b>1,175</b>	<b>0,350</b>	<b>0,835</b>	<b>0,996</b>	<b>0,682</b>
<b>s(xi)</b>	<b>0,003</b>	<b>0,002</b>	<b>0,004</b>	<b>0,002</b>	<b>0,003</b>	<b>0,001</b>	<b>0,002</b>	<b>0,002</b>	<b>0,002</b>	<b>0,001</b>

O valor atribuído ao mensurando foi a média das medidas e o desvio-padrão foi considerado com uma componente de incerteza das medições de tensão, denominada “reprodutibilidade do sistema de medição”.

Do mesmo modo que as medições realizadas na temperatura ambiente em torno de 300 K (Tabelas 5.8-5.10), as medições realizadas na temperatura de 77 K (Tabelas 5.12-5.13) apresentam desvios-padrão baixos, isto é, na ordem de  $10^{-3}$ . Isso garante que a solda fria, utilizada para realizar o contato ôhmico, não interfere na medição nas temperaturas entre 77-300 K.

#### 5.4. Planilha de Incerteza

O diagrama causa-efeito que foi elaborado para avaliar todas as prováveis fontes de erro do sistema de medição Hall é bastante complexo por envolver diversas grandezas sem correlação e está resumido na Figura 5.18. Por esse motivo, optou-se por avaliar apenas as fontes de incerteza das medições da tensão elétrica que se mostraram mais relevantes para os resultados dos ensaios.

A planilha de incerteza desenvolvida com base nesse diagrama foi utilizada para estimar apenas a incerteza das medições da tensão elétrica entre os contatos. Uma vez que os valores das grandezas de saída do sistema de medição são os valores das grandezas de entrada do modelo matemático, e os valores das grandezas

de saída do *software* são calculadas utilizando os resultados obtidos com as medições da tensão elétrica entre os contatos.

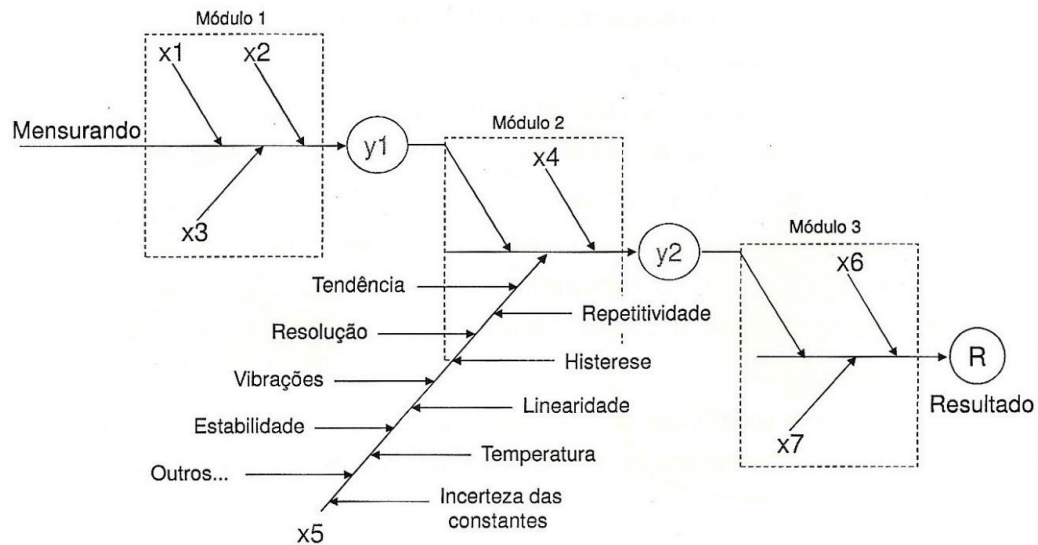


Figura 5.18. Diagrama causa-efeito para o sistema de medição Hall.

