

UNIVERSIDAD DE SONORA

DIVISIÓN DE CIENCIAS EXACTAS Y NATURALES

Departamento de Investigación en Física

“SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE ZnO USANDO LA TÉCNICA CVD PARA EL DESARROLLO DE TRANSISTORES”

TESIS

Que para obtener el título de:

MAESTRO EN CIENCIAS EN ELECTRÓNICA

Presenta:

JOSÉ ANTONIO GALLARDO CUBEDO

Directora:

Dra. Alicia Vera Marquina

Codirector:

Dr. Antonio Ramos Carrazco

Hermosillo, Sonora

Noviembre de 2018

Universidad de Sonora

Repositorio Institucional UNISON



**"El saber de mis hijos
hará mi grandeza"**



Excepto si se señala otra cosa, la licencia del ítem se describe como openAccess



Universidad de Sonora
División de Ciencias Exactas y Naturales

Tesis presentada como requisito parcial para obtener el título de

MAESTRÍA EN CIENCIAS ELECTRÓNICA

Departamento de INVESTIGACIÓN EN FÍSICA

**SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DE ZnO USANDO LA TÉCNICA
CVD PARA EL DESARROLLO DE TRANSISTORES**

Tesis presentada por

José Antonio Gallardo Cubedo

Revisores

Dra. Alicia Vera Marquina

Dr. Antonio Ramos Carrasco

Dr. Jose Rafael Benito Noriega Luna

Dr. Armando Gregorio Rojas Hernández

Dr. Carlos Zúñiga Islas

Candidato:

Ing José Antonio Gallardo Cubedo

Dedicatoria

Este trabajo de investigación se lo dedico a:

Mis abuelos Magdalena Ramos Ramírez y José Antonio Gallardo Mendoza, por dar el aliento, motivación y apoyo para salir adelante con los estudios de carrera y posgrado durante los momentos más difíciles. Abuelos gracias por creer en mí y darme la fuerza y fe de su gran cariño para sacar adelante este trabajo de investigación.

Mis Padres Angelina Cubedo Nájera y José Antonio Gallardo Ramos, principalmente por darme la vida, quererme mucho, apoyarme y creer en mí poniendo su fe durante todo mi trayecto de vida para lograr un gran futuro. De ante mano ustedes me forjaron como la persona que soy en la actualidad, todos mis logros se los debo a ustedes entre los que se incluye este trabajo.

Mis hermanas Perla, Gilsee y Paloma por estar conmigo en los bueno y malos momentos, apoyándome principalmente con una sonrisa de alegría en cada momento más difícil para motivarme y salir adelante.

Mi novia Osmara Paola Anduaga Lagarda, por apoyarme durante todo el proceso de fabricación de mi dispositivo el cual no fue fácil, pero siempre estuviste motivándome depositando tu gran fe, cariño y esperanza en mí, para poder lograrlo. Muchas gracias mi amor.

A todos mis amigos y compañeros de la maestría por pasar los buenos y malos momentos compartidos con ustedes durante todo el trayecto de estudio.

Le doy gracias a Dios por todo lo bueno que me ha mandado en esta vida.

José Antonio Gallardo Cubedo

Agradecimientos

A mi directora de tesis, la Dra. Alicia Vera Marquina, por su gran generosidad al brindarme oportunidad de recurrir a su capacidad y experiencia científica para el desarrollo de dispositivos electrónicos.

A mi Co-Director de tesis, Antonio Ramos Carrasco por el gran conocimiento transmitido durante parte de mi carrera y toda la maestría para lograr este proyecto de investigación, le agradezco mucho el darme la oportunidad de ser parte de laboratorio nanoFAB y descubrir un área en la cual se tiene muchas puertas abiertas de investigación para salir adelante y construir un mundo con mayor interés en la ciencia.

Al comité de seguimiento de tesis el cual está conformado mi directora de tesis la Dra. Alicia Vera Marquina, mi Co-director el Dr. Antonio Ramos Carrasco, el Dr. Jose Rafael Benito Noriega Luna, el Dr. Armando Gregorio Rojas Hernández, y el coordinado el Dr. Dainet Berman Mendoza. Por guiarme y aconsejarme con palabras constructivas durante todos los seminarios presentados de tesis.

Al Dr. Jose Rafael Benito Noriega Luna, por su gran capacidad e inteligencia con el diseño y control de sistemas, se agradece mucho el uso de su laboratorio de mecanismos para realizar el maquinado del sistema CVD.

Al Dr. Carlos Zúñiga Islas, por su gran apoyo y asesoría durante la estancia de investigación en el Instituto Nacional de Astrofísica, Óptica y Electrónica (INAOE) para el desarrollo final del dispositivo.

Al laboratorio de investigación nanoFAB (UNISON) por el constante apoyo y uso de sus instalaciones para el desarrollo de este trabajo de investigación.

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT), por el estímulo económico durante 24 meses para realizar este trabajo de investigación.

Muchas Gracias a todos.

Índice general	
Dedicatoria	V
Agradecimientos.....	VII
1. Introducción	1
1.1. Antecedentes y Justificación	2
1.2. Hipótesis	3
1.3. Objetivos	3
1.3.1. Objetivos específicos	3
1.4. Estructura de la tesis.....	3
2. Fundamentos.....	5
2.1. Transistores de efecto de campo	5
2.2. Tipos de transistores FET	7
2.2.1. Transistor de efecto de campo de unión.....	7
2.2.2. Transistor de efecto de campo metal-óxido-semiconductor.....	8
2.2.3. Transistor de efecto de campo metal-semiconductor.	9
2.3. Pseudo-transistor FET	10
2.4. Semiconductores usados en los transistores FET.	10
2.5. Óxido de Zinc	10
2.6. Propiedades generales del ZnO.....	11
2.7. Estructura cristalina	12
2.8. Métodos de Síntesis.....	14
2.9. Técnicas de caracterización del ZnO	16
3. Sistema de depósito por vapor químico.....	25
3.1. Diseño del sistema por vapor químico	25
3.2. Implementación del sistema CVD	28

3.3. Pruebas de vacío	33
3.4. Rampa de Temperatura	33
3.5. Flujo de gases	34
3.6. Síntesis de ZnO por CVD usando un diseño de experimentos	35
4. Resultados.....	39
4.1. Determinación de la estructura cristalina por medio de Difracción de rayos X (XRD).....	39
4.2. Resultados de microscopia electrónica de barrido (SEM).	41
4.3. Resultados de espectroscopia Raman.	43
4.4. Resultados de fotoluminiscencia (PL).	44
4.5. Resultados de catodoluminiscencia del ZnO.	45
4.6. Diseño y fabricación del transistor de ZnO	46
4.7. Caracterización por I-V de los transistores de ZnO	48
4.6. Resultados I-V del transistor.....	50
5. Conclusiones	53

Índice de Figuras

Figura 1. Curvas I-V características de un FET. La línea gris representa la frontera entre el régimen lineal y el de saturación	6
Figura 2. Transistores de efecto de campo: a) FET con canal n y b) FET con canal p	6
Figura 3. Estructura de un JFET con sus tres terminales: compuerta, drenaje y fuente.	7
Figura 4. Estructura de un transistor MOSFET canal n.....	8
Figura 5. Esquema básico de un transistor MESFET.....	9
Figura 6. Muestra del óxido de zinc en polvo y mineral zincita.....	11
Figura 7. Representación de las estructuras cristalinas del ZnO: (a) rocksalt, (b) zinc blenda y (c) wurtzita.....	13
Figura 8. Diagrama de crecimiento de capas atómicas por ALD.....	14
Figura 9. Diagrama de la técnica de síntesis sol-gel	15
Figura 10. Diagrama del proceso de depósito CVD.	16
Figura 11. Diagrama básico del proceso MOCVD.....	16
Figura 12. Esquema del proceso de difracción de rayos X	17
Figura 13. Difractograma característico del cristal de ZnO.....	18
Figura 14. Diagrama del microscopio electrónico de barrido (SEM)	19
Figura 15. Interacción entre el haz de electrones y la muestra.	19
Figura 16. Diagrama de transiciones entre estados energéticos para dispersión Raman.....	20
Figura 17. Fenómenos del proceso de fotoluminiscencia.	22
Figura 18. Interacción entre el haz de electrones con la superficie de la muestra	23
Figura 19. Diagrama de un sistema SEM, las flechas de color rojo indican el proceso de obtención de datos para CL.....	24
Figura 20. Dibujos 2D de las tapaderas del reactor CVD.....	25
Figura 21. El bloque A1 cuenta con entrada de gases y el bloque A2 cuenta con salida de gases para sistema de depósito CVD.	26
Figura 22. Tapa 1 y tapa 2 del sistema de depósito CVD.	27

Figura 23. 1) tubo de cuarzo de 3/4", 2) tubo de cuarzo de 1", 3) oring de teflón, 4) oring de neopreno, 5) tubo de acero de 3/4" con reducción a 1/4" swagelok y 6) acople swagelok de 3/4" para conversión de cuarzo a acero.....	27
Figura 24. Diseño final del reactor CVD.	28
Figura 25. Centro de maquinado HAAS modelo MINI MILL.	28
Figura 26. Procesos de programación y simulación de maquinado en CAMWorks (Las líneas de color azul representa los movimientos de corte y las líneas de color rojo representa los movimientos rápidos para la optimización de los tiempos de maquinados).....	29
Figura 27. Bloque de acero inoxidable correspondiente a una de las dos tapaderas del sistema de depósito CVD.	30
Figura 28. Tapas del sistema CVD con los aditamentos swagelok.	30
Figura 29. Imagen del ensamble del Reactor CVD ilustrando las conexiones para la entrada de gases.....	31
Figura 30. (a) Horno thermo scientific de fábrica y (b) acoplamiento del horno en el sistema CVD.	31
Figura 31. Controlador de flujo másico manual Omega modelo FMA-A2304 variable de 0 a 200 SCCM (centímetros cúbicos por minuto).	32
Figura 32. Ensamble final del sistema de depósito de vapor químico (CVD).	32
Figura 33. Imagen de las tapas para la prueba de vacío entre los bloques A1 y B1.	33
Figura 34. Rampa de calentamiento del horno thermo scientific [59].	34
Figura 35. Imagen de la comparación de temperaturas entre los controladores eurotherm 2119 y omega CN7800.	34
Figura 36. Lectura del sensor granville-phillips 375, (a) nitrógeno y (b) oxígeno. .	35
Figura 37. Sistema CVD.....	36
Figura 38. Diagrama de bloques para el crecimiento de películas de ZnO por medio de la técnica CVD.	37
Figura 39. Patrones de difracción de las películas de ZnO depositadas por el medio CVD, donde M1 Tc=936°C,fo=500 sccm, Pc= 100 torr, M2 Tc=936°C,fo=500 sccm, Pc= 10 torr, M3 Tc=936°C,fo=300 sccm, Pc= 100 torr, M4	

Tc=936°C,fo=300 sccm, Pc= 10 torr, M5 Tc=793°C,fo=500 sccm, Pc= 100 torr, M6 Tc=793°C,fo=500 sccm, Pc= 10 torr, M7 Tc=793°C,fo=300 sccm, Pc= 100 torr, M8 Tc=793°C,fo=300 sccm, Pc= 10 torr.....	40
Figura 40. Imágenes SEM de los depósitos de ZnO, a) M1 Tc=936°C,fo=500 sccm, Pc= 100 torr b) M2 Tc=936°C,fo=500 sccm, Pc= 10 torr c) M3 Tc=936°C,fo=300 sccm, Pc= 100 torr d) M4 Tc=936°C,fo=300 sccm, Pc= 10 torr e) M5 Tc=793°C,fo=500 sccm, Pc= 100 torr f) M6 Tc=793°C,fo=500 sccm, Pc= 10 torr g) M7 Tc=793°C,fo=300 sccm, Pc= 100 torr h) M8 Tc=793°C,fo=300 sccm, Pc= 10 torr.....	42
Figura 41. Espectro Raman de las películas de ZnO depositadas por el método CVD.....	43
Figura 42. Espectros de fotoluminiscencia de las 8 muestras de ZnO obtenidas con el método CVD.	45
Figura 43. Espectros de catodoluminiscencia de las películas de ZnO obtenidas con el método CVD.	46
Figura 44. Proceso de fabricación de los transistores FET de ZnO.	47
Figura 45. Dimensiones de los contactos de los transistores.....	48
Figura 46. Estación de pruebas I-V del laboratorio de microelectrónica.	48
Figura 47. Diagrama de conexiones del equipo de medición I-V para obtener las curvas características de saturación.	49
Figura 48. Diagrama de conexiones del equipo de medición I-V para obtener las curvas de activación.....	49
Figura 49. Curvas características de IDS versus VDS con de voltaje negativo en VGS con diferentes anchos de canal.	50
Figura 50. Curva IDS versus VGS de activación del transistor de ZnO obtenido mediante la técnica CVD.....	51
Figura 51. Curvas características de IDS versus VDS con de voltaje negativo en VGS.....	52

Indice de Tablas

Tabla 1. Propiedades físicas y químicas de ZnO	12
Tabla 2. Valores de los parámetros de red:	13
Tabla 3. Variables del diseño de experimentos	38
Tabla 4. Todas las posibles combinaciones del diseño de experimentos factorial.	38
Tabla 5. Tamaños de cristalita de las películas de ZnO.....	41

Capítulo 1

1. Introducción

En los años recientes, las nuevas tecnologías se han inspirado naturalmente en una intensa búsqueda de investigación de nuevos materiales, principalmente, en materiales semiconductores por ser la base de muchos dispositivos inteligentes y funcionales. La síntesis y la fabricación con óxidos metálicos se han basado generalmente en la modificación y la mejora de las propiedades físicas, eléctricas y morfológicas de estos materiales. Con el propósito de obtener una mayor eficiencia y desempeño según la aplicación destinada [1]. En la actualidad se utiliza el nitruro de galio y aluminio (AlGaN) y el nitruro de galio (GaN) para el desarrollo de transistores de efecto de campo (FET), pero la falta de adherencia en los sustratos y el alto costo de fabricación ha obligado a la búsqueda de nuevos materiales con un ancho de banda (bandgap) grande, como es el caso de óxido de zinc (ZnO) [2-3]. El ZnO es un semiconductor perteneciente a la familia II-VI, con un bandgap de 3.37eV a temperatura ambiente 25°C, tiene una energía de unión de enlace en los excitones de 60meV e involucra una estructura policristalina cuando se obtiene en capas delgadas [4-5]. Algunas de estas propiedades (en especial su alto bandgap) convierten a este óxido metálico como un excelente candidato para aplicaciones en dispositivos optoelectrónicos, transductores acústicos [6], varistores [7], sensores de gas [8], electrodos transparentes [9], entre otros. Además de ser un material de bajo costo, se puede obtener prácticamente con todas las técnicas de depósito, como son: depósito de vapor químico (CVD) [10], sol-gel [11], depósito de vapor químico con metal orgánicos (MOCVD) [12], depósito de capas atómicas (ALD) [13]. La producción de este óxido metálico ha facilitado la fabricación de dispositivos de uso común, mejorando las capacidades para aprovechar el máximo de propiedades que el óxido ZnO posee, con el fin de obtener dispositivos más potentes y más eficientes.

En este proyecto de investigación, se propone el crecimiento del semiconductor ZnO, utilizando la técnica de depósito de vapor químico (CVD, por sus siglas en

inglés), para el desarrollo de transistores de efecto de campo), así mismo, se presenta la fabricación y puesta en marcha de un reactor CVD, diseñado y ensamblado en el centro de investigación nanoFAB de la Universidad de Sonora.

1.1. Antecedentes y Justificación

En 1930 los científicos de los laboratorios de Bell empezaron a desarrollar dispositivos más eficaces que remplazaran los tubos de vacío por su ineficiencia en el proceso de recibir señales, consumir una gran cantidad de energía y ocupar un gran volumen. Los científicos John Bardeen, Walter Brattain y William Schockley recurrieron a un detector basado en silicio, especularon que agregando un tercer contacto al detector podrían controlar la cantidad de corriente que atravesaba al silicio. El dispositivo teóricamente sería capaz de amplificar tan bien como el tubo de vacío, pero sin requerir tanta corriente y en una fracción del espacio. Sin embargo, las amplificaciones que lograban no eran tan buenas pero el científico Brattain colocó un hilo de oro en un triángulo de plástico y lo cortó en una de las esquinas, cuando la punta del triángulo era colocada sobre el sustrato la señal entraba por un contacto y salía incrementada por el otro, por lo que se creó el primer transistor de punto de contacto en 1947 [14]. En 1952 el científico Schockley describió el funcionamiento de los transistores de efecto de campo (FET), basándose en el control del paso de la corriente por el campo aplicado a la puerta, constituida por una o varias uniones [15]. En década de 1970, con el paso de la evolución de la tecnología los transistores formaron parte para el desarrollo de circuitos integrados para la fabricación principalmente en pantallas planas, llevándolo hasta la era actual como el principal potencial para el desarrollo de nuevas tecnologías, siendo este el dispositivo más explotado. En este proyecto de investigación se planea contribuir con la comunidad científica realizando el estudio del material ZnO para el desarrollo de transistores de efecto de campo (FET), para el control de flujos de corriente mediante la aplicación de un gran potencial en la compuerta, para su aplicación en circuitos de control de potencia.

1.2. Hipótesis

Mediante la síntesis de depósito de vapor químico del semiconductor ZnO, su caracterización y el estudio de sus propiedades, se obtendrá la capa activa para un transistor de efecto de campo.

1.3. Objetivos

1.3.1. Objetivos específicos

Los objetivos del presente trabajo son:

- Construcción y puesta en marcha del sistema de depósito para el semiconductor ZnO.
- Sintetización de películas de ZnO mediante la técnica de CVD a base de un diseño de experimentos factorial.
- Caracterización de superficie, estructural, óptica y composición de los depósitos de ZnO.
- Fabricación y caracterización de transistores de efecto de campo utilizando al ZnO como semiconductor activo.
- Obtención de las curvas I-V de los transistores a base de ZnO utilizando una estructura pseudoFET.

