



*Ministério da Educação*  
**UNIVERSIDADE FEDERAL DE ITAJUBÁ**  
*Criada pela Lei nº 10435, de 24 de Abril de 2002*

**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM MATERIAIS PARA ENGENHARIA**

***Estudo das propriedades de transporte elétrico em  
nanoestruturas compostas de  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  e de  $\text{PbTe}$***

KARINE BOLAÑOS DA FONSECA

Itajubá  
2022



*Ministério da Educação*  
**UNIVERSIDADE FEDERAL DE ITAJUBÁ**  
*Criada pela Lei nº 10435, de 24 de Abril de 2002*

**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM MATERIAIS PARA ENGENHARIA**

**KARINE BOLAÑOS DA FONSECA**

***Estudo das propriedades de transporte elétrico em  
nanoestruturas compostas de  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  e de  $\text{PbTe}$***

*Tese de Doutorado submetida ao Programa de Pós-Graduação em Materiais para Engenharia como parte dos requisitos para obtenção do título de Doutor em Ciências em Materiais para Engenharia.*

***Área de Concentração: Não-metals***  
***Linha de Pesquisa: Semicondutores***

***Orientador: Prof. Dr. Marcelos Lima Peres***  
***Coorientadora: Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Suelen de Castro***

Itajubá

2022



*Ministério da Educação*  
**UNIVERSIDADE FEDERAL DE ITAJUBÁ**  
*Criada pela Lei nº 10435, de 24 de abril de 2002*

**PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM MATERIAIS PARA ENGENHARIA**

**KARINE BOLAÑOS DA FONSECA**

***Estudo das propriedades de transporte elétrico em  
nanoestruturas compostas de  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  e de  $\text{PbTe}$***

Tese aprovada por banca examinadora em 18 de novembro de 2022, conferindo ao autor o título de **Doutor em Ciências em Materiais para Engenharia**.

**Banca Examinadora:**

Prof. Dr. Marcelos Peres Lima (Orientador)

Prof<sup>a</sup>. Dr<sup>a</sup>. Suelen de Castro (Coorientadora)

Dr. Anderson Kenji Okazaki (CNPEM)

Prof. Dr. Alan Bendasoli Pavan (UNIFEI)

Prof. Dr. Fabricio Augusto Barone Rangel (UNIFEI)

Prof. Dr. Marcio Peron Franco de Godoy (UFSCar)

Itajubá

2022

*“Que darei eu ao Senhor por todos os benefícios que me tem feito?”*

Salmos 116:12

## AGRADECIMENTOS

A Deus, pela vida, pelo amor e cuidado durante o doutorado.

Ao meu orientador, por ter aceitado o desafio de me ensinar, por se preocupar com o PPMS inclusive nos feriados e por sua prontidão a me auxiliar na participação em eventos.

À minha coorientadora, por ter aceito o convite para contribuir com suas observações minuciosas na elaboração desta tese, por sua companhia virtual durante as medições e por sempre se disponibilizar a me ajudar até nos fins de semana.

Ao meu esposo, pelo companheirismo, pelo apoio e ajuda com suas perguntas infinitas que, na busca pelas respostas, contribuíram bastante para o meu aprendizado.

Aos membros da banca de qualificação pelas sugestões e aos membros da banca por aceitarem o convite para participar desta defesa.

Ao Dr. Celso Israel Fornari, pelo crescimento das amostras de telureto de bismuto, pelas valiosas sugestões e pelas medições realizadas.

Aos Prof. Dr. Paulo Henrique de Oliveira Rappl, Prof. Dr. Eduardo Abramof e Dr. Anderson Kenji Okazaki, Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais, pelas amostras, pelas medições realizadas, pela atenção com que me receberam no instituto e pela disponibilidade em me ajudar no que pedi.

A meus pais e a meus irmãos, por existirem na minha vida e me apoiarem.

À minha família em Cristo que conheci na “cidade fácil de ser amada”, pelo amor e cuidado comigo, meu esposo e meu filho.

Aos colegas Thaisa, Pilar, Isabela, Fernando e Daniel, pela companhia e ajuda no laboratório.

Aos professores das disciplinas que cursei, em especial ao Prof. Dr. Demétrio e Hector, pelos ensinamentos passados nos cursos e dúvidas sanadas fora das aulas.

À CAPES, pelo apoio financeiro.

## RESUMO

**FONSECA, K. B. da.** *Estudo das propriedades de transporte elétrico em nanoestruturas compostas de  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  e de  $\text{PbTe}$ .* Tese de doutorado (Doutorado em Materiais para Engenharia) – Universidade Federal de Itajubá, Itajubá, 2022.

Neste trabalho é apresentado um estudo sobre as propriedades de magnetotransporte em nanoestruturas baseadas em  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  e  $\text{PbTe}$ , ambos semicondutores de gap estreito. O transporte elétrico num poço quântico de  $\text{PbTe}$  do tipo  $n$  foi investigado para analisar a influência da luz azul em diferentes temperaturas e para campo magnético aplicado. Somente sob iluminação, a amostra exibiu transição metal-isolante na temperatura de aproximadamente 100 K e nas curvas de magnetorresistência foram observadas oscilações Shubnikov-de Haas. Através da transformada rápida de Fourier (FFT), obteve-se quatro frequências que compõem as oscilações encontradas sendo que uma delas corresponde a um segundo harmônico. As massas ciclotrônicas das outras três frequências foram calculadas usando a equação reduzida de Lifshitz-Kosevich (LK) que juntamente com a razão entre estas frequências permitiu atribuir uma ao vale longitudinal e outra ao vale oblíquo. Por fim, usando a expressão completa de LK a última frequência foi atribuída a uma fase de Berry não trivial. Quanto ao  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$ , foram estudadas amostras de espessuras variadas entre 15 e 150 nm, com capa protetora de  $\text{BaF}_2$  e um filme de  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  sem capa com espessura aproximada de 156 nm. A amostra sem capa exibiu magnetorresistência linear seguida por oscilações quânticas de Shubnikov-de Haas em baixas temperaturas. Utilizando a FFT, foi verificado que as oscilações observadas são compostas por duas frequências próximas. Com a equação de LK foi possível extrair as massas ciclotrônicas dessas frequências através do amortecimento térmico da amplitude da FFT e também calcular as fases de Berry dos portadores. Através da variação do ângulo de incidência do campo verificou-se que as oscilações têm sua origem mais no *bulk* do que na superfície e o surgimento das duas frequências próximas na FFT e a fase de Berry não-nula encontrada foram atribuídas ao efeito Rashba causado pela degradação da superfície. Analisando a influência da espessura do filme das amostras de  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  com capa de proteção (CP) de  $\text{BaF}_2$ , verificou-se que a mobilidade elétrica dos portadores de carga diminuiu com a redução da espessura do filme e que as curvas de magnetorresistência exibiram o efeito de localização fraca e somente a amostra com menor espessura exibiu o efeito de antilocalização fraca (WAL). O efeito de WAL observado em regiões de baixo campo magnético na amostra com CP e espessura de 15 nm foi analisado utilizando o modelo de Hikami Larkin Nagaoka o que nos permitiu verificar que o transporte ocorre num regime bidimensional e o que o espalhamento elétron-elétron é o mecanismo dominante de transporte. Nenhuma das amostras com CP apresentou oscilações quânticas até 9 T.

**Palavras-chave:**  $\text{PbTe}$ , transição metal–isolante,  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$ , isolante topológico, efeito Rashba.

## ABSTRACT

**FONSECA, K. B.** *Study of the electrical transport properties in nanostructures composed of  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  and  $\text{PbTe}$ .* Thesis (Doctor Degree in Materials for Engineering) – Federal University of Itajubá, Itajubá, 2022.

This work presents a study on the magneto-transport properties of nanostructures based on  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  and  $\text{PbTe}$ , both narrow gap semiconductors. Electrical transport in a n-type  $\text{PbTe}$  quantum well was investigated using light excitation in different temperatures and applied magnetic fields. Under illumination, the sample exhibited metal-insulating transition around 100 K and Shubnikov-de Haas oscillations were observed in the magnetoresistance curves. Through the fast Fourier transform (FFT) analysis, four frequencies were obtained that compose the oscillations observed and one of which corresponds to a second harmonic. The cyclotronic masses of the other three frequencies were calculated using the reduced Lifshitz-Kosevich (LK) equation, which together with the ratio between these frequencies allowed us to assign one to the longitudinal valley and another to the oblique valley. Finally, using the full expression of LK the last frequency was assigned to a non-trivial Berry phase.  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  samples with thickness varying between 15 and 150 nm with a protective  $\text{BaF}_2$  caplayer and a  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  film without a layer with a thickness of approximately 156 nm were investigated. The sample without cap layer exhibited linear magnetoresistance followed by Shubnikov-de Haas oscillations at low temperatures. Using the FFT, it was found that the observed oscillations are composed of two close frequencies. With the LK equation it was possible to extract the cyclotronic masses of these frequencies through the thermal damping of the FFT amplitude and also to calculate the Berry phases of the carriers. Through the variation of the angle of incidence of the field it was verified that the oscillations have their origin from the bulk rather than the surface states and the appearance of the two close frequencies in the FFT and the non-zero Berry phase found were attributed to the Rashba effect caused by surface degradation. Analyzing the influence of the film thickness of the  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  samples with  $\text{BaF}_2$  protective layer (CP) it was found that the mobility of the carriers decreased with the reduction of the film thickness and that the magnetoresistance curves exhibited a weak localization effect and only the thinnest sample exhibited the weak antilocalization (WAL). The WAL effect observed in regions of low magnetic field in the sample with CP and thickness of 15 nm was analyzed using the Hikami Larkin Nagaoka model, which allowed us to verify that the transport occurs in a two-dimensional regime and what electron-electron scattering is the dominant transport mechanism. None of the samples with CP showed quantum oscillations up to 9 T.

**Keywords:**  $\text{PbTe}$ , metal–insulator transition,  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$ , topological insulator, Rashba effect.

## Lista de Figuras

Figura 1.1 – Espectro de ARPES de $\text{Bi}_2\text{Te}_3$ encontrados na literatura.....	2
Figura 2.1 – $\text{Bi}_2\text{Te}_3$ : Ilustração da estrutura cristalina hexagonal, zona de Brillouin e da estrutura de bandas. ....	7
Figura 2.2 – $\text{PbTe}$ : Ilustração da estrutura cristalina CFC e da superfície de Fermi.....	9
Figura 2.3 – Diagrama da montagem para as medições de efeito Hall .....	12
Figura 2.4 – Quantização da estrutura de banda em níveis de Landau devido a aplicação de campo magnético.....	15
Figura 2.5 – Representação da área da superfície de Fermi projetada perpendicularmente ao campo magnético aplicado com e sem a presença do efeito Rashba.....	18
Figura 2.6 – Efeitos de localização e antilocalização fraca em curva de MR. ....	20
Figura 3.1 – Equipamento MBE utilizado para o crescimento das amostras estudadas. ....	23
Figura 3.2 – Sistema de medição Hall montado no LABAS/INPE. ....	25
Figura 3.3 – Equipamento PPMS no qual foram realizadas as medições de magnetotransporte com e sem iluminação. ....	26
Figura 3.4 –Montagem dos filmes no porta-amostra do PPMS. ....	27
Figura 3.5 – Visão esquemática das amostras de $\text{Bi}_2\text{Te}_3$ .....	29
Figura 3.6 – Estrutura e diagrama de energia da amostra de $\text{PbTe}$ .....	29
Figura 4.1 – Caracterização elétrica das amostras de $\text{Bi}_2\text{Te}_3$ com capa de $\text{BaF}_2$ . ....	32
Figura 4.2 – Curvas de RT normalizadas das amostras de $\text{Bi}_2\text{Te}_3$ com e sem capa de $\text{BaF}_2$ ...	33
Figura 4.3 – Oscilações quânticas na magnetorresistência da amostra de $\text{Bi}_2\text{Te}_3$ sem capa. ....	35
Figura 4.4 – Caracterização elétrica entre 1,9 e 50 K da amostra de $\text{Bi}_2\text{Te}_3$ sem capa. ....	36
Figura 4.5 – Análise usando as curvas de FFT das oscilações SdH da amostra de $\text{Bi}_2\text{Te}_3$ sem capa. ....	37
Figura 4.6 – Componente oscilatória normalizada ajustada com a equação completa de LK.	38
Figura 4.7 – Evolução da dependência angular das oscilações SdH da amostra de $\text{Bi}_2\text{Te}_3$ sem capa.....	39
Figura 4.8 – Medidas de MR das quatro amostras de $\text{Bi}_2\text{Te}_3$ com capa de $\text{BaF}_2$ . ....	41

Figura 4.9 – Medidas de magnetocondutividade, comprimento de coerência de fase e o módulo do parâmetro $\alpha$ em função da temperatura da amostra de $\text{Bi}_2\text{Te}_3$ com capa e filme de com 15 nm de espessura. ....	42
Figura 4.10 – Caracterização elétrica da amostra de $\text{Bi}_2\text{Te}_3$ com filme de 15 nm com capa, entre 1,9 e 30 K. ....	44
Figura 4.11 – RT e representação esquemática das bandas de energia do poço de PbTe sem e sob iluminação com LED azul. ....	45
Figura 4.12 – Oscilações SdH do poço de PbTe em 4,2 K iluminado com LED azul que não são observadas quando a amostra está no escuro.....	46
Figura 4.13 – Análise da MR do poço quântico sob iluminação azul entre 1,9 K e 30 K. ....	47
Figura 4.14 – Curvas de FFT das oscilações SdH da amostra de PbTe entre 1,9 e 30 K. ....	48
Figura 4.15 – Análise das curvas de FFT e componente oscilatória normalizada da amostra de PbTe a 4,2 K ajustada com a equação completa de LK. ....	49
Figura 4.16 – Obtenção do diagrama de Landau da amostra de PbTe a 4,2 K .....	51

## Lista de Abreviaturas

- ARPES – Espectroscopia de elétrons foto-emitidos resolvida em ângulo
- BCB – Banda de condução do *bulk*
- BEP – Pressão equivalente do feixe
- BVB – Banda de valência do *bulk*
- CFC – Cúbica de face centrada
- CP – Capa de proteção
- HLN – Hikami-Larkin-Nagaoka
- LABAS – Laboratório Associado de Sensores e Materiais
- LED – Diodo emissor de luz
- LTEBT – Laboratório de Transporte Elétrico em Baixa Temperatura
- MBE – Epitaxia de feixe molecular
- MR – Magnetorresistência
- MRL – Magnetorresistência linear
- PPMS – Sistema de medição de propriedades físicas
- QW – Poço quântico
- RT – Resistência em função da temperatura
- SdH – Shubnikov-de Haas
- SOC – Acoplamento *spin*-órbita
- STS – Espectroscopia de tunelamento por varredura
- TSS – Estados topológicos de superfície
- WAL – Antilocalização fraca
- WL – Localização fraca
- XPS – Espectroscopia de fotoelétrons excitados por raios X

# SUMÁRIO

AGRADECIMENTOS .....	V
RESUMO .....	VI
ABSTRACT .....	VII
Lista de Figuras .....	VIII
Lista de Abreviaturas .....	X
SUMÁRIO .....	XI
1 INTRODUÇÃO .....	1
2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA .....	7
2.1 Propriedades físicas do $\text{Bi}_2\text{Te}_3$ .....	7
2.2 Propriedades físicas do $\text{PbTe}$ .....	9
2.3 Efeito Hall .....	10
2.4 Magnetorresistência .....	13
2.4.1 Efeito Shubnikov-de Haas .....	14
2.4.2 Efeito Rashba .....	17
2.4.3 Efeito de Localização e Antilocalização Fraca .....	18
3 MATERIAIS E MÉTODOS .....	22
3.1 Equipamentos utilizados .....	22
3.1.1 <i>Molecular Beam Epitaxy</i> .....	22
3.1.2 Sistema de medição de resistividade e efeito Hall .....	24
3.1.3 <i>Physical Property Measurement System</i> .....	25
3.2 Dados do crescimento .....	27
4 RESULTADOS E DISCUSSÃO .....	31
4.1 Medidas de transporte elétrico dos filmes de $\text{Bi}_2\text{Te}_3$ .....	31
4.2 Medidas de magnetotransporte dos filmes de $\text{Bi}_2\text{Te}_3$ .....	34
4.3 Medidas de magnetotransporte do poço de $\text{PbTe}$ .....	44

5	CONCLUSÕES .....	52
	REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....	54
	ANEXO – PUBLICAÇÕES NO PERÍODO DO DOUTORADO.....	60

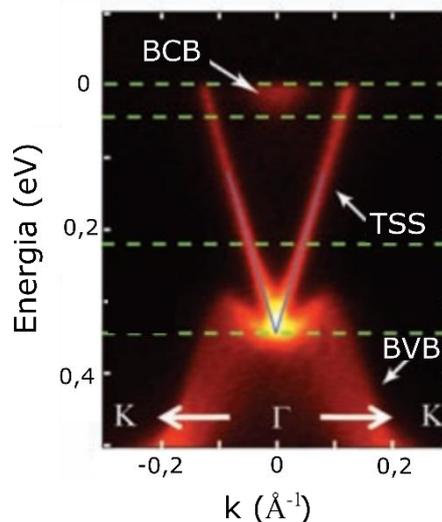
# 1 INTRODUÇÃO

A física de semicondutores de *gap* estreito é um importante ramo da ciência de semicondutores. Semicondutores de *gap* estreito são materiais que possuem o *gap* de energia ( $E_g$ ) menor do que 0,5 eV e possuem propriedades elétricas extremamente sensíveis à presença de impurezas mesmo em pequenas concentrações. Devido a essa sensibilidade, são necessárias técnicas de crescimento adequadas. Uma das técnicas de processamento de materiais semicondutores é a epitaxia de feixe molecular (MBE – *Molecular beam epitaxy*) que, devido ao controle no nível atômico e à reprodutibilidade da técnica, permite obter amostras com alta qualidade cristalina [1]. Neste trabalho, serão investigadas as propriedades de magnetotransporte em nanoestruturas baseadas nos semicondutores telureto de chumbo (PbTe) e telureto de bismuto ( $\text{Bi}_2\text{Te}_3$ ), que são semicondutores de *gap* estreito com grande potencial de aplicação em novos dispositivos optoeletrônicos e na nova tecnologia de spintrônica [2 – 5].

O composto  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  é um semicondutor de *gap* estreito que faz parte da classe de materiais definidos como isolantes topológicos, conforme verificado teórica e experimentalmente [2, 6]. Isolantes topológicos têm atraído muita atenção em física da matéria condensada não somente pela nova física envolvida, mas também pelo considerável potencial de aplicação no desenvolvimento de novos dispositivos spintrônicos por possuírem forte efeito de acoplamento *spin*-órbita (SOC – *spin orbit coupling*), e aplicação em computação quântica [7 – 9]. O forte SOC presente nos isolantes topológicos dá origem a estados eletrônicos metálicos de *gap* nulo na superfície do material, enquanto o *bulk* permanece isolante e com *gap* finito. Esses estados topológicos de superfície (TSS – *Topological surface states*) transportam uma corrente de *spin* e estão protegidos topologicamente desde que a simetria de inversão temporal esteja preservada e são resistentes a impurezas não magnéticas. Assim, os elétrons nesses estados topológicos são férmions de Dirac, pois possuem massa zero, não perdem energia, mantêm o alinhamento dos *spins* e, com isso, permitem um excelente desempenho no transporte elétrico.

Os TSS no  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  têm sido investigados através de experimentos *in situ* por medidas de ARPES (*Angle-resolved photoemission spectroscopy*) [2, 10], STS (*Scanning tunneling spectroscopy*) [11] e através da observação de oscilações Shubnikov-de Haas (SdH) [12]. A técnica ARPES provem da espectroscopia de fotoemissão por ultravioleta sendo o sistema de medição o modo resolvido em ângulos. Em outras palavras, a técnica ARPES analisa o ângulo com o qual os

elétrons são ejetados para o ambiente de ultra alto vácuo. A explicação física desse modo resolvido em ângulos se baseia no efeito fotoelétrico e diz sobre a incidência de um fóton com energia bem definida e na análise da energia cinética dos elétrons que são ejetados pela superfície da amostra devido à absorção dos fótons incidentes. Esses elétrons fotoejetados provem dos níveis de valência do material devido a energia incidente ser baixa, na ordem de  $h\nu \sim 20$  eV. Ao reduzir a energia dos fótons incidentes na amostra os sistemas mais rasos, atingidos, de energia são adquiridos o que permite verificar a existência dos TSS [8]. Uma medida ARPES na vizinhança do ponto  $\Gamma$  da zona de Brillouin de uma amostra de  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  é mostrada na Figura 1.1 onde é possível ver a presença dos TSS no *gap* de energia ligando a banda de condução do bulk (BCB – *bulk conduction band*) e a banda de valência (BVB – *bulk valance band*) [2].



**Figura 1.1** – Medida de ARPES realizada numa amostra de  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  onde vemos a BCB, a BVB e os TSS ao longo da direção K- $\Gamma$ -K.

Fonte: Adaptado de [2].

Os TSS do  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  são originados da interação entre a topologia da estrutura de banda eletrônica e o forte SOC do *bulk* [6]. Em estudos de magnetotransporte, os TSS podem ser estudados através da antilocalização fraca e das oscilações quânticas [13, 14]. No entanto, é difícil identificar transporte por TSS em experimentos *ex situ* devido à rápida oxidação da superfície de filmes de  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  após exposição à atmosfera que degradam os estados metálicos da superfície [15]. Vale ressaltar que os TSS não desaparecem da amostra e ainda podem ser observados caso a amostra seja clivada em ultra alto vácuo [16]. Além da oxidação da superfície, a condução por *bulk* também dificulta a detecção de condução através dos TSS devido à alta concentração de portadores. Isto ocorre principalmente devido à dopagem não intencional de defeitos no cristal (defeitos de anti-sítio ou pontuais) durante o crescimento. Com

isso, para facilitar a identificação da condução elétrica por estados de superfície amostras de  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  são crescidas com espessuras da ordem de nanômetros diminuindo a contribuição do *bulk* para a condução elétrica. Além disso, para evitar a oxidação da superfície, têm sido utilizadas camadas de proteção para os filmes [16 – 18]. Para exemplificar, na Figura 1.1(b) temos o espectro ARPES realizado logo após a remoção da capa de proteção (CP) de telúrio de uma amostra de  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$ , mostrando que os TSS ainda estavam presentes [16].

As medições de magnetotransporte são uma importante ferramenta para investigar a existência de TSS em uma amostra. Uma análise apropriada das oscilações SdH pode permitir a identificação de férmions de Dirac que são partículas características dos TSS. Uma das possíveis análises está baseada na dependência angular entre a amplitude das oscilações e a direção do campo magnético aplicado. No entanto, no caso do  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$ , a superfície de Fermi cilíndrica do *bulk* pode também dar origem às oscilações quânticas. Da análise dos níveis de Landau (LL – Landau *level*), os férmions de Dirac devem exibir uma fase de Berry não nula, enquanto férmions normais tem fase de Berry nula. Segundo a previsão teórica, fase de Berry é uma fase geométrica da função de onda dos elétrons que surge como consequência da presença de estados topológicos [19]. No entanto, recentemente, foi verificado que o efeito Rashba, resultante do acoplamento *spin*-órbita, também pode resultar em fases de Berry não nulas [20] sem nenhuma relação com TSS. Também recentemente, oscilações quânticas observadas num filme do isolante topológico cristalino SnTe (111) foram atribuídas ao efeito Rashba, que causa a quebra de degenerescência de *spin* da superfície de Fermi do *bulk* descartando a contribuição dos TSS [21].