A incerteza associada a medição de cada grandeza de saída do modelo matemático pôde ser avaliada a partir desta mesma planilha de incerteza, utilizando-se os coeficientes de sensibilidade que podem ser calculados por meio das funções matemáticas que relacionam essas grandezas.

As componentes consideradas para estimar a incerteza das medições foram: o desvio-padrão experimental da média, a repetibilidade do sistema de medição, a precisão intermediária, a reprodutibilidade do sistema de medição, e a resolução do sistema de medição.

Os resultados das medições utilizados para demonstração do uso da planilha de incerteza foram obtidos após aplicar uma corrente de 5,00 mA com polaridade inversa na amostra G1 (lingote G, parte 1) à temperatura de 77 K. Esses valores foram apresentados na Tabela 5.14. As planilhas com o cálculo da incerteza dos resultados das medições das tensões  $V_{ab}$ ,  $V_{bc}$ ,  $V_{ac}$ ,  $V_{cd}$ ,  $V_{da}$  e  $V_{bd}$  estão declaradas nos Quadros 5.14, 5.15, 5.16, 5.17, 5.18 e 5.19, respectivamente.

Quadro 5.14. Planilha para cálculo da incerteza das medições da tensão  $V_{ab}$ .

Descrição da fonte de incerteza Xi	Valor estimado	Distribuição de probabilidade	Divisor	Coefficiente de sensibilidade (Ci)	Incerteza-padrão $\pm u(xi)$	$V_{eff}$	$u(xi)^4/V_{eff}$
Desvio-padrão experimental da média	0,001 mV	t-Student	2,236	1 mV	0,0006	4	3,46E-14
Repetibilidade do sistema de medição	0,003 mV	Retangular	1,732	1 mV	0,0017	infinito	9,00E-16
Precisão Intermediária	0,008 mV	Retangular	1,732	1 mV	0,0046	infinito	4,55E-14
Reprodutibilidade do sistema	0,004 mV	Retangular	1,732	1 mV	0,0023	infinito	2,84E-15
Resolução do sistema de medição	0,001 mV	Retangular	1,732	1 mV	0,0003	infinito	6,94E-19
P = 95,45% k = 2,00				$\pm U = 0,011$ mV	0,0055	$\infty$	8,39E-14

Quadro 5.15. Planilha para cálculo da incerteza das medições da tensão  $V_{bc}$ .

Descrição da fonte de incerteza Xi	Valor estimado	Distribuição de probabilidade	Divisor	Coefficiente de sensibilidade (Ci)	Incerteza-padrão $\pm u(xi)$	$V_{eff}$	$u(xi)^4/V_{eff}$
Desvio-padrão experimental da média	0,001 mV	t-Student	2,236	1 mV	0,0003	4	2,12E-15
Repetibilidade do sistema de medição	0,003 mV	Retangular	1,732	1 mV	0,0017	infinito	9,00E-16
Precisão Intermediária	0,008 mV	Retangular	1,732	1 mV	0,0046	infinito	4,55E-14
Reprodutibilidade do sistema	0,004 mV	Retangular	1,732	1 mV	0,0023	infinito	2,84E-15
Resolução do sistema de medição	0,001 mV	Retangular	1,732	1 mV	0,0003	infinito	6,94E-19
P = 95,45% k = 2,00				$\pm U = 0,011$ mV	0,0055	$\infty$	5,14E-14

Quadro 5.16. Planilha para cálculo da incerteza das medições da tensão  $V_{ac}$ .

Descrição da fonte de incerteza Xi	Valor estimado	Distribuição de probabilidade	Divisor	Coefficiente de sensibilidade (Ci)	Incerteza-padrão $\pm u(xi)$	$V_{eff}$	$u(xi)^4/V_{eff}$
Desvio-padrão experimental da média	0,002 mV	t-Student	2,236	1 mV	0,0009	4	1,49E-13
Repetibilidade do sistema de medição	0,003 mV	Retangular	1,732	1 mV	0,0017	infinito	9,00E-16
Precisão Intermediária	0,008 mV	Retangular	1,732	1 mV	0,0046	infinito	4,55E-14
Reprodutibilidade do sistema	0,004 mV	Retangular	1,732	1 mV	0,0023	infinito	2,84E-15
Resolução do sistema de medição	0,001 mV	Retangular	1,732	1 mV	0,0003	infinito	6,94E-19
P = 95,45% k = 2,00				$\pm U = 0,011$ mV	0,0055	4699	1,98E-13

Quadro 5.17. Planilha para cálculo da incerteza das medições da tensão  $V_{cd}$ .