1.4. Estructura de la tesis

El trabajo de investigación se ha dividido en cinco capítulos:

En el primer capítulo se realiza una breve introducción del trabajo a desarrollar, metodología, la justificación del proyecto y los objetivos a cumplir.

El segundo capítulo se presenta una breve introducción de los transistores de efecto de campo (FET), donde se presentan las diferentes estructuras de FETs y tipos de canales que existen con diferentes materiales. Además, se presenta las propiedades físicas, eléctricas y estructurales del ZnO, siendo éste el material base para el diseño y fabricación de los pseudo-transistores. Por último, se

presentan los diferentes métodos de síntesis utilizados para la obtención del ZnO y las diferentes técnicas de caracterización que existen de materiales.

El sistema propuesto (CVD) fue fabricado en la Universidad de Sonora, por lo que en el tercer capítulo se describe el proceso de diseño, ensamblado y puesta en marcha del sistema de depósito de vapor químico CVD.

En el cuarto capítulo se presentan los resultados obtenidos y el análisis de las películas de óxido de zinc obtenidas con la técnica de depósito por vapor químico. Además de los resultados del proceso de diseño, fabricación y caracterización eléctrica de los pseudo-transistores de ZnO.

Y para finalizar en el capítulo cinco se presenta la conclusión del estudio de las películas de ZnO para el desarrollo de transistores, realizadas con la técnica CVD.

Capítulo 2

2. Fundamentos

Para un mayor desarrollo del presente trabajo es necesario conocer los principios básicos de los materiales semiconductores en general, conocer las principales propiedades del óxido de zinc, los diferentes métodos de síntesis y finalmente las diferentes arquitecturas de los transistores de efecto de campo. Esto con el fin de establecer las bases teóricas, para el mejor entendimiento en el diseño, desarrollo y discusión de los resultados presentados en el capítulo 5.

2.1. Transistores de efecto de campo

El termino efecto de campo se compara con la capacidad que tiene un imán para atraer limaduras de metal hacia sí mismo sin requerir un contacto real. Para los transistores de efecto de campo las cargas presentes establecen un campo eléctrico, el cual controla la ruta de conducción del circuito de salida sin que requiera contacto directo entre las cantidades de control y las controladas. Al aplicar un potencial de voltaje en la terminal de control este produce el campo eléctrico que permite el paso de corriente entre las dos terminales de circuito cerrado [16]. Los FETs se caracterizan mediante las representaciones de intensidad contra potencial (I-V). Existen dos regiones de funcionamiento de un transistor denominados, región lineal donde la corriente está descrita por una parábola y la región de saturación donde la corriente fluye del emisor al colector (I_{DS}) independientemente del voltaje aplicado (V_{SD}). En la Figura 1 se presenta la gráfica característica de los transistores FET, la línea de color gris es la representación de la frontera entre las regiones.

Las regiones de transporte se pueden describir mediante las siguientes ecuaciones:

Régimen lineal:

$$I_{SD} = \frac{w}{L} \mu C V_{SD} (V_G - V_T - \frac{1}{2} V_{SD}) \quad (1)$$

Régimen de saturación:

$$I_{SD} = \frac{W}{2L} \mu C (V_G - V_T)^2 \quad (2)$$

donde:

L: Longitud del transistor.

W: Anchura.

C: Capacitancia por unidad de área de la capa aislante.

μ : Movilidad de los transportadores de carga.

V_G : Voltaje de compuerta.

V_T : Voltaje de umbral.

V_{SD} : Diferencial de voltaje entre fuente (S) y drenaje (D)

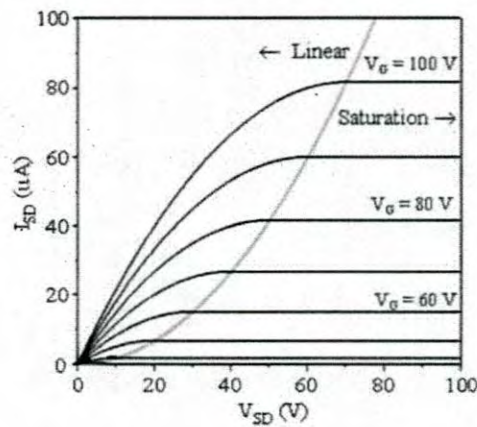


Figura 1. Curvas I-V características de un FET. La línea gris representa la frontera entre el régimen lineal y el de saturación [17].

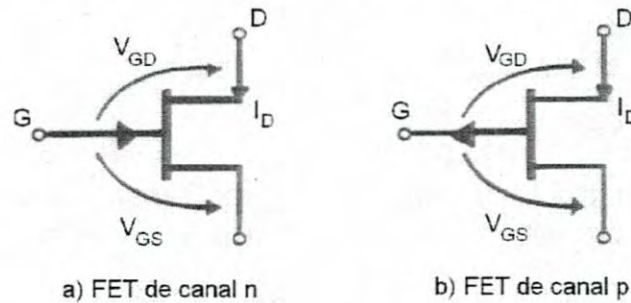


Figura 2. Transistores de efecto de campo: a) FET con canal n y b) FET con canal p [18].

El FET es un dispositivo que se puede emplear en una gran variedad de aplicaciones, a la par que el transistor BJT. La gran diferencia que existe entre estos dos transistores, es el hecho que el BJT se controla por medio de corriente y el FET es un dispositivo que se controla por un voltaje. Es de gran importancia tener en cuenta que el BJT es un dispositivo bipolar y el FET es un dispositivo unipolar que depende únicamente de la conducción del canal (huecos o electrones) [18]. En la Figura 2 se presenta los símbolos del FET, la flecha indica el sentido de la conducción de la unión compuerta-canal.

2.2. Tipos de transistores FET

Los transistores de efecto de campo se dividen en tres tipos: el transistor de efecto de campo de unión (JFET), el transistor de efecto de campo metal-óxido-semiconductor (MOSFET) y por último el transistor de efecto de campo metal-semiconductor (MESFET).

2.2.1. Transistor de efecto de campo de unión.

El transistor de efecto de campo de unión (JFET), consiste en un canal de un semiconductor tipo P o N, que contiene los tres contactos característicos de los transistores FET, Fuente (F), drenaje (D) y compuerta (G), tal y como se presenta en la Figura 3. El principal funcionamiento de los JFET, es controlar la corriente que fluya de drenaje-fuente, por medio de la aplicación de un campo eléctrico al tercer terminal [19].

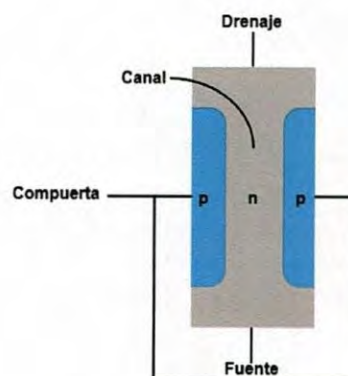


Figura 3. Estructura de un JFET con sus tres terminales: compuerta, drenaje y fuente [19].

En la compuerta y el canal se genera una unión $p-n$ que se mantiene en polarización inversa, produciendo dos efectos:

- Se forma una zona de carga espacial en el canal.
- Se genera una alta impedancia en la compuerta (parecido a un diodo polarizado inversamente).

El JFET nunca opera con la compuerta polarizada directamente, no hay una corriente que fluya por la compuerta, salvo por la corriente de fuga [20].

2.2.2. Transistor de efecto de campo metal-óxido-semiconductor.

En la Figura 4 se muestra la estructura básica de un transistor MOSFET, el cual está conformado por cuatro terminales: el primer contacto es el de compuerta (G) que se encuentra en la parte superior del transistor, el segundo contacto ubicado en la parte inferior corresponde al sustrato o bulk (B) y por último las otras dos terminales son la fuente (S) y el drenaje (D) por donde fluye la corriente cuando se activa el MOSFET [21].

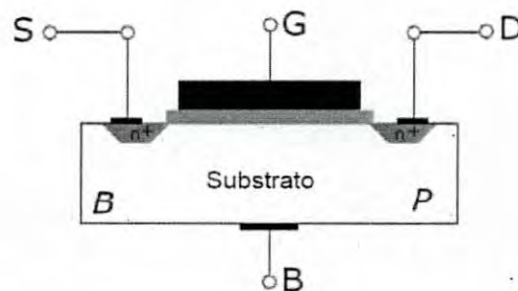


Figura 4. Estructura de un transistor MOSFET canal n.

Existen dos tipos de MOSFET, de enriquecimiento y de agotamiento. Los MOSFET de tipo enriquecimiento están normalmente apagados, debido a la alta resistividad del canal y ausencia de portadores dentro de éste, el mínimo de corriente que fluye de drenaje-fuente $V_{GS} = 0V$. Los de agotamiento son inversos a los de enriquecimiento, están normalmente encendidos, donde el máximo de corriente fluye del drenaje a la fuente cuando no hay diferencia en el voltaje que se aplica entre las terminales de compuerta y fuente ($V_{GS} = V_G - V_S = 0V$). Ambos

tipos de MOSFET, operan al momento de aplicar un voltaje en la compuerta, alterando el flujo de portadores en el canal drenaje-fuente [22].

2.2.3. Transistor de efecto de campo metal-semiconductor.

En la Figura 5 se presenta un esquema básico de un MESFET, el cual cuenta con una región activa moderadamente contaminada y depositada sobre un sustrato. El canal por lo general es de arseniuro de galio (GaAs) por su alta movilidad. En la parte inferior de la lámina activa se encuentra el buffer, el cual es utilizado para evitar las impurezas al momento de procesar el transistor. En la parte superior se encuentran los contactos de fuente (S) y drenaje (D), por donde fluye la corriente. La compuerta (G) forma una barrera Schottky con el canal, formando a cero voltios una región de agotamiento extendida por todo el canal.

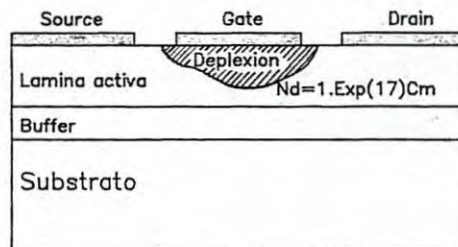


Figura 5. Esquema básico de un transistor MESFET [23].

Cuando a un MESFET se le aplica un pequeño diferencial de potencial entre las terminales de drenaje-fuente, se genera una corriente proporcional a la tensión de polarización que fluye a través del canal, dando un comportamiento lineal parecido al de una resistencia. A medida que aumenta el diferencial de potencial, los electrones del semiconductor alcanzan su máxima densidad de corriente, produciendo la saturación de corriente en el canal. La unión Schottky de la compuerta produce una región de carga espacial que está completamente libre de portadores y se extiende por toda la parte superior del canal. Por lo tanto, la corriente entre el drenaje (D) y la fuente (S) queda reducida por la existencia de la zona de agotamiento [24].

2.3. Pseudo-transistor FET

Los pseudo-transistores de efecto de campo han sido reportados como estructuras de apilamiento, por lo general son estructuras planas empalmadas una sobre otra cuyo principal funcionamiento es actuar como interruptor al aplicar un campo eléctrico, dejando el paso de flujo de corriente o impidiéndolo, dependiendo de la carga aplicada en su terminal de activación [25-26]. La diferencia entre un transistor de efecto de campo comercializado a un pseudo-transistor, es el proceso de fabricación de cada uno. El FET comercial pasa por diferentes procesos controlados, principalmente por litografía para el trazado de contactos o uniones de diferentes materiales. A diferencia, el pseudo-FET es un trabajo que se realiza sin el proceso de litografía, representando un prototipo de investigación y desarrollo.

2.4. Semiconductores usados en los transistores FET.

Existen diferentes materiales semiconductores utilizados para el diseño de transistores de efecto de campo, donde el principal funcionamiento del material semiconductor es la capa activa para crear o remover el canal dependiendo del voltaje aplicado. Los materiales semiconductores más utilizados en la industria para la fabricación de transistores comerciales son el germanio (Ge), silicio (Si), arseniuro de galio (GaAs) y el aluminio silico (Al-Si). El germanio fue el primer material utilizado para el desarrollo de los transistores. En la actualidad los transistores de silicio son los predominantes, pero en ciertas versiones se utiliza el arseniuro de galio (GaAS) para aplicaciones de alto rendimiento [27]. Sin embargo, los óxidos metálicos han mostrado un gran potencial para estas aplicaciones.

2.5. Óxido de Zinc

El óxido de zinc es un material semiconductor que se ha estudiado ampliamente en los últimos años, por lo general el ZnO posee excelentes propiedades físicas para el desarrollo de dispositivos electrónicos [28]. El ZnO es un compuesto químico de color blanco, se encuentra en estado natural en la zincita. Este mineral

por lo general contiene manganeso y otros elementos. La zincita es usualmente encontrado en colores amarillo, naranja y rojo. En la Figura 6 se presenta una muestra en polvo de ZnO y el mineral zincita [29].



Figura 6. Muestra del óxido de zinc en polvo y mineral zincita [20].

Las muestras sin purificar de ZnO presentan una conductividad tipo-n con valores altos de resistividad eléctrica ($\rho \sim 10^8 \Omega cm$), esta resistividad es provocada por los defectos presentes en la red cristalina y se relacionan con las vacancias de oxígeno e intersticios de átomos de zinc [30].

2.6. Propiedades generales del ZnO

El ZnO es un semiconductor binario perteneciente al grupo II-IV, cuyos elementos pertenecen al grupo II-B en el caso del zinc (Zn) y VI-A en el caso del oxígeno (O). Es un semiconductor que tiene una banda de energía prohibida de 3.37 eV a temperatura ambiente y una energía de unión electrón-hueco (excitón) de 60 meV. Su alta ionicidad se debe a la diferencia de electronegatividades que hay entre el zinc y el oxígeno, provocando que la estructura cristalina del ZnO sea más estable, en la Tabla 1 se presentan algunas propiedades características del ZnO [31-33].

Tabla 1. Propiedades físicas y químicas de ZnO [34]:

Propiedades	Símbolo (unidades)	Valor
Temperatura de fusión	$T_f(K)$	>2250
Densidad	$\rho(kg.cm^{-3})$	5675
Entalpia de formación	$\Delta H(J.mol^{-1})$	6.5×10^5
Entropía de formación	$\Delta S(J.mol^{-1}.k^{-1})$	100
Calor específico	$C_p(J.mol^{-1}.k^{-1})$	41
Coeficiente de expansión térmica	$\alpha_a (k - 1)$	6.5×10^{-6}
	$\alpha_c (k - 1)$	3.0×10^{-6}
Conductividad térmica	$\lambda(W.m^{-1}.K^{-1})$	0.6
Módulo de cizalla	H(GPa)	44
Gap (300k)	$E_g (eV)$	3.3
Energía de enlace excitónico	$E_b (meV)$	60
Masa efectiva de los electrones	m_n	$0.28.m_0$
Masa efectiva de los huecos	m_p	$0.59.m_0$

2.7. Estructura cristalina

La mayoría de los compuestos binarios del grupo II-IV cristalizan en estructuras cubica tipo zinc blenda o estructura hexagonal tipo wurtzita [35]. En donde cada anión se encuentra rodeado de cuatro cationes en las esquinas del tetraedro, y viceversa. Esta coordinación tetraédrica es característica del enlace covalente con hibridación sp^3 (interacción entre los orbitales atómicos) [36]. Dándole al material las mismas propiedades de un piezoeléctrico, se puede describir como una combinación alternada de planos de átomos de oxígeno y de planos de átomos de zinc aplicados a lo largo del eje [37]. La Figura 7 presenta las diferentes estructuras cristalinas del ZnO, donde los círculos de color negro representan a los átomos de oxígeno (O) y los círculos de color gris representa a los átomos de zinc (Zn) en la estructura cristalina [38].

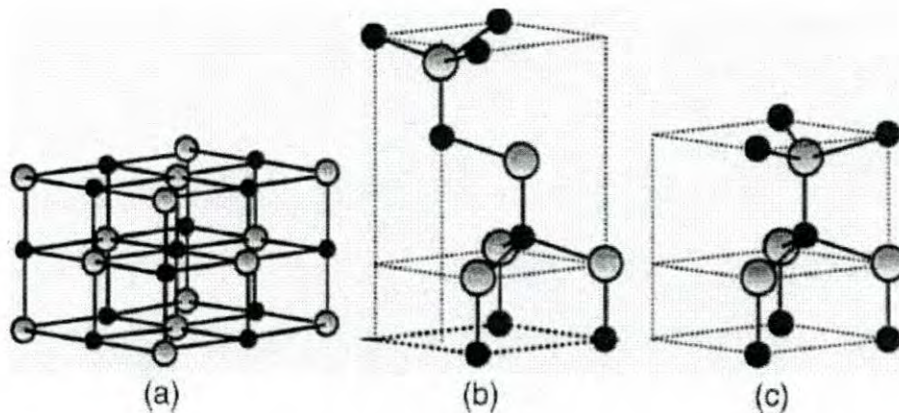


Figura 7. Representación de las estructuras cristalinas del ZnO: (a) rocksalt, (b) zinc blenda y (c) wurtzita [38].

La estructura cristalina más estable a temperatura ambiente es la wurtzita y por lo tanto es la más común. Esta estructura tiene parámetros de red "a" y "c", correspondiente a la longitud del borde del hexágono y la altura de la celda unitaria, respectivamente. Estos parámetros son determinados por medio de mediciones experimentales y cálculos teóricos del ZnO. En la Tabla 2 se presentan los valores de los parámetros de red de la estructura tipo wurtzita.

Tabla 2. Valores de los parámetros de red:

Parámetros de malla	Valor
a	3.25 Å
c	5.20 Å
b	a = b
Razón $\frac{c}{a}$	1.633
μ	0.3817 – 0.3856 Å

La estructura cristalina pertenece al grupo C_{6v}^4 en la notación Schoenflies o $P6_3mc$ en la notación Herman-Mauguin, el parámetro "u" es el desplazamiento de cada átomo y se define como la longitud de la unión paralela al eje c [39-40].

2.8. Métodos de Síntesis

El óxido de zinc es un material muy versátil que puede ser depositado con diferentes técnicas, entre las cuales se encuentran: depósito por capas atómicas (ALD, por sus siglas en inglés), Sol-gel y depósito de vapor químico (CVD, por sus siglas en inglés), por mencionar algunas.

