

**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE BAJA CALIFORNIA
INSTITUTO DE INGENIERÍA
PROGRAMA DE MAESTRÍA Y DOCTORADO EN CIENCIAS E INGENIERÍA**



**“DISEÑO Y CONSTRUCCIÓN DE UN SISTEMA DE DEPÓSITO POR CAPAS
ATÓMICAS PARA LA OBTENCIÓN DE PELÍCULAS DELGADAS
SEMICONDUCTORAS Y AISLANTES”**

TESIS
PARA OBTENER EL GRADO DE:
MAESTRÍA EN INGENIERÍA

PRESENTA
JACKELINE NAVARRO RODRÍGUEZ

DIRECTOR
DR. FRANCISCO DAVID MATEOS ANZALDO

CO-DIRECTOR
DR. JESÚS ROMÁN MARTÍNEZ CASTELO

MEXICALI, B.C.

JUNIO 2025

Agradecimientos

A lo largo de este proceso, he recibido apoyo invaluable de muchas personas que, con su dedicación y generosidad, me han permitido alcanzar este importante logro. Quiero expresar mi más sincero agradecimiento a todas ellas.

En primer lugar, a mi director de tesis al Dr. Fco David Mateos Anzaldo, por su orientación, paciencia y consejos sabios durante todo este proceso. Su apoyo constante ha sido fundamental para que pudiera desarrollar este trabajo de manera eficiente y con mucho aprendizaje. A mi codirector de tesis Dr. Jesús Román Martínez Castelo, por haberme apoyado y creer en mí.

Agradezco al Instituto de Ingeniería de la Universidad Autónoma de Baja California, por brindarme las herramientas y recursos necesarios para llevar a cabo este trabajo.

Gracias también a todos los profesores y profesoras que, a lo largo de mi formación académica, me han transmitido sus conocimientos y me han impulsado a seguir aprendiendo.

También quiero agradecer a mis amigos y compañeros de estudios, quienes, con su amistad y colaboración, hicieron más llevadero el camino de esta tesis. Su apoyo emocional y sus aportes en momentos clave me han sido muy valiosos.

Un agradecimiento por el apoyo financiero de SECIHTI (antes CONAHCyT) por la beca de maestría (No. 290842).

Finalmente, agradezco a todas las personas que, de una u otra manera, contribuyeron a la realización de este proyecto, ya sea con sus ideas, tiempo o esfuerzos. Cada uno de ustedes ha dejado una huella significativa en este logro.

Dedicatoria

La lista de personas a quienes debo dedicar esta tesis es extensa, ya que a lo largo de mi vida he recibido apoyo tanto académico como personal.

En primer lugar, agradezco a Dios por haberme acompañado y guiado, por ser mi fortaleza en momentos de debilidad y por brindarme una vida llena de aprendizajes, experiencias y sobre todo felicidad.

Esta dedicatoria en especial va para mi familia, cuyo apoyo incondicional, comprensión y constante motivación han sido fundamentales en cada etapa de mi desarrollo. En particular quiero dedicar unas palabras a ellos, quienes siempre han sido mi motor que impulsa mis sueños y esperanzas, me han brindado su amor y respaldo inquebrantable.

Resumen

La industria de semiconductores exige constantemente nuevas alternativas para obtener materiales con propiedades superiores, fundamentales para el desarrollo de la electrónica moderna. En respuesta a esta demanda, el presente proyecto de investigación se centró en el diseño y construcción de un sistema de depósito por capas atómicas (ALD, por sus siglas en inglés “*Atomic Layer Deposition*”), que permite la deposición de películas semiconductoras y aislantes de espesor nanométrico a bajas temperaturas, mediante el uso de precursores en fase gaseosa. La técnica de ALD ofrece ventajas significativas, tales como: control preciso del espesor, capacidad para generar multicapas, uniformidad excepcional y recubrimiento conformal sobre estructuras tridimensionales con alta relación de aspecto. El proceso de deposición sigue un ciclo de cuatro pasos bien definidos: i) introducción de un precursor organometálico, ii) purgado con gas inerte, iii) aplicación de un agente oxidante y iv) un segundo purgado con gas inerte. Esta secuencia garantiza un recubrimiento uniforme y conformal, esencial para la obtención de materiales con espesor controlado a escala nanométrica.

Este proyecto adquiere particular relevancia al implementar un sistema ALD en el Laboratorio de Semiconductores, Microelectrónica y Nanotecnología del Instituto de Ingeniería de la Universidad Autónoma de Baja California (II-UABC). El sistema está diseñado y automatizado por LabVIEW para la obtención de películas delgadas de materiales semiconductores y aislantes estratégicos, como el óxido de zinc (ZnO) y el óxido de aluminio (Al₂O₃). El diseño del sistema priorizó la economía, la facilidad de operación y el mínimo mantenimiento, siendo completamente desarrollado con un diseño original. La fabricación contó con la valiosa colaboración interinstitucional de la Facultad de Ciencias de la Ingeniería y Tecnología de la UABC (FCITEC-UABC) en el maquinado de componentes y el Centro de Nanociencias y Nanotecnología de la Universidad Nacional Autónoma de México (CNYN-UNAM) en el ensamblado del sistema.

Este proyecto de maestría representa una contribución significativa a la implementación de tecnologías de deposición avanzadas, con aplicaciones potenciales en el desarrollo de dispositivos electrónicos y optoelectrónicos de próxima generación. El resultado principal ha sido el desarrollo exitoso de un sistema de depósito capaz de producir películas delgadas semiconductoras y aislantes con características controladas y reproducibles.

Palabras Clave: ALD, Películas delgadas, Al₂O₃, ZnO, Semiconductores, Aislantes.

Abstract

The semiconductor industry constantly demands new alternatives to obtain materials with superior properties, fundamental for the development of modern electronics. In response to this demand, the present research project focused on the design and construction of an atomic layer deposition (ALD) system, which allows the deposition of nanometer-thick semiconductor and insulating films at low temperatures, using gas-phase precursors. The ALD technique offers significant advantages, such as precise thickness control, ability to generate multilayers, exceptional uniformity and conformal coating on three-dimensional structures with high aspect ratio. The deposition process follows a well-defined four-step cycle: i) introduction of an organometallic precursor, ii) purging with inert gas, iii) application of an iv) oxidizing agent and a second purging with inert gas. This sequence guarantees a uniform and conformal coating, essential for obtaining materials with controlled thickness at the nanometer scale.

This project becomes particularly relevant when implementing an ALD system at the Semiconductor, Microelectronics and Nanotechnology Laboratory of the Engineering Institute of the Autonomous University of Baja California (II-UABC). The system is initially designed and automated by LabVIEW to obtain thin films of semiconductor and strategic insulating materials, such as zinc oxide (ZnO) and aluminum oxide (Al₂O₃). The system design prioritized economy, ease of operation and minimum maintenance, being fully developed with an original design. The fabrication had the valuable inter-institutional collaboration of the Faculty of Engineering Sciences and Technology of the UABC (FCITEC-UABC) in the machining of components and the Center for Nanoscience and Nanotechnology of the National Autonomous University of Mexico in the assembly of the system.

This master project represents a significant contribution to the implementation of advanced deposition technologies, with potential applications in the development of next generation electronic and optoelectronic devices. The main outcome has been the successful development of a deposition system capable of producing semiconducting and insulating thin films with controlled and reproducible characteristics.

Keywords: ALD, Thin films, Al₂O₃, ZnO, Semiconductor, Insulator.

Abreviaturas

Siglas	Significado
ALD	Atomic Layer Deposition (Deposición por capas atómicas)
LSMN	Laboratorio de Semiconductores, Microelectrónica y Nanotecnología
UABC	Universidad Autónoma de Baja California
FCITEC	Facultad de Ciencias de la Ingeniería y Tecnología de la UABC
CNYN-UNAM	Centro de Nanociencias y Nanotecnología de la Universidad Nacional Autónoma de México
T-ALD	Thermal-Atomic layer deposition (Deposición por capas atómicas térmica)
MLD	Molecular layer deposition (Deposición de capas moleculares)
ALE	Atomic Layer Epitaxy (Epitaxia de capas atómicas)
CVD	Chemical Vapour Deposition (Deposición química de vapor)
PVD	Physical Vapour Deposition (Deposición física de vapor)
DCM	Dual Chamber Modules (Módulos de doble cámara)
QCM	Quad Chamber Module (Módulo de cámara cuádruple)
IoT	The Internet of Things (Internet de las cosas)
ICAPS	Interactive Computer Aided Provisioning System (Sistema interactivo de aprovisionamiento asistido por computadora)
MEMS	Micro-Electro-Mechanical Systems (Sistemas microelectromecánicos)
LED	Light Emitting Diode (Diodo emisor de luz)
SSW	Seam Suppressed Tungsten (Tungsteno con supresión de costura)
CFD	Computational Fluid Dynamics (Dinámica de fluidos computacional)
HV	High Vacuum (Alto vacío)
UHV	Ultra High Vacuum (Ultra alto vacío)

Abreviaturas

Siglas	Significado
RF	Radio Frequency (Radio frecuencia)
IACS	Internacional Annealed Copper Standard (Estándar internacional del cobre recocido)
TASEL	Transparent Advanced Surface Electroluminescent (Pantallas de superficie electroluminiscente transparente avanzada)
VCR	Vacuum Coupling Radiation (Radiación de acoplamiento al vacío)
LabVIEW	Laboratory Virtual Instrument Engineering Workbench (Plataforma de ingeniería de instrumentos virtuales de laboratorio)
GPIO	General Purpose Interface Bus (Bus de interfaz de propósito general)
USB	Universal Serial Bus (Bus universal en serie)
UI	User Interface (Diseño de la interfaz de usuario)
IDE	Integrated Development Environment (Entorno de desarrollo integrado)
Al₂O₃	Aluminum Oxide (Óxido de aluminio)
ZnO	Zinc Oxide (Óxido de zinc)
VASE	Variable Angle Spectroscopic Ellipsometry (Espectroscopía elipsométrica de ángulo variable)
SEM	Scanning Electron Microscopy (Microscopía electrónica de barrido)
EDS	Electron Dispersive Microscopy (Espectroscopía de rayos-X de energía dispersiva)
SEI	Secondary Electron Images (Imágenes por electrones secundarios)
BSE	Backscattered Electrons (Electrones retrodispersados)
AFM	Atomic Force Microscope (Microscopía de fuerza atómica)
XPS	X-Ray Photoelectron Spectroscopy (Espectroscopía de fotoelectrones de Rayos X)

ÍNDICE GENERAL

CAPÍTULO I:

INTRODUCCIÓN.....	1
1.1. Introducción.....	2
1.1.1. Antecedentes de la técnica ALD.....	2
1.1.2. Comparativa entre ALD y las técnicas de deposición química de vapor (CVD).....	4
1.1.3. Comparativa entre ALD y las técnicas de deposición física de vapor (PVD).....	4
1.2. Sistemas ALD comerciales.....	6
1.2.1. ASM International N.V.....	7
1.2.2. Applied Materials Inc.....	8
1.2.3. Veeco Instruments Inc.....	10
1.2.4. Cambridge NanoTech.....	11
1.2.5. Tokyo Electron Limited (TEL).....	12
1.2.6. Kurt J. Lesker Company.....	12
1.2.7. Beneq.....	14
1.2.8. Oxford Instruments.....	15
1.2.9. Premier Solutions Sharpens You Solutions.....	16
1.2.10. Nano-Master Inc.....	17
1.2.11. SENTECH Instruments.....	18
1.3. Justificación.....	19
1.4. Hipótesis.....	19
1.5. Objetivos.....	19
1.5.1. Objetivo general.....	19
1.5.2. Objetivos específicos.....	19
Referencias bibliográficas.....	20

CAPÍTULO II:

MARCO TEÓRICO.....	22
2.1. Principios de la técnica ALD.....	23
2.1.1. Ciclo ALD.....	23
2.1.2. Tipos de ALD.....	24
2.1.2.1. Térmico.....	24
2.1.2.2. Plasma.....	25
2.1.3. Tipos de reactores.....	25
2.1.3.1. Paredes frías.....	26
2.1.3.2. Paredes calientes.....	26
2.1.3.3. Showerhead.....	26
2.1.4. Deposición de materiales en forma de película delgada.....	27
2.1.5. Tipos de precursores.....	28
2.1.5.1. Precursores para depositar Al_2O_3	28
2.1.5.2. Precursores para depositar ZnO.....	30
2.2. Sistemas de automatización y control.....	31
2.2.1. Lab View.....	31
2.2.1.1. Definir los requisitos del sistema.....	32
2.2.1.2. Configurar los dispositivos de hardware.....	33
2.2.1.3. Diseño de la interfaz de usuario (UI).....	33
2.2.2. Arduino.....	33
2.3. Técnicas de caracterización de películas delgadas.....	34
2.3.1. Elipsometría.....	34
2.3.2. SEM/EDS.....	35
2.3.3. AFM.....	37
2.3.4. XPS.....	37
Referencias bibliográficas.....	39

CAPÍTULO III:	
DETALLES EXPERIMENTALES.	43
3.1. Diseño del reactor	44
3.1.1. Compatibilidad entre reactor y precursores	45
3.2. Fabricación del reactor.....	46
3.3. Lista de componentes del ALD.....	47
3.4. Control de válvulas ALD	50
3.5. Control de vacío.....	51
3.6. Control de fugas.....	52
Referencias bibliográficas.....	53
CAPÍTULO IV:	
RESULTADOS Y DISCUSIONES.....	57
4.1. Ensamblaje de componentes del sistema ALD	58
4.2. Automatización del ciclo ALD.....	59
4.2.1. Programación del ciclo ALD en LabVIEW	59
4.2.2. Implementación de controladores y sensores	61
4.2.3. Pruebas y depuración	61
4.2.4. Optimización y automatización	61
4.2.5. Documentación	62
4.3. Depósitos de películas delgadas.....	63
4.3.1. Películas delgadas de Al ₂ O ₃	63
4.3.2. Películas delgadas de ZnO	65
4.4. Caracterización de películas delgadas.....	67
4.4.1. Elipsometría	67
4.4.1.1. Película delgada de Al ₂ O ₃	67
4.4.1.2. Película delgada de ZnO	70
4.4.2. SEM/EDS	73
4.4.2.1. Película delgada de Al ₂ O ₃	75
4.4.2.2. Película delgada de ZnO	74
4.4.3. AFM.....	75
4.4.3.1. Película delgada de Al ₂ O ₃	75
4.4.3.2. Película delgada de ZnO	76
4.4.4. XPS	77
4.4.4.1. Película delgada de Al ₂ O ₃	77
4.4.4.2. Película delgada de ZnO	80
Referencias bibliográficas.....	85
CAPÍTULO V:	
CONCLUSIONES Y TRABAJO FUTURO.	87
5.1. Conclusiones	88
5.2. Trabajo futuro	90