Descrição da fonte de incerteza Xi	Valor estimado	Distribuição de probabilidade	Divisor	Coefficiente de sensibilidade (Ci)	Incerteza-padrão $\pm u(xi)$	$V_{eff}$	$u(xi)^4/V_{eff}$
Desvio-padrão experimental da média	0,001 mV	t-Student	2,236	1 mV	0,0002	4	6,76E-16
Repetibilidade do sistema de medição	0,003 mV	Retangular	1,732	1 mV	0,0017	infinito	9,00E-16
Precisão Intermediária	0,008 mV	Retangular	1,732	1 mV	0,0046	infinito	4,55E-14
Reprodutibilidade do sistema	0,004 mV	Retangular	1,732	1 mV	0,0023	infinito	2,84E-15
Resolução do sistema de medição	0,001 mV	Retangular	1,732	1 mV	0,0003	infinito	6,94E-19
P = 95,45% k = 2,00				$\pm U = 0,011$ mV	0,0055	$\infty$	4,99E-14

Quadro 5.18. Planilha para cálculo da incerteza das medições da tensão  $V_{da}$ .

Descrição da fonte de incerteza Xi	Valor estimado	Distribuição de probabilidade	Divisor	Coefficiente de sensibilidade (Ci)	Incerteza-padrão $\pm u(xi)$	$V_{eff}$	$u(xi)^4/V_{eff}$
Desvio-padrão experimental da média	0,001 mV	t-Student	2,236	1 mV	0,0004	4	5,78E-15
Repetibilidade do sistema de medição	0,003 mV	Retangular	1,732	1 mV	0,0017	infinito	9,00E-16
Precisão Intermediária	0,008 mV	Retangular	1,732	1 mV	0,0046	infinito	4,55E-14
Reprodutibilidade do sistema	0,004 mV	Retangular	1,732	1 mV	0,0023	infinito	2,84E-15
Resolução do sistema de medição	0,001 mV	Retangular	1,732	1 mV	0,0003	infinito	6,94E-19
P = 95,45% k = 2,00				$\pm U = 0,011$ mV	0,0055	$\infty$	5,50E-14

Quadro 5.19. Planilha para cálculo da incerteza das medições da tensão  $V_{db}$ .

Descrição da fonte de incerteza Xi	Valor estimado	Distribuição de probabilidade	Divisor	Coefficiente de sensibilidade (Ci)	Incerteza-padrão $\pm u(xi)$	$V_{eff}$	$u(xi)^4/V_{eff}$
Desvio-padrão experimental da média	0,001 mV	t-Student	2,236	1 mV	0,0003	4	2,12E-15
Repetibilidade do sistema de medição	0,003 mV	Retangular	1,732	1 mV	0,0017	infinito	9,00E-16
Precisão Intermediária	0,008 mV	Retangular	1,732	1 mV	0,0046	infinito	4,55E-14
Reprodutibilidade do sistema	0,004 mV	Retangular	1,732	1 mV	0,0023	infinito	2,84E-15
Resolução do sistema de medição	0,001 mV	Retangular	1,732	1 mV	0,0003	infinito	6,94E-19
P = 95,45% k = 2,00				$\pm U = 0,011$ mV	0,0055	$\infty$	5,14E-14



O resultado das medições foi expresso como sendo a média das medidas da tensão elétrica entre os contatos e está declarado na Tabela 5.15, acompanhado do valor da incerteza de medição, do fator de abrangência, e dos graus de liberdade efetivos.