En el caso de ALD, esta es una técnica que permite controlar el crecimiento de las películas de cualquier material a nivel atómico, se basa principalmente en obtención secuencial de estados estables y auto controlados en la superficie del sustrato por medios de ciclos ALD. Cada reacción que ocurre adentro de los sistemas ALD deja una capa al final de cada ciclo. El crecimiento de una película por medio de esta técnica se da a través de un procedimiento cíclico de cuatro pasos [41]:

- a) Liberación de un precursor, a base de zinc (DEZ)
- b) Purga del sistema
- c) Liberación del precursor oxidante (H_2O)
- d) Purga del sistema

En la Figura 8 se presenta el diagrama del proceso de depósito del ALD

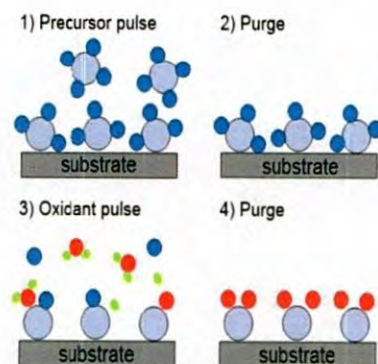


Figura 8. Diagrama de crecimiento de capas atómicas por ALD [42].

Por otro lado, el proceso de sol-gel permite la fabricación de materiales amorfos y policristalinos, ésta es una técnica versátil y de bajo costo y se basa en la síntesis química que se inicia con la suspensión coloidal de partículas sólidas en un líquido

(Sol), seguida por una hidrólisis y condensación de éste sol para formar un material sólido lleno de solvente (gel). El solvente se puede extraer del gel dejándolo reposar a temperatura ambiente por un periodo llamado envejecimiento, en el cual el gel se encogerá expulsando el solvente y agua residual. En la Figura 9 se presenta el diagrama de la técnica sol-gel con las diferentes etapas de gelación (alcogel: también llamado gel, aerogel: secado del gel en condiciones supercríticas, xerogel: secado del gel por evaporación en condiciones normales) [43].

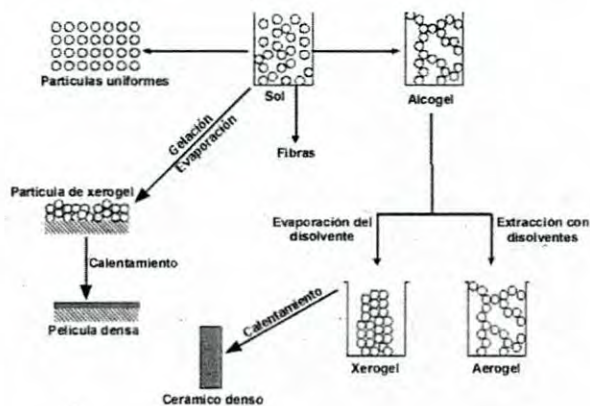


Figura 9. Diagrama de la técnica de síntesis sol-gel [43].

En el caso de la técnica CVD, esta puede encontrarse con diferentes variantes. El depósito de vapor químico, es una técnica principalmente para recubrimientos sólidos delgados sobre diversas superficies. El CVD involucra el flujo de un gas precursor hacia adentro de una cámara que contiene un sustrato a alta temperatura, el cual será recubierto con una película delgada, como resultado de reacciones químicas que ocurren sobre, o cerca, de la superficie caliente del sustrato. El desarrollo del recubrimiento se acompaña de subproductos que no reaccionaron y son extraídos afuera de la cámara por medio de una bomba de vacío. Este proceso suele implementarse con reactores de pared fría o caliente, que operan a temperaturas totales desde 200 a 1600 °C [44]. Los principales parámetros que caracterizan a los sistemas CVD son la temperatura del sustrato, el flujo de gases y la presión en la que se mantienen el reactor durante el depósito. Además, son importantes los parámetros geométricos referentes tanto a la forma

del reactor o su posición. En la Figura 10 se presenta un diagrama del proceso de depósito CVD [45]. El caso MOCVD es una técnica especial y variante de la técnica CVD, ésta se caracteriza por utilizar moléculas organometálicas como precursores, debido a que los organometálicos poseen uno o más enlaces covalentes metal-carbono, mucho más débiles que los enlaces metal-X, se puede generar recubrimientos a menores temperaturas que en el CVD convencional. El MOCVD proporciona buenas propiedades de protección contra la corrosión y puede recubrir geometrías complejas [46]. En la Figura 11 se presenta un diagrama básico del proceso de síntesis con la técnica MOCVD.

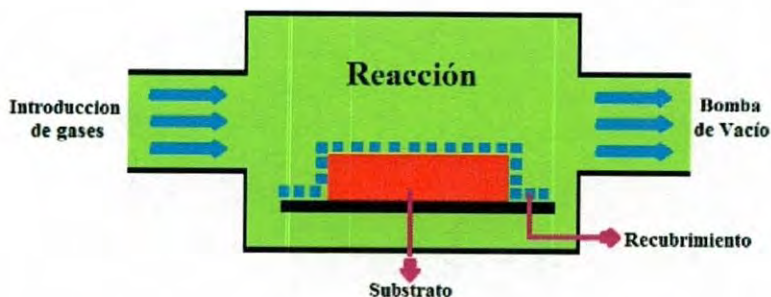


Figura 10. Diagrama del proceso de depósito CVD.



Figura 11. Diagrama básico del proceso MOCVD [47]

2.9. Técnicas de caracterización del ZnO

La caracterización de todo material semiconductor requiere de diversas técnicas experimentales para conocer las diferentes propiedades ópticas, morfológicas y estructurales. Para determinar la estructura cristalina de los materiales, existe la técnica de difracción de rayos X (XRD, por sus siglas en inglés). En particular, en un cristal los átomos tienen un ordenamiento bien definido que crea estructuras

cristalinas que tienen un efecto sobre algunas radiaciones incidentes. La difracción de rayos X es una técnica para la identificación de compuestos y fases cristalinas a través de sus patrones. En XRD se utiliza la ecuación de la ley de Bragg para el estudio de las difracciones del material. En la Figura 12 se presenta el esquema del fenómeno que ocurre al momento hacer difracción en un material cristalino y la ecuación (3) que explica la ley de Bragg.

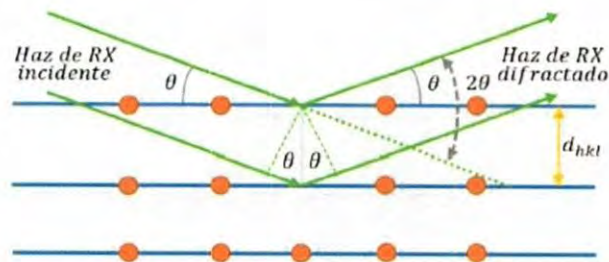


Figura 12. Esquema del proceso de difracción de rayos X [48].

$$2d_{hkl}\text{sen}\theta = \lambda \quad (3)$$

Donde:

d_{hkl} : es la distancia entre los planos (hkl) de la red cristalina.

θ : es el ángulo de difracción de Bragg.

λ : longitud de onda de los rayos X, por lo general es 1.54\AA .

En un material policristalino al cual se le radia con rayos X, el ángulo formado entre el haz difractado con el haz incidente es de 2θ . El difractograma que se obtiene consiste en una serie de picos, donde cada pico corresponde a los rayos X difractados por una familia específica de planos (hkl) en la muestra [49]. En la Figura 13 se presenta el difractograma con los picos característicos del material cristalino ZnO.

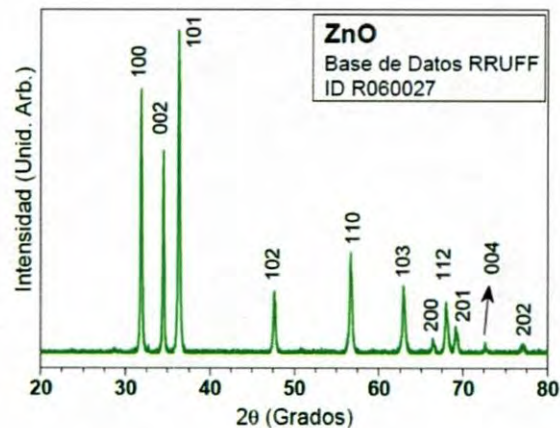


Figura 13. Difractograma característico del cristal de ZnO [49].

Otra caracterización importante ha sido la microscopía electrónica de barrido (SEM, por sus siglas en inglés), es una técnica de caracterización que permite obtener información sobre la morfología de la superficie. Esta técnica consiste en utilizar un haz de electrones para observar pequeñas partículas o estructuras que estén presentes en la superficie de un material. Los microscopios electrónicos de barridos están principalmente compuestos por una columna electrónica, un circuito de bombeo para obtener un alto vacío, detectores para obtener una señal de la muestra, una pantalla de video para observar las imágenes y controladores de barrido para analizar una región específica del área efectiva de la muestra analizada como se presenta en la Figura 14. La fuente generadora de electrones normalmente es de tungsteno, se le conoce como fuente de punta caliente por la gran cantidad de corriente que fluye por el filamento. El haz de electrones es acelerado por un alto voltaje y es enfocado por medio de lentes electromagnéticas.

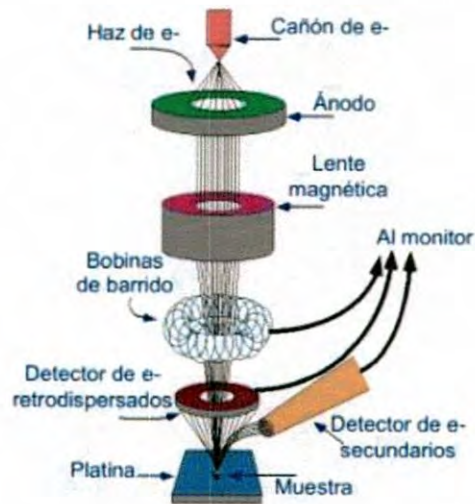


Figura 14. Diagrama del microscopio electrónico de barrido (SEM) [50].

La interacción entre el haz de electrones con la muestra, genera electrones secundarios, electrones auger y rayos x como se muestra en la Figura 15. Los electrones secundarios son aquellos que se producen cuando el electrón pasa muy cerca del núcleo del átomo del material, proporcionando la suficiente energía a los electrones de valencia para salir del material. Estos electrones poseen una energía muy baja menos de 5eV, por lo que solo salen los electrones que se encuentran en la superficie, obteniéndose de ellos la imagen de la topografía del material [50-51].

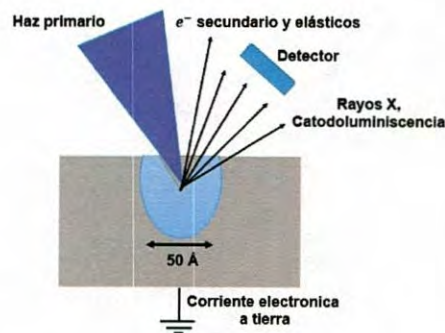


Figura 15. Interacción entre el haz de electrones y la muestra.

Una técnica adicional es la espectroscopia Raman, la cual es un análisis de la luz dispersada de una muestra por colisiones inelásticas. Al radiar una muestra con

luz monocromática, la luz dispersada tendrá componentes con un corrimiento de frecuencia característica. Este efecto es debido a la creación o aniquilación de excitones elementales al momento de incidir un haz de frecuencia ω_0 en un material, la luz dispersada de la misma frecuencia ω_0 se denomina dispersión de Rayleigh y la pequeña porción dispersada inelásticamente se denomina dispersión Raman. Si el fotón dispersado tiene una frecuencia menor a la incidente, se produce una transferencia de energía del fotón a la molécula ($\omega_0 - \omega_k$) y le se conoce como dispersión Raman Stokes, pero si el fotón dispersado tiene una frecuencia mayor a la incidente, se produce una transferencia de la molécula en el fotón ($\omega_0 + \omega_k$) denominándolo Raman anti-Stokes. Lo descrito anteriormente se muestra en la Figura 16.

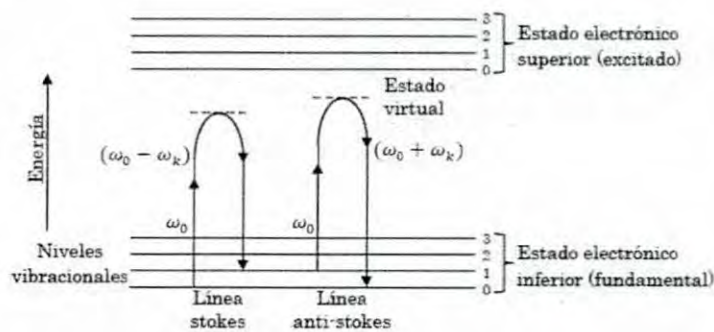


Figura 16. Diagrama de transiciones entre estados energéticos para dispersión Raman [52].

Dado que la variación armónica de un dipolo está asociada a la presencia de un fotón de frecuencia igual a la variación armónica del dipolo, la expresión obtenida para el momento permite identificar tres componentes independientes, que están asociadas a tres fotones salientes diferentes [52]. Cada material tiene un conjunto de valores ω_r característicos de su estructura poliatómica y de naturaleza de los enlaces químicos que la forman. El espectro Raman recoge estos fenómenos representando la intensidad de la luz dispersada en función del número onda normalizado ω al que se produce, siendo éste una magnitud proporcional a la frecuencia e inversamente proporcional a la longitud de onda:

$$\omega = \frac{\omega}{c} = \frac{1}{\lambda} [cm^{-1}] \quad (4)$$

La diferencia entre la frecuencia Raman y la frecuencia incidente normalizada respecto a la velocidad de la luz se obtiene de [53]:

$$\omega = \frac{\omega - \omega_0}{c} [cm^{-1}] \quad (5)$$

Adicionalmente, una técnica utilizada en semiconductores para conocer las líneas características de emisión es la fotoluminiscencia. Este es el proceso de ganancia de energía de un material a través de la absorción de un fotón de determinada longitud de onda, un electrón excitado es promovido de su órbita original a una órbita de mayor energía, creando un par electrón-hueco. Cuando la longitud de onda de excitación es mayor que la longitud de onda emitida, al proceso se le conoce como Stokes o conversión hacia abajo, pero si en el proceso se obtienen emisiones con longitudes de ondas de mayor energía a excitación de longitudes de menor energía se le conoce como proceso anti-Stokes o conversión hacia arriba [54]. En la Figura 17 se presenta los fenómenos que ocurren al momento que el fotón interactúa con el electrón, 1) cuando el electrón absorbe la energía del fotón éste pasa de la banda de valencia a la banda de conducción creando un par electrón-hueco ligados por fuerzas coulombianas, formando lo que se denomina un excitón. 2) Después de perder energía a través de varios procesos, entre los cuales los más importantes son la interacción con la red y los demás electrones presentes en la banda de conducción, el electrón se relaja hasta el límite inferior de la banda de conducción. De igual forma el hueco se relaja hacia el límite superior de la banda de valencia, en un tiempo de nano segundos el electrón y el hueco se recombinan mediante la emisión de un fotón. 3) Si el material semiconductor presenta trampas entre la banda de conducción y la banda de valencia puede que un electrón que se encuentre en la trampa absorba energía de un fotón y éste pase de la banda de conducción generando el par electrón-hueco. 4) Al momento que el electrón pierde energía este puede regresar a la trampa o pasar directamente a la banda de valencia. Lo mencionado anteriormente da paso también a la 5) captura de electrones de menor energía por la trampa, 6) al perder la poca energía éste regresa a la banda de valencia [55].

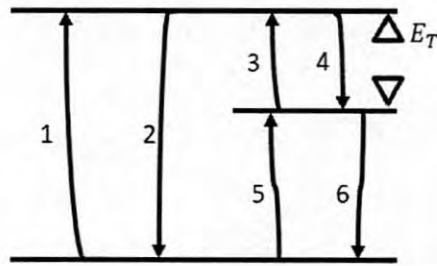


Figura 17. Fenómenos del proceso de fotoluminiscencia.

La interpretación teórica de la regla de Stokes se puede expresar suponiendo que cada fotón ($h\nu$) emitido durante la luminiscencia se obtiene a expensas de un fotón cualquiera absorbido ($h\nu_0$). Una parte de la energía (A) del fotón absorbido se gasta en ciertos procesos intermoleculares, de forma que, según al principio de la conservación de la energía, se tiene:

$$h\nu = h\nu_0 - A \quad (6)$$

debido a que no toda la energía se absorbe, se emite en forma de energía luminiscente, definiéndolo como el término de salida energética o factor de luminiscencia η como la relación entre la energía emitida y la energía absorbida. En general este factor depende de las condiciones exteriores: temperatura, concentración o impurezas [56].

Un método similar a la fotoluminiscencia, es la catodoluminiscencia (CL), la cuales es una técnica que activa la emisión de fotones utilizando como mecanismo de excitación el haz de electrones de un microscopio electrónico de barrido (SEM). La excitación del material se realiza con los electrones provocando la emisión a través de todos los mecanismos luminiscentes que se encuentren presentes en el material. El análisis de catodoluminiscencia brinda información del material en función de la profundidad sin variar la energía del haz proveniente del haz de electrones proveniente del SEM, este haz tiene un rango de variación de 1 a 30 kV con una corriente de 1 a 5 mA. Cuando un electrón de alta energía interactúa con un material semiconductor, se generan un gran número de pares electrón-hueco, los cuales se recombinan a través de los mecanismos radiactivos. Los fotones

emitidos pueden ser por mecanismos intrínsecos causados por las recombinaciones interbanda o por los mecanismos extrínsecos como los centros luminiscentes por defectos, impurezas o complejos de ambos y tienen niveles energéticos dentro de la banda de energía prohibida (gap), algunas de estas energías pueden corresponder a la radiación ultravioleta (UV), visible o infrarroja [57]. Cuando el haz de electrones proveniente del SEM interactúa con la muestra se producen, además de la catodoluminiscencia, otros efectos como la producción de rayos X, electrones Auger, electrones secundarios (SE), electrones retrodispersados (BSE) y electrones adsorbidos (AE) como se muestra en la Figura 18 [58].