Na região de baixo campo, o efeito de SOC é também uma importante ferramenta para investigar TSS. Em geral, devido ao SOC, é esperado que isolantes topológicos exibam o fenômeno de antilocalização fraca (WAL – *weak antilocalization*). O efeito de WAL é o efeito oposto da localização fraca (WL – *weak localization*) que ocorre devido à superposição das funções de onda dos elétrons que percorrem o mesmo caminho fechado dentro do cristal, mas em direções opostas, aumentando a probabilidade de localizar o elétron numa certa região no espaço [22]. Recentemente, foi demonstrado que nos isolantes topológicos, os TSS devem exibir WAL enquanto os estados de *bulk* devem exibir o efeito de WL [23]. Nesta situação, uma análise apropriada das curvas de magnetorresistência (MR) pode indicar a contribuição de TSS para o transporte elétrico. Esta investigação pode ser realizada em regiões de baixo campo ( $B < 2$  T) e baixa temperatura ( $T \sim 4,2$  K).

Assim como os isolantes topológicos, estruturas baseadas em PbTe também apresentam forte acoplamento *spin*-órbita que é responsável pela alta anisotropia da superfície de Fermi desse material [24]. Devido ao SOC essas estruturas apresentam potencial para aplicação em spintrônica e também têm sido usadas para o desenvolvimento de sensores infravermelhos, termogeradores e dispositivos de laser infravermelho [25, 26]. O PbTe é um semicondutor de *gap* estreito que pertence ao grupo IV-VI da tabela periódica que se cristaliza na estrutura cúbica de face centrada (CFC) e apresenta características interessantes. Dentre elas destacam-se o pequeno *gap* de energia, altos valores para os componentes do fator  $g$  de Landé e o pequeno valor da massa efetiva dos portadores de carga que aliado ao alto valor da constante dielétrica fazem com que os portadores de carga atinjam elevados valores de mobilidade [27, 28]. As propriedades de transporte elétrico de amostras de PbTe têm sido estudadas em função da temperatura, em função da aplicação de campo magnético externo e ainda sob pressão. A variação dessas propriedades devido à introdução de dopantes na liga de PbTe tem sido estudada [26, 29, 30], em medições de magnetotransporte sob aplicação de pressão hidrostática [4], bem como a influência da luz infravermelha na resistência elétrica das amostras, com e sem dopagem, as quais apresentam forte efeito de fotocondutividade persistente, isto é, as mudanças induzidas pela luz na condutividade da amostra persistem mesmo após retirada a iluminação [25, 29, 31].

O PbTe já foi estudado em nanoestruturas do tipo ponto quântico [32], nano-fio que, além de ser estudado experimentalmente, também foi utilizado na fabricação de transistor de feio de campo [33], em filmes com e sem dopagem [29] e também em poços quânticos (QW – *quantum well*) [28, 34] sendo que esta última foi abordada nesta tese. As barreiras que confinam um poço quântico podem ser simétricas, ou seja, as barreiras são compostas por materiais iguais, ou assimétricas, isto é, as barreiras crescidas usando diferentes materiais. Além de diferenças nas barreiras, há trabalhos analisando poços quânticos simples (um poço entre duas barreiras) [25], duplos (que além das barreiras dos extremos possuem uma separando os dois poços) [20, 34], e poços múltiplos [28, 35]. Neste trabalho foi estudado um poço quântico simples baseado em PbTe com barreiras simétricas de  $\text{Pb}_{0,88}\text{Eu}_{0,12}\text{Te}:\text{Bi}$ .

O crescimento de poços possibilita o confinamento de elétrons, o que leva a uma alteração na condutividade elétrica destes sistemas quando comparados com os cristais de *bulk*, e por isso estes materiais têm atraído atenção. Os avanços tecnológicos na preparação de poços quânticos de alta qualidade possibilitam a obtenção de sensores de alto desempenho por reduzir a intensidade do ruído e aumentar a resposta elétrica destas estruturas [36]. O estudo dos efeitos

da quantização pode ser feito através de medidas óticas e também de medidas elétricas. As propriedades óticas de poços quânticos múltiplos baseados em PbTe foram discutidas nas referências [35, 37] e medidas elétricas em [38, 39] onde o efeito Hall quantizado foi encontrado em poços de PbTe com barreiras de PbEuTe sendo que em [39] nenhuma condução paralela foi observada.

Neste trabalho é desenvolvido um estudo detalhado através da análise de medidas elétricas realizadas em poços quânticos de PbTe e filmes de Bi<sub>2</sub>Te<sub>3</sub> com e sem capa. O objetivo é verificar o efeito de SOC nos dois sistemas quando submetidos a campos magnéticos e baixas temperaturas. Esses efeitos devem se manifestar nas propriedades elétricas por meio dos efeitos de antilocalização de Anderson e transporte por estados topológicos de superfície no caso das estruturas baseada em Bi<sub>2</sub>Te<sub>3</sub>. Todas as amostras estudadas neste trabalho foram crescidas por MBE, utilizando substratos de BaF<sub>2</sub> clivado no plano (111), no Laboratório Associado de Sensores e Materiais (LABAS) no Instituto Nacional de Pesquisas Espaciais (INPE) em São José dos Campos. As nanoestruturas baseadas no Bi<sub>2</sub>Te<sub>3</sub> são filmes crescidos com espessuras de 150 nm, 75 nm, 35 nm e 15 nm, todos com capa de proteção de BaF<sub>2</sub>, com intuito de verificar a influência da variação da espessura do filme nas medições de magnetotransporte e, para analisar a influência da oxidação da superfície, um filme de Bi<sub>2</sub>Te<sub>3</sub> sem capa com espessura de 156 nm também foi estudado. Além de verificar a influência da variação da espessura, ao reduzir a espessura do filme de Bi<sub>2</sub>Te<sub>3</sub> a finalidade foi diminuir a contribuição do *bulk* para o transporte elétrico. A nanoestrutura baseada no PbTe é um poço com 10 nm de espessura, e com barreiras de Pb<sub>0,88</sub>Eu<sub>0,12</sub>Te:Bi que possuem 30 nm crescidas sobre um *buffer* de Pb<sub>0,88</sub>Eu<sub>0,12</sub>Te com 2,3 μm. Uma descrição mais detalhada sobre o crescimento das amostras encontra-se na seção 3.2.

As propriedades estruturais das amostras foram investigadas *in situ* usando RHEED (*Reflection High Energy Electron Diffraction*) e a caracterização elétrica preliminar foi realizada usando um sistema de efeito Hall com campo magnético de até 0,7 T no intervalo de temperatura entre 12 K e 320 K no LABAS/INPE. As medições de magnetotransporte foram feitas aplicando campo de até 9 T e temperaturas entre 300 K e 1,9 K utilizando um sistema PPMS (*Physical Property Measurement System*) no Laboratório de Transporte Elétrico em Baixas Temperaturas (LTEBT) da Unifei. A preparação dos contatos elétricos seguiu a geometria Van der Pauw, usando fios de ouro soldados com contatos de índio. Para a análise das oscilações SdH observadas nas medições de magnetorresistência do poço e também na amostra de Bi<sub>2</sub>Te<sub>3</sub> sem capa foi utilizada a transformada rápida de Fourier (FFT – *Fast Fourier Transform*) que

juntamente com a equação de Lifshitz-Kosevich (LK) nos permitiu obter as massas efetivas ciclotrônicas, concentração de portadores e mobilidade.

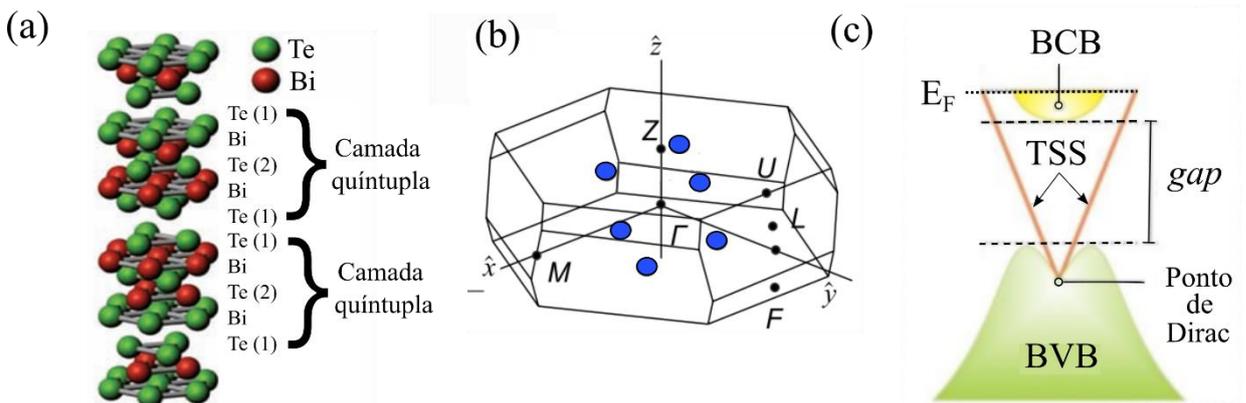
Este trabalho está dividido em cinco capítulos. O Capítulo 2 é utilizado para fazer uma breve revisão teórica dos efeitos observados nas medidas e sobre os modelos usados nas análises. No Capítulo 3, são apresentados a metodologia e os equipamentos utilizados para realizar as medições de transporte elétricos bem como os dados de crescimento das amostras. O capítulo 4 apresenta a análise dos dados experimentais. O Capítulo 5 aborda as conclusões com os principais resultados obtidos nesta tese.

## 2 FUNDAMENTAÇÃO TEÓRICA

Neste capítulo, são apresentadas as principais propriedades elétricas e estruturais dos semicondutores  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  e do  $\text{PbTe}$ . Em seguida, é apresentada uma explicação conceitual sobre as medições de efeito Hall e magnetorresistência que foram realizadas nas amostras para obter as propriedades de transporte elétrico. Também é feita uma abordagem teórica dos efeitos que foram observados nas medições de magnetorresistência bem como os modelos utilizados na descrição deles.

### 2.1 Propriedades físicas do $\text{Bi}_2\text{Te}_3$

$\text{Bi}_2\text{Te}_3$  é um semicondutor de *gap* estreito que se cristaliza na estrutura hexagonal e a célula unitária é descrita pelo empilhamento de três camadas quintuplas Te (1)—Bi—Te (2)—Bi—Te (1) ao longo da direção  $c$ . Os parâmetros de rede da célula unitária deste material são  $a = 4,3824 \text{ \AA}$  e  $c = 30,474 \text{ \AA}$  [40]. A ligação entre os átomos dentro da camada quintupla é principalmente covalente e iônica, enquanto a ligação entre dois Te (1) de diferentes camadas quintuplas é do tipo Van der Waals [2]. A estrutura cristalina do  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  é mostrada na Figura 2.1(a). Uma ilustração da zona de Brillouin romboédrica do  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  é apresentada Figura 2.1(b) onde as esferas azuis representam a superfície de Fermi no modelo de seis vales.



**Figura 2.1** – (a) Estrutura cristalina hexagonal do  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  formada pelo empilhamento de três camadas quintuplas. (b) Desenho da zona de Brillouin romboédrica do  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  com ampliação ao longo de  $\Gamma Z$ . (c) Ilustração da estrutura de bandas  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$ , mostrando a banda de condução, a banda de valência, o ponto de Dirac, os estados topológicos de superfície e o nível de Fermi.

Fonte: Adaptado de (a) [2], (b) [41] e (c) [42].

Este material é bem conhecido na física da matéria condensada e suas propriedades termoelétricas são conhecidas há mais de sessenta anos [43]. No entanto, houve um aumento no interesse nas propriedades do  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  desde que foi classificado como um isolante topológico tridimensional, ou seja, apresenta correntes de *spin* naturalmente polarizadas compostas por férmion de Dirac que fluem via estados topológicos de superfície. Esses TSS são caracterizados por uma relação de dispersão linear (Figura 2.1(c)) e transportam uma corrente de *spin* topologicamente protegida enquanto a simetria de reversão temporal for preservada. Em 2009, um estudo dedicado aos estados de superfície em  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  e  $\text{Sb}_2\text{Te}_3$  foi publicado [44] e verificou-se que os TSS do  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  são caracterizados por um único cone de Dirac. O vértice deste cone de Dirac situa-se no chamado ponto de Dirac na banda de valência do *bulk* (BVB) e o cone envolve a banda de condução do *bulk* (BCB) cobrindo a região ao longo do *gap* de energia dos estados volumétricos como ilustrado na Figura 2.1(c).

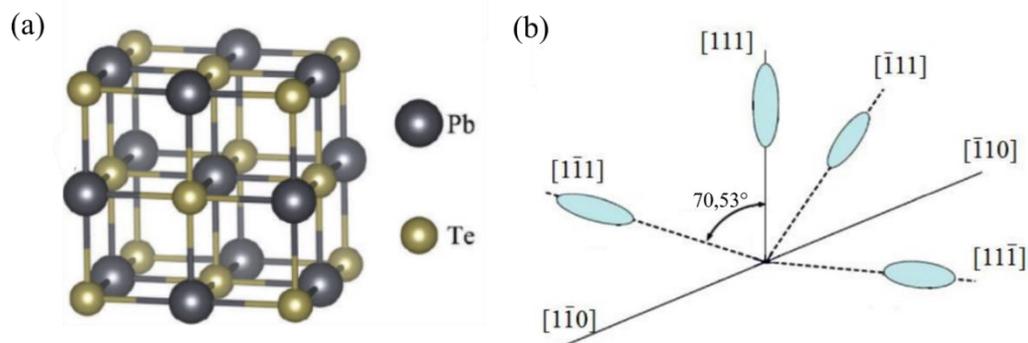
Apesar das intensas investigações das propriedades topológicas do telureto de bismuto, ainda existem algumas características do *gap* de energia sobre as quais não há um consenso na comunidade científica. São elas a largura do *gap*, natureza (direta ou indireta) e até mesmo sua posição na zona de Brillouin. Segundo Michiardi *et al.* [45], a previsão teórica é de múltiplos extremos da BVB e nos cálculos realizados utilizando diferentes métodos de aproximação foi obtido que o *gap* pode ser direto ou indireto com a largura variando de 50 meV para 120 meV. De acordo com Hsieh *et al.* [44], através de medição de ARPES e por cálculos de primeiros princípios obteve-se que  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  é um semicondutor com um *gap* indireto com largura de  $E_g \sim 150 \text{ meV}$  com extremo da BCB no ponto  $\Gamma$  na zona de Brillouin.

Além das medições de ARPES, medições de magnetotransporte são uma ferramenta importante para investigar a existência dos TSS, por meio da observação de oscilações de Shubnikov–de Haas (SdH), que são abordadas na Seção 2.4.1, ou ainda o efeito de antilocalização fraca (Seção 2.4.3) é possível a identificação da contribuição de condução por TSS. Experimentalmente, o efeito de WAL e oscilações SdH nas curvas de MR já foram observadas em medidas de amostras de  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$ . A análise do efeito de WAL nas medidas apresentadas por Castro *et al.* [46] de um filme de  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  com espessura de 200 nm foi realizada usando dois diferentes modelos: Hikami-Larkin-Nagaoka (HLN) e o modelo modificado de Dirac em duas dimensões, apresentados na Seção 2.4.3, e ambos evidenciaram que o transporte ocorre por *bulk* e superfície o que também foi encontrado por [47]. Ainda no trabalho de He *et al.* [47], foi analisado a influência da introdução de impurezas magnéticas e não-magnéticas em filmes de  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  no efeito de WAL, e obtiveram que o efeito é suprimido após introdução de átomos magnéticos,

mas quase não é afetado por impurezas não magnéticas. A observação de oscilações SdH em amostras de  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  podem ser encontradas em [8, 48, 49]. Por meio do estudo das oscilações de Shubnikov-de Haas juntamente com a obtenção da fase de Berry em [48, 49], embora ainda apresente contribuição do *bulk*, foi provado que a origem das oscilações é predominantemente por TSS e adicionalmente em [49] o efeito de WAL também foi observado.

## 2.2 Propriedades físicas do PbTe

O PbTe é um semicondutor de *gap* estreito que pertence à família dos elementos IV-VI da tabela periódica e possui comportamento metálico. Este semicondutor se cristaliza na estrutura cúbica do tipo NaCl, que é uma rede CFC, mostrada na Figura 2.2(a). A célula unitária do PbTe é composta por oito átomos, sendo quatro átomos de Pb e quatro de Te. A natureza da ligação química no telureto de chumbo é considerada predominantemente iônica. Este composto possui uma característica peculiar em comparação a outros semicondutores, apresentando diminuição do *gap* de energia com a redução da temperatura (0,319 eV a 300 K e 0,19 eV a 4 K [39]). Este semicondutor pode ser do tipo *n* ou *p* dependendo da estequiometria. O PbTe será do tipo *n* quando apresentar maior concentração de Pb e será do tipo *p* quando tenha maior concentração de Te. Outra propriedade importante do PbTe é seu alto valor de constante dielétrica de 1400 a 4,2 K [39]. Isso significa que os portadores (elétrons ou buracos) podem ser blindados contra impureza, defeitos e átomos ionizados, permitindo uma alta mobilidade em torno de  $\sim 10^5 \text{ cm}^2 \text{ V}^{-1} \text{ s}^{-1}$  [39, 50].



**Figura 2.2** – (a) Estrutura cristalina CFC do PbTe e (b) ilustração da superfície de Fermi do PbTe mostrando o vale longitudinal, paralelo à direção [111], e os três vales oblíquos fazendo um ângulo de  $70,53^\circ$  com esta direção.

Fonte: (a) Adaptado de [4] e (b) de [51].

A superfície de Fermi do PbTe consiste de quatro elipsoides de revolução sendo um longitudinal na direção [111] e os outros três vales oblíquos ao longo das direções  $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$ ,  $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$  e  $[\bar{1}\bar{1}\bar{1}]$

fazendo um ângulo de  $70,53^\circ$  com eixo na direção [111] como mostrado na Figura 2.2(b) [51]. A introdução de európio (Eu) na rede cristalina do PbTe forma a liga ternária  $\text{Pb}_{1-x}\text{Eu}_x\text{Te}$ , que também segue a estrutura CFC com ligações químicas de natureza iônico-covalente. Os átomos de Eu entram na rede do PbTe substituindo átomos de chumbo, e provocam desordem na rede cristalina que pode levar a uma transição metal-isolante nesta liga. Pequenas concentrações de Eu na liga  $\text{Pb}_{1-x}\text{Eu}_x\text{Te}$ ,  $x \geq 0,05$ , são suficientes para formar barreiras de potencial e, devido a isso, poços quânticos de PbTe tem sido crescidos com as barreiras compostas por esta liga [25, 34, 39]. Devido a estrutura de bandas do PbTe e a anisotropia da superfície de Fermi, são observados efeitos interessantes nos níveis confinados em estruturas quânticas tais como efeito de antilocalização fraca e magnetorresistência linear assim como efeito Shubnikov-de Haas e efeito Hall quântico [24, 39].

O efeito de antilocalização fraca foi observado em baixos campos magnéticos (-100 até 100 mT) em ligas de  $\text{Pb}_{1-x}\text{Eu}_x\text{Te}$  com  $x$  entre 0 e 0,05 [52] e também em amostras de  $\text{PbTe}/\text{Pb}_{1-x}\text{Eu}_x\text{Te}$  com  $x = 0,10$  e  $0,12$  [24] em baixas temperaturas. Magnetorresistência linear foi encontrada em amostras de PbTe do tipo  $p$  sem e com dopagem usando o  $\text{BaF}_2$  ( $\text{PbTe}:\text{BaF}_2$ ), [53], onde a variação da MR foi menor nas amostras com maior dopagem. Oscilações de Shubnikov-de Haas foram encontradas por [54] nas amostras de PbTe dopado com sódio para campos a partir de 4 T. Conforme relatado por Chitta *et al* [39], um poço quântico de  $\text{PbTe}/\text{Pb}_{0,9}\text{Eu}_{0,1}\text{Te}$  exibiu oscilações Shubnikov-de Haas e o efeito Hall quântico sem apresentar condução paralela (que pode induzir a um desvio da quantização). Além dos estudos sob aplicação de campos magnéticos, a influência da luz também tem sido analisada em materiais baseados no PbTe. Pena *et al.* [25], realizou-se medições de fotocondução num poço quântico de  $\text{PbTe}/\text{Pb}_{0,88}\text{Eu}_{0,12}\text{Te}:\text{Bi}$  e observou-se que a amostra exibe efeito de persistência em baixas temperaturas, por volta de 10 K, o que foi relacionado a estados de armadilha onde os portadores ficam aprisionados. Este mesmo efeito também foi verificado em filmes do tipo  $p$  de PbTe sem dopagem e em  $\text{PbTe}:\text{BaF}_2$  [29].

## 2.3 Efeito Hall

O efeito Hall é caracterizado pelo acúmulo de cargas causado em uma das bordas de uma amostra, pela qual passa um fluxo de corrente, devido a aplicação de um campo magnético perpendicular à superfície da amostra. Este efeito é a base para caracterização experimental de semicondutores e através dele é possível extrair a concentração de portadores e mobilidade dos

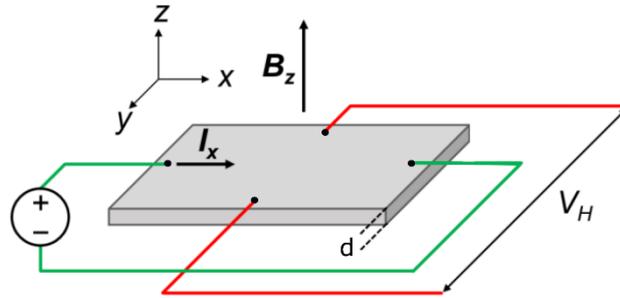
portadores de carga do material. Foi descoberto por Edwin Herbert Hall, em 1879, porém, somente em 1958, Van der Pauw apontou que este efeito pode ser medido numa amostra com um formato qualquer desde que respeite as seguintes condições [1]:

- I. Os contatos elétricos deverão localizar-se junto às bordas da amostra.
- II. A amostra deve possuir espessura uniforme e de valor conhecido.
- III. Os contatos deverão ser os menores possíveis.
- IV. A superfície da amostra deverá ser conexa, ou seja, sem buracos ou furos isolados.

A técnica de medição para realização de um experimento que siga as condições supracitadas é conhecida como método de Van der Pauw e foi utilizado para a realização das caracterizações elétricas neste trabalho. Um esquema representando a montagem da amostra utilizando o método de Van der Pauw para medição do efeito Hall é mostrado na Figura 2.3. Conforme mostrado Figura 2.3, considere uma corrente na direção  $x$ ,  $I_x$ , aplicada nos contatos sobre a linha verde, fluindo pela amostra de espessura  $d$  e tendo um campo magnético  $B_z$  aplicado perpendicularmente à direção da corrente aplicada. Além de estar sobre a influência do campo elétrico na direção  $x$ , os portadores também experimentam uma força na direção  $y$  de acordo com a força de Lorentz que faz com que os portadores (sejam eles elétrons ou buracos) sejam desviados para um dos lados da amostra. Com isso, uma tensão transversal, denominada tensão Hall, causada por esse acúmulo de cargas pode ser medida nos contatos sobre a linha vermelha que são perpendiculares à direção da corrente aplicada. A tensão Hall é dada por [1]:

$$V_H = \frac{R_H I_x B_z}{d}, \quad (2.1)$$

onde  $R_H$  é denominada constante Hall.



**Figura 2.3** – Diagrama da montagem utilizando a configuração de Van der Pauw para medir o efeito Hall onde  $d$  representa espessura da amostra,  $I_x$  a corrente aplicada na direção  $x$ ,  $B_z$  o campo magnético aplicado perpendicularmente à superfície da amostra e  $V_H$  a tensão Hall gerada pelo acúmulo de cargas em um dos lados da amostra.

Fonte: Adaptado de [55].