Tabela 5.15. Resultado das medições da tensão entre os contatos da amostra G1 após aplicar uma corrente de 5,00 mA com polaridade inversa na temperatura de 77 K.

Contatos de tensão	Média das medidas (mV)	Incerteza (mV)	k	$V_{\text{eff}}$
$V_{ab}$	1,171	0,011	2,00	$\infty$
$V_{bc}$	0,340	0,011	2,00	$\infty$
$V_{ac}$	0,834	0,011	2,00	4699
$V_{cd}$	1,175	0,011	2,00	$\infty$
$V_{da}$	0,350	0,011	2,00	$\infty$
$V_{bd}$	0,835	0,011	2,00	$\infty$

Considerando-se que o valor verdadeiro de uma grandeza é, na prática, impossível de ser atingido, pode-se afirmar que o sistema de medição Hall, modelo HMS-3000, fabricado pela Ecopia® apresentou um alto grau de concordância entre os valores medidos obtidos por medições repetidas.

A precisão de medição foi avaliada por meio do desvio-padrão das medidas realizadas em diferentes condições especificadas. As condições especificadas avaliadas foram: condições de repetibilidade, condições de precisão intermediária, e condições de reprodutibilidade. O maior desvio-padrão calculado (aproximadamente  $10^{-3}$ ) em cada uma destas condições foi utilizado como componente para o cálculo da incerteza dos resultados das medições de tensão.

O resultado das medições evidencia que o teorema da reciprocidade se aplica para as medições que foram realizadas, uma vez que demonstra a consistência entre os valores medidos quando realizamos medições de tensão entre os mesmos contatos, invertendo o sentido da medição de tensão. Verificou-se com os resultados da Tabela 5.15 as seguintes igualdades  $V_{db} = V_{ac}$ ;  $V_{da} = V_{bc}$ ; e  $V_{cd} = V_{ab}$ , com uma incerteza de 0,011 mV e uma probabilidade de abrangência de 95,45%.

## 6. CONCLUSÕES

A busca por novos materiais semicondutores com propriedades eletrônicas que permitam avançar no conhecimento científico necessário para revolução tecnológica centrada nas tecnologias da informação é essencial para a sociedade atual. Nesse contexto, é extremamente importante avaliar a confiabilidade metrológica dos equipamentos utilizados para caracterização eletrônica dos semicondutores.

As amostras utilizadas nesse estudo foram retiradas de lingotes de cristais formados a partir de ligas ternárias do material semicondutor  $\text{Ga}_{1-x}\text{In}_x\text{Sb:Al}$  (dopado com alumínio). Tais cristais eram muito frágeis e teriam que ser manuseados com cuidado para as medições de suas espessuras, pois temia-se pela integridade das amostras (STREICHER, 2015). Contudo, observou-se que essa característica pôde ser superada.

Para o estudo das propriedades elétricas dessas amostras foi utilizado um método não destrutivo que permite caracterizar a amostra através do método de Van der Pauw e das medidas de efeito Hall para determinar a resistividade e o coeficiente Hall do cristal. Com o sistema de medição Hall, modelo HMS-3000, fabricado pela Ecopia® foi possível realizar medições em condições térmicas de 77 K (temperatura do nitrogênio líquido) e de 300 K (temperatura ambiente) sem danificar as amostras. Avaliou-se, também, a qualidade dos quatro contatos ôhmicos amostra-solda-grampo antes das medições das propriedades elétricas de cada amostra.

Utilizou-se uma liga eutética de Ga (75,5 %) e In (24,5 %) como solda fria nos quatro cantos das amostras. Verificou-se, através da análise das curvas I-V um comportamento linear para todas as combinações de corrente e tensão, em ambas as polaridades, e simétricas em torno de  $V = 0$ . Pode-se concluir, também, que a liga eutética GaIn é adequada para realizar o contato amostra-solda-grampo tendo em

vista a sua praticidade de utilização (sem danificar a amostra) e a linearidade da curva I-V. Do mesmo modo que as medições realizadas na temperatura ambiente em torno de 300 K, as medições realizadas na temperatura de 77 K apresentam desvios-padrão baixos, isto é, na ordem de  $10^{-3}$ . Isso garante que a solda fria, utilizada para realizar o contato ôhmico, não interfere na medição nas temperaturas entre 77-300 K.