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 2.1. Ciclo ALD.....	23
Figura 2.2. Tabla periódica de elementos depositables por ALD.....	27
Figura 2.3. Logo LabVIEW.....	31
Figura 2.4. Arduino Uno.	33
Figura 2.5. Elipsómetro J.A. Woollam M-2000U.	35
Figura 2.6. Microscopio electrónico de barrido JEOL 6010Plus/LV.....	36
Figura 2.7. Microscopio de fuerza atómica MFP3D-SA Asylum Research.....	38
Figura 2.8. Espectroscopio fotoelectrónico de Rayos X.	38
Figura 3.1. Diseño de la cámara y sus dimensiones.	444
Figura 3.2. Diseño de la primera cubierta de la cámara.	45
Figura 3.3. Diseño de la segunda cubierta de la cámara.	45
Figura 3.4. Torno de alta precisión.....	46
Figura 3.5. Mecanismo de activación manual de válvulas.	51
Figura 3.6. Entrada de precursor a la cámara.	52
Figura 4.1. Diseño esquemático del sistema ALD desarrollado.....	58
Figura 4.2. Sistema ALD instalado en el LSMN.....	59
Figura 4.3. Diagrama de bloques en LabVIEW.	59
Figura 4.4. Panel frontal en LabVIEW.....	62
Figura 4.5. Película delgada de Al ₂ O ₃ depositada sobre p-si (a) y corning glass (b).....	64
Figura 4.6. Película delgada de ZnO depositada sobre p-si (a) y corning glass (b).	66
Figura 4.7. Dependencias experimentales de ψ y Δ y las curvas ajustadas para una capa depositada de óxido de aluminio.	67
Figura 4.8. Representación esquemática de la muestra de Al ₂ O ₃ analizada.....	68
Figura 4.9. Índice de refracción (n) y coeficiente de extinción (k) de la película delgada de Al ₂ O ₃ obtenida por ALD.	68
Figura 4.10. Espectro de transmisión de una película de óxido de aluminio depositada sobre corning glass.....	69
Figura 4.11. Gráfica de Tauc-plot de la muestra de Al ₂ O ₃ /CG.....	69
Figura 4.12. Representación esquemática de la muestra de ZnO analizada.....	70
Figura 4.13. Dependencias experimentales de ψ y Δ y las curvas ajustadas para una capa depositada de óxido de zinc.	70
Figura 4.14. Índice de refracción (n) y coeficiente de extinción (k) de la película delgada de ZnO obtenida por ALD.	71
Figura 4.15. Comparación del espectro de transmisión de un sustrato de corning glass y de una película de ZnO sobre corning glass.	71

Figura 4.16. Gráfica de Tauc-plot de la muestra de ZnO/CG.....	72
Figura 4.17. Micrografía SEM (a) y espectro EDS (b) de la película de Al ₂ O ₃ depositada sobre silicio.....	73
Figura 4.18. Micrografía SEM (a) y espectro EDS (b) de la película de ZnO depositada sobre silicio.....	74
Figura 4.19. Película delgada de Al ₂ O ₃	75
Figura 4.20. Película delgada de ZnO	76
Figura 4.21. Espectro XPS de Al ₂ O ₃	77
Figura 4.22. Espectro XPS del pico de carbono 1s de la muestra de Al ₂ O ₃	78
Figura 4.23. Espectro XPS del pico de oxígeno 1s de la muestra de Al ₂ O ₃	79
Figura 4.24. Espectro XPS del pico de aluminio 2p de la muestra de Al ₂ O ₃	80
Figura 4.25. Espectro XPS de ZnO.	81
Figura 4.26. Espectro XPS del pico de carbono 1s de la muestra de ZnO.	82
Figura 4.27. Espectro XPS del pico de oxígeno 1s de la muestra de ZnO.	83
Figura 4.28. Espectro XPS del pico de zinc 2p de la muestra de ZnO.....	84

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1.1. Comparativa entre ALD y otras técnicas de deposición.....	5
Tabla 1.2. Sistemas ALD de la empresa ASM International.	7
Tabla 1.3. Sistemas ALD de la empresa Applied Materials Inc.	8
Tabla 1.4. Sistemas ALD de la empresa Veeco Instruments Inc..	10
Tabla 1.5. Sistemas ALD de la empresa Cambridge NanoTech ahora Veeco Instruments Inc.	11
Tabla 1.6. Sistemas ALD de la empresa Tokyo Electron Limited.....	12
Tabla 1.7. Sistemas ALD de la empresa Kurt J. Lesker Company	13
Tabla 1.8. Sistemas ALD de la empresa Beneq	14
Tabla 1.9. Sistemas ALD de la empresa Oxford Instruments.....	15
Tabla 1.10. Sistema ALD de la empresa Premier Solutions Sharpens You Solutions.....	16
Tabla 1.11. Sistemas ALD de la empresa Nano-Master Inc.....	17
Tabla 1.12. Sistemas ALD de la empresa SENTECH Instruments.	18
Tabla 2.1. Precursores para obtener películas delgadas de óxido de aluminio.....	29
Tabla 2.2. Precursores para obtener películas delgadas de óxido de zinc.	30
Tabla 3.1. Cotización de componentes para un sistema ALD.	48
Tabla 3.2. Cotización de precursores empleados.....	49
Tabla 3.3. Relación entre el tiempo de vacío y su pérdida.	51
Tabla 4.1. Parámetros de deposición utilizados para obtener Al ₂ O ₃	64
Tabla 4.2. Parámetros de deposición utilizados para obtener ZnO.	65

CAPÍTULO I: INTRODUCCIÓN

1.1. Introducción

En la era contemporánea, la industria microelectrónica se encuentra en un constante afán por concebir dispositivos electrónicos y optoelectrónicos que no sólo incrementen la comodidad y facilidad en la vida cotidiana, sino que también abran nuevas fronteras en la interacción tecnológica del ser humano con su entorno. Esta búsqueda incesante de innovación demanda una transformación radical en el paradigma de desarrollo científico y tecnológico. Entre las cualidades más imperativas para esta nueva generación de dispositivos se destacan la eficiencia excepcional y la viabilidad económica. La presión para lograr avances en estos aspectos impulsa a la industria hacia un terreno de experimentación y creatividad sin precedentes. Los materiales en forma de película delgada emergen como piezas clave en este rompecabezas tecnológico, al satisfacer la necesidad de dispositivos electrónicos y optoelectrónicos con propiedades mejoradas, al tiempo que brindan una plataforma para la investigación detallada de las propiedades físicas de los materiales subyacentes. Por ende, su relevancia tecnológica es innegable. No obstante, el avance hacia esta visión futurista requiere no solo materiales innovadores, sino también métodos de fabricación igualmente revolucionarios. Es aquí donde entra en juego la necesidad de sistemas de depósito avanzados, capaces de crear dispositivos cada vez más sofisticados y eficientes. En este contexto, el presente proyecto de investigación ha contribuido significativamente al desarrollo de un sistema de Depósito por Capas Atómicas (*ALD* por sus siglas en inglés “*Atomic Layer Deposition*”), caracterizado por su eficiencia sobresaliente y su costo de producción reducido.

Este avance, fue llevado a cabo en el Laboratorio de Semiconductores, Microelectrónica y Nanotecnología (LSMN) del Instituto de Ingeniería de la Universidad Autónoma de Baja California (UABC), el cual tiene como finalidad ampliar la capacidad de deposición de diversos materiales semiconductores y aislantes.

1.1.1. Antecedentes de la técnica ALD

La deposición de capas atómicas (ALD) ha experimentado un notable desarrollo desde sus inicios, con una abundante historia que se remonta a los primeros trabajos sobre deposición de capas moleculares (*MLD* por sus siglas en inglés “*Molecular Layer Deposition*”) realizados en la Unión Soviética durante la década de 1960.

Estos trabajos se enfocaron en la comprensión del proceso de formación de capas de materiales de diferentes composiciones, sentando las bases de lo que más tarde se convertiría en una técnica esencial para la deposición de materiales semiconductores, para la fabricación de dispositivos avanzados.

En la década de 1970, se realizaron avances significativos con la invención de los procesos y reactores de epitaxia de capas atómicas (*ALE* por sus siglas en inglés “*Atomic Layer Epitaxy*”). Este desarrollo marcó un hito en la capacidad de controlar la deposición de materiales a nivel atómico, permitiendo la creación de estructuras precisas y uniformes que eran imposibles de lograr con otro tipo de técnicas [1]. La técnica de ALD fue desarrollada originalmente a mediados de los 70's, por el Dr. Tuomo Suntola y sus colaboradores, Jorma Antson, Sven Lindfors y Arto Pakkala [2]. La motivación principal para desarrollar la tecnología ALD fue la necesidad de obtener películas delgadas de alta calidad para pantallas planas electroluminiscentes (TFEL). Los primeros experimentos se realizaron utilizando zinc y azufre elementales.

El término “atómico” en el nombre ALD se deriva del uso original de fuentes atómicas elementales en el proceso. Por otro lado, la palabra “epitaxia” proviene de las raíces griegas “epi”, que significa “por encima” y “taxis”, que significa “de forma ordenada”. Durante los años 80's y 90's, la epitaxia de capas atómicas experimentó una notable evolución, transitando de MLD a ALE y finalmente a ALD, demostrando cómo la tecnología se adaptaba y mejoraba para satisfacer las necesidades de la industria. Fue en esta época cuando el término ALD comenzó a ser ampliamente reconocido y aceptado, consolidando su posición como una técnica clave en la ciencia de materiales y la ingeniería. El campo de la técnica de ALD no ha dejado de avanzar y se encuentra en constante evolución. A medida que se desarrollan nuevas tecnologías y se adquiere un mayor conocimiento, se han implementado mejoras significativas sobre el sistema de ALD. Estas mejoras no solo optimizan el rendimiento y la precisión del proceso, sino que también amplían su aplicabilidad en diversas áreas, como la fabricación de dispositivos electrónicos avanzados y el desarrollo de materiales innovadores. El sistema ALD adquirió importancia comercial a principios de los 2000 cuando la industria de los semiconductores adoptó el ALD para la fabricación de transistores de alto rendimiento. Al iniciarse esta oleada de interés la comunidad de American Vacuum Society (AVS) reconoció el potencial de este campo [3-7].

1.1.2. Comparativa entre ALD y las técnicas de deposición química de vapor (CVD)

La técnica ALD ofrece un control atómico sobre el grosor de las capas, lo que permite una uniformidad excepcional en las películas depositadas. En contraste, las técnicas CVD, tales como presión atmosférica (AP-CVD), baja presión (LP-CVD) y plasma mejorado (PE-CVD), también producen capas uniformes, pero no alcanzan el nivel de precisión y control del espesor que ofrece ALD. La técnica de ALD, también es superior en la conformabilidad del recubrimiento, es decir, la capacidad de adaptarse o ajustarse a superficies con geometrías complejas, debido a su proceso basado en reacciones secuenciales autocontroladas. En cambio, las técnicas CVD, por su parte, pueden tener dificultades para recubrir uniformemente superficies tridimensionales.

Adicionalmente, la técnica de ALD generalmente se realiza a temperaturas más bajas que las utilizadas en las técnicas CVD, lo que es una gran ventaja para sustratos sensibles al calor, lo cual es compatible con sustratos poliméricos para aplicaciones en electrónica flexible [3,7].

1.1.3. Comparativa entre ALD y las técnicas de deposición física de vapor (PVD)

Si comparamos la técnica de ALD con las técnicas PVD, tales como: evaporación térmica, erosión iónica o sputtering, arco eléctrico y haz de electrones, observamos que las técnicas PVD pueden generar capas relativamente gruesas en un solo ciclo, mientras que ALD es ideal para la deposición de capas extremadamente delgadas, con un control atómico del espesor. Además, la técnica ALD supera a las técnicas PVD en términos de uniformidad y conformalidad, especialmente en recubrimientos sobre superficies irregulares. Las técnicas PVD tienden a ser menos eficaces que ALD para recubrir de manera uniforme superficies con formas complejas o con alta relación de aspecto. En cuanto a los niveles de presión de operación, ALD requiere presiones relativamente bajas (1-10 Torr) y temperaturas moderadas (25-400°C), mientras que las técnicas PVD requieren condiciones de alto vacío (10^{-3} - 10^{-7} Torr) o ultra alto vacío (10^{-7} - 10^{-11} Torr) y temperaturas más elevadas que pueden alcanzar los 1500°C, como en el caso de la técnica de haz por electrones [8].

La técnica de erosión iónica o sputtering, aunque es efectiva para depósitos de materiales en forma de película delgada, no ofrece el mismo grado de control atómico. ALD es más adecuado para depositar materiales de manera uniforme sobre superficies tridimensionales, a diferencia de sputtering, ya que puede ser limitado en aplicaciones donde la uniformidad es crítica. Aunque ambas técnicas pueden depositar una amplia variedad de materiales, ALD tiene la ventaja en la capacidad de depositar óxidos, nitruros y otros compuestos a temperaturas más bajas [9].

En la **Tabla 1.1**, se puede observar una comparativa de las características más relevantes de la técnica de ALD y las técnicas de CVD y PVD.

Tabla 1.1. Comparativa entre ALD y otras técnicas de deposición.

Característica	ALD	CVD	PVD
Mecanismo de crecimiento	Autolimitado, por capas	Continuo, por reacción química en fase gaseosa	Continuo, por deposición física de átomos o moléculas
Control de espesor	Muy alto, a nivel atómico	Bueno, pero puede ser menos preciso que ALD	Moderado, depende de la técnica específica
Conformabilidad	Excelente, cubre superficies complejas	Buena, pero puede ser limitada en geometrías complejas	Variable, depende de la técnica específica
Temperatura de proceso	Relativamente baja	Moderada a alta	Variable, desde bajas a altas temperaturas
Pureza	Alta, debido al mecanismo de crecimiento autolimitado	Variable, dependiendo de los precursores y las condiciones de proceso	Variable, dependiendo de la fuente de vaporización y las condiciones de vacío
Velocidad de deposición	Baja	Moderada a alta	Variable, puede ser muy alta en algunas técnicas
Costo (\$US dólares)	\$35,000 - \$150,000	\$20,000 - \$200,000	\$20,000 - \$200,000
Aplicaciones típicas	Microelectrónica, óptica, catálisis, biomateriales, etc.	Microelectrónica, recubrimientos, fabricación de componentes, etc.	Recubrimientos decorativos, herramientas de corte, electrónica, etc.

1.2. Sistemas ALD comerciales

Como se ha analizado previamente, ALD es una técnica que nos permite hacer recubrimientos de múltiples materiales. El recubrimiento es en forma de película delgada y la técnica nos permite realizar un control nanométrico preciso del grosor y la composición del material depositado.




El principio de funcionamiento de la técnica se basa en reacciones químicas secuenciales autolimitantes, lo que garantiza una cobertura uniforme y conformal incluso en estructuras tridimensionales complejas. Esta característica la hace particularmente valiosa para aplicaciones en las que se requiere una alta uniformidad y precisión a nivel atómico. En consecuencia, la técnica de ALD se ha convertido en una tecnología central en sectores como la micro y nanoelectrónica, las baterías de estado sólido, la fotónica y la fabricación de dispositivos médicos.



En el ámbito industrial, diversos fabricantes han desarrollado sistemas ALD comerciales adaptados tanto a la producción a gran escala como a la investigación, consolidando esta técnica como un pilar de la fabricación avanzada. Entre los líderes del sector se encuentran *ASM International* y *Applied Materials Inc.*, cuyas plataformas ALD se utilizan ampliamente en la industria de semiconductores para la producción de transistores avanzados y dispositivos de memoria. Las empresas *Veeco Instruments* y *Tokyo Electron Limited*, ofrecen soluciones de alto rendimiento para la deposición de capas atómicas en procesos CMOS y dispositivos 3D-NAND. Por su parte, *Cambridge Nanotech* (ahora parte de *Ultratech/Veeco*) y *Beneq* se especializan en sistemas modulares para investigación y aplicaciones industriales como recubrimientos ópticos y barreras de humedad para pantallas OLED. Empresas como *Oxford Instruments*, *Kurt J. Lesker*, *Premier Solutions*, *Nano-Master Inc.* y *Sentech Instruments*, completan el panorama con sistemas versátiles que permiten desde el recubrimiento de nanopartículas hasta la integración en líneas de producción para energías renovables, sensores, y dispositivos biomédicos. Estas soluciones demuestran la creciente adopción de la técnica de ALD como una tecnología esencial en el desarrollo de materiales funcionales y componentes de alta precisión en la era de la nanotecnología.