Os cálculos para obtenção da constante Hall podem ser encontrados em [1, 55, 56] sendo  $R_H$  dada por [55]:

$$R_H = -\frac{1}{ne}, \quad (2.2)$$

sendo  $n$  a concentração de portadores,  $e$  a carga do elétron e o sinal da constante Hall ( $R_H$ ) informa o tipo de portadores majoritário na amostra, negativo para elétrons e positivo para buracos. A mobilidade dos portadores é dada por:

$$\mu = \frac{1}{\rho_0 ne}, \quad (2.3)$$

onde  $\rho_0$  a resistividade da amostra quando o campo magnético aplicado é nulo. Usando a Equação (2.2) segue que:

$$\mu = \frac{R_H}{\rho_0}. \quad (2.4)$$

Portanto, através da medição do efeito Hall é possível obter as propriedades elétricas como o tipo de portador, a concentração de portadores e a mobilidade eletrônica das amostras investigadas neste trabalho.

## 2.4 Magnetorresistência

A propriedade que certos materiais, quando conduzindo corrente elétrica, possuem de sofrer alterações na resistência elétrica devido à aplicação de um campo magnético externo é chamada de magnetorresistência, podendo ser negativa ou positiva. A MR pode ser bem fraca, ou seja, ocorre pouca alteração nos valores da resistência com a aplicação de campo magnético, ou pode acontecer dessa variação da resistência na presença de um campo externo ser bem alta, o que é conhecido como o efeito de magnetorresistência gigante. O efeito de MR gigante foi observado em nanofolhas de  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  [57]. Além do mais, a MR pode ter diferentes perfis de acordo com o ângulo de incidência do campo  $B$  em relação à superfície da amostra.

O comportamento clássico esperado para a curva de MR de um semiconductor é o comportamento parabólico, ou seja,  $(\mu B)^2$  [58]. No entanto, para sistemas com um certo nível de desordem causado na rede cristalina por dopagem, por exemplo, a alteração das propriedades elétricas pode induzir a um comportamento linear nas curvas de MR ao invés de parabólico [59]. Além disso, a magnetorresistência linear (MRL) também pode estar relacionado a TSS conforme observado para uma heteroestrutura de  $\text{SnTe/PbTe}$  [60]. A presença deste efeito foi encontrada tanto em filmes de  $\text{PbTe}$  quanto em filmes de  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  como pode ser visto em [53] e [61, 62], respectivamente, e tem atraído a atenção da comunidade científica devido ao potencial de aplicação em sensores magnéticos. Também é possível que uma amostra exiba uma mistura de efeitos, como observado em [61] no estudo de uma série de amostra de  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  a amostra que exibiu o comportamento mais metálico apresentou comportamento clássico em baixos campos seguidos pelo efeito de MRL. Além do efeito linear, também é possível que a curva de MR apresente oscilações para valores de campo que variam de militeslas até altos valores. Estas oscilações conhecidas como Shubnikov-de Haas também são de grande interesse, pois permitem obter parâmetros de transporte da amostra, podem indicar a formação de confinamento quântico e até evidenciar condução por TSS.

Nesta seção, são abordados teoricamente os efeitos que foram encontrados nas curvas de MR apresentadas no Capítulo 4. São eles: efeito Shubnikov-de Haas, o efeito Rashba que pode ser observado através de duas frequências bem definidas nas oscilações SdH e também os efeitos de localização e antilocalização fraca observados em baixos campos magnéticos. As equações que foram utilizadas para estudar as curvas de MR como a de Lifshitz-Kosevich e a equação simplificada do modelo de Hikami-Larkin-Nagoaka também são exibidas.

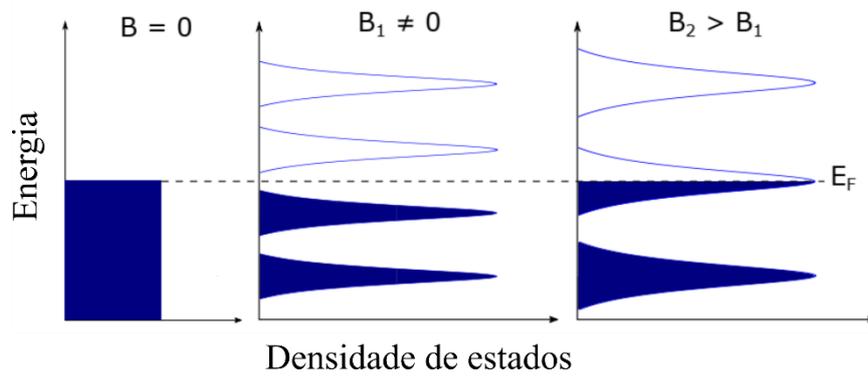
### 2.4.1 Efeito Shubnikov-de Haas

As oscilações na resistividade são originadas da formação de níveis de Landau quando um campo magnético é aplicado sobre um gás de elétrons. O efeito oscilatório da resistividade é chamado de efeito Shubnikov-de Haas e é observado quando  $\mu B > 1$  de forma que os portadores possam se mover em orbitas ciclotrônicas.

Os níveis de Landau são os estados permitidos de um oscilador harmônico simples cuja frequência é dada por:

$$\omega_c = \frac{eB}{m^*}, \quad (2.5)$$

onde  $m^*$  representa a massa efetiva ciclotrônica, expressa como múltiplo de  $m_e$ , onde  $m_e$  representa a massa do elétron livre. A separação entre estes níveis é igual a  $\hbar\omega_c$ , sendo  $\hbar$  a constante de Planck reduzida. Com isso, da Equação (2.5), quanto maior o valor do campo, maior será a degenerescência dos níveis permitidos (Figura 2.4) já que com o aumento do campo magnético maior será a probabilidade de encontrar estados com diferentes números quânticos que possuam a mesma energia. Esse efeito é verificado experimentalmente por oscilações na resistividade elétrica, que ocorre devido ao movimento dos níveis de Landau com relação ao nível de Fermi por meio do aumento do campo magnético. Com aumento do campo, aumenta o espaçamento entre os níveis de Landau e, por isso, menos níveis são preenchidos. Para certo valor de campo ( $B_1 \neq 0$  na Figura 2.4), o nível de Fermi estará posicionado entre dois níveis de Landau o que implica num mínimo da densidade de estados e, com isso, a condutividade será mínima pois uma certa quantidade de níveis de Landau está completamente preenchida e a próxima está vazia. Por outro lado, com aumento do campo, aumenta o espaçamento entre os níveis de Landau, e, com isso, em algum momento ( $B_2 > B_1$  na Figura 2.4) o nível de Fermi estará posicionado no centro de um nível de Landau causando um máximo da densidade de estados.



**Figura 2.4** – Quantização da estrutura de banda em níveis de Landau devido a aplicação de campo magnético, mostrando que a degenerescência dos níveis de Landau é diretamente proporcional à intensidade do campo magnético aplicado.

Fonte: Adaptado de [63].

Das oscilações SdH é possível obter a concentração de portadores que para sistemas 3D é dada por:

$$n_{SdH} = k_F^3 / 3\pi^2, \quad (2.6)$$

e para sistemas 2D:

$$n_{SdH} = k_F^2 / 4\pi, \quad (2.7)$$

sendo  $k_F$  o vetor de onda de Fermi que pode ser calculado usando

$$k_F = (2ef/\hbar)^{\frac{1}{2}}, \quad (2.8)$$

onde  $f$  é o valor da frequência que compõe a oscilação SdH [64].

Substituindo (2.8) em (2.7) vem que:

$$n_{2D} = ef/h, \quad (2.9)$$

sendo  $h$  a constante de Planck.

Através da análise das oscilações, é possível obter a massa efetiva ciclotrônica da dependência entre a amplitude da FFT ( $A_{FFT}$ ) e a temperatura, onde  $A_{FFT}$  deve ser amortecida conforme a temperatura aumenta. Para isso, é utilizada a componente termodinâmica da equação de Lifshitz-Kosevich (LK) [21]:

$$A_{\text{FFT}} = A_0 \left( \frac{2\pi^2 k_B m_c T}{e\hbar \bar{B}} \right) / \sinh \left( \frac{2\pi^2 k_B m_c T}{e\hbar \bar{B}} \right), \quad (2.10)$$

sendo  $A_0$  um parâmetro de ajuste,  $e$  é a carga do elétron,  $k_B$  é a constante de Boltzmann,  $T$  é a temperatura,  $\bar{B}$  representa o valor médio do intervalo de  $1/B$  usado para fazer a FFT.

Utilizando a equação completa de LK para analisar as curvas experimentais de  $\Delta R_{xx}/R_0$ , é possível identificar se o transporte elétrico ocorre por estados topológicos de superfície [21]:

$$\frac{\Delta R_{xx}}{R_0} = \left( \frac{\hbar\omega_c}{2E_F} \right)^{\frac{1}{2}} \frac{\chi}{\sinh(\chi)} e^{-\chi_D} \cos \left[ 2\pi \left( \frac{E_F}{\hbar\omega_c} + \frac{1}{2} + \beta - \delta \right) \right], \quad (2.11)$$

sendo

$$E_F = \frac{\hbar^2 k_F^2}{2m_c}, \quad \chi = \frac{2\pi^2 k_B T}{\hbar\omega_c} \quad \text{e} \quad \chi_D = \frac{2\pi^2 k_B T_D}{\hbar\omega_c},$$

onde  $T_D$  representa a temperatura de Dingle que está relacionada ao alargamento dos níveis de Landau,  $\delta$  é o deslocamento de fase das oscilações (informa dimensionalidade da superfície de Fermi) e  $\beta$  é um parâmetro relacionado com a mudança da fase de Berry. Se  $\delta = 0$ , isso indica que a superfície de Fermi é bidimensional e quando  $\delta = -1/8$  ou  $+1/8$ , a superfície de Fermi é 3D cujo sinal está relacionado com os mínimos ou máximos das oscilações, respectivamente. O parâmetro  $\beta$  pode assumir valores entre 0 e 1 sendo que, para  $\beta = 0$  ou  $\beta = 1$  férmions normais devem ser os principais portadores responsáveis pelo transporte enquanto que,  $\beta = 1/2$  indica que férmions de Dirac devem dar uma contribuição mais efetiva para a condução [21].

É possível obter a mobilidade dos portadores usando a temperatura de Dingle que estão relacionadas pela seguinte expressão:

$$\mu = \frac{e\hbar}{2\pi m_c k_B T_D}. \quad (2.12)$$

Experimentalmente, este efeito tem sido exibido por semicondutores de *gap* estreito sob aplicação de campo inferior a 5 T [65] e até para campos superiores a 10 T [66]. Oscilações foram observadas em filmes de  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$ , [48, 49], de  $\text{PbTe}$  [4, 67] e também em poços quânticos de  $\text{PbTe}$  [39]. Segundo Okazaki *et al.* [21], o efeito SdH foi verificado na curva de  $R_{xx}$ ,

resistência longitudinal, para um filme de SnTe com aplicação de campos de até 30 T e a origem das oscilações foi atribuída à presença do efeito Rashba sobre o qual discorreremos na seção a seguir.

### 2.4.2 Efeito Rashba

A presença de defeitos nos filmes pode criar dipolos elétricos que induzem o surgimento de um campo elétrico que quebra a simetria do cristal [55, 68]. Se aliado a essa quebra de simetria a amostra apresentar forte interação *spin*-órbita que é o caso de amostras de PbTe e Bi<sub>2</sub>Te<sub>3</sub>, a amostra apresenta o efeito Rashba. Na presença deste efeito os níveis de energia dependem não somente da orientação do campo magnético, mas também da orientação de *spin*.

Na ausência do efeito Rashba, a área projetada perpendicular ao campo magnético aplicado, Figura 2.5(a), daria origem a uma frequência ciclotrônica para qual valeria a Equação (2.13) [69]:

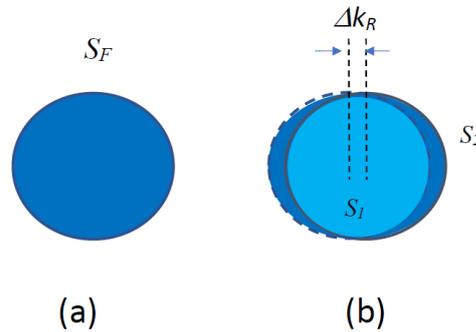
$$f = (\hbar/2\pi e)S_F. \quad (2.13)$$

onde  $S_F$  corresponde à área projetada da superfície de Fermi que é dada por  $S_F = \pi k_F^2$ . Enquanto, se a amostra exibe o efeito Rashba, a separação do *spin* da superfície de Fermi vai produzir duas áreas de seção transversal projetadas, que estão representadas na Figura 2.5(b) como  $S_1$  e  $S_2$ , em um plano cuja área interna vai estar relacionada com as frequências de acordo com a Equação (2.13). A separação devido ao efeito Rashba,  $\Delta k_R$ , pode ser calculado a partir de considerações geométricas levando em consideração a distância entre o centro dos dois círculos. A energia de Rashba pode ser calculada pela equação [68, 69]

$$E_R = \frac{\hbar^2 \Delta k_R^2}{2m_c}, \quad (2.14)$$

e o coeficiente de Rashba por [69]:

$$\alpha_R = \frac{2E_R}{\Delta k_R}. \quad (2.15)$$



**Figura 2.5** – (a) Representação da área da superfície de Fermi projetada perpendicularmente ao campo magnético aplicado e em (b) a da divisão de spin causada pelo efeito Rashba resultando em duas áreas, interna  $S_1$  e uma externa  $S_2$ , mostrando a divisão  $\Delta k_R$ .

Fonte: Retirado de [70].

Em materiais que possuem superfície de Fermi simples, que é o caso PbTe e Bi<sub>2</sub>Te<sub>3</sub>, a presença do efeito Rashba pode ser verificada como duas frequências bem definidas nas oscilações de Shubnikov-de Haas que dão origem a um padrão de batimento [21] e também através do cálculo da energia de *spin splitting* devido ao forte SOC. No trabalho de Hasegawa *et al.* [71] é apresentado um estudo teórico deste efeito Rashba num poço de PbTe com barreiras assimétricas de PbEuTe com diferentes concentrações de Eu e Jin *et al.* [5] faz esta previsão para um poço de CdTe/PbTe/PbSrTe. Experimentalmente, o este efeito foi identificado em poços quânticos IV–VI confirmando as previsões teóricas [24]. Sobre o Bi<sub>2</sub>Te<sub>3</sub>, Jin *et al.* [72] apresenta um estudo teórico da estrutura eletrônica deste material levando em consideração a adsorção de átomos como Na e O que modificaram os TSS induzindo separação devido ao efeito Rashba. Apesar da investigação intensiva das propriedades elétricas e ópticas realizada nos últimos anos, poucas informações sobre a investigação experimental do efeito Rashba em estruturas baseadas em Bi<sub>2</sub>Te<sub>3</sub> são encontradas na literatura. Neste trabalho, a presença deste efeito foi identificada na amostra de Bi<sub>2</sub>Te<sub>3</sub> sem capa, como está apresentado na início da Seção 4.2, e foi atribuído à oxidação da superfície.

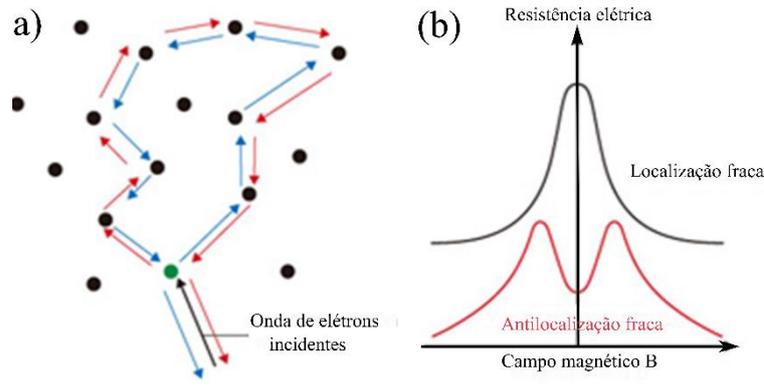
### 2.4.3 Efeito de Localização e Antilocalização Fraca

O fenômeno de localização fraca (WL) ocorre em sistema metálicos que apresentam um certo grau de desordem e consiste em interferência quântica das funções de onda dos elétrons de condução. Essa interferência ocorre diretamente nos defeitos presentes na rede cristalina e pode se manifestar nas propriedades elétricas do material. Experimentalmente, esse efeito pode ser verificado em medições de resistividade elétrica e magnetorresistência em baixas temperaturas. Nas medições de resistividade elétrica, um aumento da resistividade com a queda de

temperatura é observado (veja o *inset* na Figura 4.2(b) com as medidas abaixo de 10 K da amostra de  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  com capa estudada neste trabalho). Isso acontece devido ao espalhamento dos elétrons livres nos sítios de impurezas que dá origem a duas ondas eletrônicas que se propagam no mesmo caminho, mas em direções opostas. Se ambas as ondas percorrem circuitos fechados, as ondas chegam na origem com mesma fase e mesma amplitude, de forma que a interferência é construtiva aumentando a probabilidade de o elétron ser localizado em um dado ponto do espaço da rede (Figura 2.6(a)). Por outro lado, na presença do efeito de acoplamento *spin*-órbita, as fases das funções de onda são modificadas durante o processo de espalhamento, de forma que a interferência é destrutiva e o efeito de localização é destruído. Esse fenômeno é chamado de antilocalização fraca (WAL) e causa uma queda na resistividade elétrica com a redução da temperatura onde haveria um aumento.

Existem algumas condições físicas para que o efeito de localização ocorra, e a principal delas é verificar a relação entre os tempos de espalhamento característicos,  $\tau_\varepsilon$ ,  $\tau_\phi$  e  $\tau_{so}$ , que são o tempo de espalhamento elástico, o tempo de espalhamento inelástico e o tempo de espalhamento por acoplamento *spin*-órbita, respectivamente. Para que haja o efeito de localização,  $\tau_\phi \gg \tau_\varepsilon$ , ou seja, o elétron espalha múltiplas vezes nos defeitos antes que a fase das funções de onda perca a coerência. Em geral, os mecanismos de espalhamento que regulam  $\tau_\phi$  são reduzidos em baixas temperaturas, de forma que  $\tau_\phi$  aumenta para temperaturas mais baixas. Para que o efeito de antilocalização seja relevante, temos que  $\tau_{so} \ll \tau_\phi$ , e a coerência de fase é reduzida devido ao espalhamento acoplamento *spin*-órbita.

Com a aplicação do campo magnético, no efeito de WL a coerência de fase das duas funções de onda é enfraquecida ou destruída, e a interferência é destrutiva. Desta forma, uma queda na curva de magnetorresistência é observada. Por outro lado, no efeito de WAL, na presença de acoplamento *spin*-órbita, o campo magnético mantém os *spins* orientados em uma certa faixa de campo magnético, mantendo a coerência de fase, dando origem a um aumento de resistividade com o aumento do campo magnético (Figura 2.6(b)).



**Figura 2.6** – (a) Representação do efeito de localização fraca onde os pontos representam impurezas da rede e em (b) efeito de localização e antilocalização fraca em curva de MR.

Fonte: Adaptado de [73].

A WL e WAL acontecem no regime de difusão quântica, onde o caminho livre médio ( $L_E$ ) devido ao espalhamento elástico é muito menor do que o tamanho da amostra, mas o comprimento de coerência de fase ( $L_\phi$ ) devido ao espalhamento inelástico é comparável com a espessura da amostra [23]. Para estudar o efeito de WAL em amostra de  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  os modelos de Dirac em duas dimensões e o modelo de Hikami-Larkin-Nagoaka (HLN) têm sido utilizados, sendo este último o que foi usado neste trabalho. A Equação 2.16 é a equação simplificada de HLN [74], e pode ser utilizada para descrever o efeito de WAL em curvas de magnetocondutividade, em baixos campos.

$$\Delta\sigma(B) = \sigma(B) - \sigma(0) = \frac{-\alpha e^2}{\pi h} \left[ \ln\left(\frac{B_\phi}{B}\right) - \psi\left(\frac{1}{2} + \frac{B_\phi}{B}\right) \right], \quad (2.16)$$

onde  $\psi(B)$  é a função Digama,  $B_\phi = h/8\pi e L_\phi^2$  é o campo magnético característico, e  $L_\phi = \sqrt{D\tau_\phi}$  é a distância média que o elétron pode percorrer no material mantendo sua coerência de fase. O parâmetro  $\alpha$  reflete o número de canais de condução, sendo positivo para WL e negativo para WAL. Para estados de superfície, em isolantes topológicos com dimensões volumétricas,  $\alpha = -1/2$  para um único canal de superfície e  $\alpha = -1$  para dois canais coerentes de transporte, mas independentes.

Em [24, 75, 80] o efeito de WAL foi analisado usando o modelo HLN. Já por Castro *et al.* [46], o modelo HLN foi utilizado juntamente com o modelo modificado de Dirac 2D para mostrar que a condução num filme de  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  ocorre tanto por TSS quanto por *bulk*. Embora o efeito WAL seja esperado no caso de condução por superfície em isolantes topológicos, é possível

que apenas o efeito de WL seja detectado caso existam mais canais de *bulk* do que de superfície [23]. No caso das amostras de  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  com capa de  $\text{BaF}_2$  estudadas neste trabalho, o efeito de WL foi o mais encontrado nas medições. A única amostra que exibiu o efeito de WAL foi a com filme de 15 nm de espessura sendo a análise das curvas realizadas usando o modelo HLN.

Com o modelo HLN, encerramos a fundamentação teórica. Na sequência, está exposto os procedimentos metodológicos utilizados para crescimento e caracterização elétrica das amostras baseadas em  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  e  $\text{PbTe}$  estudadas neste trabalho.

## 3 MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo, é apresentada a técnica de crescimento das amostras investigadas neste trabalho bem como os equipamentos utilizados para a realização das medições experimentais de caracterização elétrica em baixas temperaturas dos filmes de  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  e do poço de  $\text{PbTe}$ . Além disso, é feita uma breve descrição do sistema RHEED utilizado para acompanhar a evolução do crescimento das amostras.

### 3.1 Equipamentos utilizados

Nesta seção, são apresentados os equipamentos utilizados para a caracterização elétrica das amostras e o equipamento MBE utilizado para o crescimento.

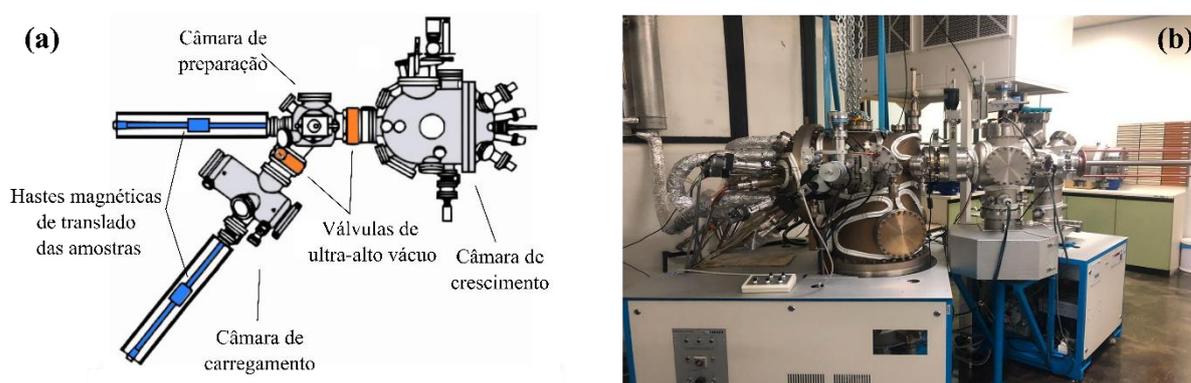
#### 3.1.1 *Molecular Beam Epitaxy*

Para o crescimento das amostras investigadas neste trabalho foi utilizada a técnica de epitaxia por feixe molecular (MBE), que permite crescer amostras com alta qualidade cristalina e com controle de monocamadas atômicas. O equipamento de MBE utilizado está instalado no LABAS/INPE em São José dos Campos, Brasil, e é dedicado ao crescimento de compostos IV-VI e V-VI. Uma foto do equipamento MBE do INPE encontra-se na Figura 3.1(b). O modelo do equipamento é 32P e foi fabricado pela empresa Riber e está equipado com oito células de efusão contendo as seguintes cargas sólidas:  $\text{BaF}_2$ ,  $\text{PbTe}$ ,  $\text{SnTe}$ ,  $\text{CaF}_2$ ,  $\text{Eu}$ ,  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  e duas de  $\text{Te}$ .