Constatou-se um padrão dos valores de tensão elétrica medidos entre os contatos para a mesma corrente elétrica aplicada. Pode-se identificar por meio de um gráfico que a tensão entre os contatos apresenta uma curva de tendência linear principalmente para as correntes de menor valor. Observou-se, também, que a variação no valor da tensão é praticamente constante, em torno de 0,2 mV, conforme o valor da corrente aumenta em 1 mA.

A precisão de medição foi avaliada por meio do desvio-padrão das medidas realizadas sob diferentes condições especificadas. As condições especificadas avaliadas foram: condições de repetibilidade, condições de precisão intermediária, e condições de reprodutibilidade. O maior desvio-padrão calculado (aproximadamente  $10^{-3}$ ) em cada uma destas condições foi utilizado como componente para o cálculo da incerteza dos resultados das medições de tensão. Avaliando estes resultados, pode-se afirmar que o sistema de medição é bastante preciso, uma vez que se identificou um alto grau de concordância entre os valores medidos obtidos por medições repetidas.

Os instrumentos de medição e os outros dispositivos suplementares utilizados nos ensaios realizados poderiam agregar um erro de medição que pode ser minimizado a ponto de não ser significativo para o resultado. No caso do sistema de medição Hall utilizado, algumas características construtivas reduzem a influência de determinadas fontes de incerteza, tais como: sistema de comutação usado para a reversão do fluxo de corrente e para conectar alternadamente os pares de contatos de potencial do dispositivo para medição de tensão; circuito independente de comutação e medição da corrente e da tensão; unidade de amplificação do ganho utilizada para semicondutores de alta resistividade; cabo triaxial com isolamento para que a corrente de fuga seja inferior a 0,1% da corrente injetada na amostra.

Considerando-se que o valor verdadeiro de uma grandeza é, na prática, impossível de ser atingido, pode-se afirmar que o sistema de medição Hall, modelo HMS-3000, fabricado pela Ecopia® apresentou um alto grau de concordância entre os valores medidos obtidos por medições repetidas. O valor atribuído ao mensurando foi a média das medidas e a incerteza de medição foi estimada através das planilhas de incerteza.

O modelo de planilha de incerteza apresentado segue o método GUM e pode ser utilizada por outros laboratórios para estimar a incerteza de medição de cada grandeza de saída: concentração de portadores de carga, mobilidade dos portadores, resistividade, coeficiente Hall, densidade superficial de carga, condutividade, e resistência de folha. Entretanto, propõem-se que sejam calculados os coeficientes de sensibilidade através da derivada parcial da função matemática utilizada para o cálculo destas grandezas. Sugere-se que sempre seja realizada uma avaliação da precisão do sistema de medição que será utilizado, e que esta avaliação seja repetida periodicamente para determinar a estabilidade do sistema de medição. Além disso, permite que os resultados possam ser comparados quando as medidas forem realizadas por operadores diferentes; em amostras, condições ambientais, ou locais diferentes; utilizando condições de operação do sistema, procedimentos de medição, ou sistemas de medição diferentes.

O resultado das medições evidencia que o teorema da reciprocidade se aplica para as medições que foram realizadas, uma vez que demonstra a consistência entre os valores medidos quando realizamos medições de tensão entre os mesmos contatos, invertendo o sentido da medição de tensão e a polaridade da corrente elétrica. Isso nos permite utilizar o modelo matemático do método de Van der Pauw e das medidas de efeito Hall, apresentados na revisão bibliográfica, para o cálculo das propriedades elétricas dos semicondutores. Verificou-se com os resultados as seguintes igualdades:  $V_{db} = V_{ac}$ ;  $V_{da} = V_{bc}$ ; e  $V_{cd} = V_{ab}$ , com uma incerteza de 0,011 mV e uma probabilidade de abrangência de 95,45%.