1.2.1. ASM International N.V.

Es una empresa líder mundial en la fabricación de equipos y tecnologías para la industria de semiconductores. Se especializa en desarrollar y suministrar herramientas avanzadas de deposición de materiales, como ALD y CVD, utilizadas en la producción de dispositivos semiconductores. En la **Tabla 1.2.** podemos observar los sistemas ALD fabricados por la empresa ASM International NV.

Tabla 1.2. Sistemas ALD de la empresa ASM International [10].


Sistema	Imagen	Características
<p>EmerALD XP</p>		<ul style="list-style-type: none"> • Cabezal de ducha para distribución uniforme de gas sobre la oblea. • Diseño compacto con cámara de volumen optimizado. • Soporte para plasma directo y remoto para mayor control. • Función de limpieza de cámara que mejora el tiempo de actividad.
<p>Pulsar XP ALD</p>		<ul style="list-style-type: none"> • Reactor isotérmico de bajo volumen optimizado para ALD. • Flujo cruzado con flujo laminar para mayor uniformidad. • Suministro desde fuentes sólidas (mayor rendimiento que líquidos). • Válvula de gas inerte para control preciso pulso/purga. • Alta repetibilidad de oblea a oblea y mínimos tiempos de purga.
<p>Synergis ALD</p>		<ul style="list-style-type: none"> • Hasta 8 cámaras (4 módulos de doble cámara). • Cámaras independientes y de bajo volumen. • Control térmico preciso y excelente repetibilidad. • Bajo costo por oblea y mantenimiento preventivo rápido.


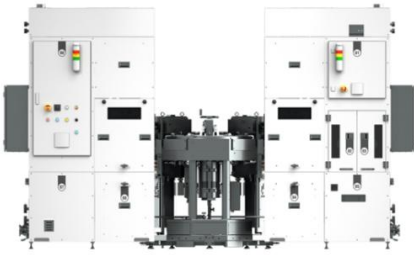

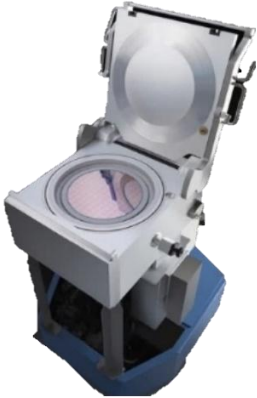
<p>Eagle XP8</p>		<ul style="list-style-type: none"> • Hasta 8 cámaras (DCM) en configuración compacta. • Uso eficiente de gas, bajo volumen. • Excelente repetibilidad entre cámaras. • Fácil mantenimiento y bajo consumo energético.
<p>XP8 QCM PEALD</p>		<ul style="list-style-type: none"> • 4 reactores sincronizados para eficiencia y flexibilidad. • Procesamiento de alta precisión en óxido y nitruro de silicio. • Procesamiento rápido y bajo consumo energético. • Ideal para producción exigente en microelectrónica avanzada. • Diseño ergonómico de cámara y repetibilidad excelente.

1.2.2. Applied Materials Inc.

Es una empresa global de tecnología que se especializa en la fabricación de equipos, servicios y software para la producción de semiconductores, pantallas planas y productos relacionados con energía solar. Fue fundada en 1967 y tiene su sede en Santa Clara, California, Estados Unidos. En la **Tabla 1.3.** Se muestran los sistemas fabricados por la empresa Applied Materials Inc.

Tabla 1.3. Sistemas ALD de la empresa Applied Materials Inc [11].



Sistema	Imagen	Características
<p>Applied Morpher ALD</p>		<ul style="list-style-type: none"> • Diseñado para obleas de hasta 200 mm. • Orientado a mercados ICAPS: IoT, comunicaciones, automotriz, energía y sensores. • Soporta la producción de: MEMS, sensores, LED, láseres, electrónica de potencia, óptica y componentes 5G.

<p>Applied Picosun Morpher P</p>		<ul style="list-style-type: none"> • Presenta manejo totalmente automatizado de obleas. • Usa una plataforma de vacío tipo clúster para una sola oblea, estándar en la industria.
<p>Applied Picosun Morpher T</p>		<ul style="list-style-type: none"> • Diseñado para obleas de hasta 200 mm. • Prioriza calidad, control y rendimiento para industrias exigentes. • Al igual que el Applied Morpher ALD soporta producción de MEMS, entre otros dispositivos.
<p>Applied Picosun Sprinter</p>		<ul style="list-style-type: none"> • Películas barreras. • Dieléctricos. • Óxidos de alta k. • Películas ópticas y otros materiales. • Alta uniformidad y calidad. • Procesamiento rápido. • Alto rendimiento. • Fiabilidad absoluta.
<p>Centura iSprint SSW ALD/CVD</p>		<ul style="list-style-type: none"> • Mecanismo de deposición único que minimiza defectos estructurales. • Aumenta la calidad del relleno en aplicaciones críticas. • Alta versatilidad para distintas geometrías y materiales.

1.2.3. Veeco Instruments Inc.

Es una empresa estadounidense que diseña y fabrica equipos avanzados para la producción de materiales y dispositivos de alta tecnología. Fundada en 1945, Veeco comenzó como una compañía enfocada en herramientas de medición, pero con el tiempo se ha convertido en un líder global en tecnologías de fabricación de semiconductores, pantallas y dispositivos ópticos avanzados (Tabla 1.4.).

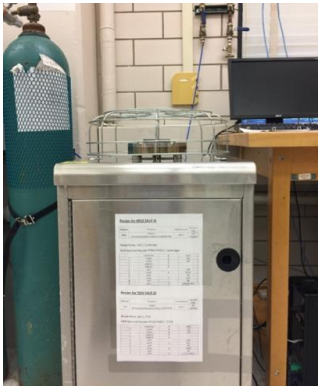

Tabla 1.4. Sistemas ALD de la empresa Veeco Instruments Inc. [12].

Sistema	Imagen	Características
<p>Savannah – ALD térmico para I+D</p>		<ul style="list-style-type: none"> • Arquitectura eficiente y accesible económicamente. • Optimización en uso de precursores y consumo energético. • Su diseño reduce significativamente los costos operativos.
<p>Fiji – ALD mejorado con plasma para I+D</p>		<ul style="list-style-type: none"> • Sistema de alto vacío con arquitectura modular versátil. • Soporta deposición térmica y asistida por plasma. • Configuraciones flexibles de precursores y gases de plasma. • Ingeniería optimizada por dinámica de fluidos computacional (CFD) para: reactor y sistema de calentamiento. • Interfaz intuitiva y monitoreo en tiempo real. • Modificación de recetas y adaptación de procesos en forma dinámica.

1.2.4. Cambridge NanoTech

Es una empresa especializada en la tecnología de ALD. Fundada en 2003 y ubicada en Cambridge, Massachusetts, la compañía se ha consolidado como líder en la fabricación de equipos de ALD, que se utilizan principalmente en la investigación y desarrollo de materiales avanzados y nanoestructuras. Savannah es una línea de equipos diseñados para ALD desarrollada inicialmente por Cambridge NanoTech, que posteriormente fue adquirida por Veeco Instruments Inc. Los sistemas Savannah (**Tabla 1.5.**) son reconocidos en la industria por su diseño compacto, accesibilidad y fiabilidad, siendo particularmente populares en aplicaciones de investigación y desarrollo.


Tabla 1.5. Sistemas ALD de la empresa Cambridge NanoTech ahora Veeco Instruments Inc. [13,14].

Sistema	Imagen	Características
<p>Savannah S100 ALD</p>	 <p>A photograph of the Savannah S100 ALD system. It features a stainless steel reactor chamber with a control panel on the front. To the left, a green gas cylinder is visible. The system is situated on a laboratory bench.</p>	<ul style="list-style-type: none"> • Películas disponibles: Al₂O₃, TiO₂ y HfO₂ • Temperatura de deposición: 80–200 °C • Espesor máximo de película: 100 nm • Tamaño máximo de muestra: 4 pulgadas de diámetro • Tasa de deposición: aproximadamente 1 ángstrom por ciclo.
<p>Savannah S-200</p>	 <p>A photograph of the Savannah S-200 ALD system. It consists of a larger stainless steel reactor chamber with a control panel. A laptop computer is connected to the system for monitoring. A gas cylinder is also visible. A label at the bottom of the image reads "CAMBRIDGE NANOTECH Savannah S-200".</p>	<ul style="list-style-type: none"> • Reactor de bajo volumen para ciclos rápidos y consumo mínimo de precursor. • Capacidad para sustratos de hasta 200 mm de diámetro. • Precisión de espesor de +/-1%. • Maneja hasta 6 precursores: sólidos, líquidos y gaseosos. • Válvulas especiales de 3 vías calefactables hasta 200 °C.

1.2.5. Tokyo Electron Limited (TEL)

Es una de las empresas líderes a nivel mundial en la fabricación de equipos y soluciones tecnológicas avanzadas para la producción de semiconductores y pantallas. Fundada en 1963, TEL tiene su sede en Tokio, Japón, y opera como un socio clave para las principales compañías de semiconductores en todo el mundo (**Tabla 1.6.**).



Tabla 1.6. Sistemas ALD de la empresa Tokyo Electron Limited [15].

Sistema	Imagen	Características
TELINDY PLUS IRad		<ul style="list-style-type: none">• Capacidades de plasma de última generación integradas.• Permite deposición de películas delgadas a temperaturas ultra bajas.• Compatible con materiales como Si_3N_4 y SiO_2.• Preserva la calidad de deposición incluso a bajas temperaturas.• Sistema de limpieza de gas seco sofisticado.• Reduce significativamente el tiempo de inactividad.• Alta eficiencia en el rendimiento de partículas.• Ideal para estructuras 3D densas y procesos de deposición atómicamente precisa.

1.2.6. Kurt J. Lesker Company

Kurt J. Lesker Company (KJLC), fundada en 1954, es un líder global en la fabricación y distribución de equipos de vacío, así como sistemas de ALD (**Tabla 1.7.**), utilizados en una amplia gama de industrias avanzadas como la ciencia del vacío, la defensa, semiconductores, automotriz, aeroespacial, y más.



Tabla 1.7. Sistemas ALD de la empresa Kurt J. Lesker Company [16,17].

Sistema	Imagen	Características
<p>ALD KJLC</p>		<ul style="list-style-type: none"> • Tecnología de enfoque de precursor (PFT) para una deposición precisa. • Reactor con flujo perpendicular único, diseñado para optimizar la eficiencia. • Puertos analíticos para elipsometría, configuración térmica o PEALD. • Cuatro entradas de cámara separadas para la entrega de precursores. • Carga horizontal de sustratos. • Etapa de calentamiento de sustratos independiente. • Construcción de cámara de proceso en acero inoxidable 304L. • Modos de exposición dinámicos, estáticos y de residencia variable (VRM). • Quince fuentes de precursores con cuatro entradas separadas (sin incluir entrada de plasma).
<p>OCTOS</p>		<ul style="list-style-type: none"> • Cámaras de proceso dispuestas alrededor de una cámara de distribución robótica central. • Software eKLipse para creación de recetas de forma intuitiva. Controlador confiable e interrumpible, independiente del estado de la interfaz de usuario. • Compatible con múltiples técnicas de deposición: evaporación por haz de electrones, evaporación térmica, pulverización con magnetrón, evaporación orgánica y depósito por capas atómicas (ALD). • Soporta condiciones de: alto vacío (HV) y ultra alto vacío (UHV). • Opciones adicionales de proceso: Limpieza por plasma y recocido de sustrato.

1.2.7. Beneq

Es una empresa finlandesa fundada en 2005 que se especializa en tecnologías de revestimiento mediante ALD y en soluciones de visualización, como pantallas electroluminiscentes transparentes (TASEL). Beneq es reconocida por su innovación en el campo de ALD (**Tabla 1.8.**), proporcionando soluciones para la industria de semiconductores, la protección de superficies, y aplicaciones ópticas.



Tabla 1.8. Sistemas ALD de la empresa Beneq [18].

Sistema	Imagen	Características
<p>Génesis ALD</p>		<ul style="list-style-type: none"> • Ancho de banda máximo de 420 mm, adecuado para una amplia variedad de aplicaciones industriales. • Espesor del revestimiento ALD: Capaz de alcanzar un espesor máximo de 100 nm, garantizando la cobertura uniforme y precisa de las superficies. • Tasa de deposición dinámica: Para Al₂O₃, la tasa de deposición es de hasta 10 nm por m/min, lo que asegura un proceso eficiente y productivo. • Temperatura de proceso: El proceso se realiza a una temperatura máxima de 250°C, lo que permite la deposición de capas a temperaturas que son adecuadas para una variedad de sustratos sensibles al calor.
<p>Beneq C2R</p>		<ul style="list-style-type: none"> • Recubrimiento ALD espacial ultra-rápido y de alta precisión. • Compatible con clústeres para integración en líneas de producción. • Utiliza ALD mejorado por plasma (PEALD) para fabricación en gran volumen. • Incorpora un proceso rotatorio PEALD, para películas gruesas de varios micrómetros.

1.2.8. Oxford Instruments

Es una empresa británica fundada en 1959 que se especializa en el suministro de productos y servicios para comunidades industriales y de investigación científica (**Tabla 1.9.**).

Tabla 1.9. Sistemas ALD de la empresa Oxford Instruments [19].

Sistema	Imagen	Características
FlexAL		<ul style="list-style-type: none"> • Plasma remoto para ALD de plasma de bajo daño combinado con ALD térmico en una cámara de deposición. • Opción de electrodo polarizado por RF disponible para el control de las propiedades de la película. • Manejo de casete a casete estándar de la industria para un mayor rendimiento. • Máxima flexibilidad en la elección de precursores, gases de proceso, características y opciones de hardware. • Optimizado para mantener sustratos de alta calidad y con poco daño. • Los revestimientos extraíbles permiten un fácil mantenimiento de la cámara. • Baja temperatura para permitir una deposición de alta calidad en superficies sensibles a la temperatura.
ALD ATOMFAB		<ul style="list-style-type: none"> • Soporte de proceso de por vida para procesos nuevos/adicionales. • Procesamiento de plasma de bajo daño. • Deposición de alta calidad con baja contaminación de la película. • Bajos niveles de partículas. • Tiempos cortos de exposición al plasma que permiten un alto rendimiento. • Pretratamientos de superficies con plasma.

<p>PlasmaPro ASP</p>		<ul style="list-style-type: none"> • 3 veces más rápido que el plasma remoto convencional. • Reducción del consumo de precursores, lo que es beneficioso para el medio ambiente y el coste de funcionamiento. • Alta calidad de materiales. • Bajo costo de propiedad. • Mejora de la capacidad de servicio y mantenimiento. • Cámara de bajo volumen para mayor velocidad. • Daño bajo al sustrato. • Mayor estabilidad del proceso.
-----------------------------	---	---

1.2.9. Premier Solutions Sharpens Your Solutions

Es una empresa con sede en Singapur que se especializa en ofrecer soluciones tecnológicas y servicios a diversas industrias (**Tabla 1.10**), incluyendo los sectores de semiconductores, investigación y educación.


Tabla 1.10. Sistema ALD de la empresa Premier Solutions Sharpens Your Solutions [20].

Sistema	Imagen	Características
<p>ALD 800X-4</p>		<ul style="list-style-type: none"> • Sistema ALD y CVD de sobremesa 800°C Max. Con cabezal de ducha de 4 pulgadas y platina giratoria para muestras. • Control de una válvula ALD con duración de impulsos y ciclos con precisión de microsegundos. • Control de dos canales de suministro de gas con $\pm 0.2\%$ F.S. mediante MFC. • Visualización de la presión de vacío. • Otros parámetros a petición del cliente.