Este sistema de MBE é constituído por três câmaras, fabricadas com aço inoxidável e separadas por válvulas de ultra-alto vácuo (em laranja na Figura 3.1(a)) que asseguram o isolamento das câmaras adjacentes. São elas: câmara de carregamento que está em alto vácuo, câmara de preparação e câmara de crescimento as quais estão em ultra-alto vácuo. A câmara de carregamento permite a introdução e a retirada de porta-amostras do sistema e é mantida sob pressão em torno de  $10^{-7}$  Torr por uma bomba turbo molecular e uma bomba de membrana. A câmara de preparação é mantida em ultra-alto vácuo, com pressão inferior a  $10^{-9}$  Torr, por uma bomba iônica e é destinada à limpeza do substrato de impurezas passíveis de serem removidas por aquecimento e pode também ser utilizada para tratamento térmico das amostras. Por fim, a câmara de crescimento é onde são depositados os filmes epitaxiais na superfície do substrato e a atmosfera residual nesta câmara é da ordem de  $10^{-10}$  Torr, sendo mantida através de uma

bomba iônica e uma unidade de sublimação de titânio, que operam simultaneamente, além de um circuito interno refrigerado por nitrogênio líquido, que funciona como armadilha para vapores residuais.

Uma ilustração da câmara de crescimento encontra-se na Figura 3.1(a). Nesta câmara encontra-se afixado o conjunto de células de efusão contendo as cargas sólidas que são aquecidas para produzir os feixes moleculares. Estas células ficam equidistantes do porta-substrato, possuem obturadores individuais e, com objetivo de proporcionar isolamento térmico entre essas células, este conjunto está envolvido por um circuito de nitrogênio líquido. Para controlar o fluxo dos feixes é utilizado um medidor de pressão, do tipo iônico Bayard-Alpert, que está situado ao lado oposto do porta-substrato. A medição da pressão equivalente do feixe (BEP - *Beam equivalent pressure*) é calculada como a diferença entre a medida da pressão quando o obturador individual de uma fonte é aberto e a pressão de base do sistema.



**Figura 3.1** – (a) Vista superior esquemática do equipamento MBE utilizado para o crescimento de todas as amostras estudadas neste trabalho e em (b) uma foto do equipamento.

Fonte: (a) Adaptado de [55] e (b) produção da autora.

A adesão dos substratos ao porta-amostra é por tensão superficial através de uma solução de índio-gálio e, em seguida, os mesmos são inseridos na câmara de carregamento do MBE. Após a pressão chegar ao valor esperado o porta-amostra é transferido para a câmara de preparação. Para remoção de eventuais resíduos, ainda na câmara de preparação o sistema é aquecido e aguarda-se até que a pressão seja menor do que  $10^{-9}$  Torr. Após isso, o porta-amostra que está com os substratos é transferido para a câmara de crescimento. As células que serão utilizadas no crescimento são colocadas na devida temperatura e a medida do BEP é realizada para cada fonte individualmente. Terminado o crescimento, o porta-amostra com as amostras crescidas é

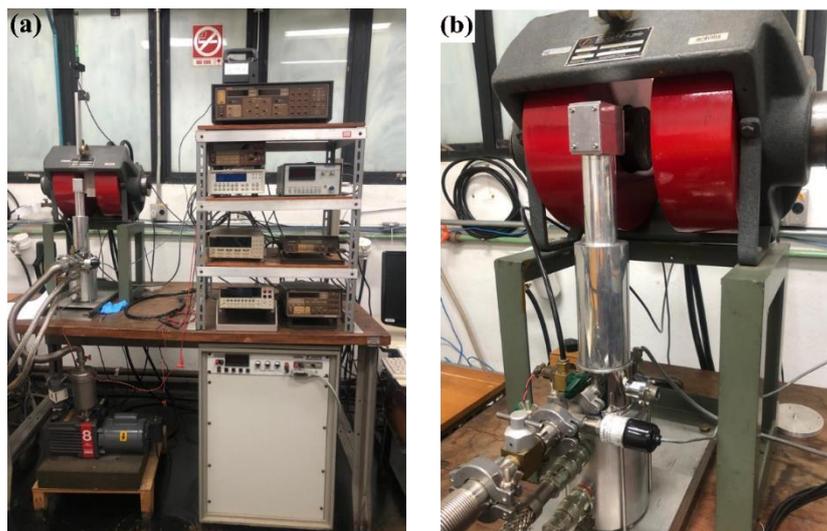
retirado do equipamento (câmara de crescimento → câmara de preparação → câmara de carregamento) e armazenado numa dessecadora.

Para monitorar o crescimento *in situ*, foi usado um sistema de difração de elétrons de alta energia refletidos (RHEED, *Reflection High Energy Electron Diffraction*) que está instalado na câmara principal do MBE. O sistema RHEED, fabricado pela Staib Instruments, possui um canhão de elétrons de até 35 keV, um painel de controle que permite ajuste do foco e posição do feixe bem como uma tela fosforescente. Os elétrons são incididos na superfície da amostra de forma rasante e são difratados pelos átomos na superfície tornando possível ter informações em tempo real da dinâmica e modo de deposição das camadas epitaxiais mais externas. Os padrões RHEED são adquiridos por uma câmera de vídeo em frente à tela do RHEED, a qual digitaliza as imagens em um computador para as análises.

### **3.1.2 Sistema de medição de resistividade e efeito Hall**

O equipamento utilizado para determinação da mobilidade, da resistividade, da concentração e do tipo dos portadores majoritários das amostras está instalado no LABAS/INPE. Os detalhes de cada componente do sistema utilizado podem ser encontrados nos trabalhos de Fornari [42] e Anjos [76]. O campo magnético para as medidas Hall é fornecido por um eletroímã que permite a aplicação de um campo magnético de 0,72 T com uma corrente de 20 A e para o resfriamento do eletroímã é utilizado água corrente.

Para medições dependentes com a temperatura, a amostra é montada no criostato (Figura 3.2(b)), de circuito fechado de He, sendo possível realizar medições entre 12 e 450 K. Neste trabalho, as medições de resistividade e efeito Hall foram realizadas entre 12 e 320 K com corrente de excitação de 1 mA. Na Figura 3.2(a) está apresentada uma foto do sistema Hall utilizado.



**Figura 3.2** – Em (a) temos uma imagem do sistema de medição Hall montado no LABAS/INPE e em (b), uma imagem do criostato pertencente a este sistema.

Fonte: Própria autora.

Para realização das medições de efeito Hall e das demais medições das propriedades elétricas, os contatos elétricos nas amostras foram preparados na geometria van der Pauw (descrita brevemente na Seção 2.3) utilizando quatro fios de ouro e solda de índio metálico. A amostra foi colocada sobre uma chapa metálica e, em seguida, os fios de ouro foram posicionados simetricamente nos vértices da amostra ou no meio de suas arestas e o contato elétrico é estabelecido fazendo-se uso de pequenos pedaços de índio. A seguir, a chapa metálica é posta sobre uma mesa térmica, onde o índio é fundido para garantir um contato elétrico ôhmico na junção metal-semicondutor. As extremidades livres dos fios de ouro são conectadas ao porta-amostra do sistema de medições de efeito Hall e resistividade utilizando estanho.

### 3.1.3 *Physical Property Measurement System*

Para realização das medições de resistência elétrica em função da temperatura e de magnetorresistência foi utilizado um sistema de medidas de propriedades físicas (PPMS), modelo EverCool II, da empresa Quantum Design. Este equipamento é composto por um sistema supercondutor resfriado por He líquido, e é capaz de produzir campos magnéticos de até 9 T, aplicado perpendicularmente à superfície do porta-amostras, na faixa de temperatura 1,9 K – 400 K, com precisão de  $\pm 0,5\%$ . As medidas de MR foram realizadas usando uma técnica padrão de quatro pontos utilizando um *lock-in* ac com corrente de excitação de 1  $\mu\text{A}$ . Antes de iniciar as medições era verificado se os contatos estavam ôhmicos, ou seja, se a relação

entre I (corrente) e V (tensão) é linear, e, além disso, qual a menor corrente poderia ser utilizada sem perder a qualidade do sinal.

O sistema trabalha com circuito fechado de hélio e uma linha de recuperação interna. O controle da temperatura e do fluxo de hélio é feito remotamente por um aplicativo próprio da *Quantum Design*. A câmara onde fica a amostra é resfriada via contato térmico com a região onde fica circulando hélio líquido e é possível medir até duas amostras simultaneamente (Figura 3.4(a)) e, para as medições sob iluminação, um diodo emissor de luz (LED – *Light Emitting Diode*) era colocado no lugar de uma das amostras. Uma foto do equipamento pode ser vista na Figura 3.3, que está localizado no Laboratório de Transporte Elétrico em Baixas Temperaturas (LTEBT) do Instituto de Física e Química da Universidade Federal de Itajubá.

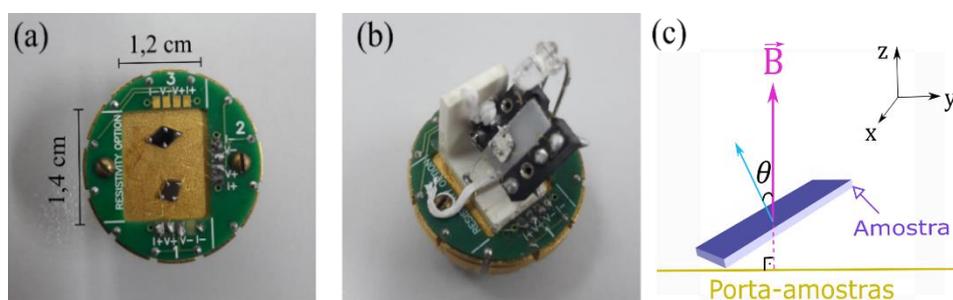
A preparação das amostras foi feita conforme descrito anteriormente na Seção 3.1.2. Na Figura 3.4(a) pode ser vista a montagem de duas amostras no porta-amostras a qual foi feita utilizando graxa de vácuo para fixação no porta-amostras. Ainda nesta figura, é possível ver as dimensões da parte dourada do porta-amostras (1,2 x 1,4 cm). Para realizar medições sob iluminação foi utilizado LED azul com comprimento de onda de 460 nm e intensidade de  $276 \mu\text{W}/\text{m}^2$ . Devido ao efeito de fotocondutividade persistente apresentado pelo poço de PbTe, o que é esperado em baixas temperaturas [25], após as medições de MR sob iluminação em dada temperatura o sistema era aquecido até 100 K, temperatura na qual a amostra não exhibe mais persistência e, em seguida, a temperatura do sistema era arrefecida até a temperatura desejada.



**Figura 3.3** – Foto do equipamento PPMS no qual foram realizadas as medições de magnetotransporte com e sem iluminação. O porta-amostras é inserido no componente à esquerda.

Fonte: Retirado de [40].

Para variação do ângulo de incidência do campo foi utilizado um suporte caseiro, mostrado na Figura 3.4(b), adaptado para o porta-amostras do equipamento. A rotação da amostra era manual sendo necessário abrir o sistema para cada inclinação que foi medida com um transferidor. Vale ressaltar que o LED somente foi utilizado para fixação do porta-amostra, ou seja, ele não foi ligado como nas medições de MR sob iluminação realizadas com a amostra de PbTe. A Figura 3.4(c) traz um diagrama onde a amostra é representada pelo paralelepípedo roxo, a seta rosa indica a direção de aplicação do campo magnético, sempre perpendicular à superfície do porta-amostras, a seta azul representa o vetor normal à superfície da amostra e  $\theta$  representa o ângulo de inclinação da amostra.



**Figura 3.4** – (a) Montagem dos filmes no porta-amostras do PPMS. Em (b) temos a configuração feita para variação angular e em (c) o diagrama que representa essa configuração.

Fonte: Produção da autora.

## 3.2 Dados do crescimento

Nesta seção está descrito o procedimento de crescimento das amostras estudadas neste trabalho usando a técnica MBE a qual permite controlar a espessura dos filmes que pode variar de várias monocamadas a micrômetros. As amostras são: 4 filmes de  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  com capa de  $\text{BaF}_2$ , 1 filme de  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  sem capa e 1 poço quântico baseado em PbTe. Para o crescimento de todas as amostras estudadas neste trabalho o substrato utilizado foi de fluoreto de bário,  $\text{BaF}_2$ , monocristalino sintético clivado no plano (111). O fluoreto de bário é um substrato comercialmente disponível e apropriado para crescer os filmes de  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  devido à proximidade do parâmetro de rede e coeficiente de expansão térmica [16]. Para o crescimento do poço de PbTe foi inicialmente crescido um *buffer* no substrato para diminuir o *strain* devido incompatibilidade da rede com o substrato ( $\Delta a/a \sim 4,5\%$ ) [77].

As quatro amostras de telureto de bismuto com capa de fluoreto de bário foram crescidas usando três células de efusão carregadas com cargas sólidas de  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$ ,  $\text{BaF}_2$  e Te, com estequiometria nominal. A oferta de Te,  $\Phi_R$ , é definida pela razão entre a pressão do feixe equivalente de Te,

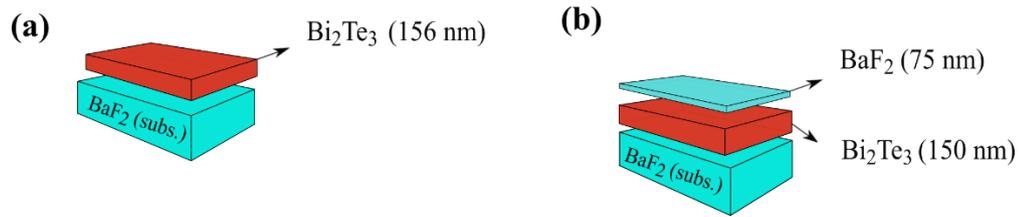
$BEP_{Te}$ , e a pressão do feixe equivalente de  $Bi_2Te_3$ ,  $BEP_{Bi_2Te_3}$ . Para o crescimento dos filmes, as cargas sólidas de  $Bi_2Te_3$  e Te foram usadas simultaneamente, com  $\Phi_R$  igual a 3, para compensar a evaporação do Te durante o crescimento. Para as quatro amostras, as condições de crescimento foram iguais somente variando a espessura dos filmes. A temperatura de crescimento dos filmes foi mantida em 270 °C e a  $BEP_{Bi_2Te_3}$  foi ajustada para  $2 \times 10^{-7}$  Torr. Posteriormente, a fonte sólida de  $BaF_2$  foi usada para crescer uma capa de proteção com 75 nm sobre cada um dos filmes. Para o crescimento da CP, a temperatura usada foi 240 °C. Também foi estudada uma amostra de  $Bi_2Te_3$  sem CP com espessura de aproximadamente 156 nm crescida com a temperatura de substrato mantida em 260 °C, sem oferta extra de telúrio e  $BEP_{Bi_2Te_3}$   $5 \times 10^{-7}$  Torr. A Tabela 3.1 mostra a identificação, a espessura de cada filme de  $Bi_2Te_3$ , a espessura da CP, a temperatura do substrato ( $T_{SUB}$ ), a  $BEP_{Bi_2Te_3}$  e a oferta extra de telúrio  $\Phi_R$ .

**Tabela 3.1** - Descrição dos parâmetros de crescimento dos filmes de  $Bi_2Te_3$ . Na tabela são apresentados os números de identificação das amostras, a espessura da capa de proteção, a oferta de telúrio  $\Phi_R$ , a pressão do feixe equivalente de  $Bi_2Te_3$ , a temperatura do substrato e a espessura da amostra.

Identificação	Filme (nm)	CP (nm)	$T_{SUB}$ (°C)	$BEP_{Bi_2Te_3}$ (Torr)	$\Phi_R$
<b>15025</b>	156	--	260	$5 \times 10^{-7}$	0
<b>17015</b>	150	75	270	$2 \times 10^{-7}$	3
<b>17016</b>	75	75	270	$2 \times 10^{-7}$	3
<b>17017</b>	35	75	270	$2 \times 10^{-7}$	3
<b>17018</b>	15	75	270	$2 \times 10^{-7}$	3

Fonte: Produção da autora.

A Figura 3.5 mostra uma visão esquemática das amostras de  $Bi_2Te_3$  estudadas neste trabalho. Em (a) temos a estrutura da amostra de  $Bi_2Te_3$  sem capa, em (b) da amostra de  $Bi_2Te_3$  com filme de maior espessura e capa de fluoreto de bário sendo que as demais que possuem capa só apresentam diferente espessura do filme. É importante mencionar que o crescimento da camada de proteção foi feito usando  $BaF_2$  por este composto ser eletricamente isolante. Foi verificado que os contatos elétricos foram possíveis já que o índio difundiu através da camada de  $BaF_2$  e atingiu a camada de  $Bi_2Te_3$  na estrutura da amostra. Isto pode ser confirmado pelo comportamento metálico exibido pelas amostras com capa que está apresentado na Seção 4.1

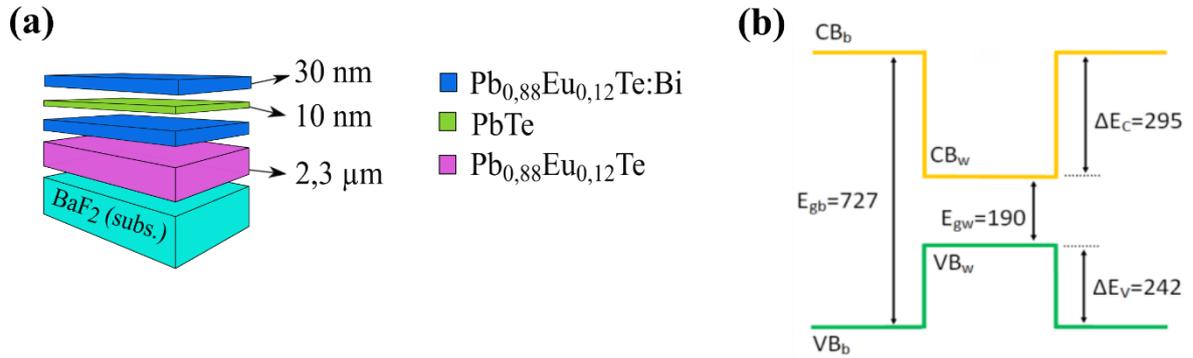


**Figura 3.5.** Visão esquemática das amostras de  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  estudadas neste trabalho: (a) 15025 e (b) 17015.

Fonte: Produção da autora.

O objetivo do crescimento da camada de fluoreto de bário não-removível foi de evitar a oxidação da superfície para preservar os estados topológicos de superfície, possibilitar a investigação das propriedades topológicas e potencializar as aplicações em condições ambientes. De fato, o filme de  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  teve a superfície preservada como mostraram medições de espectroscopia de fotoelétrons excitados por raios X (XPS, da sigla em inglês) feitas em uma amostra com filme de  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  de 150 nm de espessura e com capa de  $\text{BaF}_2$  de 75 nm cujo crescimento foi similar às 4 amostras com capa estudadas neste trabalho. No experimento foi utilizado um canhão de *sputtering* (com íons de argônio) para desbastar a superfície da amostra e checar quais elementos estavam presentes na superfície através de XPS. Antes de começar o *sputtering*, não havia sinal de Te ou Bi. O sinal do Te e Bi cresceram exponencialmente com o tempo de *sputtering* e o sinal do Ba e F decresceu. Somente uma espécie de Te e Bi foi detectada na amostra o que descarta a possibilidade de óxido na superfície.

Para o crescimento do poço baseado em PbTe foram utilizadas quatro células de efusão, a do PbTe, Te,  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  e de Eu. Durante o crescimento de todas as camadas a temperatura foi mantida fixa em 210 °C. Um esquema dessa amostra pode ser visto na Figura 3.6(a). Para crescer o *buffer* de  $\text{Pb}_{0,88}\text{Eu}_{0,12}\text{Te}$  com 2,3  $\mu\text{m}$  de espessura as células de PbTe, Te e Eu foram utilizadas. Para o crescimento das barreiras, as quatro células de efusão foram usadas simultaneamente, sendo que o bismuto foi utilizado para garantir o tipo *n* para o poço, e a espessura obtida de cada barreira foi de 30 nm. Enquanto que para o crescimento do filme de PbTe somente as fontes de PbTe e de Te foram utilizadas, sendo a espessura do poço de 10 nm. Na Figura 3.6(b) está um diagrama mostrando os *gaps* de energia em meV das barreiras e do poço. A banda de condução está representada pela linha amarela e a de valência pela linha verde. O *gap* de energia das barreiras,  $E_{gb}$ , é de 727 meV e o *gap* de energia do poço,  $E_{gw}$ , é de 190 meV. Conforme [35], essa amostra possui o mínimo da banda de condução alinhado com o mínimo da banda de valência e o descasamento da banda de condução é 55%. Com isso, tem-se que a diferença de energia entre o fundo e o topo da banda de condução,  $\Delta E_c$ , é 295 meV e, por conseguinte, a diferença entre o fundo e o topo da banda de valência,  $\Delta E_v$ , é 242 meV.



**Figura 3.6** – A estrutura e o diagrama de energia, respectivamente em (a) e (b), do poço quântico baseado em PbTe que possui um buffer de Pb<sub>0,88</sub>Eu<sub>0,12</sub>Te e barreiras de Pb<sub>0,88</sub>Eu<sub>0,12</sub>Te:Bi. Os valores dos *gaps* de energia são dados em meV.

**Fonte:** (a) Produção da autora e (b) [25].

## 4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Neste capítulo, são apresentados os resultados experimentais das medições de caracterização elétrica e magnetorresistência realizadas no poço quântico baseado em PbTe do tipo  $n$  e nos filmes de Bi<sub>2</sub>Te<sub>3</sub>. As medidas de MR no poço de PbTe foram coletadas na faixa de temperatura entre 30 K e 1,9 K e foram realizadas sem e sob iluminação utilizando um LED azul. As medições de MR na amostra de Bi<sub>2</sub>Te<sub>3</sub> sem capa foram realizadas entre 50 e 1,9 K enquanto que para a amostra com capa foi entre 30 e 1,9 K.

Os resultados referentes as amostras de Bi<sub>2</sub>Te<sub>3</sub> estão separados em medidas de transporte elétrico na Seção 4.1 e em medidas de MR na Seção 4.2. Inicialmente, as medidas de transporte elétrico das quatro amostras de Bi<sub>2</sub>Te<sub>3</sub> com capa são apresentadas para analisar a influência da espessura do filme nas propriedades elétricas e, em seguida, é feita uma comparação entre a curva de resistência em função da temperatura das amostras com espessuras aproximadas a 150 nm com e sem capa.

Na Seção 4.2, são mostradas as medidas de resistência de todas as amostras de Bi<sub>2</sub>Te<sub>3</sub> com aplicação de campo magnético. Para a amostra sem capa o estudo foi realizado para o comportamento oscilatório encontrado em altos campos. Para as amostras com capa, foi investigado o efeito de antilocalização fraca na região de baixo campo exibido somente pela amostra com menor espessura.