## 7. PROPOSTAS PARA TRABALHOS FUTUROS

A proposta para trabalhos futuros é avaliar a confiabilidade metrológica de um sistema de medição utilizado para a caracterização eletrônica de semicondutores por meio de uma estimativa da incerteza associada aos resultados com base no método de Monte Carlo. A utilização do método de Monte Carlo permite determinar a incerteza de medição quando as hipóteses do método GUM clássico não são atendidas. Na prática, essas limitações são muito comuns, resultando em uma avaliação da incerteza parcial e muitas vezes superestimada.

A metodologia de cálculo para estimar a incerteza de medição proposta no GUM clássico possui algumas limitações, tais como: linearização do modelo, suposição que o mensurando tem distribuição normal, e determinação dos graus de liberdade da incerteza combinada. Com o objetivo de reduzir essas restrições do processo, a comunidade científica buscou um método de cálculo para a avaliação da incerteza de medição que utiliza a simulação de Monte Carlo.

Em 2008, foi publicado o Suplemento 1 do GUM que utiliza o conceito de propagação das distribuições de probabilidade das grandezas físicas de entrada de um modelo matemático para avaliação da incerteza com base no método de Monte Carlo. O método apresentado no Suplemento 1 baseia-se na geração de números aleatórios para cada uma das fontes de incerteza, segundo o seu tipo de distribuição de probabilidade (normal, retangular, triangular, etc.), e propagadas através da função de medição.

## 8. REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

ADACHI, S. **Properties of Semiconductor Alloys: Group-IV, III–V and II–VI Semiconductors**. London: John Wiley & Sons, 2009. 422p.

ASTM. Standard Guide for Defining the Test Result of a Test Method, E2282. West Conshohocken, 2014. 3p.

ASTM. Standard Practice for Estimating and Monitoring the Uncertainty of Test Results of a Test Method Using Control Chart Techniques, E2554. West Conshohocken, 2013. 7p.

ASTM. Standard Practice for Preparation of Samples of the Constant Composition Region of Epitaxial Gallium Arsenide Phosphide for Hall Effect Measurements, F418. West Conshohocken, 2002. 5p.

ASTM. Standard Practice for Use of Control Charts in Statistical Process Control, E2587. West Conshohocken, 2015. 26p.

ASTM. Standard Terminology Relating to Quality and Statistics, E456. West Conshohocken, 2013. 10p.

ASTM. Standard Test Method for Measuring Resistivity of Silicon Wafers With an In-Line Four-Point Probe, F84. West Conshohocken, 2002. 14p.

ASTM. Standard Test Method for Resistivity of Silicon Bars Using a Two-Point Probe, F397. West Conshohocken, 2002. 11p.

ASTM. Standard Test Methods for Conductivity Type of Extrinsic Semiconducting Materials, F42. West Conshohocken, 2002. 7p.

ASTM. Standard Test Methods for Determining the Orientation of a Semiconductive Single Crystal, F26. West Conshohocken, 1999. 5p.

ASTM. Standard Test Methods for Electrical Conductivity and Resistivity of Water, D1125. West Conshohocken, 2014. 8p.

ASTM. Standard Test Methods for Measuring Resistivity and Hall Coefficient and Determining Hall Mobility in Single-Crystal Semiconductors, F76. West Conshohocken, 2008. 14p.

ASTM. Standard Test Methods for Resistivity of Semiconductor Materials, F43. West Conshohocken, 1999. 6p.

BARANAUSKAS, Vitor. **Técnicas instrumentais de caracterização de semicondutores**. Campinas: UNICAMP, 1989. 131p.