1.2.10. Nano-Master Inc.

Fue fundada en Cleveland, Ohio, Estados Unidos. La empresa se ha centrado en la innovación de tecnologías de ALD (**Tabla 1.11**) y ha desarrollado sistemas avanzados para aplicaciones en la industria de semiconductores, nanotecnología, y otros campos relacionados con la fabricación de materiales avanzados.

Tabla 1.11. Sistemas ALD de la empresa Nano-Master Inc. [21].

Sistema	Imagen	Características
<p style="text-align: center;">NANO-MASTER NLE-4000</p>		<ul style="list-style-type: none">• Sistema autónomo híbrido para PEALD y grabado ALD en una misma cámara. Permite realizar ambos procesos sin reconfiguración mecánica. Cumple con normativas CE y SEMI.• Controlado por software LabVIEW.• Interfaz táctil con control de usuario por contraseña en tres niveles.• Automatización total.• Interbloqueo de seguridad• Control mediante recetas.• Indicadores de estado.• Pantallas gráficas y alfanuméricas.

1.2.11. SENTECH Instruments

Es una empresa alemana especializada en la fabricación de equipos de medición y análisis avanzados, particularmente enfocados en la caracterización de materiales y procesos de deposición. Fundada en 1990, SENTECH se ha establecido como un líder global en el desarrollo de tecnología de medición para aplicaciones en semiconductores, nanotecnología, biotecnología, y materiales avanzados (Tabla 1.12.).

Tabla 1.12. Sistemas ALD de la empresa SENTECH Instruments [22].

Sistema	Imagen	Características
<p style="text-align: center;">SENTECH SI PEALD</p>		<ul style="list-style-type: none"> • Compatible con procesos ALD térmicos y mejorados por plasma. • Capacidad para depositar óxidos, nitruros y materiales 2D. • Recubrimiento homogéneo y conforme de estructuras 3D. • Fuente de plasma remota real. • Permite operar a temperaturas bajas (<100 °C). • Ideal para sustratos y capas sensibles al calor. • Evita radiación UV y bombardeo de iones. • Proporciona alto flujo de especies reactivas sobre la muestra.

1.3. Justificación

Debido a la evolución tecnológica y la creciente demanda de nuevos dispositivos con mejores capacidades de almacenamiento, respuesta, procesamiento de información, etc., se requiere de nuevas técnicas para la obtención de materiales novedosos de alta calidad. Este proyecto aportará al Instituto de Ingeniería una nueva técnica para depositar películas delgadas semiconductoras y aislantes. El desarrollo de este sistema representa una opción más económica en comparación con otras disponibles en el mercado, lo que permite optimizar los recursos sin comprometer la calidad ni la funcionalidad del equipo, haciendo más eficiente la inversión del Instituto. La implementación de esta tecnología fomentará colaboraciones interdisciplinarias y fortalecerá la capacidad del Instituto para el desarrollo de nuevas líneas de investigación.

1.4. Hipótesis

En base a la experiencia del grupo de trabajo y los resultados publicados previamente en la literatura científica, así como la colaboración con FCITEC-UABC y CNYN-UNAM, es posible desarrollar un sistema de ALD a un bajo costo, fácil operación y la obtención de películas delgadas de Al_2O_3 y ZnO de buena calidad.

1.5. Objetivos

1.5.1. Objetivo general

Desarrollar un sistema de depósito por capas atómicas (ALD) para la obtención de películas delgadas semiconductoras y aislantes.

1.5.2. Objetivos específicos

- Diseñar y fabricar una cámara de depósito para un sistema de ALD.
- Acoplar un sistema de válvulas a la cámara fabricada.
- Desarrollar un sistema de automatización utilizando LabVIEW.
- Realizar pruebas de calibración del sistema desarrollado.
- Depositar películas delgadas de Al_2O_3 y ZnO por ALD.
- Estudiar las propiedades ópticas y morfológicas de las películas obtenidas.

Referencias bibliográficas

- [1] Puurunen, R.L. (2014). A Short History of Atomic Layer Deposition: Tuomo Suntola's Atomic Layer Epitaxy. *Chemical Vapor Deposition*, 20(10-11-12), 332-344. <https://doi.org/10.1002/cvde.201402012>
- [2] Pakkala, A., & Putkonen, M. (2009). Atomic layer deposition. En Elsevier eBooks (pp. 364-391). <https://doi.org/10.1016/b978-0-8155-2031-3.00008-9>
- [3] Parsons, G. N., Elam, J. W., George, S. M., Haukka, S., Jeon, H., Kessels, W. M. M., Leskelä, M., Poodt, P., Ritala, M., & Rossnagel, S. M. (2013). History of atomic layer deposition and its relationship with the American Vacuum Society. *Journal Of Vacuum Science & Technology A Vacuum Surfaces and Films*, 31(5). <https://doi.org/10.1116/1.4816548>
- [4] Ahvenniemi, E., Akbashev, A. R., Ali, S., Bechelany, M., Berdova, M., Boyadjiev, S., Cameron, D. C., Chen, R., Chubarov, M., Cremers, V., Devi, A., Drozd, V., Elnikova, L., Gottardi, G., Grigoras, K., Hausmann, D. M., Hwang, C. S., Jen, S., Kallio, T., . . . Yurkevich, O. (2016). Review Article: Recommended reading list of early publications on atomic layer deposition—Outcome of the “Virtual Project on the History of ALD”. *Journal Of Vacuum Science & Technology A Vacuum Surfaces And Films*, 35(1). <https://doi.org/10.1116/1.4971389>
- [5] Sosnov, E. A., Malkov, A. A., & Malygin, A. A. (2021). Nanotechnology of Molecular Layering in Production of Inorganic and Hybrid Materials for Various Functional Purposes (a Review): I. History of the Development of the Molecular Layering Method. *Russian Journal Of Applied Chemistry*, 94(8), 1022-1037. <https://doi.org/10.1134/s1070427221080024>
- [6] Pinna, N., & Knez, M. (2012). Atomic layer deposition of nanostructured materials. <http://ci.nii.ac.jp/ncid/BB1582974X>
- [7] Benmessaoud, A. (1999). Caracterización de subóxidos de silicio obtenidos por la técnica PECVD. (Tesis de Doctorado). Universidad Autónoma de Barcelona, España. <https://www.tesisenred.net/bitstream/handle/10803/3336/ab1de3.pdf>
- [8] Malygin, A. A., Drozd, V. E., Malkov, A. A., & Smirnov, V. M. (2015). From V. B. Aleskovskii's “Framework” Hypothesis to the Method of Molecular Layering/Atomic Layer Deposition. *Chemical Vapor Deposition*, 21(10-11-12), 216-240. <https://doi.org/10.1002/cvde.201502013>
- [9] Smentkowski, V. S. (2000). Trends in sputtering. *Progress In Surface Science*, 64(1-2), 1-58. [https://doi.org/10.1016/s0079-6816\(99\)00021-0](https://doi.org/10.1016/s0079-6816(99)00021-0)

- [10] ASM. (s. f.). ALD (Atomic Layer Deposition) | ASM. <https://www.asm.com/our-technology-products/ald>
- [11] APPLIED MATERIALS MAKE POSSIBLE. (s. f.). Applied Materials, Inc. Recuperado 3 de diciembre de 2024. <https://www.appliedmaterials.com/us/en/semiconductor/products/processes/ald.html>
- [12] Veeco Instruments Inc. (n.d.). *ALD for research*. Recuperado el 3 de diciembre de 2024. <https://www.veeco.com/technologies-and-products/ald-for-research/>
- [13] *ALD Cambridge Nanotech Savannah S100*. (s. f.). CIC nanoGUNE. <https://www.nanogune.eu/en/nanogune-at-a-glance/facilities-equipment/equipment/ald-cambridge-nanotech-savannah-s100>
- [14] *ALD Cambridge NanoTech Savannah™ 200 | Microelectronics Research Center*. <https://www.mrc.utexas.edu/facilities/equipment/ald-cambridge-nanotech-savannahtm-200>
- [15] Tokyo Electron Limited. (n.d.). *TELINDY: TEL Integrated Dry Etch System*. Recuperado el 3 de diciembre de 2024. <https://www.tel.com/product/telindy.html#prod1>
- [16] *Kurt J. Lesker Company*. (s. f.-a). OCTOS Automated Thin Film Deposition Cluster Tool | Enabling Technology for A Better World. <https://www.lesker.com/process-equipment-division/thin-film-systems/octos-automated-thin-film-deposition-cluster-tool.cfm>
- [17] *Kurt J. Lesker Company*. (s. f.-b). Challenges For Non-Ideal Atomic Layer Deposition Processes & Systems | Enabling Technology for A Better World. <https://www.lesker.com/blog/challenges-for-non-ideal-atomic-layer-deposition-processes-systems>
- [18] What is an ALD reactor and what does it do? | Beneq. (s. f.-a). Beneq. <https://beneq.com/en/atomic-layer-deposition/ald-reactors/>
- [19] *Atomfab ALD System - Oxford Instruments*. (s. f.). Oxford Instruments. <https://plasma.oxinst.com/products/atomic-layer-deposition/atomfab>
- [20] User, S. (s. f.). Desktop ALD & CVD System 800oC Max. W/ 4" Showerhead and Rotary Sample Stage - ALD-800X-4. <https://www.premier-sols.com/partners/item/desktop-ald-cvd-system-800%C2%BAc-max-w-4-showerhead-and-rotary-sample-stage-ald-800x-4.html>
- [21] Nano-Master Inc. (n.d.). *PAALD and PEALD technology*. Recuperado el 3 de diciembre de 2024. <http://www.nanomaster.com/paale&peald.html>
- [22] SENTECH Instruments GmbH. (n.d.). *PEALD systems*. Recuperado el 3 de diciembre de 2024. <https://www.sentech.com/products/peald-systems/>

CAPÍTULO II: MARCO TEÓRICO

2.1. Principios de la técnica ALD

La técnica ALD basada en un proceso cíclico-secuencial que permite depositar una capa atómica a la vez. Cada ciclo consta de uno o más pulsos de precursores químicos que reaccionan de manera autolimitante con la superficie del sustrato, seguidos por etapas de purga que eliminan los excesos de reactivos y subproductos gaseosos. Estos mecanismos garantizan un control preciso sobre el grosor de la película, además de depósitos sobre geometrías tridimensionales complejas. Además de operar a temperaturas moderadas, la técnica ALD permite la funcionalización de materiales sensibles al calor y los sustratos flexibles, ampliando significativamente el espectro de aplicaciones posibles en campos como la microelectrónica, dispositivos fotovoltaicos, sensores avanzados y sistemas de conversión de energía.

2.1.1. Ciclo ALD

Básicamente, el proceso ALD es un ciclo que se repite constantemente para depositar una película delgada capa por capa como se muestra en la **Figura 2.1**.

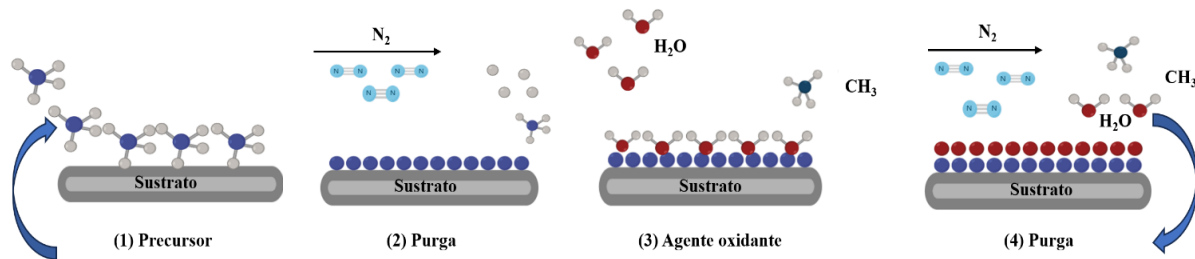


Figura 2.1. Ciclo ALD.

A continuación, se describe el ciclo básico:

1. Dosificación del precursor

Se introduce un precursor químico a la cámara de reacción, con el cual se satura la superficie del sustrato formando una capa monomolecular. Este paso es autolimitante, lo que significa que solo una capa de precursor se absorbe en la superficie, asegurando un control preciso del grosor.

2. *Purga*

Se retira el exceso de subproductos que no reaccionaron dentro de la cámara, mediante un gas de arrastre o purga (generalmente un gas inerte como nitrógeno o argón). Esto asegura que la reacción del siguiente paso solo ocurra en la superficie y no en la fase de gas.

3. *Agente oxidante*

Se introduce un segundo precursor en la cámara, el cual reacciona con la capa absorbida del primer precursor, formando una capa delgada del material deseado. Al igual que el paso 1, esta reacción es también autolimitante.

4. *Purga*

Se purga nuevamente la cámara para eliminar cualquier exceso de precursor y subproductos de las reacciones obteniendo como resultado final la deposición de una monocapa del material deseado.

Una vez terminado este ciclo de cuatro pasos, se procede a una repetición tantas veces como sea necesario para alcanzar el espesor de película deseado [1]. Debido a la naturaleza autolimitante de las reacciones en cada paso, la técnica ALD permite un control extremadamente preciso del grosor de la película, generalmente en el rango de unos pocos átomos a unas pocas decenas de nanómetros.

2.1.2. Tipos de ALD

Los sistemas ALD se distinguen tanto por el mecanismo de deposición como por los materiales que se emplean. A continuación, se detallan algunos de los tipos más comunes:

2.1.2.1. *Térmico*

Deposición térmica de capas atómicas (*T-ALD* por sus siglas en inglés “*Thermal Atomic Layer Deposition*”) es un proceso que utiliza exclusivamente energía térmica para activar las reacciones químicas necesarias para la formación de capas delgadas. El proceso de ALD térmico se lleva a cabo mediante dos reacciones químicas autocontroladas. En cada ciclo, se introduce un precursor químico por separado, lo que permite la formación precisa de una monocapa atómica con cada iteración. Esta característica proporciona un control excepcional sobre el grosor y la uniformidad de las películas depositadas.

Para que el proceso sea eficiente, es esencial mantener un rango de temperatura controlada, que generalmente oscila entre los 100 y 300 °C, dependiendo de los materiales y precursores utilizados.

Es particularmente relevante en la industria de semiconductores, donde se utiliza para depositar óxidos metálicos como Al_2O_3 , HfO_2 y TiO_2 . Además, desempeña un papel crucial en la creación de recubrimientos sobre nanomateriales y en la fabricación de dispositivos electrónicos y ópticos [2,3].

2.1.2.2. Plasma

El ALD mejorado por plasma (*PEALD* por sus siglas en inglés “*Plasma Enhanced Atomic Layer Deposition*”) es una variante del proceso de deposición por capas atómicas, este utiliza un plasma para generar especies químicas altamente reactivas, permitiendo activar las reacciones químicas a temperaturas más bajas que en el ALD térmico convencional.

Este enfoque es especialmente útil para depositar capas en sustratos sensibles al calor o para lograr películas con características avanzadas como mayor densidad, pureza y menor rugosidad. El plasma se crea típicamente mediante la ionización de un gas utilizando energía eléctrica, proporcionando radicales libres y iones altamente reactivos que facilitan la formación de capas precisas. Esto lo hace ideal para la fabricación de semiconductores, dispositivos MEMS, recubrimientos ópticos y tecnologías avanzadas de almacenamiento de energía [4,5].

2.1.3. Tipos de reactores

En los sistemas ALD el diseño del reactor es clave fundamental para garantizar la eficiencia del proceso y la calidad del material depositado. Los principales tipos de reactores son los siguientes: i) los de paredes frías, que minimizan la deposición no deseada al mantener las paredes a temperaturas más bajas que el sustrato; ii) los de paredes calientes, que aseguran una reactividad uniforme mediante el calentamiento tanto del sustrato como de las paredes; y iii) los reactores tipo “showerhead”, que distribuyen homogéneamente los precursores, garantizando una cobertura uniforme en superficies complejas.