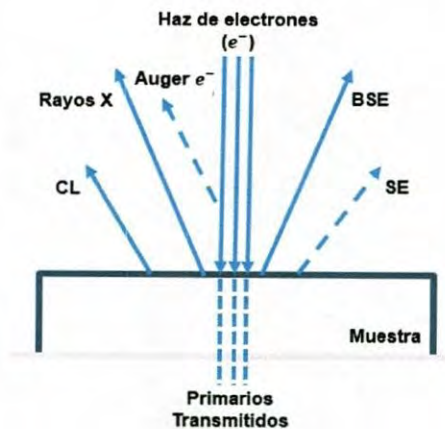


Figura 18. Interacción entre el haz de electrones con la superficie de la muestra

La emisión de catodoluminiscencia se capta con un detector de luz acoplado al SEM por medio de una instalación específica y un mantenimiento cuidadoso. En la Figura 19 se muestra un diagrama de un microscopio electrónico de barrido con el detector de CL.

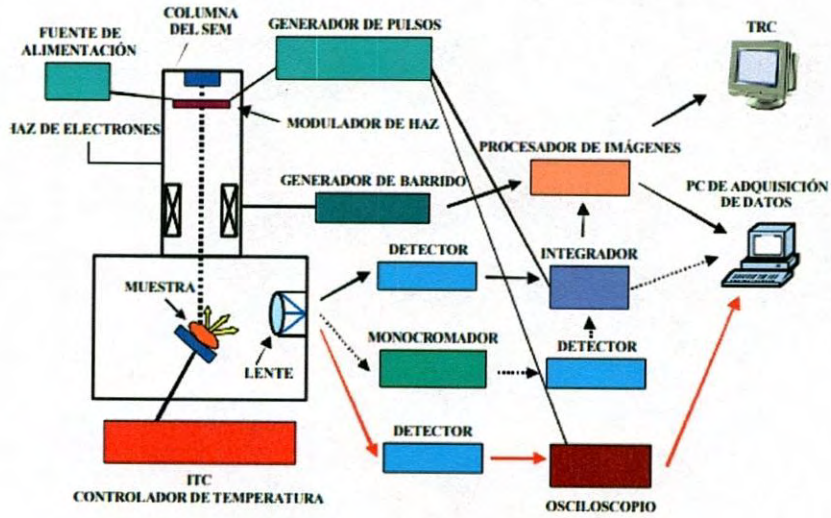


Figura 19. Diagrama de un sistema SEM, las flechas de color rojo indican el proceso de obtención de datos para CL [58].

Capítulo 3

3. Sistema de depósito por vapor químico

Una parte principal de este trabajo de tesis fue el diseño y puesta en marcha del sistema CVD. En este capítulo se presentará el diseño en 3D del sistema de depósito CVD, elaborado con el software de dibujo CAD (Dibujo Asistido por Computadora) "SolidWorks". Partiendo del dibujo en 3D se desarrolló un programa con código G&M para la fabricación de las tapaderas del sistema CVD en un centro de maquinado CNC.

3.1. Diseño del sistema por vapor químico

En la industria moderna los sistemas de depósito de vapor químico industriales presentan un diseño de cierre cilíndrico en las tapaderas de los reactores, esto se debe a la forma de los tubos cilíndricos de cuarzo. Para poder romper el paradigma del uso convencional de las tapaderas cilíndricas se optó por cambiar de un diseño cilíndrico a uno cuadrado, en la Figura 20 se presenta el diseño 2D de las tapaderas del sistema CVD, utilizando el software SolidWorks.

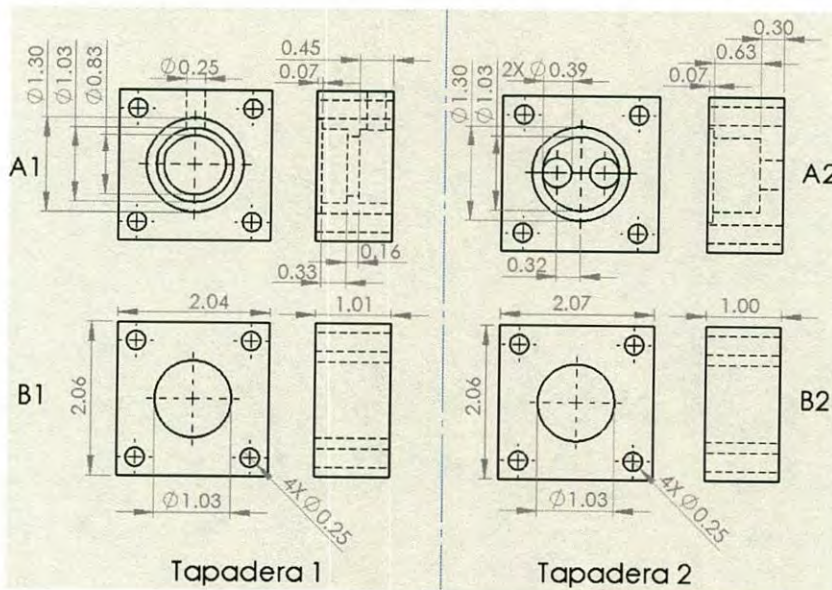


Figura 20. Dibujos 2D de las tapaderas del reactor CVD.

Como se presenta en la Figura 20 el diseño de las tapaderas del reactor es simple y sencillo, ambas tapaderas están conformadas por dos piezas (A y B), al momento de unir las se ejerce un cierre mecánico mediante cuatro tornillos formando una tapa para el sistema de depósito CVD. Se observa detalladamente los bloques B1 y B2 de las tapaderas 1 y 2, tienen el mismo diseño, sin embargo, se observa que los bloques A1 y A2 tienen diferentes cavidades, el bloque A1 va a contener una precámara, la cual tiene la función de introducir el oxígeno por el tubo de 1". En la Figura 21 se presenta las vistas laterales de los bloques A1 y A2.

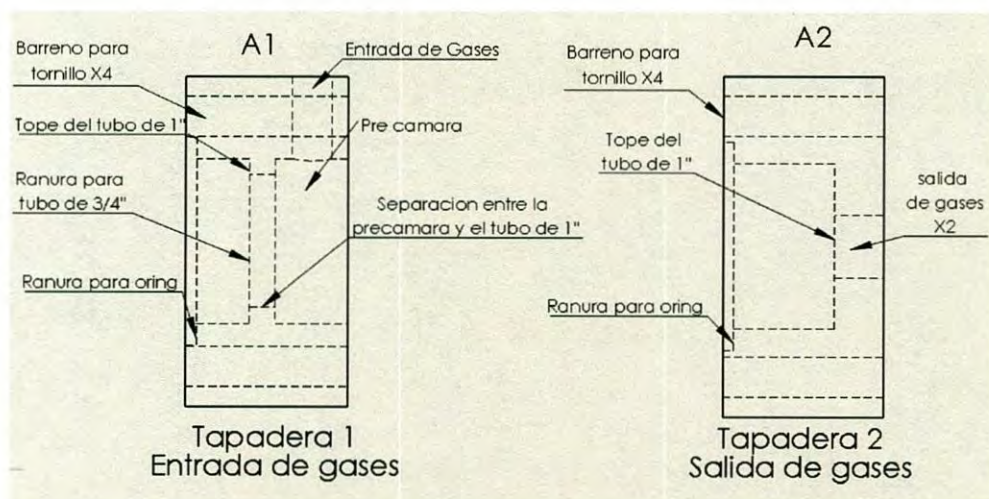


Figura 21. El bloque A1 cuenta con entrada de gases y el bloque A2 cuenta con salida de gases para sistema de depósito CVD.

Partiendo de los planos 2D con las medidas a trabajar, se desarrolló el diseño de las tapaderas del reactor en 3D con SolidWorks, con el fin de obtener un ensamble preliminar de los cuatro bloques formando las dos tapaderas del reactor como se presenta en la Figura 22.

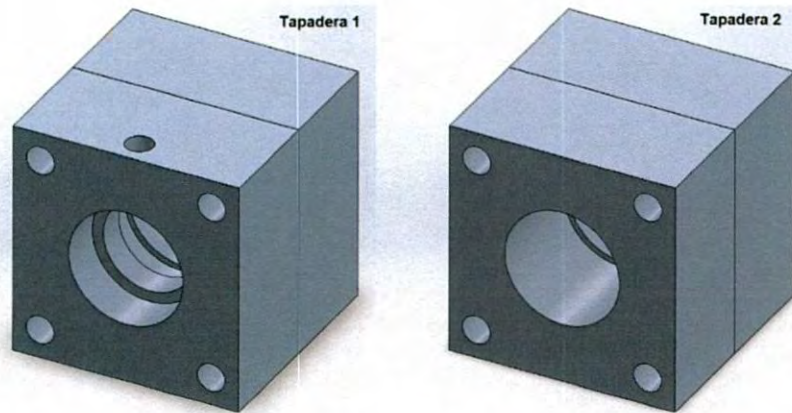


Figura 22. Tapa 1 y tapa 2 del sistema de depósito CVD.

Con el diseño concluido de las tapas del sistema de depósito CVD se optó por dibujar los tubos de cuarzo de 1" y 3/4" de diámetro, los anillos de neopreno de vacío del sistema, los anillos teflón para protección de los tubos de cuarzo y los accesorios *swagelok* del sistema de depósito como se muestra en la Figura 23.

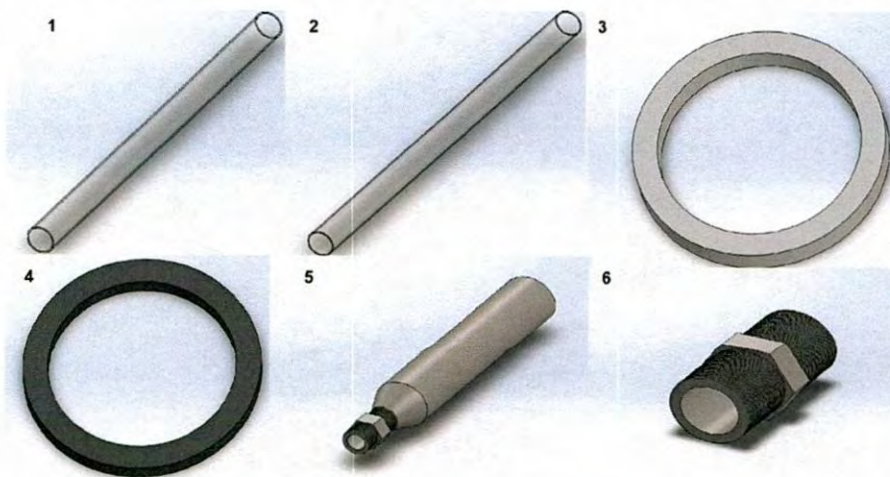


Figura 23. 1) tubo de cuarzo de 3/4", 2) tubo de cuarzo de 1", 3) anillo de teflón, 4) anillo de neopreno, 5) tubo de acero de 3/4" con reducción a 1/4" *swagelok* y 6) acople *swagelok* de 3/4" para conversión de cuarzo a acero.

En la Figura 24 se presenta el ensamble final en 3D del reactor CVD diseñado en SolidWorks, este diseño sólo presenta el reactor, el horno para el calentamiento y control de gases se presenta en el siguiente apartado del este capítulo.

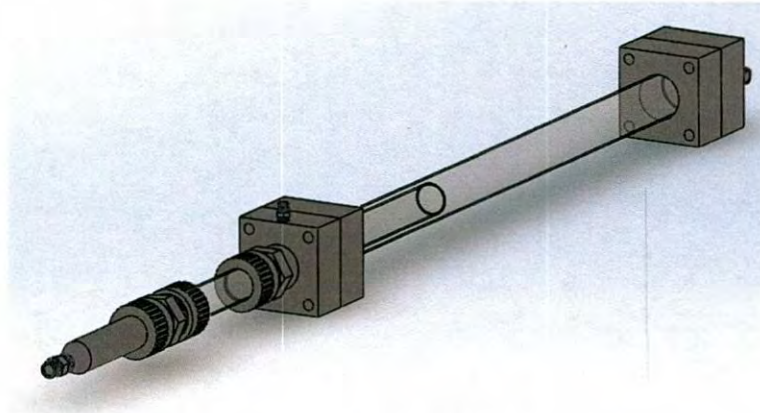


Figura 24. Diseño final del reactor CVD.

3.2. Implementación del sistema CVD

Para llevar a cabo la fabricación de las tapas del reactor CVD, se necesitaron los diseños 3D. SolidWorks cuenta con una herramienta de programación de maquinado llamado "CAMWorks", el cual tiene la función de simular los movimientos de corte y pulido en las tres coordenadas por medio 3 ejes. Utilizando el software de control CNC se programó un centro de maquinado CNC (Control Numérico por Computadora) marca "HAAS" modelo "Mini MILL" como se muestra en la Figura 25 para el desarrollo del reactor hecho en el laboratorio.



Figura 25. Centro de maquinado HAAS modelo MINI MILL.

El centro de maquinado HAAS Mini MILL presentado en la Figura 25 está equipado con cortadores planos de 4 filos de carburo de tungsteno para el devastado, y brocas de cobalto y titanio para el perforado de aceros de alta dureza. Las tapaderas se fabricaron a partir de bloques de acero inoxidable 304 con las siguientes dimensiones específicas: 2" de ancho, 2" de largo y 1" de espesor, con el fin de facilitar el proceso de manufactura de ambas tapaderas. En la Figura 26 se presenta la imagen de la programación en CAMWorks de los bloques de acero por medio de simulación.

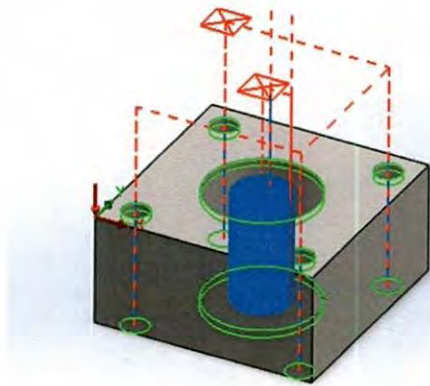


Figura 26. Procesos de programación y simulación de maquinado en CAMWorks (Las líneas de color azul representa los movimientos de corte y las líneas de color rojo representa los movimientos rápidos para la optimización de los tiempos de maquinados).

Las herramientas empleadas para la simulación y maquinado fueron: 1) broca de centro #3 de 7/64" de diámetro, 2) broca de 1/2" de cobalto, 3) broca de 1/4" de titanio y 4) cortador plano de 1/2" de carburo de tungsteno, dichas herramientas se simularon en el programa hasta obtener los movimientos corte y avance como se muestra en la Figura 26. Al finalizar la programación se extrae un código G&M ("G" detalle del tipo de movimiento u operación a ejecutar y "M" funciones misceláneas también conocidas como funciones secundarias) para el control del centro de maquinado CNC. Con el código y el equipo se manufacturaron los cuatro bloques de acero inoxidable, obteniendo al final las dos tapaderas correspondientes al sistema CVD, en la Figura 27 se presenta uno de los cuatro bloques maquinados en el centro de maquinado CNC.



Figura 27. Bloque de acero inoxidable correspondiente a una de las dos tapaderas del sistema de depósito CVD.

Al finalizar la manufacturación de los cuatro bloques de acero inoxidable se requirió de soldadura TIG (tungsten inert gas, soldadura de alto vacío) solamente en los bloques A1 y A2 mencionados anteriormente en la Figura 22, con el fin de acoplar las conexiones swagelok de 1/4" y 3/4" a las tapas, las cuales corresponden a la entrada y salida de gases del sistema CVD como se presenta en la Figura 28.



Figura 28. Tapas del sistema CVD con los aditamentos swagelok.

Con las dos tapas terminadas, se ensamblaron los tubos de cuarzo de 3/4" y 1" hasta la elaborar el reactor CVD como se presenta en la Figura 29.

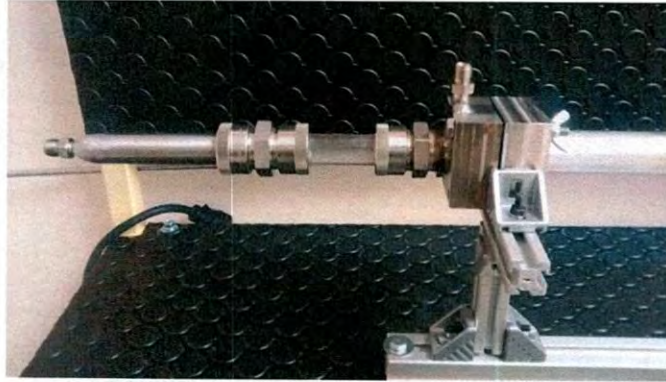


Figura 29. Imagen del ensamble del Reactor CVD ilustrando las conexiones para la entrada de gases.

Los sistemas CVD cuentan con una o varias zonas de calentamiento controladas. En este proyecto se consiguió un horno "thermo scientific" el cual contiene un controlador PID (proporcional, integral y derivativo) "eurotherm 2119", para el control la temperatura en la zona de depósito del reactor. En la Figura 30 (a) se presenta el horno thermo scientific de fábrica y en la Figura 30 (b) se observa el acoplamiento del horno al sistema CVD.

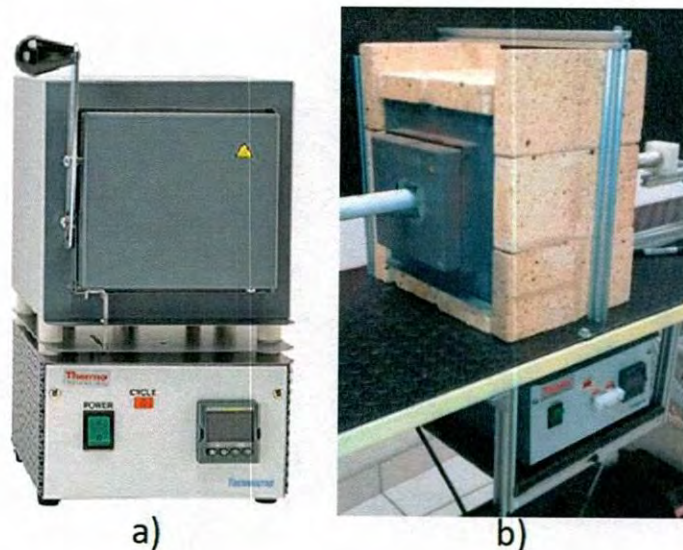


Figura 30. (a) Horno thermo scientific de fábrica y (b) acoplamiento del horno en el sistema CVD.