BIPM/JCGM. Guide to the expression of uncertainty in measurement (GUM) – Supplement 1: Propagation of distributions using a Monte Carlo method. First edition, 2008.

CALLISTER, Willian. **Ciência e Engenharia de Materiais: Uma Introdução**. 5 ed. Rio de Janeiro: LTC, 2002. 589p.

DIMOV, Ivan; McKee, Dean. **Monte Carlo Methods for Applied Scientists**. River Edge, NJ, USA: World Scientific, 2007. 308p.

EISBERG, Robert; RESNICK, Robert. **Física quântica: átomos, moléculas, sólidos, núcleos e partículas**. Tradução de: Paulo Costa Ribeiro, Enio Frota da Silveira e Marta Feijó Barroso. 18 ed. Rio de Janeiro: Campus, 1979. 928p.

EUROPEAN CO-OPERATION FOR ACREDITATION (EA). EA-4/16 - EA Guidelines on the Expression of Uncertainty in Quantitative Testing. Rev. 00, 2003. Disponível em: <[www.european-accreditation.org](http://www.european-accreditation.org)>. Acesso em: 20 outubro 2015.

FERNANDES, K. N. D.; DEDAVID, B. A.; STREICHER, M. Comportamento segregacional do índio em cristais  $Ga_{1-x}In_xSb$  obtidos pelo método Bridgman vertical. In: CONGRESSO BRASILEIRO DE ENGENHARIA E CIÊNCIA DOS MATERIAIS, 20, 2012. Joinville. Anais eletrônicos, 2012. Disponível em: <<http://www.cbecimat.com.br/trabalhos-completos-cbecimat.php>>. Acesso em: 15 junho 2014.



HALL, E. H. On a New Action of the Magnet on Electrical Current, **Amer. J. Math.**, 1879. p. 287-292.

HALLIDAY, D. Resnick, R.; Walker, J. **Fundamentos de Física: Eletromagnetismo**. 4 ed. Rio de Janeiro: LTC, 1993, v. 3. 350p.

INMETRO. A Estimativa da Incerteza de Medição pelos Métodos do ISO GUM 95 e de Simulação de Monte Carlo. Nota Técnica. Duque de Caxias, 2008. 32p.

INMETRO. Guia para a Expressão da Incerteza de Medição (GUM, 2012). 1ª Edição Brasileira da 1ª Edição do BIPM de 2008. Rio de Janeiro, 2012. 141p.

INMETRO. Vocabulário Internacional de Metrologia: conceitos fundamentais e gerais e termos associados (VIM, 2012). Duque de Caxias, 2012. 94p.

JORNADA, Daniel; PIZZOLATTO, Morgana. Uso de Planilhas Eletrônicas para Implementação do Método de Monte Carlo para Estimativa da Incerteza de Medição. **ENQUALAB-2005** - Encontro para a Qualidade de Laboratórios. 2005, São Paulo.

KANE, Philip; LARRABEE, Graydon. **Characterization of Semiconductor Materials**. Texas Instruments Incorporated, 1970. 351p.

KITTEL, C. **Introduction to Solid State Physics**. 8th Edition. New York: John Wiley & Sons, Inc., November, 2004. 677p.

LANDAU, David; Binder, Kurt. **Guide to Monte Carlo Simulations in Statistical Physics**. Port Chester, NY, USA: Cambridge University Press, 2000. 398p.

MAURITY, A.J.S.; Lunas, F. R.; Carvalho, C. L.; Reynoso, V.C.S.; Aquino, H. A. Construção de um sistema de caracterização das propriedades de transporte de filmes finos pelo efeito Hall. **Revista Brasileira de Ensino de Física**, v. 34, n. 1, fevereiro 2012, p. 1307-1315.

MELO, Hilton Andrade de; BIASE, Ronaldo Sérgio de. **Introdução à Física dos Semicondutores**. São Paulo: Edgard Blücher, 1975. 124p.

MISHRA, U. K.; SINGH, J. **Semiconductor Device Physics and Design**. Netherlands: Springer, 2008. 552p.