Cada diseño se adapta a requisitos específicos, como la uniformidad de la película, el rango de temperatura y la naturaleza de los precursores, lo que los hace esenciales para aplicaciones avanzadas en semiconductores y otras tecnologías [6].

2.1.3.1. Paredes frías

En este reactor las paredes se mantienen frías mientras solo el sustrato es calentado. Esto minimiza la deposición no deseada en las paredes internas, lo que reduce el mantenimiento y la contaminación del proceso. Las temperaturas diferenciadas evitan que los precursores reaccionen prematuramente antes de llegar a la superficie del sustrato, promoviendo reacciones más precisas y controladas. Este tipo de diseño es particularmente útil para películas ultrafinas en electrónica avanzada [7,8].

2.1.3.2. Paredes calientes

En el reactor de paredes calientes, tanto las paredes como el sustrato son calentados, lo que proporciona una distribución térmica uniforme en toda la cámara.

Este diseño permite un entorno homogéneo de reacción química, especialmente en procesos en los que las temperaturas más altas son críticas para activar o mantener ciertas reacciones químicas. Sin embargo, puede aumentar la posibilidad de formación de depósitos no deseados en las paredes internas [7,8].

2.1.3.3. Showerhead

En este tipo de reactor es utilizada una placa perforada llamada “showerhead” (que significa cabeza de ducha en español) para distribuir uniformemente los gases precursores reactantes sobre el sustrato. Este diseño optimiza la uniformidad de la deposición al garantizar una distribución homogénea de los precursores y, en algunos casos, como podría ser el plasma activado. Además, permite un control preciso de la altura y posición de los electrodos, lo que influye en la densidad del plasma y la uniformidad del material depositado [7,8].

2.1.4. Deposición de materiales en forma de película delgada

Una película delgada es una capa de material con un grosor que varía desde fracciones de nanómetros hasta unos pocos micrómetros. Estas películas se utilizan ampliamente en aplicaciones tecnológicas debido a sus propiedades únicas y su capacidad para recubrir superficies con precisión.

Las películas delgadas ofrecen ventajas clave, como una alta pureza, uniformidad y control del espesor. Además, su capacidad para conformarse en estructuras tridimensionales y la posibilidad de ser depositadas a bajas temperaturas las hacen ideales para aplicaciones en dispositivos flexibles, semiconductores avanzados y revestimientos funcionales. Estas películas pueden actuar como capas dieléctricas, de contacto o de pasivación en dispositivos electrónicos, y tienen usos potenciales en áreas como empaques, biomateriales, celdas solares, etc. [9,10].

La técnica de ALD es utilizada para depositar una amplia variedad de materiales en forma de película delgada, tales como: óxidos metálicos, nitruros, metales puros y materiales híbridos. En la **Figura 2.2.**, se muestra una tabla periódica con los elementos depositables, no depositables, los de baja volatilidad, altamente tóxicos, radioactivos e inertes.

La flexibilidad de ALD para trabajar con una amplia gama de precursores químicos y condiciones de proceso permite adaptar las películas delgadas a requisitos específicos de aplicaciones tecnológicas avanzadas, como semiconductores, almacenamiento de energía y dispositivos optoelectrónicos [11].

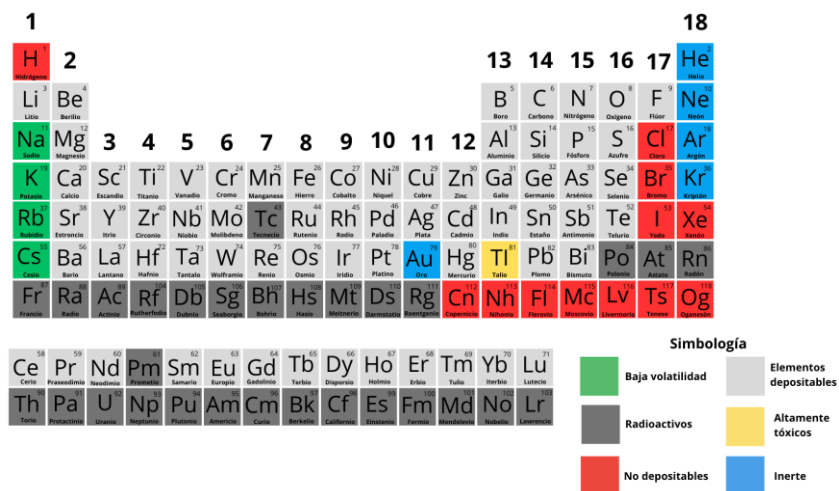


Figura 2.2. Tabla periódica de elementos depositables por ALD.

2.1.5. Tipos de precursores

Los precursores son compuestos que pueden presentarse en forma de gases, líquidos volátiles o sólidos. La química de los precursores desempeña un papel fundamental en la ALD, son diseñados para reaccionar de manera controlada con la superficie del sustrato durante los ciclos característicos de ALD. Se dividen en dos categorías principales: los precursores metálicos y los no metálicos [12].

Los precursores metálicos contienen compuestos como haluros, β -dicetonatos y amidinatos, que son empleados tradicionalmente para depositar óxidos y nitruros metálicos. Recientemente, se han desarrollado compuestos organometálicos, como los alquilo metálicos y los compuestos ciclopentadienilos, que ofrecen mayores ventajas como alta reactividad y menores temperaturas de deposición.

Mientras que en los no metálicos incluyen oxidantes como por ejemplo H_2O , O_2 y plasma de oxígeno, o reductores como H_2 , que permiten la reacción con los precursores metálicos para formar las películas delgadas [13].

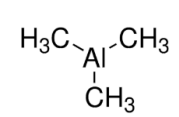
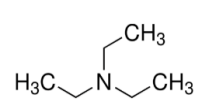
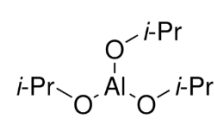
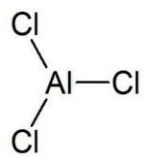
2.1.5.1. Precursores para depositar Al_2O_3

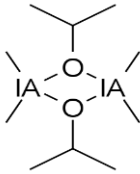
El óxido de aluminio (Al_2O_3) es ampliamente depositado utilizando la técnica ALD, donde los precursores típicos incluyen trimetilaluminio (TMA) como fuente de aluminio y agua desionizada (H_2O o DI- H_2O) como agente oxidante. Ambos son elegidos por su alta volatilidad, estabilidad térmica y reactividad química que aseguran un crecimiento uniforme y controlado a nivel atómico de las películas delgadas. En la **Tabla 2.1** se muestra los diferentes tipos de precursores para crear películas delgadas de Al_2O_3 .

Las películas delgadas de Al_2O_3 depositadas mediante ALD presentan una serie de propiedades destacadas que las hacen adecuadas para diversas aplicaciones. En cuanto a su estructura y uniformidad, estas películas muestran una estructura homogénea y densa, sin evidencia de laminación, lo que garantiza una alta integridad del material. Además, exhibe un grosor altamente uniforme y una baja porosidad, lo que mejora su calidad y rendimiento. Estas propiedades hacen que las películas de Al_2O_3 depositadas por ALD sean extremadamente versátiles y aptas para varias aplicaciones clave.

En electrónica y fotovoltaica, se utilizan principalmente para la pasivación de superficies y como capas dieléctricas en celdas solares y transistores. Además, son eficaces en la protección contra la corrosión y el desgaste, actuando como recubrimientos protectores en herramientas de acero. También se emplean como barreras de difusión de gas en aplicaciones como envases flexibles y dispositivos sensibles al oxígeno, mejorando la durabilidad y la funcionalidad de estos productos [11-13].

Tabla 2.1. Precursores para obtener películas delgadas de óxido de aluminio [11-13].

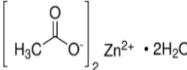
Precursor	Propiedades	Aplicaciones	Ventajas/ Desventajas	Molécula
Trimetil-aluminio (TMA)	Compuesto órgano-metálico altamente volátil y reactivo.	Usado ampliamente para depositar Al ₂ O ₃ mediante ALD.	Ventaja: Alta reactividad y control preciso en el crecimiento de capas delgadas.	
Trietil-aluminio (TEA)	Similar al TMA, es un compuesto organometálico con alta volatilidad, pero menos reactivo.	Empleado cuando se buscan temperaturas de deposición más bajas o cuando se necesita controlar el crecimiento más lentamente.	Ventaja: Controla mejor el crecimiento a bajas temperaturas.	
Aluminio isopropóxido [Al(O-i-Pr)₃]	Compuesto alcoxi utilizado principalmente en procesos híbridos o ALD asistido por plasma.	Usado principalmente en procesos híbridos o ALD asistido por plasma.	Ventaja: Produce películas con menor cantidad de carbono residual.	
Cloruro de aluminio (AlCl₃)	Precursor inorgánico altamente estable.	Utilizado cuando se requieren recubrimientos muy estables.	Desventaja: Requiere temperaturas de proceso más altas y puede dejar residuos de cloro en las películas.	

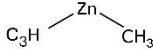
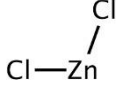
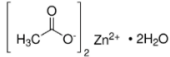
<p>Dimetil-aluminio isopropóxido (DMAI)</p>	<p>Compuesto mixto organometálico e inorgánico que combina características de reactividad y control.</p>	<p>Empleado en procesos donde la uniformidad y la baja contaminación son críticas.</p>	<p>Ventaja: Mejora la uniformidad y minimiza la contaminación en las capas.</p>	
--	--	--	---	---

2.1.5.2. Precursores para depositar ZnO

El óxido de zinc (ZnO) es ampliamente depositado utilizando la técnica de deposición por capas atómicas (ALD), donde los precursores típicos incluyen dietilzinc (DEZ) como fuente de zinc y oxígeno (O₂) o agua (H₂O) como agentes oxidantes. Ambos son elegidos por su alta volatilidad, estabilidad térmica y reactividad química, lo que asegura un crecimiento uniforme y controlado a nivel atómico de las películas delgadas. En la **Tabla 2.2.** se muestran los diferentes tipos de precursores utilizados para crear películas delgadas de ZnO.

Tabla 2.2. Precursores para obtener películas delgadas de óxido de zinc [14-19].

Precursor	Propiedades	Aplicaciones	Ventajas/Desventajas	Molécula
<p>Dietilzinc (DEZ)</p>	<p>Compuesto organometálico volátil con alta reactividad, utilizado para la deposición de ZnO.</p>	<p>Usado ampliamente para depositar ZnO en ALD.</p>	<p>Ventaja: Alta reactividad, lo que permite una excelente conformalidad en capas delgadas.</p>	
<p>Acetato de zinc (Zn (OAc)₂)</p>	<p>Compuesto inorgánico con buena estabilidad y reactividad moderada.</p>	<p>Utilizado para obtener capas delgadas de ZnO con propiedades eléctricas y ópticas controladas.</p>	<p>Desventaja: Requiere temperaturas de proceso más altas que DEZ y puede generar impurezas.</p>	
<p>Óxido de zinc (ZnO)</p>	<p>Precursor inorgánico utilizado principalmente en procesos de ALD asistida por plasma.</p>	<p>Empleado en la producción de semiconductores y recubrimientos ópticos.</p>	<p>Desventaja: Menos común que otros precursores organometálicos y puede ser más difícil de controlar.</p>	<p>Zn=O</p>

Dimetilzinc (DMZ)	Precursor organometálico menos reactivo que DEZ.	Utilizado para aplicaciones en dispositivos electrónicos y fotovoltáicos.	Ventaja: Proporciona un control más preciso del crecimiento de la película a temperaturas más bajas.	
Zinc cloruro (ZnCl₂)	Precursor inorgánico utilizado en la deposición de ZnO, con una estabilidad considerable.	Usado principalmente en recubrimientos de protección y en dispositivos de gas sensor.	Desventaja: Requiere temperaturas de proceso más altas y puede dejar residuos de cloro en las películas.	
Zinc acetato (Zn (OAc)₂)	Compuesto precursor que se utiliza en la ALD para depositar ZnO con propiedades ópticas controladas.	Principalmente en recubrimientos ópticos y fotovoltáicos, así como en recubrimientos de semiconductores.	Ventaja: Control de propiedades ópticas y mecánicas con bajas temperaturas de deposición.	

2.2. Sistemas de automatización y control

2.2.1. Lab-VIEW

Es un software de programación gráfica (**Figura 2.3.**), utilizado comúnmente por muchos ingenieros debido a su utilidad en el modelado de la conexión de hardware y software que se emplea en la adquisición y procesamiento de datos, y a la facilidad de aprender a manejarlo de forma intuitiva y práctica gracias a su formato gráfico.

Adicionalmente a esto, LabVIEW no sólo ayuda a los usuarios a reforzar sus conocimientos básicos en ingeniería y matemáticas, sino que también ofrece la facilidad de explorar conocimientos más avanzados de una manera sencilla.

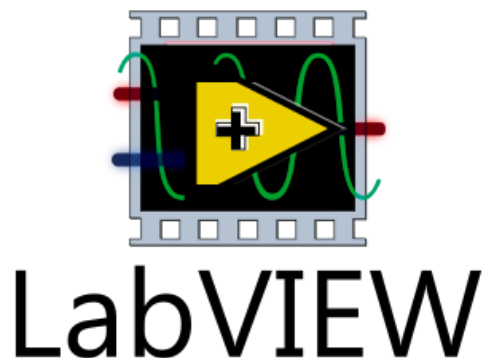


Figura 2.3. Logo LabVIEW.

Algunas de las aplicaciones de LabVIEW se pueden encontrar en robótica, en sistemas petroquímicos, en telecomunicaciones, en la industria textil y en sistemas de control avanzado, por otro lado, los programas desarrollados se pueden comunicar fácilmente con diferentes dispositivos como son las tarjetas de adquisición de datos, sistemas con entradas y salidas reconfigurables.

LabVIEW es un laboratorio virtual y todos los programas creados son mediante instrumentos virtuales, por esto se les conoce como VI's, ya que cumplen con la función de representar instrumentos físicos. Este programa es un producto de la compañía National Instruments, la cual se fundó en 1976 y desde entonces se ha caracterizado por la generación de equipo de vanguardia.

Apareció por primera vez en 1986 para Apple Macintosh, siendo este un programa gráfico que comunica de una forma eficiente el software y hardware contando con diferentes herramientas las cuales permiten una conexión más rápida y eficiente [20].

Para desarrollar un ciclo de un proceso de ALD, fue necesario seguir una serie de pasos detallados para controlar y automatizar los diferentes elementos involucrados en el proceso. para un enfoque básico fue necesario seguir los siguientes pasos:

2.2.1.1. Definir los requisitos del sistema

Es crucial identificar y detallar los componentes específicos del sistema que se deben controlar. Estos componentes incluyen válvulas, calentadores, sensores de presión y generadores de gas, entre otros.

Cada uno de estos elementos desempeña un papel esencial en el proceso, asegurando que los precursores se introduzcan de manera precisa, controlada, y que las condiciones dentro de la cámara sean las adecuadas para la formación de capas delgadas.

2.2.1.2. Configurar los dispositivos de hardware

Es esencial establecer una interfaz de comunicación eficaz entre el software y el hardware. Esto implica configurar la comunicación utilizando los protocolos adecuados, como GPIB, Serial, USB, entre otros, que permitan a LabVIEW enviar y recibir datos de manera precisa y confiable desde los diversos componentes del sistema.