En la Figura 30 (b) se observa que el horno se ubicó de forma paralela al tubo de cuarzo del sistema, además en la misma imagen se aprecia que la zona de

calentamiento se encuentra cubierta por ladrillos de chimenea, con fin de conservar la temperatura y proteger las resistencias del equipo. Para finalizar con la fabricación del sistema CVD, se instalaron dos medidores de flujo másico para medir la entrada de gases al sistema como se muestra en la Figura 31.



Figura 31. Controlador de flujo másico manual Omega modelo FMA-A2304 variable de 0 a 200 SCCM (centímetros cúbicos por minuto).

En la Figura 32 se presenta el ensamble final del sistema de depósito por vapor químico (CVD), donde cada parte del equipo se encuentra etiquetada.

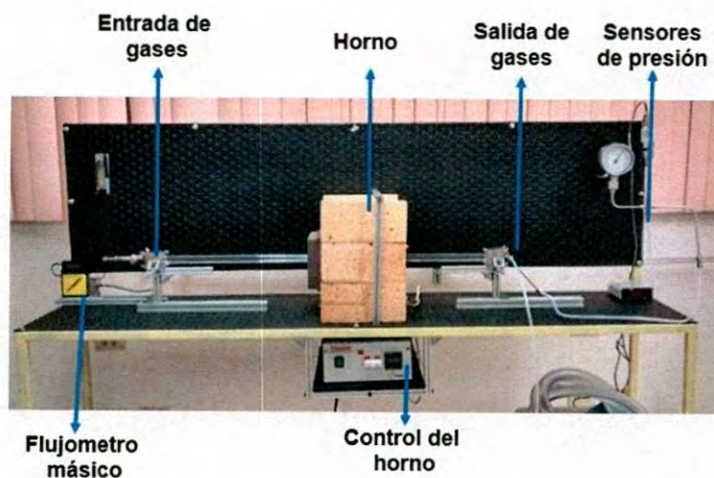


Figura 32. Ensamble final del sistema de depósito de vapor químico (CVD).

Con el equipo ensamblado se realizaron las pruebas de vacío, temperatura y flujos de gases con el fin de poner el equipo a punto para el crecimiento del material ZnO.

3.3. Pruebas de vacío

La primera caracterización del sistema fue la prueba de vacío para la detección de pérdidas de presión. Esta prueba se efectuó utilizando una bomba de vacío marca Edwards modelo RV8, un sensor MKS modelo 660 de baja presión. Las pérdidas de presión en los sistemas ensamblados en los laboratorios por lo general se relacionan con soldadura de baja calidad aplicadas entre las tapas y en las conexiones. En la Figura 33 se presenta la imagen de las tapas con las conexiones para la prueba de vacío.



Figura 33. Imagen de las tapas para la prueba de vacío entre los bloques A1 y B1.

Monitoreando la presión con el sensor MKS T660 se detectaron las fugas que estuvieron presentes en el sistema. Con la intención de solucionar todas las fugas del reactor, las fugas detectadas fueron reparadas para el sellado total entre tapadera y accesorio swagelok. Con el sistema libre de fugas se alcanzó una presión de 100 millitorrs, la cual se encuentra muy por debajo de la presión atmosférica (760 torr). Con una presión baja en el sistema se asegura que el reactor es confiable para realizar crecimientos de materiales.

3.4. Rampa de Temperatura

La segunda prueba de puesta en marcha consistió en la caracterización del horno thermo scientific por medio de rampas de temperatura, de acuerdo al manual de usuario el controlador "eurotherm 2119" programable que alcanza una temperatura máxima de 1100 °C. En la Figura 34 se presenta la rampa característica de temperatura, el tiempo de depósito corre hasta que alcanza la temperatura

programada, al finalizar el tiempo de depósito el controlador corta la corriente, dejando el equipo en enfriamiento automático.

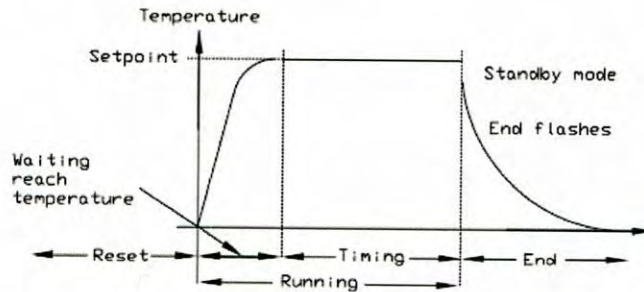


Figura 34. Rampa de calentamiento del horno thermo scientific [59].

Con el propósito de corroborar la temperatura del horno, se comparó la lectura del controlador eurotherm 2119 con un controlador omega CN7800, el diferencial de temperatura entre los dos controladores varía de 2 a 4 °C como se muestra en la Figura 35. Este resultado verifica que el equipo con el control de temperatura del sistema CVD es funcional y confiable para el crecimiento de materiales con diferentes rangos de temperatura.



Figura 35. Imagen de la comparación de temperaturas entre los controladores eurotherm 2119 y omega CN7800.

3.5. Flujo de gases

Para finalizar con la etapa de caracterización del sistema CVD, se realizaron pruebas de presión con distintos flujos de gases. Esta prueba se efectuó utilizando flujómetros máxicos omega modelo fma-a2304 además de un lector de presión mks modelo 973A y otro granville-phillips modelo 375 de baja presión. Los gases

de alta pureza utilizados para la prueba fueron el oxígeno (O_2) y el nitrógeno (N_2). La presión alcanzada por el sistema CVD con el flujo de 200 sccm N_2 fue de 10.1 torr y con 500 sccm O_2 fue de 36.3 torr. Como la presión en el sistema se encuentra por debajo de la atmosférica se necesita menor temperatura para los crecimientos de ZnO, por lo tanto, el sistema es íntegro para depositar el semiconductor a presiones y temperaturas relativamente bajas, haciéndolo factible y confiable. En la Figura 36 se presenta la lectura del sensor (a) al introducir nitrógeno y (b) oxígeno al sistema CVD.



Figura 36. Lectura del sensor granville-phillips 375, (a) nitrógeno y (b) oxígeno.

3.6. Síntesis de ZnO por CVD usando un diseño de experimentos

Para el crecimiento del semiconductor ZnO con el equipo CVD es necesario seguir una serie de pasos determinados. El primer paso es iniciar el sistema introduciendo un pellet de zinc en una cubeta de alúmina por el tubo de 3/4" ubicado por lado izquierdo de sistema, en el otro extremo del reactor se introduce un sustrato de silicio de 1.90 cm^2 sobre un porta muestras de cuarzo el cual se posicionará a 1" de separación del tubo de 3/4" como se muestra en la Figura 37. Una vez el sistema iniciado, el segundo paso es cerrar el reactor por medio de 4 tonillos con mariposa en cada tapadera para encender la bomba de vacío, el tiempo promedio para alcanzar una presión de 300 millitorr es de 30 minutos. El tercer paso es encender controlador PID (Proporcional, Integra y derivativo) del horno para establecer la temperatura de calefacción del sistema CVD. La temperatura programada dependerá de la presión a la cual se realizará el depósito de ZnO, el horno se puede programar a dos temperaturas específicas a 793°C ó

936 °C, dependiendo si el crecimiento del material, se efectuará a 10 torr o 100 torr, respectivamente. Estos valores de temperatura mencionados se atribuyen a la presión de vapor del zinc metálico, es necesario aclarar un incremento de temperatura de 200 °C a la presión de vapor original por los tubos de cuarzo. Al alcanzar la temperatura programada en el controlador se le aplica un tratamiento térmico por 1 hora al sustrato de silicio para eliminar cualquier humedad e impurezas que pueda presentar sobre el sustrato. El cuarto paso con el reactor CVD es la introducción del gas inerte (nitrógeno) y el agente oxidante (oxígeno), según el orden mencionado por 15 minutos cada uno hasta alcanzar el equilibrio termodinámico. Transcurrido el tiempo de tratamiento térmico e introducción de gases, el quinto paso es acercar la cubeta de alúmina contenedora del pellet de zinc hacia la zona de temperatura con la ayuda de un manipulador magnético de acero inoxidable. El tiempo promedio para que el depósito de ZnO sobre el sustrato de silicio es de 18 minutos, es importante durante el proceso estar al pendiente del sistema por si hay un incremento de presión al realizar el depósito. Al finalizar el proceso el sexto paso es apagar el controlador por medio de un interruptor maestro el cual cortará el suministro de corriente que alimenta las resistencias del sistema. Con el horno deshabilitado se apaga la bomba de vacío provocando un incremento de presión en el sistema por los gases que siguen entrando, al alcanzar la presión de 760 torr se abre una válvula de liberación conectada a un burbujeador. El tiempo de enfriado del sistema CVD para poder extraer la muestra es de 3 horas.

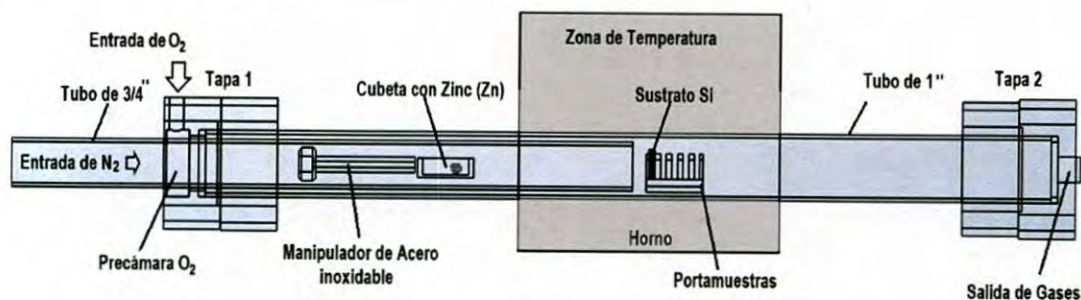


Figura 37. Sistema CVD

Una forma más sencilla de explicar el proceso de crecimiento de películas de ZnO se puede observar en el siguiente diagrama de bloques ilustrado en la Figura 38.

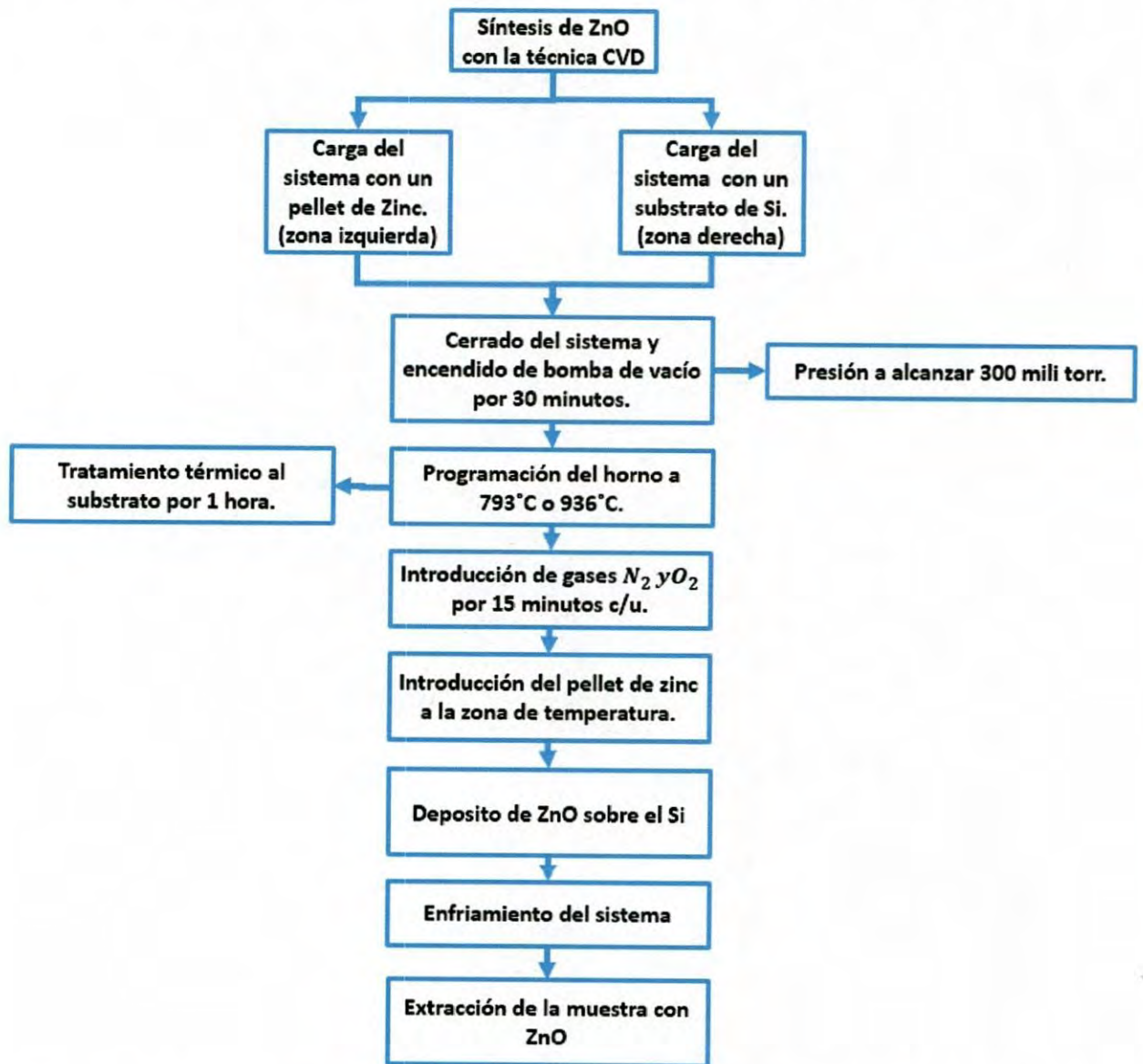


Figura 38. Diagrama de bloques para el crecimiento de películas de ZnO por medio de la técnica CVD.

Con el proceso establecido para el depósito de películas de ZnO sobre sustratos de silicio (Si) se desarrolló un diseño de experimentos factorial completo de tres variables (n) y dos niveles (N) dando como resultado $N^n = 8$ experimentos [60]. En la Tabla 3 se presentan las tres variables más importantes para el crecimiento de

las películas ZnO, en la Tabla 4 se presentan todas las posibles combinaciones de variables y niveles.

Tabla 3. Variables del diseño de experimentos

Variables	Nivel (1)	Nivel (2)
Temperatura de la cámara T_c	936°C	793°C
Flujo de Oxígeno f_{O_2}	500sccm	300sccm
Presión de la Cámara P_{Camara}	100torr	10torr

Tabla 4. Todas las posibles combinaciones del diseño de experimentos factorial.

No de Experimento	T_c	f_{O_2}	P_{Camara}
1	936°C	500sccm	100torr
2	936°C	500sccm	10torr
3	936°C	300sccm	100torr
4	936°C	300sccm	10torr
5	793°C	500sccm	100torr
6	793°C	500sccm	10torr
7	793°C	300sccm	100torr
8	793°C	300sccm	10torr

Con el diseño de experimentos factorial establecido se variaron los tres principales factores de depósito del reactor CVD para obtener 8 muestras de ZnO con diferentes propiedades de depósito. El principal objetivo es encontrar la película con las mejores propiedades para la aplicación en el pseudo transistor establecido en el diseño CAD.

Capítulo 4

4. Resultados

En este capítulo se presentan los resultados obtenidos del desarrollo de experimentos factorial empleado para el crecimiento del semiconductor ZnO. Las muestras del diseño de experimentos se caracterizaron con las técnicas de XRD, SEM, Raman, fotoluminiscencia y catodoluminiscencia. Se determinarán propiedades estructurales, ópticas y morfológicas para el proceso de fabricación los transistores de efecto de campo de ZnO. Por último, se presenta los resultados eléctricos de voltaje contra corriente de los transistores de ZnO con la mejor película obtenida mediante la técnica CVD.

4.1. Determinación de la estructura cristalina por medio de Difracción de rayos X (XRD)

El análisis de la estructura cristalina de las muestras de ZnO se realizó con el difractómetro Philips X'pert de la Universidad Nacional Autónoma de México (UNAM). Las películas de ZnO presentaron la fase cristalina hexagonal tipo wurtzita con grupo espacial P63mc. Esta es una estructura característica de dicho óxido, y presenta un patrón de difracción específico. Los picos XRD fueron identificados utilizando la carta 00-036-1451 de la base de datos del equipo. Las posiciones 2θ asociadas a los picos XRD más importantes del ZnO se presentaron en 34.35° y 36.19° , los cuales corresponden a los planos cristalográficos (002) y (101) del cristal hexagonal. En la Figura 39 se presentan los difractogramas obtenidos de las muestras de ZnO.