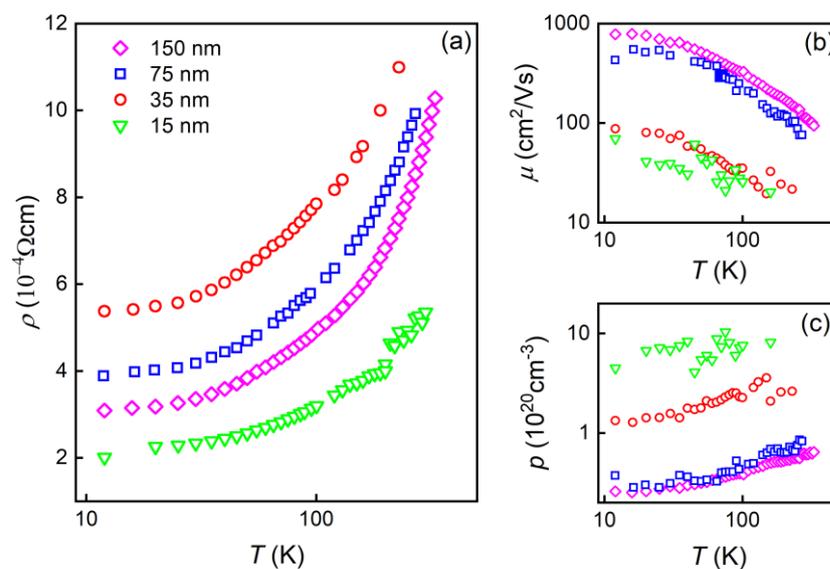
Por fim, estão na Seção 4.3 os resultados das medições feitas no poço de PbTe que são as medidas de resistência em função da temperatura feitas no escuro e com LED azul e as medidas de magnetotransporte, que exibem claras oscilações quânticas somente sob iluminação.

### 4.1 Medidas de transporte elétrico dos filmes de Bi<sub>2</sub>Te<sub>3</sub>

Conforme mencionado na Seção 3.2 foram estudadas nesse trabalho quatro amostras de Bi<sub>2</sub>Te<sub>3</sub> com capa de BaF<sub>2</sub> e os resultados obtidos utilizando o sistema Hall, descrito na Seção 3.1.2 estão apresentados na Figura 4.1. A Figura 4.1(a) exibe curvas de resistividade elétrica na faixa de temperatura entre 300 e 10 K das amostras com espessuras de 15 nm, 35 nm, 75 nm e 150 nm. Nesta figura, é possível notar que todas as amostras apresentam comportamento metálico o que é esperado de um semiconductor degenerado. Além disso, as medidas de mostram que a resistividade ( $\rho$ ) é menor para a amostra com 15 nm de espessura, entretanto as outras amostras

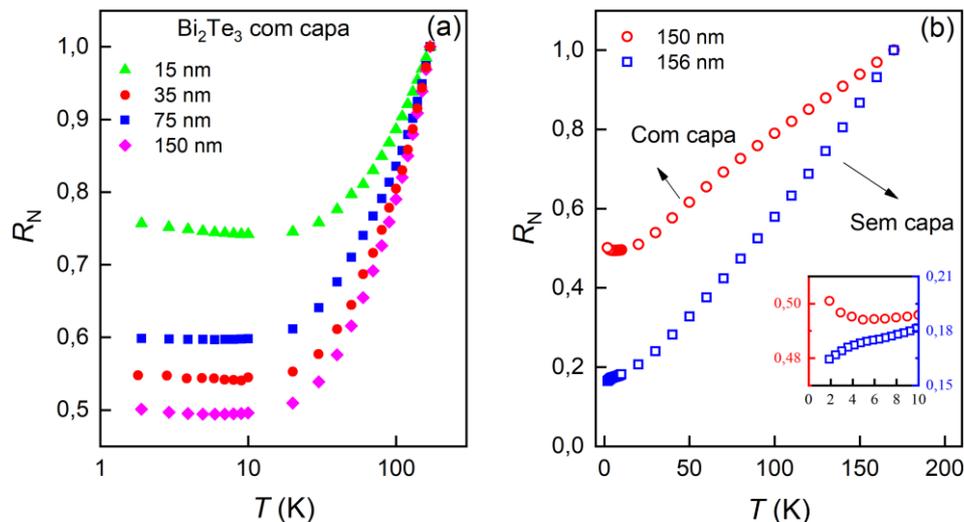
apresentam os valores de resistividade inversamente proporcionais à sua espessura em todo intervalo de temperatura medido.

Figura 4.1(b) apresenta a mobilidade eletrônica dos portadores de carga, onde é possível observar que quanto menor a espessura da amostra menor é a mobilidade. Isto indica que, a fim de observar oscilações quânticas nestas amostras, a aplicação de campos mais altos será necessária para amostras com menor espessura, *i.e.*, amostras com mobilidade mais baixa exigem campos mais altos para completarem uma órbita ciclotrônica. A amostra com espessura de 15 nm apresenta elétrons como portadores de carga majoritários, enquanto que nas demais amostras os portadores majoritários são buracos. Esta diferença deve estar relacionada com defeitos estruturais pois durante o crescimento dos filmes de  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$ , existe uma concorrência entre formação de vacâncias de Te, Bi e defeitos de anti-sítio de Bi [80]. Como no telureto de bismuto o Bi tem valência +3 e Te apresenta valência  $-2$ , temos que remoção de um átomo de Te da rede, implica em dois elétrons livres, ou seja, dopagem tipo- $n$ . No entanto, uma amostra rica em vacâncias de Te pode começar a apresentar defeitos de anti-sítio de Bi. Com isso, quanto mais demorado for o crescimento devido ao prolongado tempo de exposição do volume a temperaturas altas pode resultar em uma transição  $n$ - $p$  com o aumento da espessura. Por Morelhão *et al.* [78] foi observado que há majoritariamente defeitos de anti-sítio de Bi em filmes de  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  com espessuras próximas a 150 nm, que implica em portadores majoritários do tipo  $p$ . A Figura 4.1(c) mostra a concentração de portadores  $p$  em função da temperatura ( $T$ ). Os valores de  $p$  indicam a natureza altamente degenerada dessas amostras.



**Figura 4.1** – (a) Curvas de resistividade  $\rho$  versus  $T$ . Os perfis indicam comportamento metálico comum. (b) Mobilidade Hall e (c) a concentração de portadores medidas em função da temperatura.

Antes de iniciar as medições de MR, foram refeitas medições de resistência em função da temperatura (RT), desta vez até a temperatura mínima de 1,9 K. Como pode ser visto na Figura 4.2(a), independente da espessura do filme de  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$ , todas as amostras apresentam comportamento metálico entre 170 e 10 K o que está de acordo com as curvas de resistividade apresentadas na Figura 4.1(a). De 10 a 1,9 K, é possível observar um aumento resistência das amostras e este comportamento indica a presença do efeito de localização fraca. Esse efeito será investigado em detalhes na próxima seção. Também foram realizadas medições de RT na amostra de  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  com espessura de 156 nm sem capa e a curva normalizada a 300 K está mostrada na Figura 4.2(b) juntamente com a curva da amostra com capa e filme com espessura de 150 nm, para efeito de comparação. É possível verificar que ambas apresentam comportamento metálico. Entretanto, em baixas temperaturas, o efeito de localização fraca não foi observado na amostra sem capa.



**Figura 4.2** – (a) Curvas de resistência normalizadas ( $R_N$ ) a 170 K, obtidas no intervalo de temperatura entre 170 e 1,9 K das amostras de  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  com capa de  $\text{BaF}_2$ . (b) Comparação entre as curvas de RT normalizadas a 300 K das amostras com espessuras próximas a 150 nm sem e com capa de  $\text{BaF}_2$ .

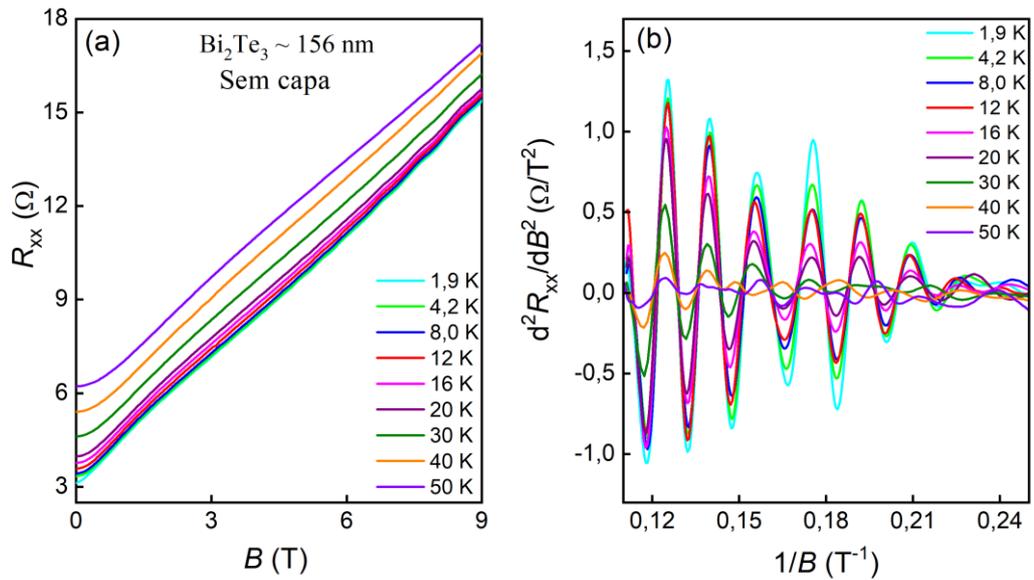
Para calcular a razão de resistividade residual, RRR, foi utilizado os valores de resistência em 300 K e o valor coletado para a temperatura mais baixa medida que foi 1,9 K,  $RRR = R_{300}/R_{1,9}$ . Calculando a RRR dessas duas amostras os valores encontrados foram de 14 e 2,8, para sem capa e com capa, respectivamente. Esse resultado sugere que a amostra sem capa, por possuir maior RRR, é mais cristalina do que a amostra com capa [79]. É possível que o crescimento da capa de  $\text{BaF}_2$  tenha aumentado a desordem na amostra e por isso ela exibe efeito

de localização em baixas temperaturas. Na literatura, os valores encontrados para amostra de  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  são próximos a 14 [64, 79], semelhante ao que foi obtido para a amostra sem capa deste trabalho.

A seguir, são apresentadas as medições de MR nos filmes de  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  a fim de realizar uma investigação mais detalhada nos efeitos de interferência quântica evidenciados nas medições de resistência elétrica.

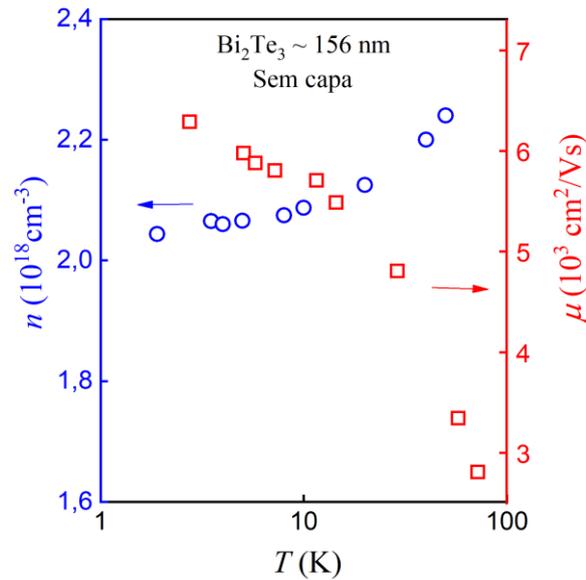
## 4.2 Medidas de magnetotransporte dos filmes de $\text{Bi}_2\text{Te}_3$

As propriedades de magnetotransporte das amostras de  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  foram investigadas usando um PPMS cujas características estão descritas na Seção 3.1.3. Conforme já mencionado, foram estudadas cinco amostras de telureto de bismuto sendo quatro delas com capa e uma sem capa. Inicialmente, a análise é feita para a amostra de  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  sem capa que possui espessura de 156 nm e os resultados aqui apresentados já estão publicados em [70]. Conforme visto na seção anterior essa amostra exhibe comportamento metálico, o que está de acordo com a alta degenerescência característica de filmes de  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$ . Medidas MR também foram realizadas neste filme. A Figura 4.3(a) mostra a magnetorresistência longitudinal,  $R_{xx}$ , em função do campo magnético aplicado perpendicularmente à superfície da amostra para temperaturas entre 1,9 K e 50 K. Nesta figura, oscilações de baixa amplitude são observadas para campos magnéticos acima de 5 T e temperaturas inferiores a 50 K. Oscilações quânticas podem ser melhor visualizadas aplicando a derivada segunda, com respeito ao campo magnético, em  $R_{xx}$ . As curvas de  $d^2R_{xx}/dB^2$  em função do inverso do campo magnético para diferentes temperaturas podem ser vistas na Figura 4.3(b) onde oscilações quânticas são evidentes, exibindo a presença do efeito Shubnikov-de Haas. Como esperado, a amplitude das oscilações SdH decrescem com o aumento da temperatura devido ao espalhamento por fônons e em  $T = 50$  K as oscilações são pouco perceptíveis.



**Figura 4.3** – (a)  $R_{xx}$  em função do campo magnético aplicado perpendicularmente à superfície da amostra. (b) Oscilações SdH obtidas da derivada de  $R_{xx}$  com relação a  $B$  plotado em função de  $1/B$  no intervalo de temperatura 1,9 – 50 K.

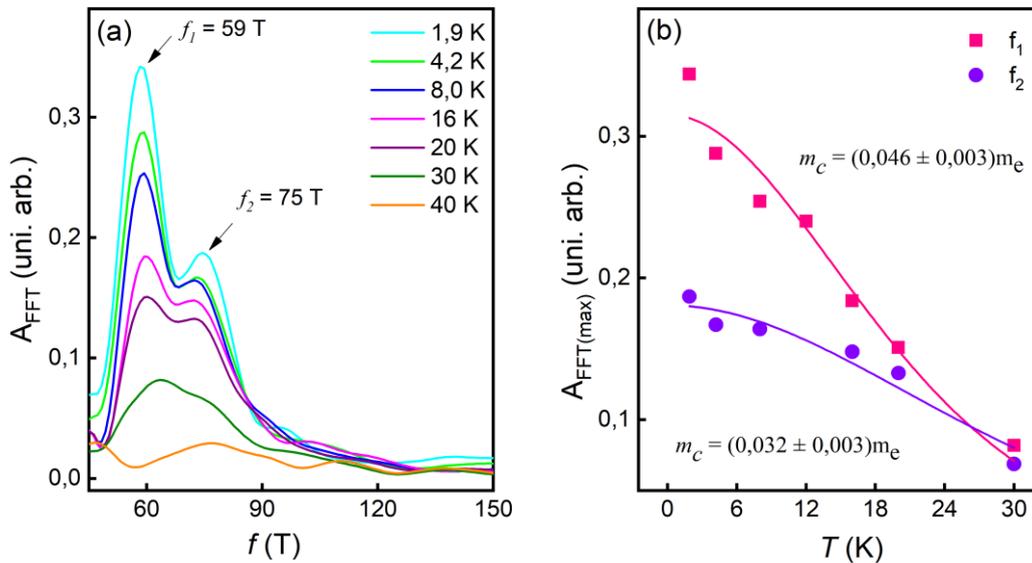
Para determinar as propriedades elétricas desta amostra, foram realizadas medições de efeito Hall na região de temperaturas onde as oscilações SdH são observadas. A Figura 4.4 mostra a mobilidade dos portadores (eixo à direita, quadrados abertos) e a concentração de portadores (eixo à esquerda, círculos abertos). Essa amostra possui elétrons como portadores majoritários o que pode ser devido a formação de bicamadas de bismuto [78] já que não foi usada uma fonte extra de telúrio durante o crescimento. Os valores encontrados para a concentração de portadores e mobilidade são comparáveis aos trabalhos anteriores em amostras de  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  obtidos através de medição de efeito Hall [48, 64]. Cabe ressaltar que a mobilidade dos portadores nesta amostra é uma ordem maior do que as amostras de  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  com capa estudadas neste trabalho (Figura 4.1(b)).



**Figura 4.4** –Mobilidade dos portadores (eixo à direita, quadrados abertos vermelhos) e a concentração de portadores (eixo à esquerda, círculos abertos azuis).

As frequências responsáveis pelo padrão de batimento, observado na Figura 4.3, podem ser obtidas através da aplicação da FFT. As curvas de FFT estão mostradas na Figura 4.5 onde é possível observar a presença de dois picos bem definidos com frequências bem próximas entre si. O primeiro pico tem uma frequência de  $f_1 = 59$  T e o segundo  $f_2 = 75$  T. A partir destas duas frequências é possível calcular a concentração de portadores usando a equação  $n_{SdH} = k_F^3/3\pi^2$ . Usando os valores encontrados para  $f_1$  e  $f_2$ , obtemos  $n_{SdH} = 2,5 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$  e  $n_{SdH} = 3,7 \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ , respectivamente. Das medidas Hall, a concentração de portadores obtida foi de  $n_{Hall} \sim (2,1 \pm 0,1) \times 10^{18} \text{ cm}^{-3}$ , que é menor do que os valores obtidos das frequências SdH. Esta discrepância pode ser devida ao formato da superfície de Fermi. A aproximação esférica usada para calcular  $n_{SdH}$  não é apropriada da superfície de Fermi do  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  por ter formato cilíndrico [85]. Também, dependendo dos valores da concentração de portadores, a forma real da superfície de Fermi pode ser indefinida, assumindo um formato intermediário entre cilíndrico e esférico [86]. Para calcular a massa efetiva ciclotrônica dos elétrons das duas frequências encontradas usando FFT a amplitude máxima obtida em cada frequência foi plotada em função da temperatura. Os pontos obtidos estão plotados na Figura 4.5(b) bem como os ajustes (linhas sólidas) realizados usando a Equação reduzida de Lifshitz–Kosevich (2.10). Os valores obtidos das massas ciclotrônicas para  $f_1$  e  $f_2$  foram  $m_c/m_e = 0,046 \pm 0,003$  e  $m_c/m_e = 0,032 \pm 0,003$ , respectivamente. Esses valores encontrados são

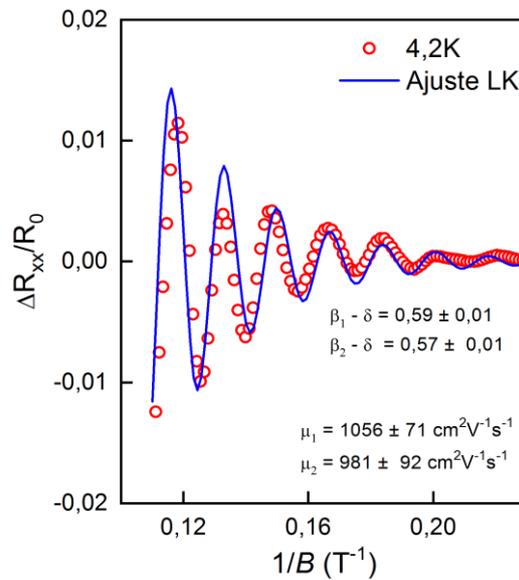
menores dos que os encontrados na literatura que foram de  $0,075 m_e$  e  $0,058 m_e$ , porém para cristais de  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  do tipo  $p$ . [48, 87].



**Figura 4.5** – (a) Curvas de FFT obtidas das oscilações SdH. (b) Ajuste da amplitude máxima do FFT em função da temperatura usando a parte termodinâmica da equação LK.

No intuito de entender a origem das oscilações e o aparecimento de duas frequências no gráfico 4.5(a), a equação geral de LK, Equação (2.11), foi utilizada para ajustar as curvas de  $\Delta R_{xx}/R_0$  e extrair o deslocamento de fase e verificar se estados de superfície contribuem efetivamente para as oscilações. Para obter a componente oscilatória  $\Delta R_{xx}$  da magnetorresistência longitudinal a 4,2 K o *background* foi removido utilizando uma função polinomial. O valor da resistência com campo nulo é  $R_0 = 3,3 \Omega$ . Para obter um bom ajuste é necessário considerar a soma de duas fórmulas gerais de LK. O ajuste foi realizado usando a linguagem de programação *Python* e os valores obtidos para as massas efetivas ciclotrônicas e as frequências ( $f_1$  e  $f_2$ ) exibidos na Figura 4.5 foram usados como parâmetros de entrada no programa e a otimização foi feita com o método de mínimos quadrados. Na Figura 4.6, os dados experimentais e o ajuste obtido (linha azul) são mostrados. As temperaturas de Dingle obtidas foram  $T_{D1} = 44 K$  e  $T_{D2} = 68 K$ , dessa forma, utilizando a Equação (2.12) os valores encontrados para as mobilidades são  $\mu_1 = (1056 \pm 71) \text{ cm}^2\text{V}^{-1}\text{s}^{-1}$  e  $\mu_2 = (981 \pm 92) \text{ cm}^2\text{V}^{-1}\text{s}^{-1}$ . Esses valores são menores do que os obtidos através do efeito Hall e do que encontrados na literatura [48, 86, 87, 88], porém são da mesma ordem de grandeza. Conforme mencionado na Seção 2.4.1, e da superfície de Fermi do telureto de bismuto ser cilíndrica (logo,  $\delta = \pm 1/8$ ), o valor esperado do deslocamento de fase para férmions de Dirac é  $1/2 \pm 1/8$ , enquanto que para férmions normais o valor é  $0 \pm 1/8$ . Os valores obtidos para os deslocamentos de fase foram  $\beta_1 - \delta = 0,59 \pm 0,01$  ( $f_1 = 59 T$ ),  $\beta_2 -$

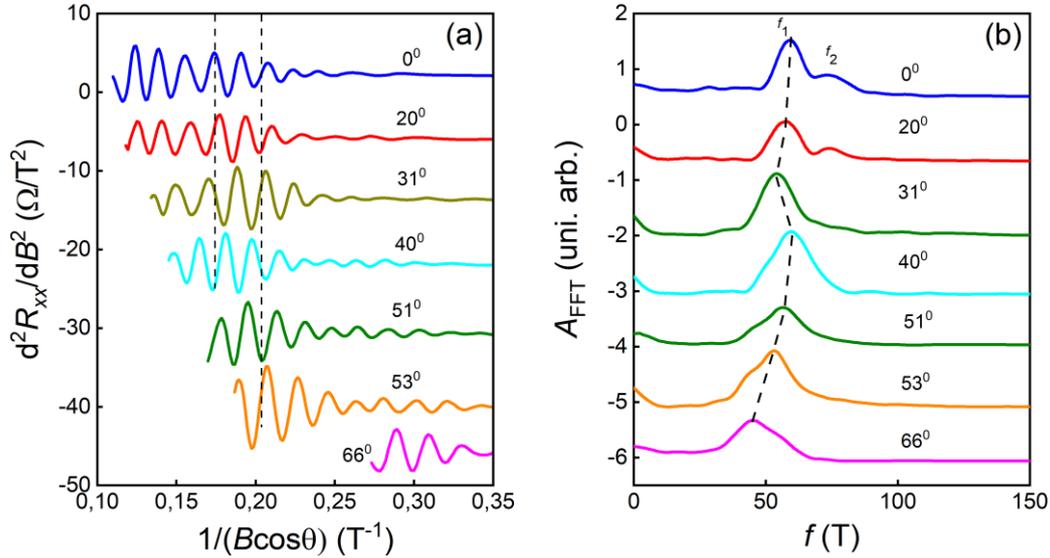
$\delta = 0,57 \pm 0,01$  ( $f_2 = 75 T$ ). Estes valores são próximos ao esperado para férmions de Dirac. Para confirmar se realmente a condução está sendo por TSS, medições variando o ângulo de incidência ( $\theta$ ) do campo com relação a direção normal à superfície da amostra foram realizadas para analisar a dependência das oscilações com o valor de  $\theta$  e verificar se as oscilações são realmente oriundas de TSS. Neste caso, com a variação do ângulo de incidência do campo, a posição dos picos na derivada permaneceria inalterada e o valor da frequência encontrada através da FFT aumentaria com o valor de  $\theta$ .



**Figura 4.6** – Os círculos abertos vermelhos são as oscilações SdH na curva de MR após subtração do *background*. A linha azul representa o melhor ajuste aos dados usando a expressão Lifshitz-Kosevich, que fornece a mobilidade dos portadores e as fases de Berry relativas de cada frequência.