2.2.1.3. Diseño de la interfaz de usuario (UI)

Es fundamental crear una pantalla de control que permitirá al usuario interactuar de manera intuitiva con el sistema. Esta UI debe incluir funciones clave como iniciar, detener y monitorear el ciclo ALD. Además, es recomendable incorporar gráficos y diversos indicadores de estado que proporcionen una visión clara del proceso en tiempo real. Los controles que permiten ajustar parámetros del sistema también son esenciales para que el usuario pueda optimizar y personalizar el proceso según sea necesario.

Asimismo, es importante añadir elementos de visualización en tiempo real que muestren los datos más relevantes del proceso, como la temperatura, la presión y el flujo de gases. Estos gráficos e indicadores permiten al usuario observar de forma continua el comportamiento del sistema, asegurando que todas las variables estén dentro de los rangos deseados y facilitando la toma de decisiones en caso de que se detecten desviaciones o problemas.

2.2.2. Arduino

Es una plataforma de hardware libre y código abierto (**Figura 2.4.**) que integra un microcontrolador programable con un entorno de desarrollo intuitivo, permitiendo la creación de dispositivos electrónicos interactivos de manera accesible y flexible [21].

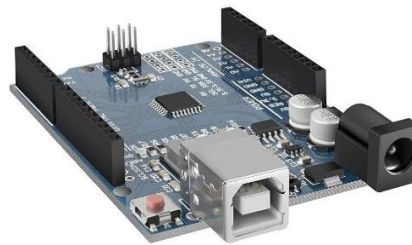


Figura 2.4. Arduino UNO.

Su funcionamiento se basa en la programación del microcontrolador a través del entorno de desarrollo de Arduino (IDE), utilizando un lenguaje derivado de C/C++. Una vez cargado el programa en la tarjeta, esta puede leer datos de sensores (entradas) y controlar actuadores (salidas), como luces, motores o pantallas. Esta capacidad de interacción con el entorno físico hace que Arduino sea ideal para proyectos de automatización, robótica, monitoreo ambiental y prototipado rápido [22].

La versatilidad de Arduino se ve potenciada por su compatibilidad con una amplia gama de módulos y sensores, así como por una comunidad activa que comparte recursos y conocimientos. Esto ha facilitado su adopción en entornos educativos, permitiendo a estudiantes y docentes explorar conceptos de electrónica y programación de manera práctica [21].

En resumen, Arduino representa una herramienta poderosa y accesible para el desarrollo de proyectos electrónicos, combinando hardware y software de código abierto para fomentar la innovación y el aprendizaje en diversas disciplinas [22].

2.3. Técnicas de caracterización de películas delgadas

La caracterización de películas delgadas es una herramienta fundamental para estudiar y evaluar las propiedades físicas, químicas, ópticas, eléctricas y mecánicas de estas capas. Dado que las películas delgadas poseen espesores extremadamente pequeños, que van desde unos pocos nanómetros hasta micrómetros, su caracterización requiere métodos especializados que permitan comprender su estructura y comportamiento sin alterar su composición. Estas técnicas no solo son esenciales para confirmar la calidad del proceso de fabricación, sino que también permiten correlacionar las propiedades de las películas con sus aplicaciones en sectores como la electrónica, óptica, energía y recubrimientos funcionales. Entre los aspectos más estudiados se encuentran el espesor, composición química, morfología superficial, estructura cristalina, propiedades ópticas y conductividad eléctrica [23].

2.3.1. Elipsometría

Es una técnica óptica no destructiva utilizada para caracterizar películas delgadas y estructuras multicapa. Su principio fundamental radica en medir el cambio en el estado de polarización de un haz de luz al reflejarse en la superficie de la muestra. A partir de esta interacción, se pueden obtener propiedades clave del material analizado, tales como: el espesor del material (puede variar desde unos pocos nanómetros hasta micrómetros), índice de refracción, coeficiente de extinción, coeficiente de absorción, porcentaje de transmisión, reflectividad, rugosidad y composición de las capas analizadas.

Esta técnica se centra en dos parámetros principales: Psi (Ψ), que describe la relación entre las amplitudes las ondas polarizadas en los planos paralelos y perpendiculares del plano de incidencia, y Delta (Δ), que representa la diferencia de fase entre las componentes polarizadas de la luz reflejada (**Figura 2.5.**). Los datos obtenidos se interpretan mediante modelos matemáticos que simulan las propiedades de la muestra, permitiendo ajustar los resultados experimentales con los calculados para obtener una caracterización precisa. La elipsometría es especialmente útil para analizar prácticamente cualquier material, por ejemplo: aislantes, cerámicos, semiconductores, metales, polímeros, materiales homogéneos, heterogéneos, multicapa, transparentes, anisótropos, inorgánicos y orgánicos, etcétera, proporcionando información detallada y muy cercana a la realidad, siempre y cuando el modelo matemático sea lo más asertivo y con el menor error posible. [23-25,28,30].



Figura 2.5. Elipsómetro J.A. Woollam M-2000U.

2.3.2. SEM/EDS

Esta es una técnica combinada de Microscopía Electrónica de Barrido (*SEM* por sus siglas en inglés “*Scanning Electron Microscope*”) y Espectroscopía de Dispersión de Energía (*EDS* por sus siglas en inglés “*Energy-Dispersive X-ray Spectroscopy*”) (**Figura 2.6.**), es una herramienta científica avanzada utilizada para analizar materiales a nivel microscópico. Su principal función es proporcionar imágenes de alta resolución y datos precisos sobre la composición química de una muestra.

SEM utiliza un haz de electrones enfocado que interactúa con la superficie de la muestra. Esta interacción genera señales electrónicas que se traducen en imágenes detalladas, permitiendo observar la topografía, estructura y textura de la superficie.

Existen dos modos principales: Los electrones secundarios (*SEI* por sus siglas en inglés “*Secondary Electron Images*”) son fundamentales para resaltar los detalles relacionados con la topografía superficial de una muestra. Estos permiten observar características como rugosidades, texturas y formas específicas, ofreciendo una visión detallada de la superficie analizada. Por otro lado, los electrones retrodispersados (*BSE* por sus siglas en inglés “*Backscattered Electrons*”) se utilizan para identificar diferencias en la composición química de la muestra. Estas diferencias se manifiestan a través de variaciones en el brillo de la imagen: las áreas más brillantes corresponden a elementos con mayor peso atómico, lo que resulta útil para identificar la distribución de los elementos en la superficie.

EDS, por su parte, complementa el análisis detectando los rayos X característicos que emiten los átomos de la muestra durante su interacción con el haz de electrones. Esto permite identificar qué elementos están presentes, así como su distribución en la muestra. La técnica SEM/EDS es especialmente adecuada para la caracterización de materiales de manera no destructiva, proporcionando información esencial sobre diversos aspectos. En primer lugar, permite identificar los elementos químicos presentes en una muestra y determinar su concentración relativa, lo que resulta crucial para analizar su composición química. Además, esta técnica facilita el estudio de la forma, textura y distribución de partículas o componentes, lo que proporciona una visión detallada de la morfología y estructura del material. Por último, es capaz de analizar la homogeneidad de la muestra y determinar si los elementos están distribuidos uniformemente o si presentan segregación en diferentes fases, lo que es fundamental para entender las propiedades del material y su rendimiento en aplicaciones específicas [26,27,31].



Figura 2.6. Microscopio electrónico de barrido JEOL 6010Plus/LV.

2.3.3. AFM

La microscopía de fuerza atómica (AFM por sus siglas en inglés “*Atomic Force Microscope*”) (**Figura 2.7.**) es una técnica avanzada que permite estudiar superficies con una resolución extremadamente alta, incluso a nivel atómico. Su funcionamiento se basa en la interacción física entre una punta afilada, montada sobre un cantiléver flexible, y las moléculas de la superficie de la muestra. A diferencia de los microscopios ópticos o electrónicos, el AFM no utiliza luz ni electrones para generar imágenes, sino que "siente" las características de la superficie mediante las fuerzas de interacción entre la punta y la muestra. El sistema utiliza un láser que se refleja en la parte trasera del cantiléver hacia un detector óptico, el cual mide las deflexiones del cantiléver causadas por estas interacciones. Además, un mecanismo piezoeléctrico mueve con gran precisión la punta o la muestra, permitiendo un escaneo detallado en tres dimensiones. Esto genera imágenes topográficas o datos relacionados con propiedades mecánicas y funcionales de la muestra.

El AFM ofrece tres modos de funcionamiento: a) Modo de contacto, en el que la punta permanece en contacto constante con la superficie, capturando directamente su topografía. b) Modo de golpeo o tapping, la punta vibra y toca la superficie de manera intermitente, lo que resulta ideal para estudiar materiales suaves, como células o biomoléculas, ya que minimiza los daños causados por el roce continuo. c) Modo de espectroscopía de fuerzas, se mide la fuerza entre la punta y la muestra al acercarse y retirarse, proporcionando datos sobre propiedades como la rigidez y la elasticidad.

Los resultados que se pueden obtener con el AFM son numerosos y abarcan diferentes campos. Esta técnica permite obtener imágenes tridimensionales de superficies con una resolución inigualable, analizar propiedades mecánicas como la elasticidad y estudiar fuerzas de interacción molecular, como la adhesión entre biomoléculas. Asimismo, es posible observar dinámicas en tiempo real, como cambios en la superficie celular debido a estímulos.

Una ventaja clave del AFM es que puede trabajar en medios líquidos, lo que permite estudiar materiales biológicos, como células vivas, en condiciones fisiológicas sin necesidad de fijación ni desecación. Esto lo convierte en una herramienta esencial en áreas como la microbiología, la biofísica y el desarrollo de materiales avanzados [29,32].



Figura 2.7. Microscopio de fuerza atómica MFP3D-SA Asylum Research.

2.3.4. XPS

La Espectroscopía Fotoelectrónica de Rayos X (*XPS* por sus siglas en inglés “*X-ray Photoelectron Spectroscopy*”) (**Figura 2.8.**), es una técnica analítica de extraordinaria precisión para la caracterización de superficies materiales. Esta metodología se fundamenta en el principio físico del efecto fotoeléctrico, mediante el cual los rayos X incidentes provocan la eyección de electrones desde los niveles energéticos internos de los átomos que conforman la muestra. Su principal virtud radica en la capacidad de explorar una delgada capa superficial, comprendida entre 0 y 10 nanómetros, permitiendo un análisis químico de una resolución y profundidad científica sin precedentes. Más allá de la mera identificación de elementos, la XPS ofrece una ventana analítica que revela los estados de oxidación, las configuraciones electrónicas y las interacciones químicas presentes en la superficie del material.

La técnica se distingue por su remarcable capacidad para medir simultáneamente la energía cinética y la cantidad de electrones emitidos, transformando cada espectro en una huella espectroscópica única que desvela la complejidad estructural y electrónica de los sistemas materiales estudiados [29,33].



Figura 2.8. Espectroscopio fotoelectrónico de Rayos X.

Referencias bibliográficas

- [1] Puurunen, R.L. (2014). A Short History of Atomic Layer Deposition: Tuomo Suntola's Atomic Layer Epitaxy. *Chemical Vapor Deposition*, 20(10-11-12), 332-344. <https://doi.org/10.1002/cvde.201402012>
- [2] SENTECH Instruments. (n.d.). Atomic Layer Deposition Systems. Recuperado el 4 de diciembre, 2024. <https://www.sentech.com/products/peald-systems/>
- [3] Kumar, A., Devi, M., Tomer, S., Dutta, M., Pathi, P., & B, V. (2024). Estudio de la pasivación de la superficie de silicio mediante una pila ZnO_x/AlO_x preparada mediante un enfoque de superciclo en un proceso ALD térmico. *Surfaces and Interfaces*, 104127. <https://doi.org/10.1016/j.surfin.2024.104127>
- [4] Veeco Instruments. (n.d.). Atomic Layer Deposition for Research. Recuperado el 4 de diciembre, 2024. <https://www.veeco.com/technologies-and-products/ald-for-research>
- [5] Picosun. (n.d.). *Atomic Layer Deposition Solutions*. Recuperado del 4 de diciembre, 2024. <https://www.picosun.com>
- [6] Granneman, E., Fischer, P., Pierreux, D., Terhorst, H., & Zagwijn, P. (2007). Batch ALD: Characteristics, comparison with single wafer ALD, and examples. *Surface And Coatings Technology*, 201(22-23), 8899-8907. <https://doi.org/10.1016/j.surfcoat.2007.05.009>
- [7] Enigmatics. (n.d.). *ALD and CVD reactor designs*. Recuperado el 4 de diciembre de 2024. <https://www.enigmatic-consulting.com>
- [8] Semitracks. (n.d.). *Deposition techniques and systems*. Recuperado el 4 de diciembre de 2024. <https://www.semitracks.com>
- [9] Ohring, M. (2002). *Materials Science of Thin Films: Deposition and Structure* (2nd ed.). Academic Press.

- [10] Nam, T., Kim, J.-M., Kim, M.-K., Kim, H., & Kim, W.-H. (2011). Low-temperature atomic layer deposition of TiO₂, Al₂O₃, and ZnO thin films. *Journal of the Korean Physical Society*, 59(2), 452–457. <https://doi.org/10.3938/jkps.59.452>
- [11] Leskelä, M., & Ritala, M. (2002). Atomic layer deposition (ALD): en precursors to thin film structures. *Thin Solid Films*, 409(1), 138-146. [https://doi.org/10.1016/s0040-6090\(02\)00117-7](https://doi.org/10.1016/s0040-6090(02)00117-7)
- [12] Putkonen, M., & Niinistö, L. (2005). Organometallic precursors for atomic layer deposition. *Top Organomet Chem*, 9, 125–145. <https://doi.org/10.1007/b136145>
- [13] Boryło, P., Lukaszewicz, K., Szindler, M., Kubacki, J., Balin, K., Basiaga, M., & Szewczenko, J. (2016). Structure and properties of Al₂O₃ thin films deposited by ALD process. *Vacuum*, 131, 319–326. <https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2016.07.013>
- [14] Johnson, R. W., Hultqvist, A., & Bent, S. F. (2014). A brief review of atomic layer deposition: From fundamentals to applications. *Materials Today*, 17(5), 236-246. <https://doi.org/10.1016/j.mattod.2014.04.002>
- [15] Lee, H. H., Cho, J. H., & Ahn, H. J. (2010). Atomic layer deposition of zinc oxide using zinc acetate as a precursor. *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*, 28(4), 836-841. <https://doi.org/10.1116/1.3457455>
- [16] Wang, J., & Hsu, W. C. (2013). Atomic layer deposition of ZnO for optoelectronic applications. *Materials Science and Engineering: R: Reports*, 74(5), 135-146. <https://doi.org/10.1016/j.mser.2013.05.001>
- [17] Hultqvist, A., Li, X., & Bent, S. F. (2012). Atomic layer deposition of zinc oxide using dimethylzinc and oxygen. *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*, 30(1), 010601. <https://doi.org/10.1116/1.3674293>
- [18] Lee, S. W., & Lee, H. J. (2010). Atomic layer deposition of ZnO using zinc chloride and water as precursors. *Journal of Materials Science*, 45(6), 1529-1534. <https://doi.org/10.1007/s10853-009-4005-1>
- [19] Pineda, A. (2013). Instrumentación virtual. Fundamentos de programación gráfica con LabVIEW. En *Fundamentos de programación gráfica con LabVIEW*. <https://catalogo.altexto.mx/instrumentacion-virtual-fundamentos-de-programacion-grafica-con-labview-6u4qn.html>

- [20] Moya-Fernández, P. J., García-García, J., & Soler-González, J. (2020). *Aplicación de la plataforma Arduino como recurso didáctico en educación tecnológica*. *Revista Tecnología y Desarrollo*, 18(1), 1–12. https://revistas.uax.es/index.php/tec_des/article/view/617
- [21] Sepúlveda, M. F., González, A., & Soto, E. (2019). *Uso de plataformas de hardware libre como herramienta educativa en ingeniería eléctrica: Caso Arduino*. *Información Tecnológica*, 30(6), 77–86. https://www.scielo.cl/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0718-07642019000600377
- [22] Tompkins, H. G., & Irene, E. A. (2005). *Handbook of Ellipsometry*. Springer. Un manual exhaustivo que cubre tanto los aspectos teóricos como las aplicaciones prácticas de la elipsometría.
- [23] Kutchko, B. G., & Kim, A. G. (2006). Fly ash characterization by SEM–EDS. *Fuel*, 85(18), 2537–2544. <https://doi.org/10.1016/j.fuel.2006.05.016>
- [24] Postek, M. T., Howard, K. S., Johnson, A. H., & McMichael, K. L. (1980). *Scanning electron microscopy: A student's handbook*. Ladd Research Industries.
- [25] Kumar, A., & Bhushan, B. (2015). *Thin Films and Coatings: Applications with Nanotechnology*. Springer.
- [26] Azzam, R. M. A., & Bashara, N. M. (1987). *Ellipsometry and Polarized Light*. Elsevier.
- [27] Fujiwara, H. (2007). *Spectroscopic Ellipsometry: Principles and Applications*. Wiley.
- [28] Trache, A., & Meininger, G. A. (2008). Atomic Force Microscopy (AFM). *Current Protocols in Microbiology*, 8(2C.2), 2C.2.1–2C.2.17. John Wiley & Sons, Inc. doi: 10.1002/9780471729259.mc02c02s8.
- [29] Moulder, J. F. (1992). *Handbook of X-ray Photoelectron Spectroscopy: A Referencia del libro Standard Spectra for Identification and Interpretation of XPS Data*. Perkin-Elmer, Physical Electronics Division.