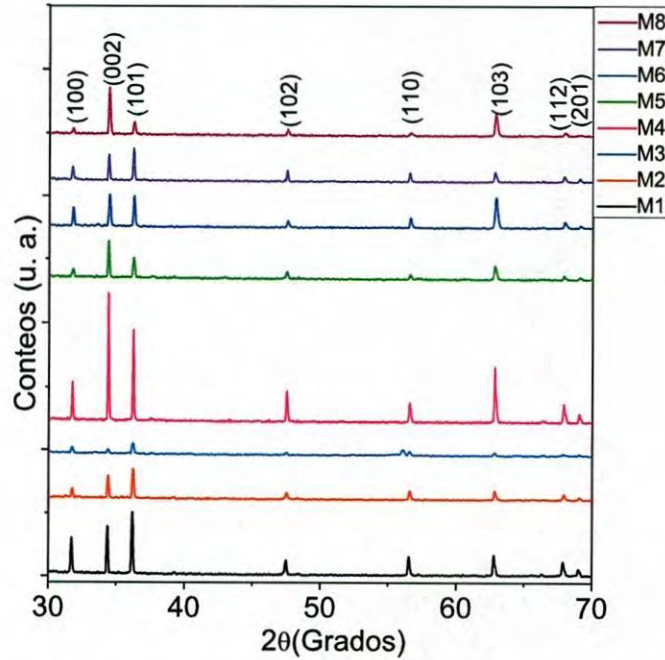


Figura 39. Patrones de difracción de las películas de ZnO depositadas por el medio CVD, donde M1 $T_c=936^\circ\text{C}$, $f_o=500$ sccm, $P_c= 100$ torr, M2 $T_c=936^\circ\text{C}$, $f_o=500$ sccm, $P_c= 10$ torr, M3 $T_c=936^\circ\text{C}$, $f_o=300$ sccm, $P_c= 100$ torr, M4 $T_c=936^\circ\text{C}$, $f_o=300$ sccm, $P_c= 10$ torr, M5 $T_c=793^\circ\text{C}$, $f_o=500$ sccm, $P_c= 100$ torr, M6 $T_c=793^\circ\text{C}$, $f_o=500$ sccm, $P_c= 10$ torr, M7 $T_c=793^\circ\text{C}$, $f_o=300$ sccm, $P_c= 100$ torr, M8 $T_c=793^\circ\text{C}$, $f_o=300$ sccm, $P_c= 10$ torr.

Los tamaños de cristalita de los depósitos de ZnO sintetizados con diferentes parámetros de temperatura, presión y flujo se estimaron a partir de los resultados XRD, considerando el pico de mayor intensidad, el tamaño se calculó utilizando la ecuación de Scherrer la cual se presenta continuación [61].

$$t = \frac{(K)(\lambda)}{(B)(\text{Cos}\theta)} \quad (7)$$

Donde t es el tamaño del cristalita (nm), K es una constante con un valor de 0.89, λ es la longitud de onda de los rayos X (1.54 \AA), B es la anchura del pico de máxima intensidad a media altura (FWHM) y por último θ el ángulo de Bragg. En la Tabla 5 se muestra los valores obtenidos de los tamaños de cristalita de las películas de ZnO del diseño de experimentos.

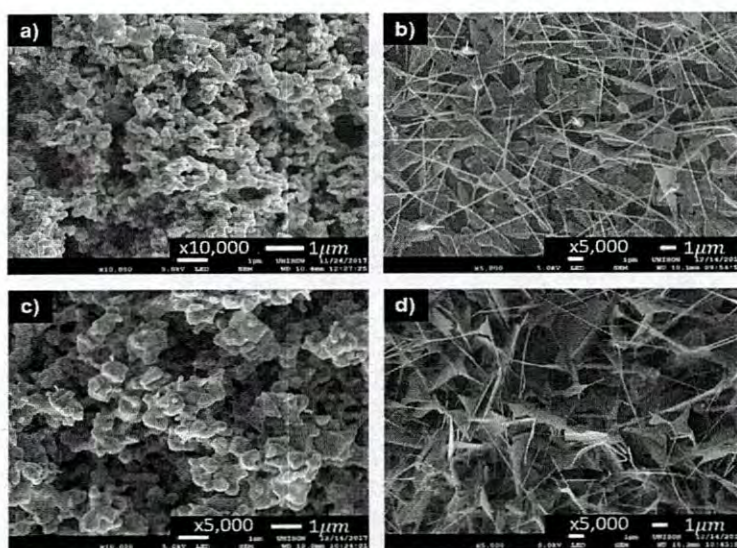
Tabla 5. Tamaños de cristalita de las películas de ZnO.

Tamaño de Cristalita					
				FWHM	Resultado
Muestra	Orientación	Intensidad	θ	B	t (nm)
1	101	101.18	36.19	0.13	10.49
2	101	50.86	36.19	0.16	9.04
3	101	20.26	36.19	0.22	6.62
4	002	203.65	34.35	0.09	14.96
5	002	62.26	34.37	0.13	10.46
6	002	53.63	34.43	0.17	8.27
7	101	54.25	36.19	0.14	10.41
8	002	77.59	34.39	0.15	9.55

El tamaño de cristalita de las muestras son afectadas por los cambios de temperatura y flujo. Donde, la muestra número 6 resultó ser la muestra con el menor tamaño de cristalita con 6.62 nm. Por lo contrario, la muestra numero 4 presentó el mayor tamaño de cristalita con 14.96 nm. Ambas muestras presentan diferentes parámetros de temperatura y flujo, en cambio la presión es la misma en ambas.

4.2. Resultados de microscopia electrónica de barrido (SEM).

El análisis del estudio superficial de las películas de ZnO se desarrolló utilizando un microscopio electrónico de barrido modelo JSM-7800F. En la Figura 40 se presentan las imágenes de los depósitos de ZnO sobre substratos de silicio obtenidos de acuerdo al diseño de experimentos.



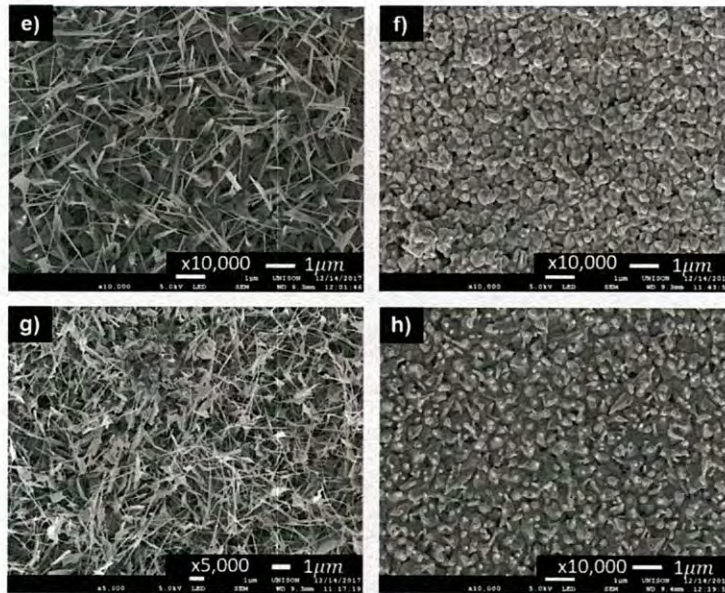


Figura 40. Imágenes SEM de los depósitos de ZnO, a) M1 $T_c=936^\circ\text{C}$, $f_o=500$ sccm, $P_c=100$ torr b) M2 $T_c=936^\circ\text{C}$, $f_o=500$ sccm, $P_c=10$ torr c) M3 $T_c=936^\circ\text{C}$, $f_o=300$ sccm, $P_c=100$ torr d) M4 $T_c=936^\circ\text{C}$, $f_o=300$ sccm, $P_c=10$ torr e) M5 $T_c=793^\circ\text{C}$, $f_o=500$ sccm, $P_c=100$ torr f) M6 $T_c=793^\circ\text{C}$, $f_o=500$ sccm, $P_c=10$ torr g) M7 $T_c=793^\circ\text{C}$, $f_o=300$ sccm, $P_c=100$ torr h) M8 $T_c=793^\circ\text{C}$, $f_o=300$ sccm, $P_c=10$ torr.

Las muestras de ZnO sintetizadas por el método de CVD presentaron dos tipos de morfologías cristalinas, la primera morfología se muestra en la Figura 40 (a), (c), (f) y (h) la cual presenta un crecimiento cristalino desordenado y sin orientación de aglomeraciones de ZnO. La segunda morfología se muestra en la Figura 40 (b), (d), (e) y (g) las cuales presenta un crecimiento en forma de varillas sin orientación sobre toda la superficie de la oblea de silicio. Analizando las imágenes SEM de las muestras de ZnO con respecto al diseño de experimentos factorial, las muestras que presentaron un crecimiento desordenado de aglomeraciones de cristales se obtenían a altas presiones (100 torr), por otra parte, el crecimiento de las varillas de ZnO se obtuvieron según el diseño de experimentos factorial a bajas presiones (10 torr) con el sistema de depósito de vapor químico (CVD).

4.3. Resultados de espectroscopia Raman.

Las películas de ZnO fueron caracterizadas con un equipo LabRam HR de Jobin Yvon utilizando un láser con longitud de onda de 633 nm (He-Ne) y de 488 nm (ion Ar). La espectroscopia Raman se empleó para identificar la presencia de las fases cristalinas en las muestras de ZnO. En la Figura 41 se presentan los espectros Raman obtenidos de las muestras del diseño de experimentos factorial aplicado en el sistema CVD.

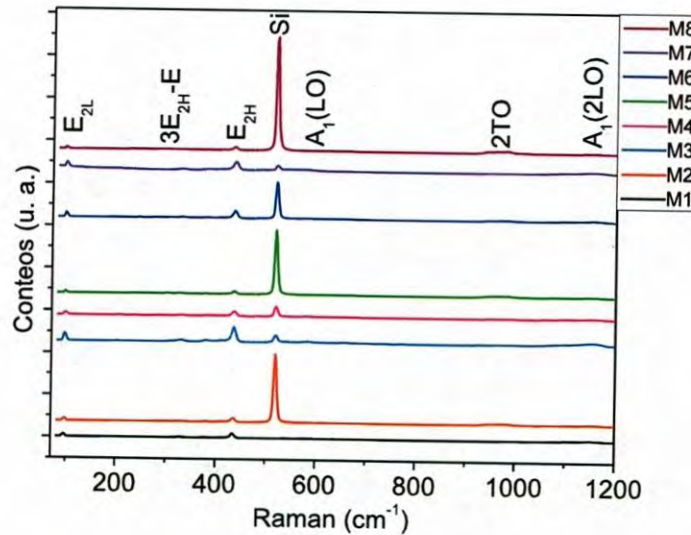
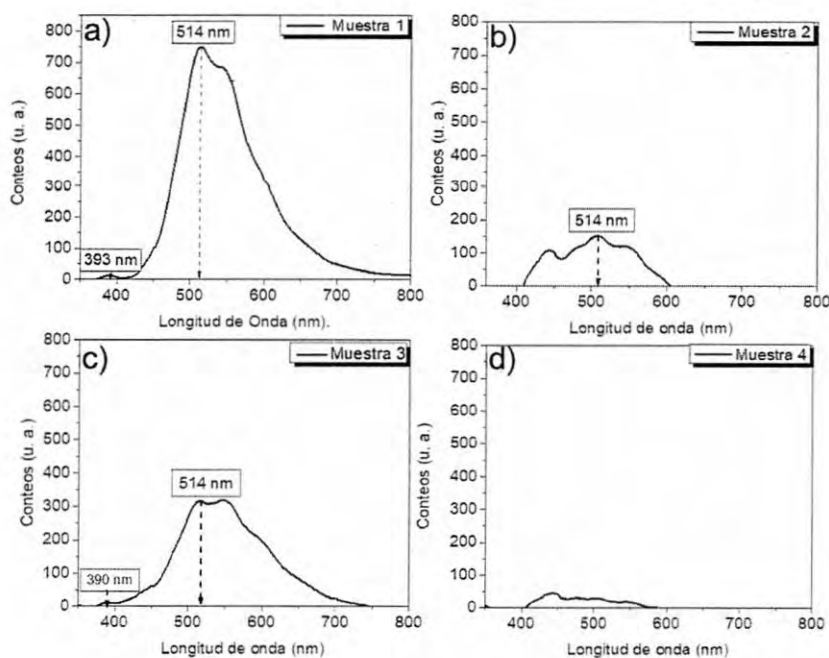


Figura 41. Espectro Raman de las películas de ZnO depositadas por el método CVD.

El ZnO presenta una estructura hexagonal con grupo de simetría P63mc en el cual existen ciertos modos de vibración determinados por la teoría de grupos tales como A_1 , E_1 , $2E_2$, $2B_1$, que son fonones ópticos, con A_1 y E_1 simétricos, Raman e infrarrojo activos. El modo E_2 es sólo Raman activo, el B_1 es prohibido para Raman e infrarrojo [62]. Los espectros obtenidos en Raman se encontraron en modos de vibración en 100, 200, 380, 436 y 580 cm^{-1} , con correspondencia a E_{2L} , $2E_{2L}$, $3E_{2H-E}$, $A_1(\text{TO})$, E_{2H} y $A_1(\text{LO})$. Los modos no polares E_2 de baja (E_{2L}) y alta (E_{2H}) frecuencia se asocian a los átomos zinc (Zn) y al oxígeno (O_2), respectivamente [63]. El espectro de mayor interés obtenido con la técnica Raman se encuentra en 436 el cual corresponde al modo E_{2H} siendo este el modo característico del material atribuido al fonon óptico no polar de la fase wurtzita de ZnO [64].

4.4. Resultados de fotoluminiscencia (PL).

Los espectros de fotoluminiscencia se obtuvieron con un láser Kimmon Koha He-Cd de 325 nm y un espectrómetro modelo Red Tide USB650 de Ocean Optics. La técnica de fotoluminiscencia se empleó para analizar los fenómenos luminiscentes que se presentan en la superficie del material al momento de excitarlo con una fuente luminiscente. Los resultados de los espectros de fotoluminiscencia se presentan en la Figura 42, donde se puede apreciar cómo los parámetros de depósito, en especial la presión del sistema CVD, afecta para la reducción o incrementos de defectos sobre la superficie de las muestras de ZnO. Las ocho muestras presentaron una emisión en el verde centrada a los 508 nm, esta emisión se atribuye a la gran cantidad de defectos presentes en el material por las vacancias de oxígeno o zinc intersticial, indicando la baja calidad de los cristales de ZnO. Las muestras 1, 5, 7 y 8 del experimento presentaron la emisión en la banda ultravioleta (UV) centrada a los 381 nm, este espectro se le conoce como emisión de banda cercana NBE (near band edge emission) del ZnO y se atribuye a la aproximación del ancho de banda del ZnO (3.37eV) [65].



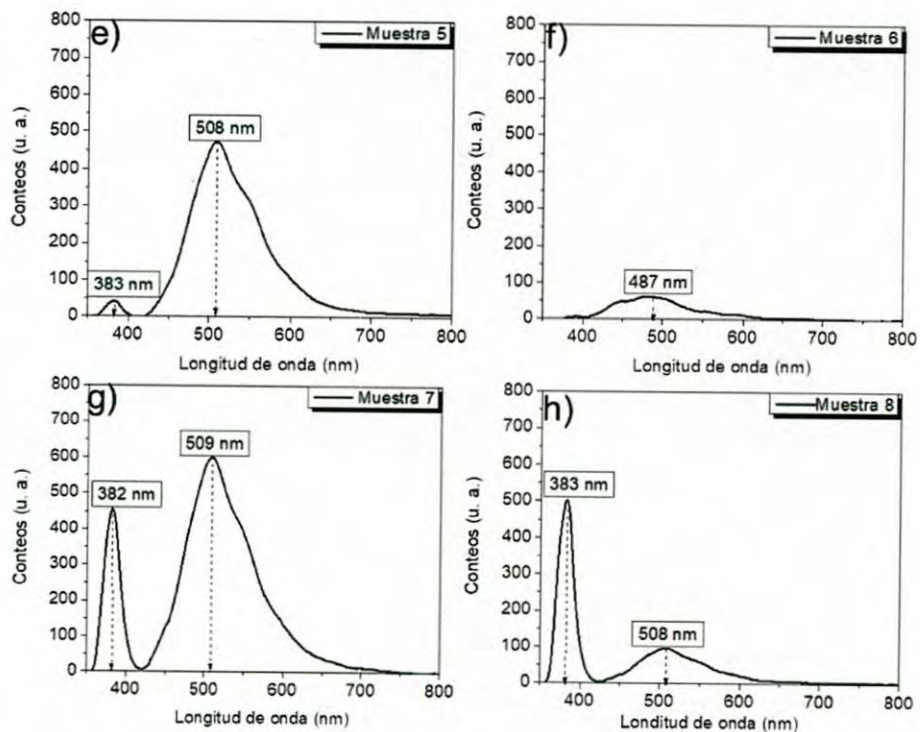


Figura 42. Espectros de fotoluminiscencia de las 8 muestras de ZnO obtenidas con el método CVD.