Para analisar a evolução da dependência angular das oscilações SdH na amostra sem capa, conforme descrito na Seção 3.1.3, o suporte da amostra foi rotacionado com ângulos de inclinação  $\theta$  enquanto o campo magnético aplicado foi mantido fixo na direção  $z$ . Na Figura 4.7(a) é exibida a derivada segunda da resistência longitudinal em relação ao campo magnético medida na temperatura 4,2 K escrita em função do inverso da componente perpendicular ao campo ( $1/B \cos(\theta)$ ). As medições foram realizadas até  $\theta = 66^\circ$  e as curvas foram deslocadas verticalmente para facilitar a visualização. As linhas tracejadas foram utilizadas para mostrar que a posição dos picos nas curvas em (a) estão desalinhadas conforme o ângulo  $\theta$  é variado e isto indica que as oscilações obtidas não podem ser causadas por TSS [21]. A FFT das curvas em (a) é apresentada na Figura 4.7(b). Se a condução fosse por TSS, as frequências obtidas através da FFT deveriam seguir a dependência  $f \propto 1/\cos\theta$  [21, 89], ou seja, as frequências deveriam aumentar com o valor de  $\theta$ . Essa dependência não é observada de acordo com a linha tracejada para  $f_1$ . Com isso, conclui-se que as oscilações com a frequência  $f_1$  são originadas de

estados de *bulk* e não de superfície. A variação da posição do pico relativo à frequência  $f_2$  não pode ser analisada já que ela não aparece para ângulos superiores a  $20^\circ$ .

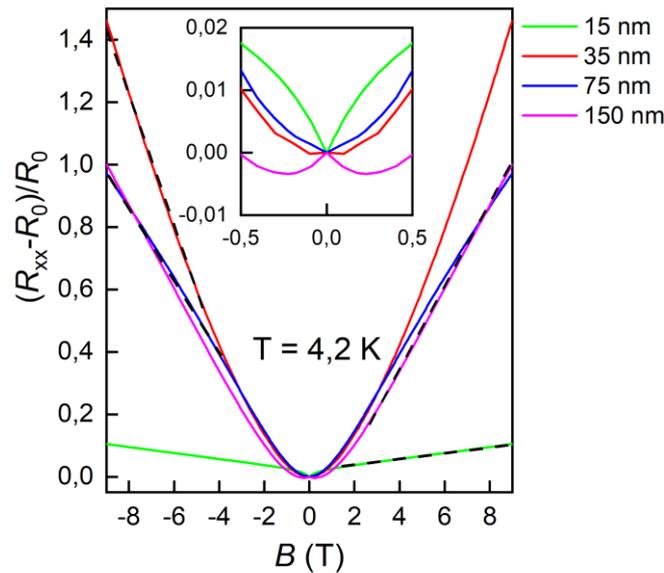


**Figura 4.7** – (a) Segunda derivada de  $R_{xx}(B)$  em  $T = 4,2$  K para diferentes orientações angulares plotadas em função de  $1/B \cos \theta$ . (b) Frequências obtidas a partir da FFT realizada nas curvas mostradas em (a).

Como foi observado anteriormente, as frequências  $f_1$  e  $f_2$  têm valores muito próximos, o que descarta que  $f_2$  seja um harmônico de  $f_1$ . Foi verificado em alguns sistemas que o aparecimento de dois picos próximos na transformada de Fourier pode ser originada do Efeito Rashba, como consequência do forte efeito de acoplamento *spin*-órbita presente neste material. Utilizando a equação  $k_F = (2ef/\hbar)^{1/2}$  e as frequências  $f_1$  e  $f_2$  obtidas na Figura 4.5(a) os valores encontrados para os vetores de onda de Fermi foram  $k_{F1} = 0,0423 \text{ \AA}^{-1}$  e  $k_{F2} = 0,0477 \text{ \AA}^{-1}$ . O *splitting* Rashba  $\Delta k_R$  pode ser calculado a partir de considerações geométricas levando em consideração a distância entre o centro dos dois círculos indicados na Figura 2.5. O valor calculado para  $\Delta k_R$  foi  $\Delta k_R \sim 0,009 \text{ \AA}^{-1}$  e, da equação  $E_R = \hbar^2 \Delta k_R^2 / 2m_c$ , a energia de Rashba é de  $E_R = 6,8 \text{ meV}$ . Com a equação  $\alpha_R = 2E_R / \Delta k_R$  e os valores obtidos para  $\Delta k_R$  e  $E_R$  calculamos  $\alpha_R = 1,58 \text{ eV \AA}$ . O valor obtido de  $\alpha_R$  é próximo ao encontrado para uma amostra de BiTeCl que apresentou  $\alpha_R = 1,2 \text{ eV \AA}$  porém com  $\Delta k_R \sim 0,003 \text{ \AA}^{-1}$  [69]. A observação da separação do *spin* causada pelo efeito Rashba pode estar relacionada à oxidação da superfície da amostra ou a uma desordem intrínseca presente nesta amostra. Conforme mencionado anteriormente, é esperado que o  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  sofra oxidação da superfície devido à exposição ao ambiente com atmosfera úmida [90]. Além disso, segundo um trabalho teórico

[72], átomos adsorvidos na superfície do telureto de bismuto, tais como sódio e oxigênio, podem causar uma transferência de carga destes átomos para superfície da amostra e induzir a separação Rashba. Logo, as oscilações observadas foram na verdade causada pela oxidação da superfície.

Por isso, vamos agora analisar as amostras que possuem a capa de  $\text{BaF}_2$  que foi crescida justamente para evitar essa oxidação. Na Figura 4.8, onde  $R_0$  representa a resistência longitudinal da amostra quando o campo magnético é nulo, são apresentadas as medidas de MR dos filmes com capa de  $\text{BaF}_2$  na temperatura de 4,2 K com campo magnético de até 9 T aplicado perpendicularmente à superfície das amostras. Nesta figura, as linhas tracejadas foram adicionadas para mostrar que todas as amostras apresentam comportamento quase linear em campos mais altos. Esta resposta linear à aplicação de campo magnético já foi observada em amostras de  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  [14, 61, 62] e pode ser devido a não-homogeneidade ou estado de superfície presentes nos filmes. No *inset* é apresentado uma ampliação da região de baixo campo mostrando que apenas a amostra com 15 nm de espessura apresenta o efeito de antilocalização fraca que pode ser usado para estudar a contribuição de TSS para o transporte elétrico. O efeito de WL apresentado pelas demais amostras é o comportamento esperado para os estados de *bulk* de um isolante topológico [23]. A ideia ao estudar filmes de  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  reduzindo a espessura é a de diminuir a contribuição do *bulk* para detectar o transporte por superfície. Para investigar o efeito de WAL observado na amostra com filme de 15 nm, foram feitas medições nessa amostra aplicando campo magnético de até 1 T medindo mais pontos nesta região. O efeito de WAL também já foi observado em amostras de  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  com espessura de 55 nm crescidas por deposição por laser pulsado [80], em amostras crescidas por MBE, porém com espessura de 5 nm e 50 nm e com capa protetora de ZnS onde o transporte na amostra com 5 nm foi atribuído à superfície e *bulk* [47].

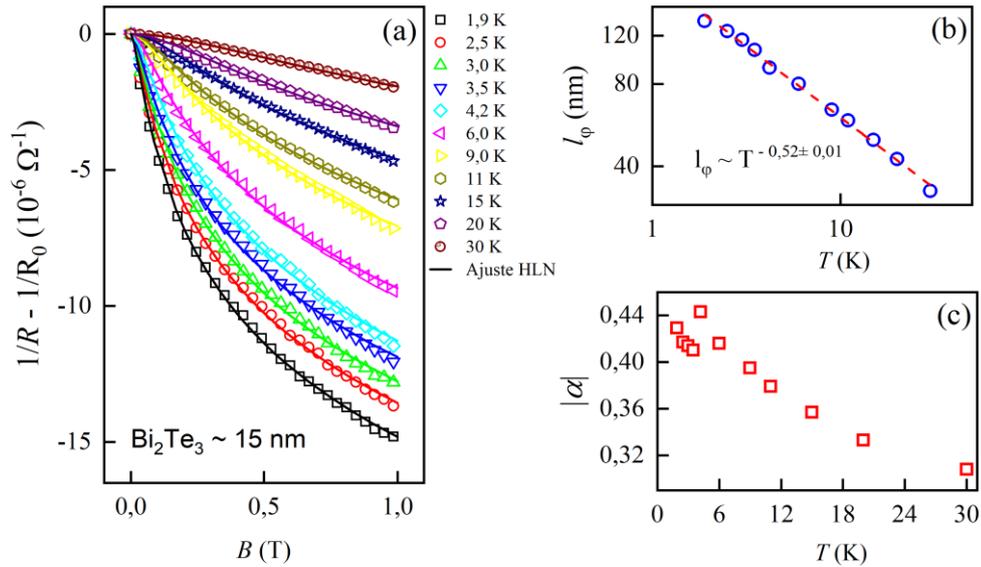


**Figura 4.8** – Medidas de MR das quatro amostras de  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  com capa de  $\text{BaF}_2$  aplicando campo magnético até 9 T em  $T = 4,2$  K. No *inset* temos uma ampliação na região de campo até 0,5 T.

As medições de MR foram realizadas nas quatro amostras de  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  com capa para temperatura variando entre 1,9 e 30 K. Para verificar a presença de oscilações SdH para campos de até 9 T, o *background* foi removido através da derivada segunda da resistência longitudinal das amostras. No entanto, nenhuma das amostras com capa apresentou um padrão oscilatório em altos campos que decaia com aumento da temperatura. Considerando a previsão clássica para a formação de órbitas ciclotrônicas ( $\mu B > 1$ ), é estimado que o campo magnético que possibilitaria observar as oscilações quânticas é  $B > 10$  T, o que não é possível no sistema PPMS utilizado nesse trabalho.

Como não foram observadas oscilações quânticas que permitissem analisar a presença de TSS, doravante o estudo foi focado no efeito de WAL exibido pela amostra com espessura de 15 nm em baixos campos. A Figura 4.9(a) mostra as medidas de magnetocondutividade com a temperatura variando de 1,9 a 30 K e o ajuste utilizando a equação simplificada de HLN, apresentada na Equação 2.16, para o estudo do efeito de WAL. Os ajustes realizados em cada uma das curvas estão representados pelas linhas sólidas. Os valores obtidos para o comprimento de coerência de fase,  $l_\phi$ , bem como os obtidos para  $\alpha$  estão mostrados nas Figura 4.9(b) e (c), respectivamente, sendo que em (b) ambos os eixos estão em escala logarítmica. Na Figura 4.9(b), temos que todos os valores obtidos para o  $l_\phi$  são maiores do que a espessura do filme já que o menor valor calculado foi 32 nm em 30 K o que indica que os elétrons estão confinados numa região bidimensional no intervalo de temperatura medido. Os valores encontrados em

temperaturas inferiores a 5 K são maiores quando comparados aos encontrados por [81] que foi de 49,64 nm e menores comparados aos valores obtidos em [82, 83] que foram 92 e 175 nm para  $T = 5$  K, respectivamente. Além disso, conforme o esperado, quanto menor foi a temperatura da medição maior foi o valor obtido para o  $l_\phi$ , o que também foi visto por [82] em cristais de  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$ .

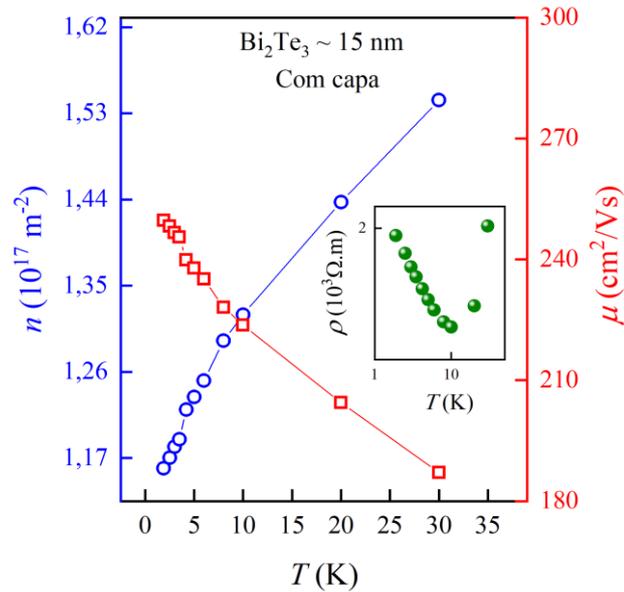


**Figura 4.9** – (a) Medidas de magnetocondutividade de 0 até 1T da amostra com 15 nm em diferentes temperaturas juntamente com o ajuste, representado pelas linhas sólidas, usando a equação 2.16. Em (b) temos os valores extraídos a partir do ajuste para o comprimento de coerência de fase e em (c) o módulo dos valores obtidos para o parâmetro  $\alpha$ .

Ainda na Figura 4.9(b), temos o ajuste realizado considerando  $l_\phi \propto T^{-r}$ , onde o valor encontrado para  $r$  fornece qual o tipo de mecanismo de transporte dominante. O valor encontrado de  $r = 0,52$  evidencia que o mecanismo de transporte dominante nesta amostra é elétron-elétron o que também foi encontrado por [83]. Além disso, o valor de  $r$  também ratifica, juntamente com os valores encontrados para  $l_\phi$ , que o transporte está ocorrendo numa região bidimensional [84]. A Figura 4.9(c) mostra os valores encontrados, em módulo, para o parâmetro  $\alpha$  da equação HLN. O valor esperado para este parâmetro no caso em que tivéssemos somente um canal de superfície participando da condução seria 0,50 [23]. Os valores encontrados variam entre 0,30 e 0,44 o que difere do esperado o que indica que o *bulk* também está contribuindo para o transporte e este mesmo resultado também foi obtido por [83] onde o valor de  $\alpha = 0,43$  foi obtido para um filme de  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  com 15 nm de espessura num substrato de Si. Kumar *et al.* [81], utilizando o modelo HLN em medidas de um cristal de  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  os valores

encontrados para  $\alpha$  variaram, em módulo, entre 0,28 e 0,33 o que também foi atribuído a presença de um único canal de superfície com forte contribuição do bulk para a condutividade. Na verdade, o efeito de antilocalização fraca observado experimentalmente é um resultado coletivo tanto da WAL dos canais de superfície quanto da WL dos canais do *bulk* [23]. Ao reduzir a espessura, a intensidade do efeito de WL do bulk foi menos intenso e, assim, foi possível detectar o efeito de WAL da superfície na amostra com filme menos espesso.

Para saber como as propriedades elétricas desta amostra variam com a temperatura, foram realizadas medições de efeito Hall aplicando campo até 9 T na mesma região de temperatura das medições de MR já que as obtidas no LABAS/INPE só foram até 12 K. A Figura 4.10 mostra a concentração de portadores (eixo à esquerda, círculos abertos) e a mobilidade dos portadores (eixo à direita, quadrados abertos) em função da temperatura. No *inset* desta figura está a resistividade calculada usando a equação  $\rho = (n\mu e)^{-1}$  onde é possível ver que a resistividade aumenta em temperaturas inferiores a 10 K o que está de acordo com o visto na Figura 4.2. A concentração de portadores foi calculada considerando a amostra sendo bidimensional já que é isso que os valores encontrados para  $l_\varphi$  e  $r$  indicam. A mobilidade encontrada é próxima a que foi medida no LABAS/INPE, que está apresentada na Figura 4.1(b), e é possível ver na Figura 4.10 que a mobilidade continua aumentando com a diminuição da temperatura até 1,9 K. Os valores encontrados de mobilidade são da mesma ordem do que foi encontrado para o *bulk* de uma amostra de  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  [12] e uma ordem de grandeza menor se comparado a amostras de  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  com espessuras de 10 e 30 nm que exibiram oscilações SdH [48, 83] e também à amostra sem capa estudada neste trabalho.



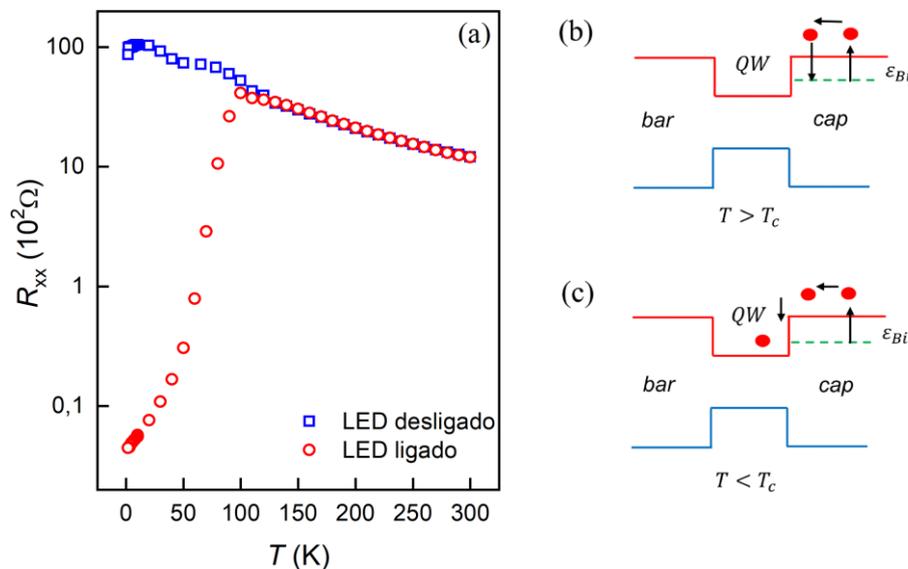
**Figura 4.10** – No eixo à esquerda, tem-se a concentração dos portadores e no eixo à direita a mobilidade da amostra com capa e filme de 15 nm de espessura. No *inset*, está a curva de resistividade em função da temperatura.

Com isso, encerramos a discussão sobre as medidas das amostras de  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  para tratar dos resultados obtidos na amostra de  $\text{PbTe}$  que se encontram publicadas em [91].

### 4.3 Medidas de magnetotransporte do poço de $\text{PbTe}$

Na Figura 4.11(a), são exibidas as curvas das resistências em função da temperatura para o poço de  $\text{PbTe}$  do tipo  $n$ , cujo crescimento está descrito no Capítulo 3, sob diferentes condições: no escuro e sob iluminação de LED azul. É observado nesta figura que, independentemente da iluminação, a amostra exibe comportamento isolante entre 300 K e 100 K, indicando que nesta faixa de temperatura, o transporte ocorre principalmente pelas barreiras, que são isolantes. Para a amostra submetida à iluminação, entretanto, uma transição metal-isolante é observada abaixo de uma temperatura crítica,  $T_c$ , próxima a 100 K. Abaixo de 100 K, sob iluminação, a amostra exibe comportamento metálico indicando que a condução passa a ser predominantemente pelo poço. Para ilustrar o que está ocorrendo na amostra, foi feita uma representação esquemática das bandas de energia da estrutura sob iluminação para  $T > T_c$  e  $T < T_c$  que são mostradas na Figura 4.11(b) e (c), respectivamente. Nos dois esquemas, os círculos vermelhos representam elétrons, *bar* se refere à camada crescida sobre o *buffer* e *cap* é a camada crescida sobre o  $\text{PbTe}$ . Para  $T > T_c$ , os portadores foto gerados a partir do nível doador,  $\epsilon_{\text{Bi}}$ , originados da dopagem Bi, são promovidos à banda de condução da camada *cap* e rapidamente recombinam de volta para  $\epsilon_{\text{Bi}}$  (ver setas). Para  $T < T_c$ , os portadores foto gerados

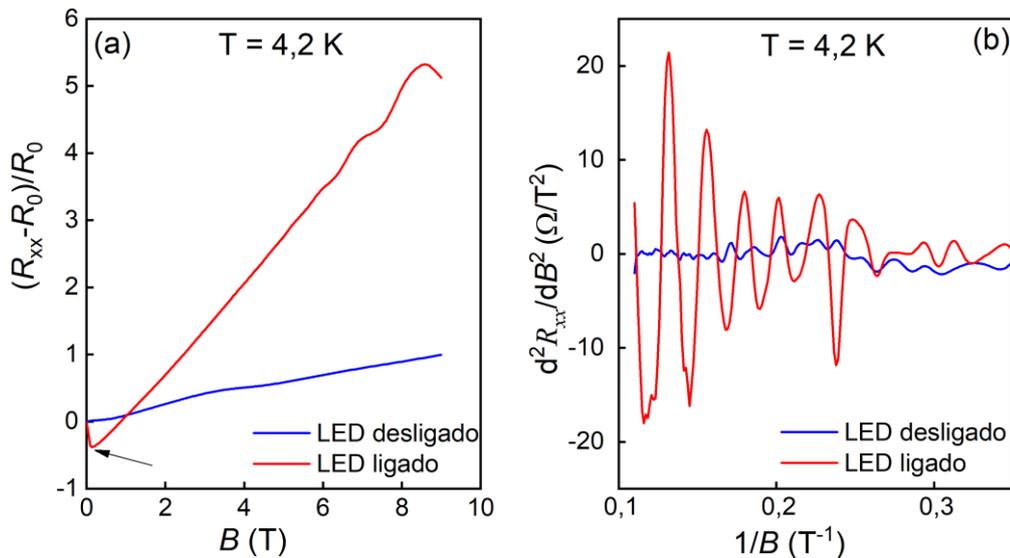
são transferidos da banda de condução da camada *cap* para o QW, levando ao comportamento metálico observado na Figura 4.11(a). Isso indica que, sob iluminação, ocorre a formação de um gás de elétrons bidimensional (2DEG) no QW devido aos portadores foto gerados na camada *cap* (que é a camada afetada pela iluminação). A Figura 4.11(c) mostra uma representação esquemática das bandas de energia da estrutura sob iluminação. Para  $T > T_c$ , os portadores foto gerados a partir do nível doador,  $\epsilon_{Bi}$ , originados da dopagem Bi, são promovidos à banda de condução da camada *cap* e rapidamente recombinam de volta para  $\epsilon_{Bi}$  (ver setas). Para  $T < T_c$ , os portadores foto gerados são transferidos da banda de condução da camada *cap* para o QW, levando ao comportamento metálico observado na Figura 4.11(a).



**Figura 4.11** – (a) Resistência elétrica em função da temperatura para o poço de PbTe no escuro (quadrados) e iluminado com LED azul (círculos). (b) Representação esquemática das bandas de energia da estrutura sob iluminação quando a temperatura está acima de  $T_c$  e em (c) quando a temperatura é inferior à  $T_c$ . Em (b) e (c), os círculos vermelhos representam elétrons.