- [30] M-2000 series - Elipsómetro espectroscópico by J.A. Woollam Co. | DirectIndustry. (s. f.). <https://www.directindustry.es/prod/ja-woollam-co/product-34832-2426773.html>
- [31] **【DISCONTINUED】** JSM-6010PLUS/LA InTouchScope™ Multiple touch panel scanning electron microscope | Products | JEOL Ltd. | Products | JEOL Ltd. (s. f.). **【DISCONTINUED】** JSM-6010PLUS/LA InTouchScope™ Multiple Touch Panel Scanning Electron Microscope | Products | JEOL Ltd. | Products | JEOL Ltd. https://www.jeol.com/products/scientific/sem/JSM-6010PLUS_LA.php
- [32] Asylum MFP 3D SA | UCSU Modern Nanotechnologies. (s. f.). <https://nanocenter.urfu.ru/en/equipment/asylum-mfp-3d-sa>
- [33] Specs. (s. f.). SEM/SAM+XPS System | SPECS. <https://www.specs-group.com/specs/products/detail/semsam-xps-system/>

CAPÍTULO III:
DETALLES EXPERIMENTALES

3.1. Diseño del reactor

El reactor fue diseñado para un sistema ALD térmico de paredes calientes, elaborado para emplear exclusivamente energía térmica en la activación de las reacciones químicas que permiten la deposición de películas delgadas a escala nanométrica. La capacidad de la cámara tiene un volumen interno de 2.65 pulgadas cúbicas (43.4 cm^3), como se muestra en la **Figura 3.1**. El reactor ofrece un espacio adecuado para introducir los sustratos y asegurar un flujo uniforme de los precursores en toda la superficie del material a que se desea recubrir. El diseño del reactor se realizó utilizando el programa SolidWorks, este software nos permitió el modelado en 3D, para una planificación detallada de cada componente, maximizando la precisión en la geometría y asegurando que todas las especificaciones técnicas fueran cumplidas.

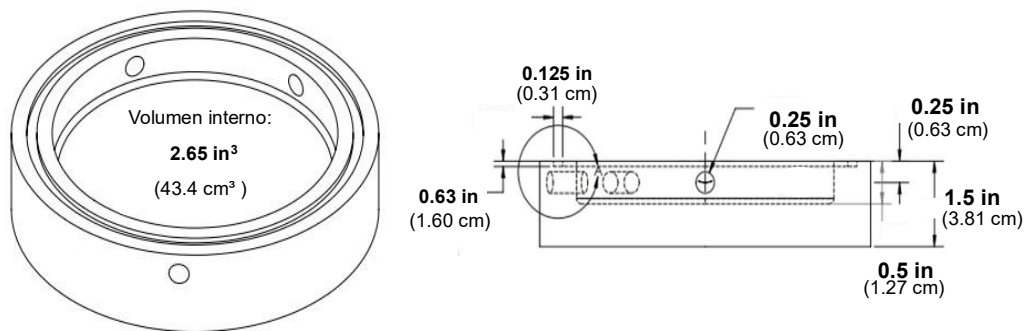


Figura 3.1. Diseño de la cámara y sus dimensiones.

Se desarrollaron dos cubiertas diferenciadas para adaptarse a distintos tamaños de sustratos, lo que permite una mayor versatilidad en los procesos. Este enfoque no solo optimiza los tiempos de dosificación del precursor, sino que también mejora la eficiencia en las etapas de purga y la introducción del agente oxidante.

La implementación de estas cubiertas (**Figura 3.2.** y **Figura 3.3.**) asegura un mejor control sobre las condiciones del proceso, promoviendo una distribución más uniforme de los materiales y reduciendo el desperdicio. Este diseño responde a la necesidad de procesos más rápidos, precisos y adaptables, maximizando el rendimiento y la calidad de los recubrimientos obtenidos.

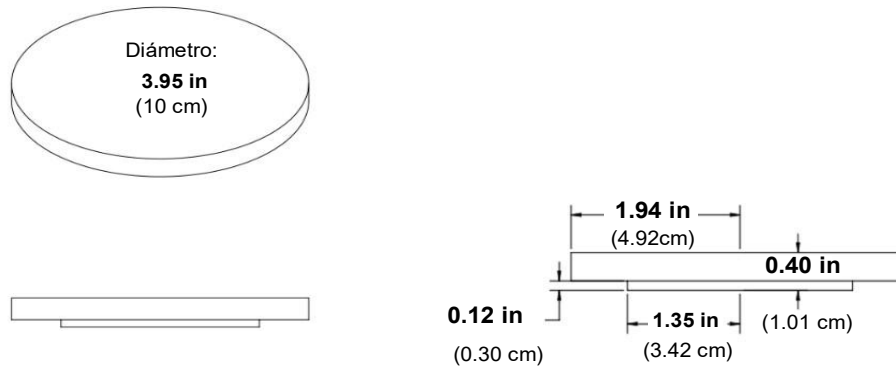


Figura 3.2. Diseño de la primera cubierta de la cámara.

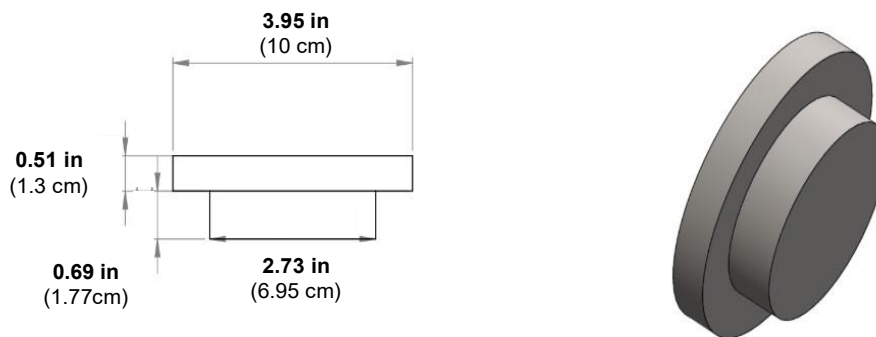


Figura 3.3. Diseño de la segunda cubierta de la cámara.

3.1.1. Compatibilidad entre reactor y precursores

El aluminio 6061 es una aleación ampliamente utilizada en diversas industrias debido a su versatilidad y equilibrio entre propiedades mecánicas, físicas y químicas. Se caracteriza por su ligereza, ya que tiene una densidad de 2.7 g/cm^3 , lo que lo convierte en un material ideal para aplicaciones que requieren peso reducido sin comprometer la resistencia estructural. Su composición química incluye aluminio como elemento base, junto con magnesio (0.8 - 1.2%) y silicio (0.4 - 0.8%) como principales elementos de aleación. Además, contiene trazas de hierro, cobre, cromo y otros elementos que contribuyen a sus características únicas.

En términos mecánicos, el aluminio 6061 tratado térmicamente presenta una resistencia a la tracción de 310 MPa y un límite elástico de 275 MPa, lo que lo hace adecuado para aplicaciones donde se requiere soporte de cargas moderadas. Su dureza Brinell promedio es de 95, y su ductilidad, medida en alargamiento a la ruptura, es del 12%, lo que facilita los procesos de conformado.

Adicionalmente, posee excelente maquinabilidad, especialmente cuando está en estado tratado térmicamente, lo que lo convierte en un material fácil de trabajar en diversas operaciones industriales. Una de sus características más destacadas es su resistencia a la corrosión. Esto se debe a la formación de una capa protectora de óxido de aluminio en su superficie, que lo protege en ambientes húmedos o marinos, haciéndolo apto para aplicaciones exteriores. Además, el aluminio 6061 ofrece una notable conductividad térmica, con un valor de $167 \text{ W/m}\cdot\text{K}$, y una conductividad eléctrica que equivale al 40% del estándar IACS, lo que lo convierte en un excelente material para disipadores de calor y componentes electrónicos.

En cuanto a las aplicaciones, el aluminio 6061 se utiliza en sectores como la industria aeroespacial, donde se aprovechan su ligereza y resistencia para fabricar componentes estructurales; en la automoción, para la fabricación de chasis y paneles ligeros pero resistentes; en la construcción, en andamios y vigas; y en la industria electrónica, en la fabricación de carcasas y disipadores de calor. También se emplea en la fabricación de equipos deportivos como marcos de bicicletas y embarcaciones, donde la combinación de resistencia, ligereza y durabilidad es esencial [1-3].

3.2. Fabricación del reactor

La fabricación del reactor se llevó a cabo mediante un torno de alta precisión (**Figura 3.4.**), lo que garantizó un maquinado preciso y de alta calidad en cada una de sus partes. Finalmente, se realizó un pulido tipo espejo para minimizar la rugosidad interna de la cámara, asegurando así una mayor estabilidad de los sustratos y aumentando la calidad de los depósitos a realizar.



Figura 3.4. Torno de alta precisión [4].

El reactor cuenta con dos entradas de 1/64 pulgada para la inyección controlada de los precursores, así como una salida de 1/2 pulgada destinada a la purga de gases residuales y subproductos generados durante las reacciones. Las entradas y la salida fueron fabricadas utilizando un taladro con brocas de los tamaños que se deseaba obtener. Estas dimensiones han sido cuidadosamente optimizadas para garantizar un flujo constante y uniforme dentro de la cámara de reacción, lo que es fundamental para lograr una deposición homogénea y reproducible. Para una dosificación precisa, el sistema utiliza válvulas de diafragma de ultra alta pureza de tres vías, que permite alternar de manera controlada la entrada de los precursores y gases de purga minimizando la contaminación cruzada y maximizando la eficiencia del proceso. Como se trata de un reactor térmico, el control de temperatura es un aspecto crítico de su funcionamiento.

3.3. Lista de componentes del ALD

Fue elaborada una lista detallada (**Tabla 3.1.**) de los componentes necesarios para la construcción del sistema ALD y precursores (**Tabla 3.2.**), con el objetivo de facilitar la búsqueda de proveedores y obtener cotizaciones en diferentes empresas para la optimización de costos. Esta lista incluye todos los materiales esenciales y específicos que se requieren para garantizar el correcto funcionamiento y desempeño del equipo en cuestión.

El propósito principal de este inventario es: optimizar el proceso de adquisición de los componentes, comparar los precios, evaluar la disponibilidad y seleccionar las opciones más adecuadas en términos de calidad y costo. Adicionalmente, se planificó de manera eficiente la logística de suministro, asegurando que todos los materiales estuvieran disponibles dentro del cronograma establecido. Entre los componentes identificados se consideraron piezas mecánicas, elementos electrónicos, sistemas de control, materiales de recubrimiento y otros insumos necesarios para el ensamblaje y puesta en marcha del equipo. Este enfoque metódico no solo ayudó a reducir costos, sino que también minimiza riesgos asociados a la falta de materiales o retrasos en la entrega, garantizando así la continuidad del proyecto. Este proceso fue fundamental para coordinar con los diferentes proveedores, realizar negociaciones adecuadas y asegurar la adquisición de los componentes con los estándares requeridos para satisfacer las especificaciones técnicas del equipo.

Tabla 3.1. Cotización de componentes para un sistema ALD [5-28].

Cotización partes ALD				
Cantidad (Piezas)	Material	Proveedor	Precio moneda nacional	Precio US dólares
1	Flujómetro para nitrógeno.	SIEMENS	\$422.50	\$25.76
2	Fuelle de alta pureza (Swagelok SS-BNS4-C sellado 1/4" accesorio con solenoide SMC NVZ110).	SWAGELOK	\$8,256.91	\$503.47
2	Válvula de diafragma.	SWAGELOK	\$40,000.00	\$2,041.85
1	Bomba de vacío Siemens.	SIEMENS	\$4,821.99	\$294.023
1	Trampa.	ARIGEMD	\$1,928.67	\$117.60
1	Cámara/ barra de aluminio.	DOUYUDAO	\$1,295.21	\$78.97
1	Electroválvulas/neumáticas integradas 3/2 vías cpv15s serie CPV15SB CPA15SF.	EQXKTZ	\$397.20	\$24.21
2	Fuente de alimentación de respaldo (UPS), modelo APC SAI BK500EI Back.	APC SAI	\$5,350.98	\$326.27
3 M	Manguera tubo de silicona de 3 mm id x 5 mm od 10 pies flexible de silicona.	QJZXUEZHEN	\$223.95	\$13.65
2	Cilindros/válvulas.	SWAGELOK	\$16,400.00	\$1000
1	Controlador de zonas de temperatura Oumefar Controlador de Temperatura del termostato Tipo K -199 a 1300°C Controlador de termostato de termopar.	ASIXXSIX	\$389.00	\$23.71
1	Cable termopar tipo T duplex.	OMEGA	\$4,070.00	\$248.17
1	Ensamble termopar piloto.	LIMSA	\$139.87	\$8.52
1	Cinta calefactora (c/aislamiento de caucho de silicona 8" x 1", 416 Watts 120V, TBSO-101-080 - briskheat).	CTR CIENTIFIC	\$8,938.00	\$545
1	Transformador variable (mophorn transformador 2KVA max 20 A transformador variable 0-130V salida regulador de voltaje CA variable para industrias equipos electrodomésticos).	VEVOR	\$1,899.99	\$115.85

1	Placa calefactora.	ROCA	\$7,561.80	\$461.08
3.40 Kg	Zeolita/Wisesorb Tamiz molecular 4A de 7.5 libras, material a granel desecante de alta calidad.	WISESORB	\$623.03	\$37.99
1	Arduino.	STEREN	\$249.00	\$15.18
1	Fuente 12 V (Fuente De Poder Transformador 12 V, 40 A 480W 85-265V Premium).	GOHAN SOLVES	\$495.00	\$30.18
1	Fuente 24 Volts (Fuente Regulada 24 Volt 10 Amp).	MEN WELL	\$2,308.40	\$140.75
2 M	Tuberia 1/2".	TUVANOSA	\$884.00	\$53.90
1	Mini cortatubo.	SURTEK	\$275.00	16.76
1	Brocas para metal.	TRUPER	\$39.00	\$2.37
1	Doblador de tubing de 3/8".	ZERONE	\$324.00	\$19.76
1	Brocas para metal.	TRUPER	\$39.00	\$2.37
1	Conector CPI X NPTF M 3/8" x 3/8" acero inoxidable.	TUVANOSA	\$226.88	\$13.83
1 M	Tubing S/C T316, 3/8", Cal 20 (0.035).	TUVANOSA	\$208.01	\$12.68
2	Tapón pipié NTP-M 1/4" Cabeza cuadrada LTN.	TUVANOSA	\$49.15	\$2.99
6	Tuerca P/CPI acero inoxidable 1/4".	TUVANOSA	\$292.02	\$17.80
1	Férrulas A-LOK de 1/4" O. D.	TUVANOSA	\$447.42	\$27.28
2	Conector A-LOK x A-LOK 1/4" x 1/4" Acero inoxidable.	TUVANOSA	\$687.88	\$41.94
Total			\$109,243.86	\$6,246.67

Tabla 3.2. Cotización de precursores empleados.