4.5. Resultados de catodoluminiscencia del ZnO.

Los resultados de catodoluminiscencia se obtuvieron con un microscopio electrónico de barrido (SEM) modelo JIB-4500 de JEOL, el cual cuenta con un detector de catodoluminiscencia modelo MonoCL4 de Gatan. La técnica de CL se empleó para hacer un estudio de luminiscencia más profundo con electrones secundarios (e^-) provenientes del filamento del SEM, para observar los fenómenos luminiscentes del material. Las 8 muestras del diseño de experimentos presentaron tres emisiones como se presenta en la Figura 43. El primer espectro se encuentra centrado en los 380 nm el cual corresponde a la emisión UV (ultravioleta) de la emisión de banda cercana (NBE) atribuida por la aproximación del ancho de banda del ZnO (3.37eV). El segundo espectro se encontró a los 508nm, el cual corresponde a la emisión en el verde del rango visible, esta emisión se atribuye a los defectos generados por las vacancias de oxígeno en la red cristalina presente en el material. El tercer espectro se encontró alrededor de los 761 nm, el cual corresponde a una emisión en el infrarrojo cercano atribuida al pico de segundo orden de la fuente de emisión UV del ZnO [65-66]

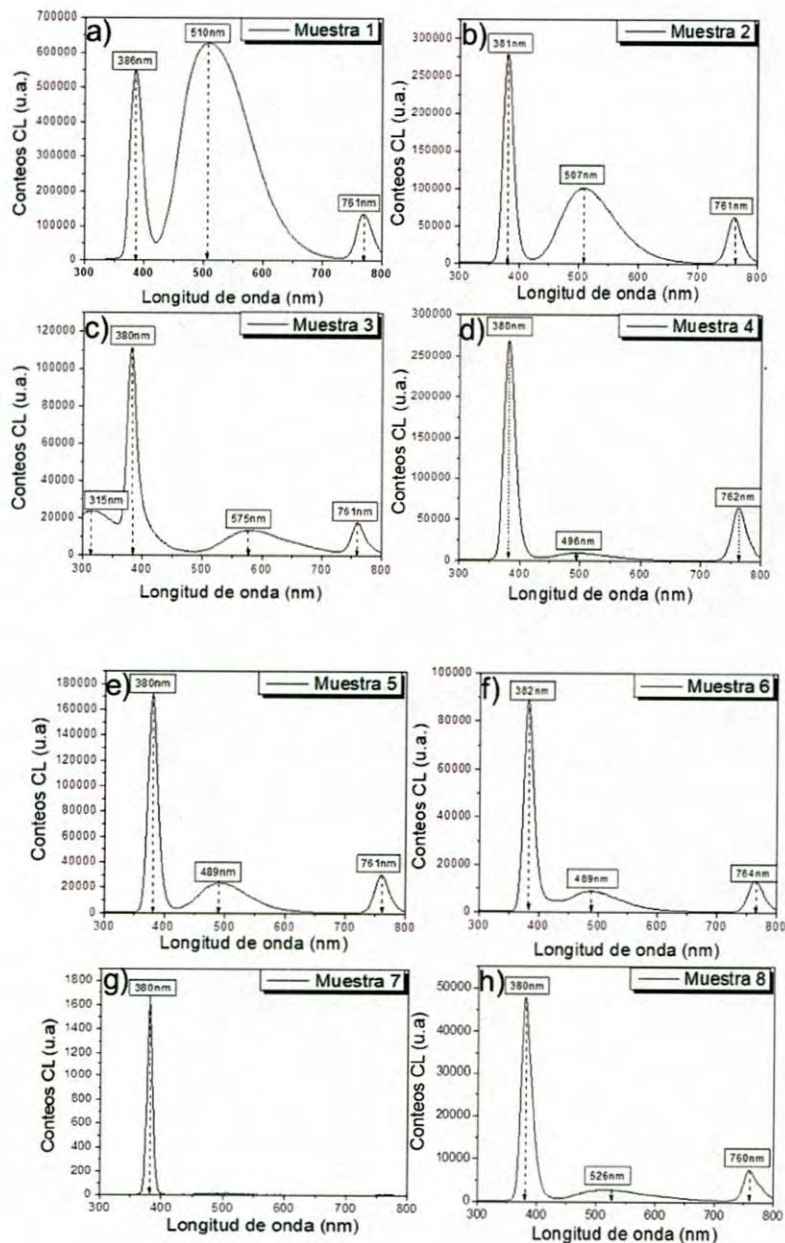


Figura 43. Espectros de catodoluminiscencia de las películas de ZnO obtenidas con el método CVD.

4.6. Diseño y fabricación del transistor de ZnO

Para realizar la fabricación de los transistores de efecto de campo se cortaron obleas de silicio de baja resistividad tipo n con orientación 100 con un área de depósito de 1.96 cm^2 , como la base del FET. Sobre el sustrato de silicio (Si) se crece una película de óxido de silicio (SiO_2) por medio oxidación térmica en un

horno thermo scientific a 1100 °C a 1 hora, dando como resultado una película de óxido con un espesor de 150 a 200nm. Con la película aislante sobre el substrato de Si, el siguiente paso es introducirlo al sistema de depósito CVD para crecerle la película de ZnO. Los parámetros para el crecimiento de ZnO son 793°C en la cámara del reactor, un flujo de oxígeno de 500 sccm, un flujo de nitrógeno de 200 sccm y una presión en la cámara de 10 torr para obtener una película alrededor de 1.6µm de ZnO. Por último, se metaliza los contactos de compuerta, drenaje y fuente con un sputterin marca Denton Vacuum modelo Desk IV. Los patrones geométricos de los contactos de drenaje y fuente se definen utilizando una rejilla metálica. La rejilla metálica se coloca sobre la muestra, se deposita la capa de metal (oro) y se definen los contactos. El contacto de compuerta común se encuentra en la parte inferior del transistor, este contacto no necesita una rejilla basta con cubrir toda la zona con metal. En la Figura 44 se presenta el proceso de fabricación del transistor.

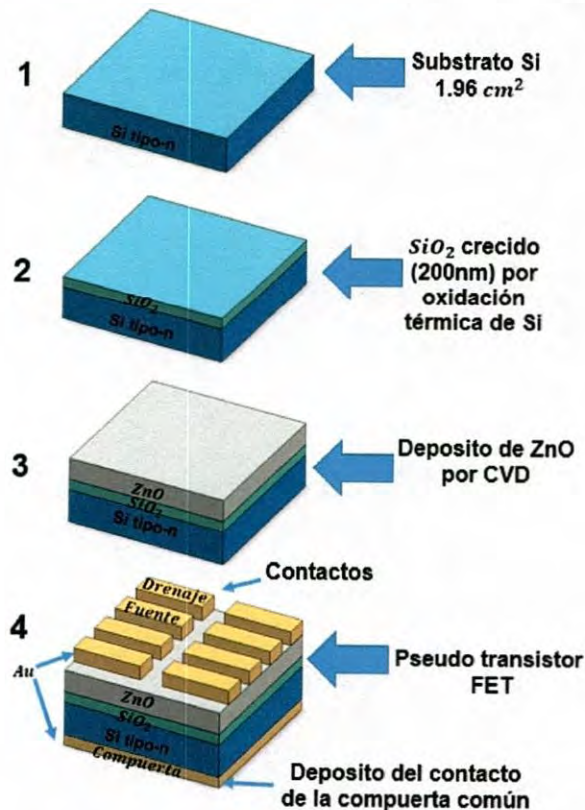


Figura 44. Proceso de fabricación de los transistores FET de ZnO.

En la Figura 45 se presenta las dimensiones de ancho y largo de canal de los transistores.

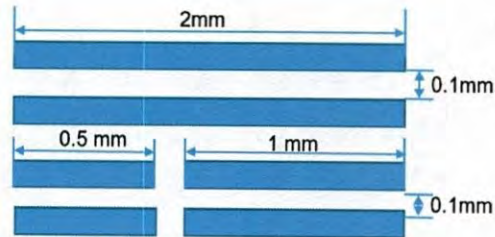


Figura 45. Dimensiones de los contactos de los transistores.

4.7. Caracterización por I-V de los transistores de ZnO

Los transistores de efecto de campo (FET) de ZnO se caracterizaron con un equipo de medición de corriente y voltaje (I-V). El sistema de medición está compuesto por una estación de pruebas de 2 puntas, un equipo fuente - medidor Keithley modelo 2400, una fuente de voltaje BK precisión variable de 0 a 36 volts y una computadora (PC) para la adquisición y lectura de datos. En la Figura 46 se presenta el equipo de caracterización de transistores por I-V.

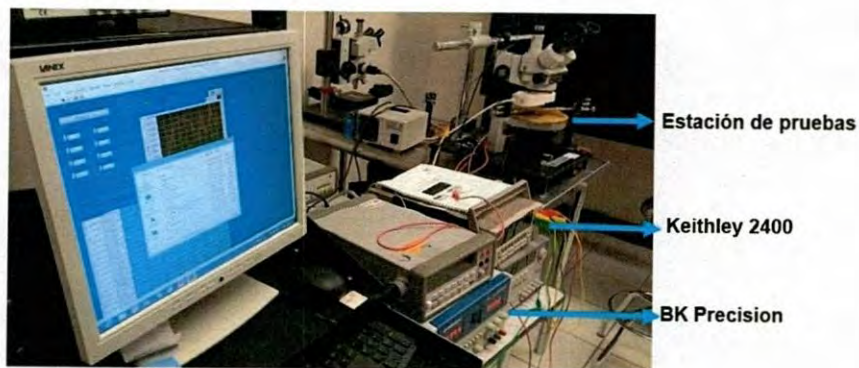


Figura 46. Estación de pruebas I-V del laboratorio de microelectrónica.

El equipo de medición (I-V) presentado en la Figura 46 lleva una serie de conexiones para su correcto funcionamiento. En la Figura 47 se presenta el diagrama de conexiones entre componentes de medición y el transistor a probar. El contacto de drenaje (drain) del transistor se conecta en las terminales positivas del Keithley 2400. El contacto fuente (source) del transistor se conecta en las terminales negativas de la fuente BK precisión y el Keithley 2400, por ultimo para

el control de encendido del transistor, la terminal positiva del equipo BK precisión se conecta a la compuerta del transistor. El control de la compuerta es manual que a diferencia del Keithley 2400 que por medio de programación mide automáticamente la corriente que fluye entre las terminales de drenaje y fuente. Este arreglo se utiliza para obtener las curvas características de transistor.

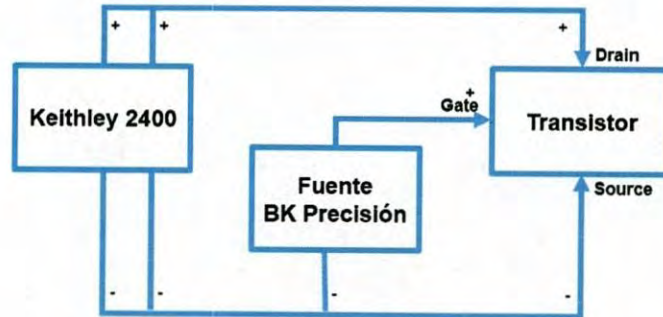


Figura 47. Diagrama de conexiones del equipo de medición I-V para obtener las curvas características de saturación.

Para obtener la curva de activación del transistor se utilizó la siguiente configuración de conexiones del equipo de medición I-V como se presenta en la Figura 48.

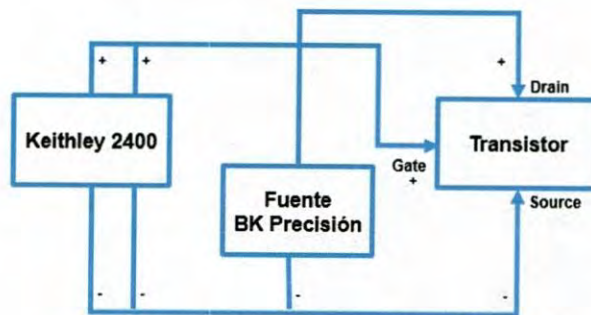


Figura 48. Diagrama de conexiones del equipo de medición I-V para obtener las curvas de activación.

El equipo de medición I-V está controlado por medio de instrumentación virtual (LabView). El Keithley 2400 del equipo de medición está programado para trabajar con un máximo de corriente de 1 Amper, con un barrido de voltaje máximo de -50 a 50 volts.

T 190113

4.6. Resultados I-V del transistor

El comportamiento de las propiedades eléctricas de los transistores de ZnO se analizaron mediante las curvas de corriente versus voltaje de drenaje-fuente (I_{DS} - V_{DS}) y de la intensidad de corriente de drenaje-fuente contra voltaje de compuerta (I_{DS} - V_{GS}) medidas a temperatura ambiente.

Uno de los parámetros importantes son las curvas de operación, ya que establece el comportamiento del canal formado en el material. En la Figura 49 se muestran las curvas obtenidas con el equipo de medición por I-V, el voltaje de V_{DS} se varió desde 0 a 50V, en oscuridad durante la medición. El máximo de corriente que se observó en la medición del transistor fue de 3.5 mA con un voltaje aplicado en compuerta de -30 volts y el mínimo de corriente obtenida fue de 0.42 mA con 5 volts en compuerta.

En las gráficas de la figura 49 se puede observar la operación del transistor en las tres regiones: región lineal, punto de saturación y región de saturación.

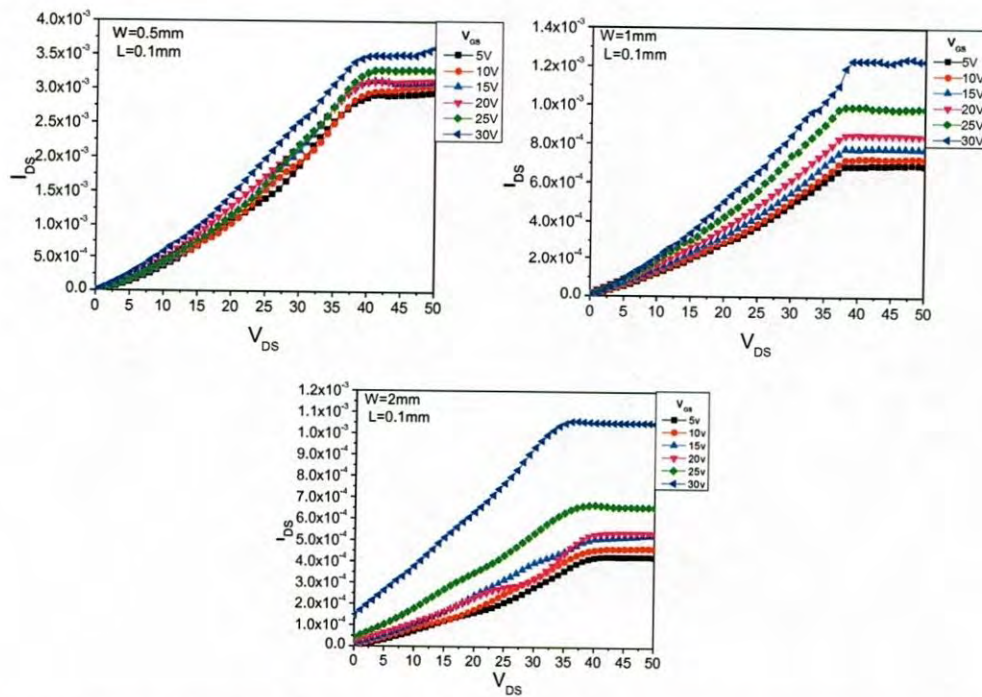


Figura 49. Curvas características de I_{DS} versus V_{DS} con de voltaje negativo en V_{GS} con diferentes anchos de canal.

El voltaje de umbral (V_t) corresponde al voltaje necesario en la compuerta para formar el canal en el semiconductor, además permite conocer en qué modo funciona el dispositivo, ya sea normalmente apagado o normalmente encendido. El voltaje de encendido umbral de los transistores de efecto de campo se presentada en la Figura 50, esta curva fue medida con un voltaje fijo de V_{DS} a 40 volts, para poner el dispositivo en la región de saturación, y un barrido de -50 a 0 volts con pasos de 1V. El voltaje umbral en la Figura 52 corresponde a la intersección de la línea punteada con el eje V_{GS} , a 0 Amps. En la gráfica se puede observar que el voltaje de umbral es menor que cero, de aproximadamente -30V. Lo cual quiere decir que el FET está normalmente encendido, ya que el voltaje de compuerta debe ser mucho menor que cero, para que no exista un canal en el semiconductor.

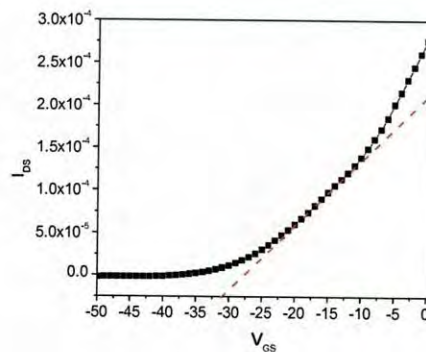


Figura 50. Curva I_{DS} versus V_{GS} de activación del transistor de ZnO obtenido mediante la técnica CVD.

De los resultados anteriores, se puede observar que los transistores de efecto de campo tienen el comportamiento de un transistor normalmente encendido. Debido a que el voltaje de umbral V_t es negativo, el transistor de agotamiento operará en la región del triodo, siempre y cuando el voltaje del drenaje no exceda al de la compuerta en más de $|V_t|$. Para que opere en saturación, el voltaje del drenaje debe ser mayor que el de la compuerta al menos en $|V_t|$ volts.

El FET del tipo agotamiento tiene una región del semiconductor de ZnO tipo n que conecta las dos regiones de la fuente y del drenaje a la parte superior del sustrato. Por ello, si se aplica un voltaje V_{DS} entre el drenaje y la fuente, fluye una corriente I_{DS} por $V_{GS}=0$. En otras palabras, no es necesario inducir un canal.

La profundidad del canal y, por lo tanto, su conductividad, pueden controlarse mediante V_{GS} . La aplicación de un V_{GS} positivo mejora el canal al atraer más electrones a él. Sin embargo, aquí también se puede aplicar un V_{GS} negativo, lo que causa que los electrones sean repelidos del canal y, por tanto, éste se vuelva más superficial y su conductividad se reduzca.

En la Figura 51 se presenta las curvas obtenidas con voltaje negativo en V_{GS} y un barrido de voltaje en V_{DS} de 0 a 50 volts con pasos de 1 volts. El máximo de corriente obtenida con un voltaje de 5 volts fue de 2.9 mA y el mínimo presentado fue de 0.35 mA con un voltaje de 30 volts.

Los resultados obtenidos, son acordes a las características de corriente contra voltaje de un MOSFET del tipo agotamiento de la referencia [67].