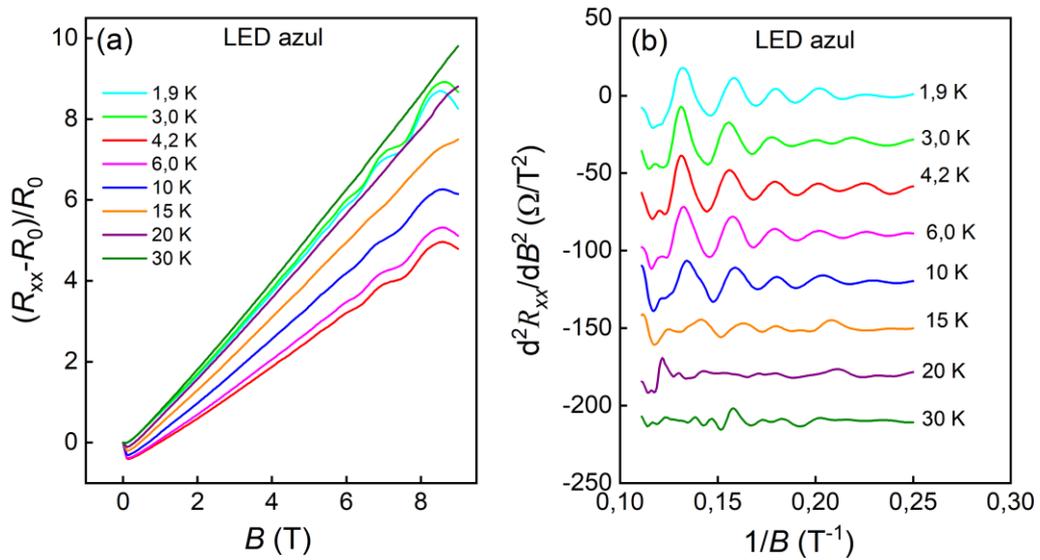
Para uma investigação mais detalhada, foram realizadas medições de magnetorresistência com campo magnético de até 9 T e intervalo de temperatura variando entre 1,9 e 30 K com luz aplicada à superfície da amostra. Na Figura 4.12(a) são mostradas as curvas de magnetorresistência para a temperatura de 4,2 K com a amostra sob iluminação e no escuro. É possível ver que para baixos campos com LED ligado a amostra apresenta diminuição na resistência, indicado pela seta, o que é devido ao efeito de fotocondução. Além disso, a presença de oscilações para campos acima de 6 T é evidente para a amostra sob iluminação o que não é aparente na medida com LED desligado. Para confirmar que as oscilações realmente não estão presentes na ausência de luz, foi feita a subtração do *background* através da derivada segunda.

De fato, nenhum padrão de oscilação foi encontrado na medida obtida no escuro enquanto que a curva medida com LED azul ligado apresenta um claro padrão de oscilação como pode ser verificado através da derivada segunda exibida na Figura 4.12(b). Esse efeito pode estar sendo induzido pelos portadores foto gerados e transferidos para o poço sob iluminação. É esperado que o PbTe exiba oscilações quânticas em baixas temperaturas [38, 67, 77, 92].



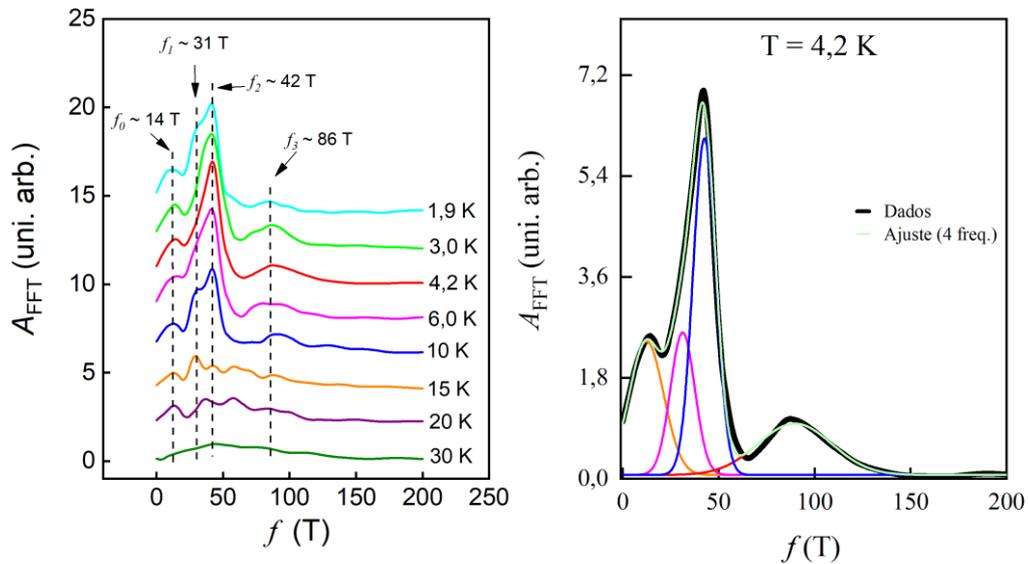
**Figura 4.12** – Em (a) encontra-se a comparação entre as medidas de magnetorresistência no escuro e usando um LED azul com a temperatura em 4,2 K. Em (b) estão mostradas as curvas da derivada segunda de  $R_{xx}$  com respeito a  $B$  plotadas em função de  $1/B$  das medidas apresentadas em (a).

As medidas de MR com o poço sob iluminação por LED azul obtidas em diferentes temperaturas são apresentadas na Figura 4.13(a). Para campos mais altos as curvas de MR apresentam efeito SdH para temperaturas inferiores a 20 K, que praticamente desaparece quando  $T = 30$  K onde a magnetorresistência é predominantemente linear no intervalo de campo medido. Para estudar as oscilações Shubnikov-de Haas o *background*, devido à contribuição clássica e ao efeito de MRL que já foi encontrado para amostras de PbTe [53], foi removido através da derivada segunda da curva de  $R_{xx}$  com respeito ao campo. A derivada segunda da resistência longitudinal em função do inverso do campo ( $1/B$ ) é exibida na Figura 4.13(b) para as temperaturas medidas entre 1,9 e 30 K. Por clareza, as curvas nas diferentes temperaturas foram deslocadas verticalmente. É possível ver que as curvas apresentam um padrão de oscilação e que a amplitude das oscilações é amortecida com o aumento da temperatura não sendo mais observáveis em  $T = 30$  K.



**Figura 4.13** – (a) Curvas de magnetorresistência com campo variando até 9 T do poço quântico sob iluminação azul no intervalo de temperatura 1,9 K – 30 K. Em (b), derivada segunda de  $R_{xx}$  com relação  $B$  plotada em função  $1/B$  para as diferentes temperaturas sendo que as curvas foram deslocadas verticalmente.

Para obter as frequências que compõe as oscilações, a FFT foi aplicada às curvas exibidas na Figura 4.13(b) no intervalo  $(0,112 \leq 1/B \leq 0,25 T^{-1})$ . As amplitudes da FFT, também deslocadas verticalmente, são apresentadas na Figura 4.14(a). A frequência principal das oscilações é  $f_2 = 42 T$  e ainda outros três picos são observados em  $f_0 = 14 T$ ,  $f_1 = 31 T$  e  $f_3 = 86 T$ . A frequência  $f_3$  parece ser o segundo harmônico de  $f_2$  uma vez que  $f_3/f_2 = 2,04$ . O pico em aproximadamente  $f_1 = 31 T$  não aparece claramente para todas as temperaturas, mas usando a função Gaussiana para encontrar picos ocultos obtemos que esta frequência é necessária para reproduzir o pico principal. Na Figura 4.14(b), a curva de FFT a 4,2 K, onde o pico em  $f_1$  não é observado, é representada pela curva preta e o ajuste incluindo quatro frequências pela curva verde, a curva laranja é relativa à frequência em 14 T e a curva vermelha em 86 T. Como pode ser visto, duas frequências (curvas rosa e azul) foram usadas para reproduzir o pico principal desta curva. Além disso, como veremos mais adiante nesta seção, essa frequência também é necessária para obter um bom ajuste usando a expressão completa de Lifshitz-Kosevich.

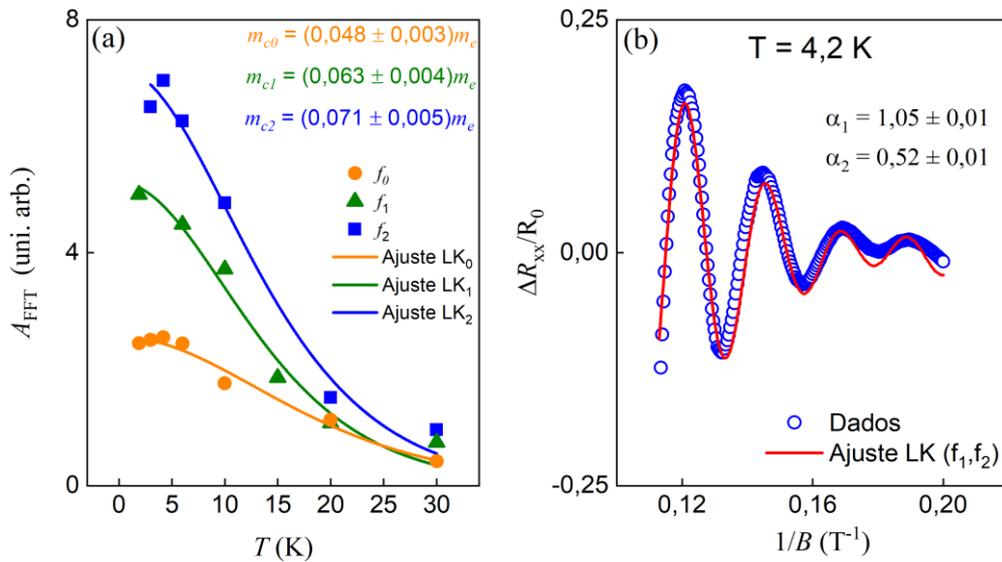


**Figura 4.14** – (a) Amplitude FFT em função da frequência  $f$  para as diferentes temperaturas medidas, evidenciando que quatro frequências  $f_0, f_1, f_2$  e  $f_3$  compõem as oscilações SdH. Em (b), a curva em verde representa o ajuste de quatro Gaussianas à curva FFT em 4,2 K representada pela curva em preto.

A partir da dependência da amplitude FFT com a temperatura, obtemos a massa efetiva ciclôtrônica dos portadores que participam da oscilação através do termo termodinâmico da equação LK, Equação (2.10). O ajuste realizado com os valores máximos da amplitude da FFT é mostrado na Figura 4.15(a) para as três frequências e são representados pelas linhas sólidas. Os valores obtidos para as massas ciclôtrônica foram de  $m_{c0}/m_e = 0,048 \pm 0,003$ ,  $m_{c1}/m_e = 0,063 \pm 0,004$  e  $m_{c2}/m_e = 0,071 \pm 0,005$ . O valor de massa obtido para a  $f_0$  é um pouco maior que o dobro do esperado para o vale longitudinal ( $0,021 m_e$ ) o que pode ser devido à contribuição de duas sub-bandas longitudinais. Entretanto, o encontrado para  $f_1$  é exatamente o esperado para o vale oblíquo de um poço quântico de PbTe [39].

A ocupação das sub-bandas no QW pode ser verificada calculando a energia de Fermi e comparando-a com as energias de confinamento. Para obter a energia de Fermi, calculamos primeiro a concentração de portadores. Para sistemas bidimensionais, o número de portadores é diretamente proporcional à frequência e é dado por  $n_{2D} = ef/h$ , onde  $f$  representa a frequência obtida pela FFT. Como obtivemos quatro frequências, para calcular o número de portadores vamos considerar a soma do valor obtido para cada uma delas. Assim, o número de portadores total calculado foi de  $n = (5,8 \pm 0,2) \times 10^{12} \text{ cm}^{-2}$  que é da mesma ordem dos valores encontrados em [39, 93] para o PbTe. Medições de efeito Hall foram realizadas

utilizando o PPMS para obter o número de portadores a 4,2 K sob iluminação azul e o valor obtido foi de  $n = (5,42 \pm 0,01) \times 10^{12} \text{ cm}^{-2}$  o que está bem próximo do que foi obtido através da FFT. A energia de Fermi foi calculada para o poço integrando sobre a densidade bidimensional de estados para todas as sub-bandas de forma a obter concentração de portadores das oscilações e o valor encontrado foi de 77,5 meV. Conforme Peres *et al.* [24], pela previsão teórica os níveis quantizados no QW de PbTe do tipo  $n$  possuem energias de 11, 38, 78, 123, 170 e 219 meV para os vales longitudinais, enquanto que para os vales oblíquos são de 45 e 154 meV. Assim, dois vales longitudinais e um oblíquo estão populados e participando da condução. De acordo com [94], a razão entre uma frequência originada de um vale oblíquo e um vale longitudinal é  $f_0/f_L = 2,24$ . Calculando a razão entre  $f_1$  e  $f_0$  obtemos 2,21 e, portanto, as frequências  $f_0$  e  $f_1$  são originadas da contribuição do vale longitudinal e oblíquo, respectivamente.



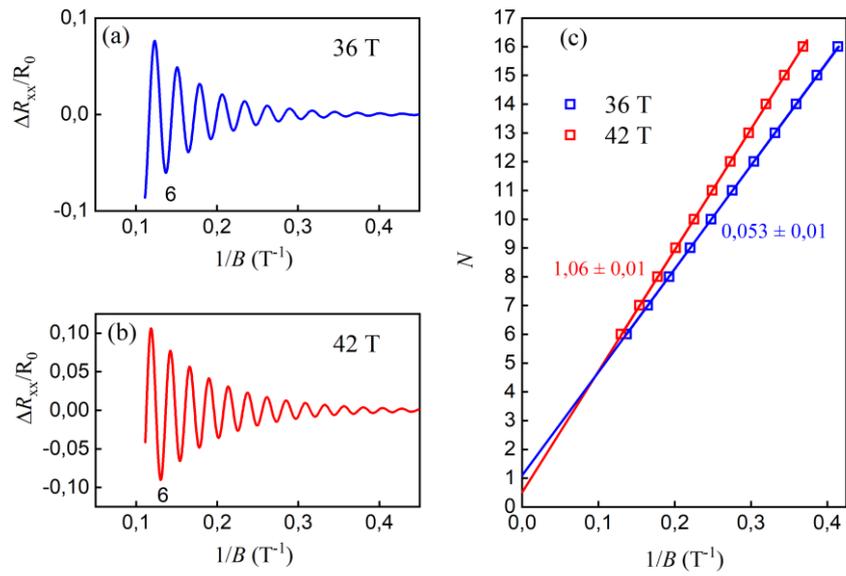
**Figura 4.15** – (a) Ajuste utilizando a Equação (2.10) para obtenção das massas efetivas ciclotrônicas para as três frequências obtidas através da FFT. Em (b), a linha sólida representa o ajuste utilizando a Equação (2.11) a componente oscilatória normalizada  $\Delta R_{xx}/R_0$ .

Como temos  $f_2/f_1 = 1,3$  segue que  $f_2$  não pode ser o segundo harmônico de  $f_1$ . Teórica e experimentalmente [5, 21, 71] é visto que o PbTe pode sofrer efeito Rashba o que poderia explicar o aparecimento da frequência  $f_2$ . No entanto, a divisão Rashba em poços de PbTe foi observada no vale longitudinal, que foi dividido em duas frequências próximas [94] e, no nosso caso, a  $f_1$  está atribuída ao vale oblíquo e o vale longitudinal atribuído à frequência  $f_0$  não sofreu divisão, o que exclui o efeito Rashba. O surgimento de  $f_2$  também poderia ser devido ao espalhamento magnético inter-sub-banda que só ocorre quando a segunda sub-banda fica

ocupada [95] e, como já vimos, temos mais de uma sub-banda ocupada nesta amostra de PbTe. Porém, a amplitude da FFT caso ocorresse esse espalhamento deveria ser independente da temperatura [95], o que não é o caso aqui como pode-se observar na Figura 4.15(a). Portanto, esse espalhamento inter-sub-banda é improvável. Por outro lado, recentemente, descobriu-se que a introdução de defeitos no PbTe, como antissítios de  $\text{Te}_{\text{Pb}}$ , pode induzir a uma inversão de banda próxima ao ponto  $L$  da zona de Brillouin dando origem a estados topológicos de superfície [4]. Neste caso, a contribuição dos canais de TSS pode ser detectada usando a expressão completa de LK, dada na Equação (2.11), para analisar a curva experimental.

Para usar a Equação (2.11), a curva de magnetorresistência escolhida foi a de  $R_{xx}$  em  $T = 4,2 \text{ K}$  e o background foi removido subtraindo um polinômio de grau dois e as massas ciclotrônicas já obtidas foram utilizadas. O ajuste foi realizado na curva  $\Delta R_{xx}/R_0$  usando o método de aproximação de mínimos quadrados e o resultado está exibido na Figura 4.15(b). Duas frequências como parâmetros de ajuste foram necessárias e os valores obtidos foram  $f_1 = 36 \text{ T}$  e  $f_2 = 42 \text{ T}$ , que estão em concordância com os valores de  $f_1 = 31 \text{ T}$  e  $f_2 = 42 \text{ T}$  obtidos da análise FFT. A partir do ajuste apresentado na Figura 4.15(b) obtivemos também as fases de Berry  $\alpha_1 = 1,05 \pm 0,01$  e  $\alpha_2 = 0,52 \pm 0,01$ , para as frequências  $f_1$  e  $f_2$ , respectivamente. O valor obtido para  $\alpha_1$  é o esperado para os férmions normais. Já o valor  $\alpha_2 = 0,52$  sugere a existência de férmions de Dirac contribuindo para o transporte elétrico neste QW o que explica porque a frequência  $f_2$  não pôde ser identificada como um vale longitudinal ou oblíquo. Neste caso, a inversão de banda próxima ao ponto  $L$  da zona de Brillouin de acordo com [4] levou a uma mistura de férmions normais e de Dirac.

Para confirmar as fases Berry relacionadas às frequências  $f_1 = 36 \text{ T}$  e  $f_2 = 42 \text{ T}$ , separamos as componentes da oscilação original conforme exibido nas Figura 4.16(a) e (b). Em seguida, fizemos o diagrama de Landau para cada componente oscilatória para obter as fases de Berry relativas a cada uma das frequências. Na Figura 4.16(c) as linhas representam o melhor ajuste linear aos mínimos das oscilações sendo que a interseção do ajuste linear com o eixo  $N$  fornece a fase de Berry. A fase Berry encontrada para  $f_1$  foi  $1,06 \pm 0,01$  e para  $f_2$  obtivemos  $0,53 \pm 0,01$  que estão bem próximos aos valores obtidos pelo ajuste usando a simulação computacional. Logo, temos que a frequência  $f_2$  está associada a uma fase de Berry não trivial indicando a presença de estados topológicos de superfície.



**Figura 4.16** – Em (a) e (b) são exibidas as duas componentes oscilatórias usadas para obter o melhor ajuste usando a Equação (2.11). Em (c), temos o diagrama de Landau obtido atribuindo números inteiros  $N$  aos pontos de mínimo das curvas apresentadas em (a) e (b) plotados em função de  $1/B$ . As linhas sólidas em (c) representam o ajuste linear aos dados.

## 5 CONCLUSÕES

Este trabalho de doutorado teve como objetivo investigar as propriedades de magnetotransporte de compostos semicondutores baseados em PbTe e Bi<sub>2</sub>Te<sub>3</sub>. As amostras estudadas foram crescidas pela técnica de MBE num substrato de BaF<sub>2</sub> clivado no plano (111). O poço quântico baseado em PbTe de 10 nm de espessura possui um buffer de Pb<sub>0,88</sub>Eu<sub>0,12</sub>Te, as barreiras são de Pb<sub>0,88</sub>Eu<sub>0,12</sub>Te:Bi. Para o estudo dos filmes epitaxiais de Bi<sub>2</sub>Te<sub>3</sub>, foi utilizado uma série com espessura do filme variando entre 15 e 150 nm cobertos por com uma camada de BaF<sub>2</sub> bem como um filme com espessura de 156 nm sem capa protetora.

Primeiramente, as amostras medidas foram os filmes de Bi<sub>2</sub>Te<sub>3</sub>. Com relação aos filmes com capa de proteção, quanto mais fina a espessura do filme menor foi a mobilidade, maior o número de portadores e menos pronunciado o efeito de WL visto nas curvas RT em temperaturas inferiores a 10 K. Independente da espessura, nenhuma das amostras exibiu oscilações quânticas a 1,9 K no intervalo de campo medido. O efeito de WAL apareceu apenas nas medidas de MR da amostra com 15 nm em regiões de baixo campo magnético. As demais amostras somente exibiram o efeito de WL indicando que a condução está ocorrendo predominante pelo *bulk*. O modelo de HLN foi utilizado para ajustar as curvas de MR da amostra com 15 nm, e encontrar o comprimento de coerência de fase,  $l_\phi$ , e o valor do parâmetro  $\alpha$  que poderia indicar condução por estados de superfície. Os valores obtidos para o  $l_\phi$  evidenciam que o transporte está ocorrendo numa região bidimensional e que o mecanismo dominante em temperaturas menores que 30 K é o espalhamento elétron-elétron. Já os parâmetros  $\alpha$  demonstram que o efeito de WAL observado é na verdade uma mistura com o efeito de WL proveniente da condução pelo *bulk*.

O filme de Bi<sub>2</sub>Te<sub>3</sub> sem capa, exibiu comportamento metálico em toda a faixa de temperatura medida, ou seja, não exibiu o efeito de WL e nem o de WAL nas medidas de MR em baixos campos. Em altos campos, essa amostra exibiu magnetorresistência linear seguida por oscilações SdH em baixas temperaturas. O estudo das oscilações foi realizado através da FFT identificando que elas são compostas por duas frequências próximas. As massas ciclotrônicas relativas a cada uma destas frequências foram calculadas usando a equação reduzida de LK. Com a equação completa de LK as fases de Berry obtidas para ambas as frequências são próximas ao que é esperado no caso de haver transporte por superfície. No entanto, variando o ângulo de incidência do campo constatou-se que estas oscilações são mais efeito de *bulk* do que

de superfície uma vez que não seguem a dependência angular esperada para TSS. A observação da separação do *spin* causada pelo efeito Rashba, que deu origem as duas frequências na FFT, pode estar relacionada à oxidação da superfície da amostra. Logo, a degradação da superfície exerceu forte influência nas propriedades de transporte do filme.

Para a amostra de PbTe, inicialmente, foi analisada a influência da luz na curva de resistência em função da temperatura na faixa de 300 K até 1,9 K. Com LED ligado foi visto que quando a temperatura está em torno de 100 K ocorre uma transição isolante-metal e que a resistência chega a diminuir quatro ordens de grandeza quando comparada com a medida sem luz. Essa transição é atribuída à transferência de portadores de carga da barreira de PbEuTe para o PbTe sob iluminação. Em seguida, foi observado que as curvas de MR em baixas temperaturas exibem oscilações apenas quando a amostra está sob iluminação e também mostram uma diminuição da resistência em baixos campos. O efeito visto em baixo campo é atribuído ao efeito de fotocondução. Para análise das oscilações em altos campos, a subtração do *background* através da derivada segunda foi realizada nas curvas de  $R_{xx}(B)$  e aplicação da FFT mostrou que quatro frequências compõem essas oscilações. A frequência  $f_3$  foi atribuída ao segundo harmônico de  $f_1$ . O número de portadores calculado a partir dessas frequências foi bem próximo ao obtido pelo efeito Hall e com o valor encontrado foi identificado que dois vales longitudinais e um vale oblíquo estão participando da condução na amostra. Das massas ciclônicas encontradas para  $f_0$  e  $f_1$ , bem como a razão entre elas, concluiu-se que  $f_0$  corresponde ao vale longitudinal e  $f_1$  ao vale oblíquo. Com a equação completa de LK, o valor da fase de Berry obtida pelo ajuste para  $f_2$  evidencia condução por TSS. Através da separação das componentes oscilatórias da curva e usando o diagrama de Landau foi possível confirmar a fase de Berry encontrada pelo ajuste evidenciando que  $f_2$  realmente deve ser atribuída a estados de superfície.

Como trabalhos futuros, propõe-se submeter as amostras de  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  com capa de  $\text{BaF}_2$  a campos acima de 9 T, em especial, a amostra com 150 nm de espessura para averiguar a presença de oscilações quânticas. Ou ainda, realizar medições na amostra com 15 nm em temperaturas menores que 1,9 K pois pode ser que com a redução da temperatura o transporte passe a ocorrer predominante pela superfície. Em geral, o valor obtido para  $\alpha$  desta amostra com 15 nm está aumentando com redução da temperatura e, pode ser que em temperaturas mais baixas o valor possa atingir 0,50 que é o esperado para férmions de Dirac.