MONTGOMERY, Douglas; RUNGER, George. **Estatística Aplicada e Probabilidade para Engenheiros**. 2 ed. Tradução de: Verônica Calado. Rio de Janeiro: Editora LTC, 2003. 463p.

MONTGOMERY, Douglas; RUNGER, George; HUBELE, Norma. **Estatística Aplicada à Engenharia**. 2 ed. Tradução de: Verônica Calado. Rio de Janeiro: Editora LTC, 2004. 335p.

OLIVEIRA, Sidney Teylor de. **Ferramentas para Aprimoramento da Qualidade**. São Paulo: Editora Pioneira, 1995. 115p.

POPOVIC, R S. **Hall Effect Devices: magnetic sensors and characterization of semiconductors**. New York: Bristol, 1991. 307p.

ROBERT, Renê; BERLEZE, Sergio. Teorema de Van der Pauw. **Revista Brasileira de Ensino de Física**, v. 29, n. 1, 2007, p. 15-18.

RUBINSTEIN, Reuven; Ridder, Ad; Vaisman, Radislav. **Fast Sequential Monte Carlo Methods for Counting and Optimization**. Somerset, NJ, USA: John Wiley & Sons, 2013. 208p.

RUNYAN, W. R. **Semiconductor Measurements and Instrumentation**. Tokyo: McGraw-Hill Kogakusha, 1975. 280p.

SABELFELD, Karl K.; Dimov, Ivan. **Monte Carlo Methods and Applications**. In: 8th IMACS Seminar on Monte Carlo Methods: 2011, Borovets, Bulgaria. Proceeding, Munchen: Walter de Gruyter, 2012. 247p.

SCHMIDT, V., **Materiais Elétricos: condutores e semicondutores**. v. 1, São Paulo: Ed. Edgard Blucher, 1979.

SEILER, D. Hall Effect Measurements. **NIST – National Institute of Standards and Technology**, Estados Unidos, 2004. Disponível em: <<http://www.eeel.nist.gov>>. Acesso em: 03 novembro 2012.

SHEEL, H. J. Historical Aspects of Crystal Growth Technology. **Journal of Crystal Growth**, v. 211, 2000, p. 1-12.

SMITH, F. M. Measurement of Sheet Resistivity with the Four-Point Probe. **Bell System Technical Journal**, v. 37, 1958, p. 711-718.

STREICHER, M. CRESCIMENTO E CARACTERIZAÇÃO DE CRISTAIS DE GaSb E GaInSb OBTIDOS ATRAVÉS DO MÉTODO CZOCHRALSKI COM LÍQUIDO ENCAPSULANTE. Tese de Doutorado. Programa de Pós Graduação em Engenharia e Tecnologia de Materiais, PUCRS, Março 2015.

SWART, Jacobus W. **Semicondutores: fundamentos, técnicas e aplicações**. 1. ed. Campinas: Editora da Unicamp, 2013. 376p.

THURBER, Robert. **Hall Effect Measurements**. Disponível em: <<http://www.nist.gov/pml/div683/hall.cfm>>. Acesso em: 28 junho 2015.

VAN DER PAUW, L. J. A Method of Measuring the Resistivity and Hall Coefficient on Lamellae Arbitrary Shape. **Phillips research reports**, v. 13, 1958.

VAN VLACK, L. H. **Princípio de Ciências dos Materiais**. 13 ed. São Paulo: Edgard Blücher, 2000. 427p.

WANG, C. et al. Metal Oxide Gas Sensors: Sensitivity and Influencing Factors. **Sensors**, v. 10, n. 3, March 2010, p. 2088-2106.

WEBSTER, John G. **The measurement, instrumentation, and sensors handbook**. New York: CRC Press LLC. p. 43-1. 1999.

YANG, Xin-She. **Engineering Optimization: An Introduction with Metaheuristic Applications**. Hoboken, NJ, USA: John Wiley & Sons, 2010. 377p.