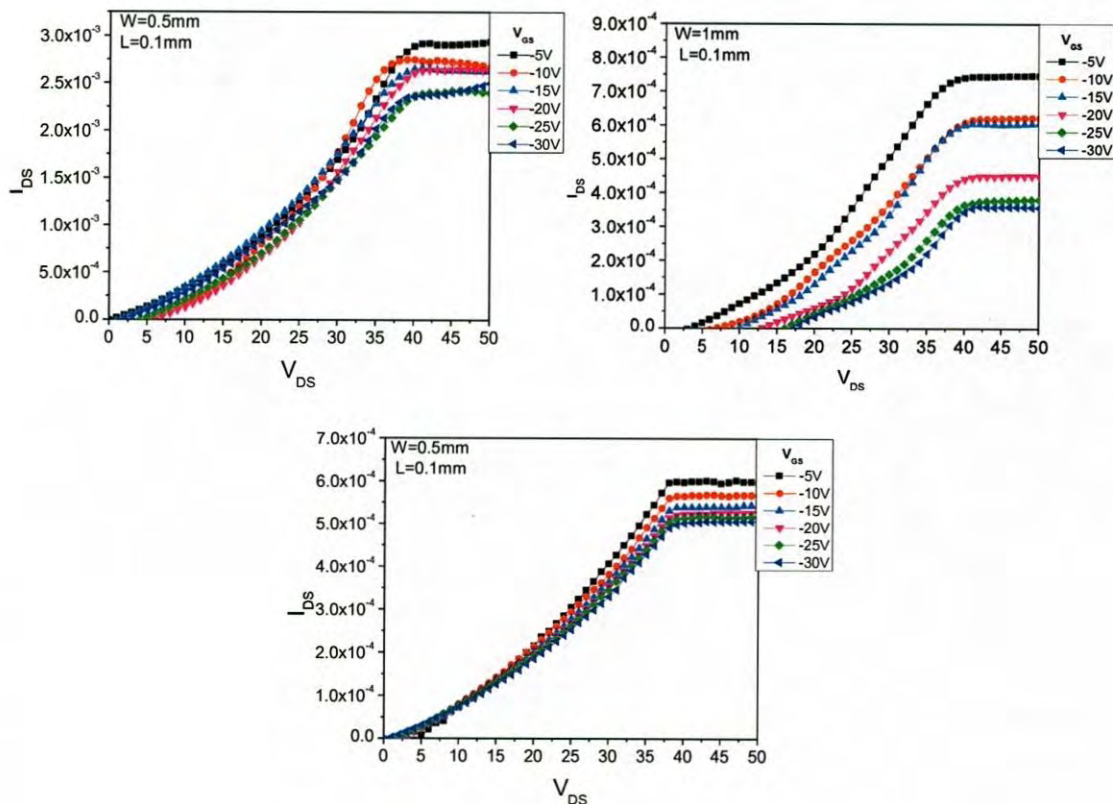


Figura 51. Curvas características de I_{DS} versus V_{DS} con de voltaje negativo en V_{GS} .

Capítulo 5

5. Conclusiones

En esta tesis se desarrolló un trabajo multidisciplinario, ya que intervinieron diferentes disciplinas para desarrollar un transistor FET. Se realizó el diseño, fabricación de los componentes y la puesta en marcha un sistema de depósito por vapor químico (CVD) para el crecimiento de películas, el estudio del ZnO como capa activa y el funcionamiento de un transistor de efecto de campo.

Se desarrolló un diseño de experimentos factorial completo de tres variables y dos niveles para obtener ocho muestras con diferentes propiedades para poder seleccionar la que obtuvo el mejor depósito superficial para el desarrollo de dispositivos.

Diferentes técnicas de caracterización (Raman, Fotoluminiscencia, catodoluminiscencia, SEM y XRD) fueron utilizadas, dando como resultado todos los patrones de difracción, varias estructuras características y los espectros de luminiscencia típicos del ZnO. Se encontraron diferentes propiedades interesantes en cada una de las muestras.

Se comprobó que el crecimiento de las películas de ZnO por medio de la técnica de CVD, son afectadas por los parámetros de depósito. Se probó que al trabajar con una presión alta (100 torr) se obtienen estructuras de ZnO de tipo hilo sobre toda la superficie del sustrato. Pero al realizar un depósito con una presión baja (10 torr), se obtienen aglomeraciones de ZnO sobre toda la superficie del sustrato. Se seleccionó la muestra número seis por poseer principalmente los mejores resultados superficiales, además de las propiedades estructurales y ópticas para el desarrollo de los transistores de efecto de campo.

Se transistores de efecto de campo, teniendo el ZnO como capa activa, esta capa se obtuvo con los parámetros de crecimiento 793°C, 500 sccm de oxígeno y 10 torr de presión, siendo la mejor película de ZnO con el mejor depósito sobre toda la superficie.

Se realizaron las pruebas de corriente versus voltaje con el equipo de medición fueron satisfactorias, y se pudo observar que las curvas características de los transistores de efecto de campo demostraron que los transistores obtenidos fueron del tipo agotamiento, teniendo un máximo flujo de corriente de 3.5 mA y un mínimo de 0.42mA.

Referencias

- [1] Justina Grabowska, Growth and Characterization of ZnO and Related Nanostructures. Dublin City University, 13 June 2017.
- [2] Verónica Henao Granada, Producción y caracterización de películas semiconductoras de ZnO sobre sustratos de vidrio por la técnica de baño químico (CBD), Universidad de Colombia SEDE MANIZALES, 2010.
- [3] Pavel Ivanoff Reyes, Chieh-Jen Ku, Ziqing Duan, Yicheng Lu, Aniruddh Solanki and Ki-Bum Lee. ZnO thin film transistor immunosensor with high sensitivity and selectivity. American Institute of Physics, 2011.
- [4] T. Kryshtab, V. S. Khomchenko, V. B. Khachatryan, N. N. Roshchina, J. A. Andraca-Adame, O. S. Lytvyn y V. I. Kushnirenko. Effect of doping on properties of ZnO: Cu and ZnO: Ag thin films. Mater Electron (2007).
- [5] A. Kamalianfar, S.A.Halim, Mahmoud Goodarz Naseri, M. Navasery, Fasih Ud Din, J. A. M. Zahedi, K.P.Lim, E.B.Saion and C.K.Chen, A.Lavari Monfared. Synthesis and Characterization of ZnO Flower-Like Multisheets Grown on Metal Buffer Layer. International Journal of Electrochemical science, 2013.
- [6] Albero Candela, A. y Gómez-Lopera, S. A., Transductor piezoeléctrico de nanocristales de ZnO sobre sustrato flexible para su integración en edificios. Anuario de Jóvenes Investigadores, vol. 9 (2016).
- [7] Tomas Gómez Acebo Temes. Estudios de los parámetros de procesamiento de varistores de óxido de zinc y modelización de la junta de grano con películas delgadas. Universidad de Navarra, Julio 1995.
- [8] P. Struk, T. Pustelny, K. Golaszewska, M.A. Borysiewicz and A. Piotrowska. Gas Sensors Based on ZnO Structures. Optical and Acoustical Methods in Science and Technology, 2013.
- [9] Jaime Andrés Pérez Taborda, Jorge Luis Gallego, Wilson Steven Roman, Henry Riascos Landázuri. Películas Nanoestructuradas de Óxido de Zinc (ZnO).

Scientia et technica año xiv, no 39, septiembre de 2008. Universidad Tecnológica de Pereira.

[10] Susana Hernández, Andres Alastuey, Xavier Querol, Jose Manuel Andrés. Activación de cenizas volantes para retención de gases contaminantes. Cerámica y Vidrio, Vol 42, 2003.

[11] T. Schuler, M.A. Aegerter. Optical, electrical and structural properties of sol gel ZnO:Al coatings. Thin solid films 351, 1999.

[12] Y. Liu, C. R. gorla, S. Liang, N. Emanetoglu, Y. Lu, H. Shen and M. Wraback. Ultraviolet Detectors Based on Epitaxial ZnO Films Grown by MOCVD. Journal of Electronic Materials, Vol. 29, No. 1, 2000.

[13] Steven M. George. Atomic Layer Deposition: An Overview, Department of Chemistry and Biochemistry and Department of Chemical and Biological Engineering, University of Colorado, Boulder, Colorado, 2009.

[14] Julio Miranda Lozano. transistores mosfet historia del transistor, docplayer 2016

[15] Fundamentos de electronica fisica y microelectrónica, Jose M. Albella, Jose M. Martínez Duart, Universidad Autónoma de Madrid.

[16] Robert L. Boylestad y Louis Nashelsky. Electronica: Teoría de circuitos y dispositivos electrónicos. Pearson Educación, México, 2009.

[17] Elena Herrera Martín. Diseño, síntesis y estudio de nuevos semiconductores orgánicos para la fabricación de transistores de efecto campo. universidad complutense de Madrid. 2013.

[18] Santiago Mera Cerón. Estudio del ruido en altas frecuencias en transistores de efecto de campo de silico germanio (SiGe). Instituto politécnico nacional, México D.F. 2007.

[19] Ricardo Sandoval Vázquez. Fabricación de un transistor de efecto de campo con nanotubos de carbono. Universidad Nacional Autónoma de México, 2010.

[20] Ing. María Isabel Schiavon. Transistores de Efecto de Campo. Facultad de Ciencias Exactas, Ingeniería y Agrimensura Universidad Nacional de Rosario, 1997.

[21] Rocha Gómez Santiago Alexis. Biosensor basado en transistores MOS para la detección del ADN. Escuela Superior de Ingeniería Mecánica y Eléctrica unidad Adolfo López Mateo, México D.F. julio del 2015.

[22] Temistocles Mendivil Reynoso. Estudio de transistores FET de CdS por diferentes formulaciones mediante baño químico. Centro de Investigación en Materiales Avanzados Departamento de Estudios de Posgrado. Chihuahua, Chih. Mayo 2015.

[23] Antonio Tazon Puente. Estudio del comportamiento no lineal de dispositivos activos microondas. Universidad de Cantabria Facultad de Ciencias. Santander, junio de 1987.

[24] Luis Javier Reina Tosina. Técnicas de Diseño y Análisis de Mezcladores MMIC Mediante Series de Volterra. Universidad de Sevilla Escuela Superior de Ingenieros. Sevilla 2002.

[25] Xianglong Wana, Meinhard Knoll. A new type of TTI based on an electrochemical pseudo transistor, Journal of Food Engineering, July 2015.

[26] Biswanath Mukherjee, Large photoresponse from a small molecule: Application in photodetector and pseudo-transistor. ELSEVIER, 2015.

[27] URL: <https://es.wikipedia.org/wiki/Transistor>

[28] Borbón Nuñez Hugo Alejandro. Síntesis y caracterización termoluminiscente y determinación de parámetros cinéticos de ZnO tratado térmicamente, Universidad de sonora. 2010

[29] Erika Barrón Montes. Síntesis y Caracterización de Nanoestructuras de Óxido de Zinc. Escuela Superior de Ingeniería Química e Industrias Exactas. Mexico D.F. 2014.

- [30] Magaly Ramírez Como, Caracterización de películas delgadas de ZnO: Ga³⁺ obtenidas por la técnica de SOL-GEL. Universidad Tecnológica de la Mixteca, Huajuapán de León, Oaxaca, mayo 2015.
- [31] Ing. Fis. Saúl Ruiz Berbena. Síntesis y caracterización de la conversión hacia arriba en nanocristales de ZnO: Er³⁺, Centro de investigaciones en óptica A.C. León, Gto., México. Mayo 2008.
- [32] W.C.T. Lee, M. Henseler, P. Miller, C.H. Swartz, T.H. Myers, R.J. Reeves, and S.M. Durbin. Effect of Annealing on the Morphology and Optoelectrical Characteristics of ZnO Thin Films Grown by Plasma-Assisted Molecular Beam Epitaxy. *Journal of Electronic Materials*, Vol. 35, No. 6, 2006
- [33] Ing. Esaú García Ramírez. Películas delgadas de TiO₂ + ZnO y sus propiedades fotocatalíticas, Instituto Politécnico Nacional, México, D.F. enero 2011.
- [34] Ma. Cruz Rivera Mosqueda. Uso del ZnO en la degradación del triclosan mediante irradiación de luz UV. Instituto potosino de investigación científica y tecnología, A.C. San Luis Potosí. Septiembre 2011.
- [35] Iriqui Rascón Jorge Luis. Luminiscencia térmica y ópticamente estimulada de nuevos fósforos de ZnO, Universidad de Sonora, 2011.
- [36] Orante Barrón Víctor Ramón. Termoluminiscencia y luminiscencia ópticamente estimulada de nuevos fósforos de ZnO y derivados. Universidad de Sonora, 2009.
- [37] Morales Martínez Zaid Moisés. Desarrollo y caracterización de películas delgadas de Óxido de Zinc (ZnO) para aplicaciones de electroluminiscencia. Instituto Politécnico Nacional. Mexico, D.F. abril 2013.
- [38] Ü. Özgür, Ya. I. Alivov, C. Liu, A. Teke, M. A. Reshchikov. A comprehensive review of ZnO materials and devices. American Institute of Physics. 2005.

- [39] Segundo Enrique Dobbertin Sánchez. Efecto del Contenido de Cobalto en la Absorbancia Óptica, Fotoluminiscencia y Estructura Cristalina del ZnO Nanoestructurado. Universidad Nacional de Trujillo. Trujillo, Peru. Mayo 2015.
- [40] López Vázquez Alejandra. Crecimiento de nanoalambres de óxido de zinc verticalmente alineados usando el método sol-gel hidrotermal. Benemérita Universidad Autónoma de Puebla. Puebla, Puebla. Julio 2005.
- [41] Eduardo Martínez G., José A. Flores, Eduardo Pérez Tijerina. Depósito de películas ultra delgadas de óxido de zinc (ZnO) por ALD. Ciencia UANL / VOL. XIII, No. 3, julio - septiembre 2010.
- [42] Francisco José Solís Pomar. Síntesis de Nanoestructuras en 1D de ZnO para su uso en Aplicaciones de Energía y Ambientales. Universidad Autónoma de Nuevo León. Abril 2012.
- [43] Roberto Carlos Colonia Surichaqui. Síntesis y Caracterización de Nanopartículas de ZnO₂ y su Actividad Antimicrobiana. Universidad Nacional de Ingeniería. Lima, Perú. 2013.
- [44] Ramiro Omar Ríos Berny. Películas de TiO₂/ZnO depositadas en láminas de Zinc mediante CVD. Instituto Politécnico Nacional. Mexico, D.F. 2010.
- [45] Silvia Beatriz Brachetti Sibaja. Síntesis y caracterización de películas de ZnO-MgO-CeO₂ en diferentes sustratos utilizando la técnica MOCVD. Instituto Politécnico Nacional. Altamira, Tamps. Diciembre 2009.
- [46] María García Martínez. Desarrollo de recubrimientos base aluminio mediante MOCVD para protección frente a la corrosión y a la oxidación. Universidad Complutense de Madrid. Madrid 2013.
- [47] José Manuel Juárez García. Síntesis y caracterización de nanoestructuras de ZnO, ZnS y GaN via depositación química en fase de vapor. Instituto politécnico nacional. México D. F. 2013.

- [48] Claudia Carina Pareja Rivera. Diseño de un ánodo modificado con nanopilares de óxido de zinc y nanopartículas de oro para su empleo en celdas fotoeléctricas. Universidad autónoma del estado de México, Toluca, México 2014.
- [49] Ruvalcaba Cortejo Carlos. Estudio óptico y estructural de vidrios del sistema ZnO-CdO-TeO₂ dopados con iones de tierras raras, 2009
- [50] Yryx Yanet Luna Palacios. Estudio de los efectos de generación de segundo armónico y fluorescencia de soluciones coloidales de Np de ZnO sintetizadas por ablación láser. Universidad Autónoma del Estado de México, Toluca Estado de México, enero 2017
- [51] J. A. Martín Gago. La microscopia para el estudio de materiales y láminas delgadas.
- [52] Marisol Alonso Rodríguez. Desarrollo de películas de óxido de zinc para celdas fotovoltaicas. Universidad Veracruzana. Boca del Río, Veracruz. Junio 2014.
- [53] Xavier Fontané Sánchez. Caracterización por espectroscopia Raman de semiconductores Cu₂ZnSnS₄ para nuevas tecnologías fotovoltaicas. Universitat de Barcelona, 2013.
- [54] Víctor Hugo Romero Arellano. Estudio de las propiedades luminiscentes de óxidos nanocristalinos dopados con Europio (Eu³⁺), Terbio (Tb³⁺) y Tulio (Tm³⁺). Centro de Investigaciones en Óptica A.C. Leon Gto, México. Marzo 2012.
- [55] Guillermo Rozas. Dispositivos de fonones acústicos en nanoestructuras semiconductoras piezoeléctricas. Universidad Nacional de Cuyo. S.C. de Bariloche, diciembre de 2015.
- [56] María Jesús Pérez Expósito. Estudio y desarrollo de materiales fotoluminiscentes con pigmentos de alta emisión en soporte vítreo sinterizado. Universidad de Cantabria. Santander, enero de 2013.

- [57] Pedro Hidalgo Alcalde. Estudio correlativo de propiedades electrónicas locales de GaSb mediante microscopias electrónica y túnel de barrido. Universidad Complutense de Madrid. Madrid, 2005.
- [58] Virgilio Correcher y Javier García-Guinea. Técnicas Luminiscentes. ResearchGate, noviembre 2015.
- [59] Manual de uso, Controladores PID de temperatura, invensys Eurotherm. Edición 5.1 agosto 2007.
- [60] Gregorio Guadalupe Carbajal Arizaga, Gerardo Soto Herrera, Alec M. Fischer Oscar Edel Contreras López. Influence of reaction conditions on the growth of GaN rods in an ammono-CVD reactor. *Journal of Crystal Growth* 319 (2011).
- [61] M. Naseem Siddique, Ateeq Ahmed, P. Tripathi. Electric transport and enhanced dielectric permittivity in pure and Al-doped NiO nanostructures. *Journal of Alloys and Compounds*. 4 July 2017.
- [62] C. Vargas- Hernández, F. N. Jiménez-García, J. F. Jurado. Películas de ZnO impurificadas con Mn usando la técnica Silar. *Suplemento de la Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales* 2009.
- [63] R. Sánchez Zeferino, M. Barboza Flores, and U. Pal. Photoluminescence and Raman Scattering in Ag-doped ZnO Nanoparticles. *Journal of Applied Physics*. 2011.
- [64] Marcela Leonor Martínez Candía. Estudio de Nanocables de ZnO con SEM, STEM, Raman y Espectroscopia. *Caracterización de materiales*, Universidad de Chile, Santiago, Chile 8 de junio, 2012.
- [65] Nur Atiqah binti Hamzah, Swee-Yong, Pung , Srimala Sreekantan, Siti Nor Qurratu Aini Abd Aziz. Effect of CVD Synthesis Parameters on the Growth of Catalyst-Free ZnO NRs. *Materials Science Forum*, 2013.
- [66] E. Hasabeldaim, O.M. Ntwaeaborwa, R.E. Kroon, V. Craciunb E. Coetsee, H.C. Swart. Surface characterization and cathodoluminescence degradation of ZnO thin films. *Applied Surface Science*, 2017.

[67] Adel S. Sedra y Kenneth C. Smith, Circuitos microelectrónicos, quinta edición, Mc Graw Hill, pp. 346-350, 2006.