## REFERÊNCIAS BIBLIOGRÁFICAS

- [1] CHU, J.; SHER, A. **Physics and properties of narrow gap semiconductors**. New York: Springer, 2008. p. 1-7, 436-448.
- [2] CHEN, Y. L. *et al.* Experimental realization of a three-dimensional topological insulator, Bi<sub>2</sub>Te<sub>3</sub>. **Science**, v. 325, n. 5937, p. 178–181, 2009.
- [3] HE, Mengyun; SUN, Huimin; HE, Qing Lin. Topological insulator: Spintronics and quantum computations. **Frontiers of Physics**, v. 14, n. 4, p. 43401, 2019.
- [4] MA, Songsong *et al.* Realization of a New Topological Crystalline Insulator and Lifshitz Transition in PbTe. **Advanced Functional Materials**, v. 28, n. 37, p. 1803188, 2018.
- [5] JIN, Shuqiang; WU, Huizhen; XU, Tianning. Large Rashba splitting in highly asymmetric CdTe/PbTe/PbSrTe quantum well structures. **Applied Physics Letters**, v. 95, n. 13, p. 132105, 2009.
- [6] ZHANG, Haijun *et al.* Topological insulators in Bi<sub>2</sub>Se<sub>3</sub>, Bi<sub>2</sub>Te<sub>3</sub> and Sb<sub>2</sub>Te<sub>3</sub> with a single Dirac cone on the surface. **Nature Physics**, v. 5, n. 6, p. 438-442, 2009.
- [7] HE, Pan *et al.* Bilinear magnetoelectric resistance as a probe of three-dimensional spin texture in topological surface states. **Nature Physics**, v. 14, n. 5, p. 495-499, 2018.
- [8] MOORE, Joel E. The birth of topological insulators. **Nature**, v. 464, n. 7286, p. 194-198, 2010.
- [9] XU, Su-Yang *et al.* Topological phase transition and texture inversion in a tunable topological insulator. **Science**, v. 332, n. 6029, p. 560-564, 2011.
- [10] HOEFER, Katharina *et al.* Intrinsic conduction through topological surface states of insulating Bi<sub>2</sub>Te<sub>3</sub> epitaxial thin films. **Proceedings of the National Academy of Sciences**, v. 111, n. 42, p. 14979-14984, 2014.
- [11] ROUSHAN, Pedram *et al.* Topological surface states protected from backscattering by chiral spin texture. **Nature**, v. 460, n. 7259, p. 1106-1109, 2009.
- [12] QU, Dong-Xia *et al.* Quantum oscillations and Hall anomaly of surface states in the topological insulator Bi<sub>2</sub>Te<sub>3</sub>. **Science**, v. 329, n. 5993, p. 821-824, 2010.
- [13] LE, Phuoc Huu *et al.* Thickness-dependent magnetotransport properties and terahertz response of topological insulator Bi<sub>2</sub>Te<sub>3</sub> thin films. **Journal of Alloys and Compounds**, v. 692, p. 972-979, 2017.
- [14] ZHANG, S. X. *et al.* Magneto-resistance up to 60 Tesla in topological insulator Bi<sub>2</sub>Te<sub>3</sub> thin films. **Applied Physics Letters**, v. 101, n. 20, p. 202403, 2012.
- [15] BANDO, H. *et al.* The time-dependent process of oxidation of the surface of Bi<sub>2</sub>Te<sub>3</sub> studied by x-ray photoelectron spectroscopy. **Journal of Physics: Condensed Matter**, v. 12, n. 26, p. 5607, 2000.
- [16] FORNARI, C. I. *et al.* Preservation of pristine Bi<sub>2</sub>Te<sub>3</sub> thin film topological insulator surface after ex situ mechanical removal of Te capping layer. **APL Materials**, v. 4, n. 10, p. 106107, 2016.
- [17] CAHA, O. *et al.* Growth, structure, and electronic properties of epitaxial bismuth telluride topological insulator films on BaF<sub>2</sub> (111) substrates. **Crystal Growth & Design**, v. 13, n. 8, p.

3365-3373, 2013.

- [18] HOEFER, Katharina *et al.* Protective capping of topological surface states of intrinsically insulating Bi<sub>2</sub>Te<sub>3</sub>. **AIP Advances**, v. 5, n. 9, p. 097139, 2015.
- [19] XIAO, Di; CHANG, Ming-Che; NIU, Qian. Berry phase effects on electronic properties. **Reviews of Modern Physics**, v. 82, n. 3, p. 1959, 2010.
- [20] NICHELE, Fabrizio *et al.* Giant spin-orbit splitting in inverted InAs/GaSb double quantum wells. **Physical Review Letters**, v. 118, n. 1, p. 016801, 2017.
- [21] OKAZAKI, A. K. *et al.* Shubnikov–de Haas oscillations in topological crystalline insulator SnTe (111) epitaxial films. **Physical Review B**, v. 98, n. 19, p. 195136, 2018.
- [22] ANDO, Yoichi. Topological insulator materials. **Journal of the Physical Society of Japan**, v. 82, n. 10, p. 102001, 2013.
- [23] LU, Hai-Zhou; SHEN, Shun-Qing. Weak localization of bulk channels in topological insulator thin films. **Physical Review B**, v. 84, n. 12, p. 125138, 2011.
- [24] PERES, M. L. *et al.* Experimental investigation of spin-orbit coupling in *n*-type PbTe quantum wells. **Journal of Applied Physics**, v. 115, n. 9, p. 093704, 2014.
- [25] PENA, F. S. *et al.* Fast photoresponse and high parallel transport in *n*-type PbTe/PbEuTe quantum wells. **Applied Physics Letters**, v. 111, n. 19, p. 192105, 2017.
- [26] ABRAMOF, E. *et al.* Electrical properties of Pb<sub>1-x</sub>Sn<sub>x</sub>Te layers with 0 ≤ x ≤ 1 grown by molecular beam epitaxy. **Journal of Applied Physics**, v. 82, n. 5, p. 2405-2410, 1997.
- [27] GRABECKI, G. Quantum ballistic phenomena in nanostructures of paraelectric PbTe. **Journal of applied physics**, v. 101, n. 8, p. 081722, 2007.
- [28] YUAN, Shu *et al.* Magnetorefectivity of Pb<sub>1-x</sub>Eu<sub>x</sub>Te epilayers and PbTe/Pb<sub>1-x</sub>Eu<sub>x</sub>Te multiple quantum wells. **Physical Review B**, v. 55, n. 7, p. 4607, 1997.
- [29] de CASTRO, S. *et al.* Room temperature persistent photoconductivity in *p*-PbTe and *p*-PbTe: BaF<sub>2</sub>. **Applied Physics Letters**, v. 105, n. 16, p. 162105, 2014.
- [30] PERES, M. L. *et al.* Conduction mechanisms in *p*-type Pb<sub>1-x</sub>Eu<sub>x</sub>Te alloys in the insulator regime. **Journal of Applied Physics**, v. 111, n. 12, p. 123708, 2012.
- [31] AKIMOV, B. A. *et al.* Photoconductivity kinetics in high resistivity *n*-PbTe(Ga) epitaxial films. **Semiconductor Science and Technology**, v. 14, n. 8, p. 679, 1999.
- [32] RODRIGUEZ, E. *et al.* Fabrication and characterization of a PbTe quantum dots multilayer structure. **Physica E: Low-dimensional Systems and Nanostructures**, v. 26, n. 1-4, p. 361-365, 2005.
- [33] JANG, So Young *et al.* Transport properties of single-crystalline *n*-type semiconducting PbTe nanowires. **Nanotechnology**, v. 20, n. 41, p. 415204, 2009.
- [34] ROGACHEVA, E. I. *et al.* Oscillatory behaviour of the transport properties in PbTe quantum wells. **Nanotechnology**, v. 14, n. 1, p. 53, 2002.
- [35] YUAN, Shu *et al.* Electronic and optical properties of PbTe/Pb<sub>1-x</sub>Eu<sub>x</sub>Te multiple-quantum-well structures. **Physical Review B**, v. 49, n. 8, p. 5476, 1994.
- [36] CARVALHO, Hugo Bonette de. **Filtros de spin não-magnéticos controlados por voltagem**. 2006. 82 p. Tese (doutorado) - Universidade Estadual de Campinas, Instituto de Física Gleb Wataghin, Campinas, SP.

- [37] ABRAMOF, E. *et al.* Optical spectra of PbTe/Pb<sub>1-x</sub>Eu<sub>x</sub>Te quantum wells. **Physical Review B**, v. 63, n. 8, p. 085304, 2001.
- [38] SPRINGHOLZ, G.; BAUER, G.; IHNINGER, G. MBE of high mobility PbTe films and PbTe/Pb<sub>1-x</sub>Eu<sub>x</sub>Te heterostructures. **Journal of Crystal Growth**, v. 127, n. 1-4, p. 302-307, 1993.
- [39] CHITTA, V. A. *et al.* Multivalley transport and the integer quantum Hall effect in a PbTe quantum well. **Physical Review B**, v. 72, n. 19, p. 195326, 2005.
- [40] FORNARI, Celso I. *et al.* Structural properties of Bi<sub>2</sub>Te<sub>3</sub> topological insulator thin films grown by molecular beam epitaxy on (111) BaF<sub>2</sub> substrates. **Journal of Applied Physics**, v. 119, n. 16, p. 165303, 2016.
- [41] NOH, H.-J. *et al.* Spin-orbit interaction effect in the electronic structure of Bi<sub>2</sub>Te<sub>3</sub> observed by angle-resolved photoemission spectroscopy. **Europhysics Letters**, v. 81, n. 5, p. 57006, 2008.
- [42] FORNARI, Celso Israel. **Propriedades de filmes finos do isolante topológico telureto de bismuto crescidos por epitaxia de feixe molecular**. Tese (Doutorado em Engenharia e Tecnologia Espaciais/Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores), INPE, São José dos Campos, 2017.
- [43] WRIGHT, D. A. Thermoelectric properties of bismuth telluride and its alloys. **Nature**, v. 181, n. 4612, p. 834-834, 1958.
- [44] HSIEH, David *et al.* Observation of time-reversal-protected single-Dirac-cone topological-insulator states in Bi<sub>2</sub>Te<sub>3</sub> and Sb<sub>2</sub>Te<sub>3</sub>. **Physical Review Letters**, v. 103, n. 14, p. 146401, 2009.
- [45] MICHIARDI, Matteo *et al.* Bulk band structure of Bi<sub>2</sub>Te<sub>3</sub>. **Physical Review B**, v. 90, n. 7, p. 075105, 2014.
- [46] CASTRO, S. de *et al.* Systematic study of transport via surface and bulk states in Bi<sub>2</sub>Te<sub>3</sub> topological insulator. **Materials Research Express**, v. 3, n. 7, p. 075905, 2016.
- [47] HE, Hong-Tao *et al.* Impurity effect on weak antilocalization in the topological insulator Bi<sub>2</sub>Te<sub>3</sub>. **Physical Review Letters**, v. 106, n. 16, p. 166805, 2011.
- [48] SHRESTHA, K. *et al.* Evidence of a 2D Fermi surface due to surface states in a *p*-type metallic Bi<sub>2</sub>Te<sub>3</sub>. **Journal of Physics: Condensed Matter**, v. 30, n. 18, p. 185601, 2018.
- [49] ROSENBAACH, Daniel *et al.* Quantum Transport in Topological Surface States of Selectively Grown Bi<sub>2</sub>Te<sub>3</sub> Nanoribbons. **Advanced Electronic Materials**, v. 6, n. 8, p. 2000205, 2020.
- [50] DASHEVSKY, Z. *et al.* High-temperature PbTe diodes. **Thin Solid Films**, v. 516, n. 20, p. 7065-7069, 2008.
- [51] PENA, Fernando Silva. **Photoconductivity and electrical transport properties in PbTe single quantum well samples**. 2019. 119 f. Tese (Doutorado em Materiais para Engenharia) – Universidade Federal de Itajubá, Itajubá, 2019.
- [52] PERES, Marcelos L. *et al.* Antilocalization of hole carriers in Pb<sub>1-x</sub>Eu<sub>x</sub>Te alloys in the metallic regime. **Physical Review B**, v. 79, n. 8, p. 085309, 2009.
- [53] SCHNEIDER, J. M. *et al.* Systematic study of doping dependence on linear magnetoresistance in *p*-PbTe. **Applied Physics Letters**, v. 105, n. 16, p. 162108, 2014.

- [54] GIRALDO-GALLO, Paula et al. Fermi surface evolution of Na-doped PbTe studied through density functional theory calculations and Shubnikov–de Haas measurements. **Physical Review B**, v. 94, n. 19, p. 195141, 2016.
- [55] OKAZAKI, Anderson Kenji. **Investigação das propriedades de magnetotransporte o isolante topológico cristalino telureto de chumbo e estanho**. Tese (Doutorado em Engenharia e Tecnologia Espaciais/Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores), INPE, São José dos Campos, 2019.
- [56] PIRRALHO, Marília de Jesus Páscoa. **Propriedades de fotocondutividade e transporte elétrico em filmes de  $Pb_{1-x}Eu_xTe$  e  $Bi_2Te_3$** . 2017. 121 f. Tese (Doutorado em Materiais para Engenharia) – Universidade Federal de Itajubá, Itajubá.
- [57] WANG, Xiaolin et al. Room temperature giant and linear magnetoresistance in topological insulator  $Bi_2Te_3$  nanosheets. **Physical Review Letters**, v. 108, n. 26, p. 266806, 2012.
- [58] PARISH, M. M.; LITTLEWOOD, P. B. Non-saturating magnetoresistance in heavily disordered semiconductors. **Nature**, v. 426, n. 6963, p. 162-165, 2003.
- [59] ABRIKOSOV, A. A. Quantum magnetoresistance. **Physical Review B**, v. 58, n. 5, p. 2788, 1998.
- [60] WEI, Feng; MA, Song; ZHANG, Zhidong. Experimental observation of two types of linear magnetoresistance in topological crystalline insulator heterostructures. **Journal of Physics D: Applied Physics**, v. 52, n. 28, p. 285301, 2019.
- [61] WANG, Zhenhua *et al.* Linear magnetoresistance versus weak antilocalization effects in  $Bi_2Te_3$ . **Nano Research**, v. 8, n. 9, p. 2963-2969, 2015.
- [62] WANG, Z. H. et al. Granularity controlled nonsaturating linear magnetoresistance in topological insulator  $Bi_2Te_3$  films. **Nano letters**, v. 14, n. 11, p. 6510-6514, 2014.
- [63] MOHELSKÝ, Ivan. **Infrared magneto–spectroscopy of  $Bi_2Te_3$  topological insulator**. 2020. 49 f. Dissertação (Mestrado em Applied Sciences In Engineering, Institute of Physical Engineering, Brno University of Technology, Brno, 2020.
- [64] BARUA, Sourabh; RAJEEV, K. P.; GUPTA, Anjan K. Evidence for topological surface states in metallic single crystals of  $Bi_2Te_3$ . **Journal of Physics: Condensed Matter**, v. 27, n. 1, p. 015601, 2014.
- [65] ANALYTIS, James G. et al. Bulk Fermi surface coexistence with Dirac surface state in  $Bi_2Se_3$ : A comparison of photoemission and Shubnikov–de Haas measurements. **Physical Review B**, v. 81, n. 20, p. 205407, 2010.
- [66] MARTIN, C. *et al.* Unusual Shubnikov–de Haas oscillations in  $BiTeCl$ . **Physical Review B**, v. 90, n. 20, p. 201204, 2014.
- [67] AKIBA, Kazuto *et al.* Quantitative evaluation of Dirac physics in PbTe. **Physical Review B**, v. 98, n. 11, p. 115144, 2018.
- [68] MANCHON, Aurelien *et al.* New perspectives for Rashba spin–orbit coupling. **Nature Materials**, v. 14, n. 9, p. 871-882, 2015.
- [69] XIANG, Fei-Xiang *et al.* Observation of topological transition of Fermi surface from a spindle torus to a torus in bulk Rashba spin-split  $BiTeCl$ . **Physical Review B**, v. 92, n. 3, p. 035123, 2015.
- [70] HOLGADO, D. P. A. *et al.* Shubnikov–de Haas oscillations and Rashba splitting in  $Bi_2Te_3$  epitaxial film. **Applied Physics Letters**, v. 117, n. 10, p. 102108, 2020.

- [71] HASEGAWA, M. M.; E SILVA, EA de Andrada. Spin-orbit-split subbands in IV-VI asymmetric quantum wells. **Physical Review B**, v. 68, n. 20, p. 205309, 2003.
- [72] JIN, Kyung-Hwan; JHI, Seung-Hoon. Effect of atomic impurities on the helical surface states of the topological insulator  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$ . **Journal of Physics: Condensed Matter**, v. 24, n. 17, p. 175001, 2012.
- [73] KOGA, Takaaki; SEKINE, Yoshiaki. Electron Spin Rotation and Quantitative Determination of Spin-Orbit Coefficients. **NTT Technical Review**, v. 10, n. 9, p. 1-7, set. 2012.
- [74] HIKAMI, Shinobu; LARKIN, Anatoly I.; NAGAOKA, Yosuke. Spin-orbit interaction and magnetoresistance in the two-dimensional random system. **Progress of Theoretical Physics**, v. 63, n. 2, p. 707-710, 1980.
- [75] ASSAF, Badih A. et al. Linear magnetoresistance in topological insulator thin films: Quantum phase coherence effects at high temperatures. **Applied Physics Letters**, v. 102, n. 1, p. 012102, 2013.
- [76] DOS ANJOS, Alexandre Miranda Pires. **Estruturas de barreira dupla de PbTe/PbEuTe crescidas por epitaxia de feixe molecular**. Tese (Doutorado em ETE/Ciência e Tecnologia de Materiais e Sensores), INPE, São José dos Campos, 2012.
- [77] CHITTA, V. A. *et al.* Integer quantum Hall effect in a PbTe quantum well. **Physica E: Low-dimensional Systems and Nanostructures**, v. 34, n. 1-2, p. 124-127, 2006.
- [78] MORELHÃO, Sérgio L. et al. Dynamics of defects in van der Waals epitaxy of bismuth telluride topological insulators. **The Journal of Physical Chemistry C**, v. 123, n. 40, p. 24818-24825, 2019.
- [79] SILVA, Wellington Viana da. **Estudo das propriedades elétricas de amostras de  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  e  $\text{Bi}_2\text{Se}_3$** . 2019. Dissertação (Mestrado em Física) - Instituto de Física, Universidade de São Paulo, São Paulo, 2019.
- [80] ZHANG, S. X. *et al.* Epitaxial thin films of topological insulator  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  with two-dimensional weak anti-localization effect grown by pulsed laser deposition. **Thin Solid Films**, v. 520, n. 21, p. 6459-6462, 2012.
- [81] KUMAR, Yogesh; SULTANA, Rabia; AWANA, V. P. S. Comprehensive analysis for the high field magneto-conductivity of  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  single crystal. **Physica B: Condensed Matter**, v. 609, p. 412759, 2021.
- [82] SULTANA, Rabia *et al.* Hikami-Larkin-Nagaoka (HLN) treatment of the magneto-conductivity of  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  topological insulator. **Journal of Superconductivity and Novel Magnetism**, v. 31, n. 8, p. 2287-2290, 2018.
- [83] MO, D. L.; WANG, W. B.; CAI, Q. Influence of thickness on the electrical transport properties of exfoliated  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  ultrathin films. **Nanoscale Research Letters**, v. 11, n. 1, p. 1-8, 2016.
- [84] CHEN, Taishi et al. Topological transport and atomic tunnelling-clustering dynamics for aged Cu-doped  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  crystals. **Nature communications**, v. 5, n. 1, p. 1-8, 2014.
- [85] LAHOUD, E. *et al.* Evolution of the Fermi surface of a doped topological insulator with carrier concentration. **Physical Review B**, v. 88, n. 19, p. 195107, 2013.
- [86] NGABONZIZA, Prosper; WANG, Yi; BRINKMAN, Alexander. Bulk contribution to magnetotransport properties of low-defect-density  $\text{Bi}_2\text{Te}_3$  topological insulator thin films. **Physical Review Materials**, v. 2, n. 4, p. 044204, 2018.

- [87] RISCHAU, C. W. *et al.* Doping of Bi<sub>2</sub>Te<sub>3</sub> using electron irradiation. **Physical Review B**, v. 88, n. 20, p. 205207, 2013.
- [88] NGABONZIZA, Prosper *et al.* Gate-Tunable Transport Properties of In Situ Capped Bi<sub>2</sub>Te<sub>3</sub> Topological Insulator Thin Films. **Advanced Electronic Materials**, v. 2, n. 8, p. 1600157, 2016.
- [89] REN, Zhi *et al.* Large bulk resistivity and surface quantum oscillations in the topological insulator Bi<sub>2</sub>Te<sub>2</sub>Se. **Physical Review B**, v. 82, n. 24, p. 241306, 2010.
- [90] YASHINA, Lada V. *et al.* Negligible surface reactivity of topological insulators Bi<sub>2</sub>Se<sub>3</sub> and Bi<sub>2</sub>Te<sub>3</sub> towards oxygen and water. **Acs Nano**, v. 7, n. 6, p. 5181-5191, 2013.
- [91] BOLAÑOS, K. *et al.* Light-induced Shubnikov-de Haas oscillations and evidence of Dirac Fermions in n-type PbTe single quantum well. **Physica E: Low-dimensional Systems and Nanostructures**, v. 144, p. 115458, 2022.
- [92] SPRINGHOLZ, G. *et al.* Modulation doping and observation of the integral quantum Hall effect in PbTe/Pb<sub>1-x</sub>Eu<sub>x</sub>Te multi quantum wells. **Applied Physics Letters**, v. 63, n. 21, p. 2908-2910, 1993.
- [93] ZHANG, Bingpo *et al.* Quantum oscillations in a two-dimensional electron gas at the rocksalt/zincblende interface of PbTe/CdTe (111) heterostructures. **Nano Letters**, v. 15, n. 7, p. 4381-4386, 2015.
- [94] MORAIS, E. A. *et al.* Shubnikov-de Haas oscillations in *p*-type PbTe quantum well under dark and illuminated conditions. **Physica E: Low-dimensional Systems and Nanostructures**, v. 127, p. 114575, 2021.
- [95] ROWE, A. C. H. *et al.* Origin of beat patterns in the quantum magnetoresistance of gated InAs/GaSb and InAs/AlSb quantum wells. **Physical Review B**, v. 63, n. 20, p. 201307, 2001.

## ANEXO – PUBLICAÇÕES NO PERÍODO DO DOUTORADO

BOLAÑOS, K.; CASTRO, S. de; RAPPL, P. H. O.; ABRAMOF, A.; PERES, M. L. Light-induced Shubnikov-de Haas oscillations and evidence of Dirac Fermions in n-type PbTe single quantum well. **Physica E: Low-dimensional Systems and Nanostructures**, v. 144, p. 115458, 2022.

HOLGADO, D. P. A.; BOLAÑOS, K.; CASTRO, S. de; MONTEIRO, H. S. A.; PENA, F. S.; OKAZAKI, A. K.; FORNARI, C. I.; RAPPL, P. H. O.; ABRAMOF, A.; SOARES, D. A.W.; PERES, M. L. Shubnikov-de Haas oscillations and Rashba splitting in Bi<sub>2</sub>Te<sub>3</sub> epitaxial film. **Applied Physics Letters**, v. 117, n. 10, p. 102108, 2020.

VARGAS, L. M. B.; BOLAÑOS, K.; SILVA, M. J. da; CASTRO, S. de; PERES, M. L.; GODOY, M. P. F. de. Weak localization effect in Zn<sub>1-x</sub>Cd<sub>x</sub>O/CdO heterostructures. **Journal of Applied Physics**, v. 133, n. 2, p. 025701, 2023.

SILVA, M. J. da; VARGAS, L. M. B.; GODOY, M. P. F. de; BOLAÑOS, K.; SOARES, D. A.W.; CASTRO, S. de; PERES, M. L.; Investigation of quantum oscillations in ZnO/CdO heterostructure. **Journal of Applied Physics**, v. 130, n. 9, p. 095701, 2021.