Cantidad	Material	Proveedor	Precio moneda nacional	Precio dólares
100 gr	Trimetilaluminio.	SIGMA-ALDRICH	\$7,649.00	\$463.40
100 gr	Dietilzinc.	SIGMA-ALDRICH	\$5,180.00	\$314.85
44 L	Nitrógeno de alta pureza.	INFRA	\$3,651.80	\$222.67
44 L	Oxígeno de alta pureza.	INFRA	\$3,640.00	\$221.46
20 L	Agua desionizada.	EXEON	\$439.00	\$26.76
2 L	Agua oxigenada.	BENAVIDES	\$164.00	\$8.20
Total			\$20,571.60	\$1,247.52

En comparación con otros sistemas comerciales disponibles en el mercado, el prototipo diseñado y construido en el LSMN presenta una diferencia sustancial en el costo. En términos generales, el precio de los sistemas de ALD térmicos puede variar considerablemente según las especificaciones y sus capacidades. Por ejemplo, en 2023, un sistema térmico básico de ALD de la empresa Beneq tenían un costo aproximado de \$435,000 USD, lo que equivale a aproximadamente \$7.5 millones de pesos mexicanos, sin incluir impuestos ni gastos de importación. En contraste, el sistema desarrollado en este proyecto tuvo un costo total de apenas \$6,246.67 USD, es decir aproximadamente \$109,243.86 pesos mexicanos, incluyendo impuestos e importaciones de las piezas utilizadas para su construcción.

Otro aspecto importante es la calidad del sistema ALD construido, ya que es comparable a la de los equipos comerciales, gracias a que el sistema fue específicamente diseñado para garantizar una alta reproducibilidad, un control preciso del espesor y disminuir la cantidad de precursor empleado. Adicionalmente, el volumen interno de la cámara de reacción permite un ahorro considerable de precursor y finalmente, cuenta con un flujo constante de N₂ que mantiene la cámara inerte, disminuyendo el tiempo de purga. En el Capítulo IV: Resultados y discusiones, se muestran los depósitos obtenidos por este sistema.

3.4. Control de válvulas ALD

Con el objetivo de mejorar la precisión y reproducibilidad del proceso ALD, se realizaron pruebas exhaustivas utilizando electroválvulas para controlar la dosificación del precursor y del agente oxidante.

Para asegurar un buen control de válvulas ALD, se realizaron un conjunto de pruebas de reproducibilidad para evaluar la consistencia de las deposiciones a lo largo de múltiples ciclos. Los resultados obtenidos demostraron la capacidad de las electroválvulas para activar de manera rápida y precisa las válvulas dosificadoras (**Figura 3.5.**), las cuales tienen un tiempo de respuesta de apertura y cierre de 3.4 milisegundos, lo que se traduce como un control más fino de los flujos de gases reactivos y, por consiguiente, en la obtención de películas delgadas con mejores propiedades y altamente reproducibles.

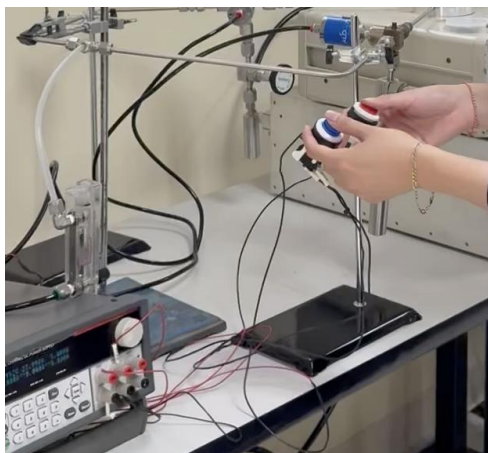


Figura 3.5. Mecanismo de activación manual de válvulas.

3.5. Control de vacío

Para garantizar el correcto funcionamiento del sistema, se llevaron a cabo pruebas de vacío con el objetivo de evaluar su desempeño y determinar el tiempo necesario para alcanzar el nivel de vacío deseado. Adicionalmente, se realizaron mediciones para registrar los tiempos del vacío y analizar la pérdida de presión en el sistema con el paso del tiempo. Estos datos fueron organizados en la **Tabla 3.3**. Para facilitar su interpretación y contribuir a la identificación de posibles mejoras en el diseño o en los componentes del sistema.

Tabla 3.3. Relación entre el tiempo de vacío y su pérdida.

Tiempo de vacío (min)	Grasa para vacío	Pérdida de vacío (seg)
1	No	5
	Si	30
15	No	23
	Si	53
30	No	39
	Si	60
60	No	41
	Si	73
120	No	43
	Si	75

3.6. Control de fugas

Durante la fase de pruebas piloto, se sometieron los depósitos a rigurosas inspecciones para localizar posibles fugas. A pesar de las condiciones de prueba, no se evidenciaron pérdidas de material. Este resultado se atribuye al uso de juntas de teflón de alta calidad en todas las conexiones a la cámara, lo cual garantiza una hermeticidad óptima. Tal como se observa (**Figura 3.6.**) la entrada del precursor a la cámara, se empleó teflón en las conexiones para garantizar un sellado óptimo y prevenir posibles fugas. Esta medida resulta fundamental para mantener la integridad del sistema y asegurar su correcto funcionamiento durante el proceso.



Figura 3.6. Entrada de precursor a la cámara.

Referencias bibliográficas

- [1] G. B. Veeresh Kumar, C. S. P. Rao, N. Selvaraj, & M. S. Bhagyashekar. (2010). Studies on Al₆₀₆₁-SiC and Al₇₀₇₅-Al₂O₃ Metal Matrix Composites. *Journal of Minerals & Materials Characterization & Engineering*, 9(1), 43-55. obtenido de jmmce.org
- [2] Montes-Gutiérrez, J., López-Gastelum, A., Romo-García, F., & García-Gutiérrez, R. (2021). Design and Construction of an ALD Reactor by Growth of Al₂O₃ Nanostructure Films. *Revista de Ingeniería Tecnológica*, 27-31. <https://doi.org/10.35429/jten.2021.16.5.27.31>
- [3] Sistema de depósito por capas atómicas térmico para la síntesis de películas delgadas de óxido de hafnio. (2022). *Pistas Educativas*, No. 141, enero 2022, México, Tecnológico Nacional de México En Celaya. <https://pistaseducativas.celaya.tecnm.mx/index.php/pistas/article/download/2685/2150>
- [4] Kent USA. (n.d.). *Manual Precision Lathes*. Recuperado el 10 de diciembre de 2024. <https://kentusa.com.mx/product/manual-precision-lathes/>
- [5] Sitio web Siemens. (s. f.). Siemens México. https://www.siemens.com/mx/es.html?acz=1&gad_source=1&gad_campaignid=9569247777&gbraid=0AAAAAEuPPNnVzs11ISzkbK05dVV-Htu&gclid=CjwKCAjwz_bABhAGEiwAm-P8YccJhmkbtHkt5N8GR08aKRSv6VGcVaLt7P21BTJ5L20Kk3AbJ2yiahoCfh4QAvD_BwE
- [6] Soluciones y Componentes para Sistemas de Fluidos de Alta Calidad. (s. f.). Swagelok. <https://www.swagelok.com/es>
- [7] Equipos para gases medicinales en Hidalgo - GRUPO ARIGMED S DE RL DE CV. (s. f.). GRUPO ARIGMED S DE RL DE CV. <https://www.grupoarigmed.com/>
- [8] Amazon.com: EQXKTZ 380V Three-Phase Motor Soft Starter Module Controller 1KW-12KW Slow Starter (Module Radiator Fan)(10KW Module DS1 F90): Herramientas y mejoras del hogar. (s. f.). <https://www.amazon.com/-/es/EQXKTZ/dp/B0D8F32Z3R>
- [9] Compra APC BK500EI, 300W, 500VA, entrada 230V, salida 230V BK500EI | cyberpuerta.mx. (s. f.). https://www.cyberpuerta.mx/Energia/No-Break-UPS/No-Break/No-Break-APC-BK500EI-300W-500VA-Entrada-230V-Salida-230V.html?srsIid=AfmBOopxhFFD2x5ccUBdEgqidl4YuEOdNyA0_b5a-IvSylz21xTL0CMd

- [10] Tubo de silicona de 3/8 pulgadas (10 mm) ID x 9/16 pulgadas (14 mm) OD Tubo de goma de silicona flexible transparente (3.3 pies/1 m; 10 x 14 mm): Amazon.com.mx: Herramientas y Mejoras del Hogar. (s. f.). https://www.amazon.com.mx/silicona-pulgadas-transparente-flexible-manguera/dp/B08HHD8HCV?tag=googhydr0mx-20&hvadid=746425694851&hvpos=&hvexid=&hvnetw=g&hvrnd=6846185083079608620&hvpone=&hvptwo=&hvqmt=&hvdev=c&hvdvcmidl=&hvlocint=&hvlocphy=1010005&hvtargid=dsa-2416879274297&ref=pd_sl_886jf9wkqu_e&gad_source=1&gad_campaignid=22450010134&gbraid=0AAAAA-13hb8g615E0vBZfp8ghdiJEtkx6&gclid=CjwKCAjwz_bABhAGEiwAm-P8Yd4QDLnJVsqiTMKq2ZJpn3Ro4XcWw5cbAhjYD48KpZjIj4n-YdAo6hoCs30QAvD_BwE&th=1
- [11] AsiXXSix Kit de Controlador de Temperatura PID, Termostato Universal con Pantalla Digital AC100-240V con relé de Estado Sólido SSR, Compatible con Termopar K, J, E, N, Temperatura Automático (48x48mm) : Amazon.com.mx: Salud y Cuidado Personal. (s. f.). https://www.amazon.com.mx/Controlador-Temperatura-Termostato-AC100%E2%80%91240V-Compatible/dp/B0BPTJBJ5J/ref=asc_df_B0BPTJBJ5J?mcid=4031773d6545360fae38476f8f2b58e9&tag=gledskshopmx-20&linkCode=df0&hvadid=709846585818&hvpos=&hvnetw=g&hvrnd=1072324905396720562&hvpone=&hvptwo=&hvqmt=&hvdev=c&hvdvcmidl=&hvlocint=&hvlocphy=1010005&hvtargid=pla-1953518978599&psc=1&language=es_MX&gad_source=1
- [12] OMEGA. (s. f.). Omega. https://mx.omega.com/shop/pptsc_print.asp?ref=GG_T_TC_WIRE
- [13] Limsa - Ensamble piloto termopar original. (s. f.). <https://www.limsa.mx/producto/30rgaeptancal/ensamble-piloto-termopar-original?srsItd=AfmBOoqFIHa3mUzsuxIIyLjpl-Oz1DuIMvqcoYGScfsZkuR8Rwk-lgxm>
- [14] 6739. CINTA CALEFACTORA C/AISLAMIENTO DE CAUCHO DE SILICONA 8' x 1" 416 WATTS 120V, TBSO-101-080 - BRISKHEAT. (s. f.). CTR Scientific. <https://ctrscientific.com/products/6739-cinta-calefactora-c-aislamiento-de-caucho-de-silicona-8-x-1-416-watts-120v-tbso-101-080-briskheat?srsItd=AfmBOoq39xVstrC0M8XHj1rkmskKWGez0JNFspbdscWwsmUTfYLn6cIH>

- [15] Mophorn Transformador 2KVA Max 20 Amp Transformador variable 0-130 V Salida Regulador de voltaje CA variable para Industrias Equipos Electrodomésticos : Amazon.com.mx: Herramientas y Mejoras del Hogar. (s. f.). https://www.amazon.com.mx/Mophorn-2KVA-Transformer-Industries-Appliances/dp/B07GJNXS5N/ref=asc_df_B07GJNXS5N?mcid=f31b869b02d93b75b2e43693480b69e4&tag=gledskshopmx-20&linkCode=df0&hvadid=709902087790&hvpos=&hvnetw=g&hvrnd=3142163396077767688&hvpon=&hvptwo=&hvqmt=&hvdev=c&hvdvcmld=&hvlocint=&hvlocphy=1010005&hvtargid=pla-910046055300&language=es_MX&gad_source=1&th=1
- [16] El Crisol | Material para laboratorio | Equipo de laboratorio | Instrumentos de laboratorio. (s. f.). <https://elcrisol.com.mx/?srsltid=AfmBOoonDD3cWq675-HgXP3NHPhxNS5DmpVIJPfJIOvDX-vorRQ6mzkK>
- [17] Amazon.com: Wisesorb Tamiz molecular 4A de 7.5 libras, material desecante a granel de alta calidad con 20 bolsas resellables no tejidas con cremallera: Industrial y Científico. (s. f.). <https://www.amazon.com/-/es/Wisorb-molecular-desecante-resellables-cremallera/dp/B0C2325DJV>
- [18] Placa de desarrollo Steren Tienda en Línea. (2025, 13 abril). Electrónica Steren México. <https://www.steren.com.mx/placa-de-desarrollo.html?srsltid=AfmBOorxJE1DbWVGMf2fwj7XrGYZcr9SG2v2ziloRizy3vLuVmM6np9Y>
- [19] Fuente de poder transformador 12V 40A 480W 85-265V Premium. (s. f.). Envío Gratis. https://www.mercadolibre.com.mx/fuente-de-poder-transformador-12v-40a-480w-85-265v-premium/p/MLM30947639?pdp_filters=item_id%3AAMLM3355401514&from=gshop&mat t tool=43664533&mat word=&mat source=google&mat campaign_id=22122738917&mat ad_group_id=179044243648&mat match_type=&mat network=g&mat device=c &mat creative=729602331036&mat keyword=&mat ad_position=&mat ad_type=pla &mat merchant_id=735123861&mat product_id=MLM30947639-product&mat product_partition_id=2389865440548&mat target_id=pla-2389865440548&cq_src=google_ads&cq_cmp=22122738917&cq_net=g&cq_plt=gp&cq med=pla&gad_source=1&gad_campaignid=22122738917&gbraid=0AAAAAoTLPrJMajO QJFTeIud-xSz8SgH62&gclid=CjwKCAjwz_bABhAGEiwAm-P8YVcusA3h4wGJ66vii3JQev3y6wOxoOGPII66B2XEOsvWagFYRB6tDRoCuiYQAvD BwE

CAPÍTULO IV:

RESULTADOS Y DISCUSIONES

4.1. Ensamblaje de componentes del sistema ALD

Antes de proceder con el ensamblaje de los componentes del sistema, se realizó un ejercicio preliminar en el que se agruparon todos los elementos para tener una visión clara del espacio que ocuparía el sistema completo. Este paso fue fundamental para evaluar de manera visual y práctica la disposición de cada componente y optimizar su colocación dentro del área de trabajo disponible. Al organizar previamente las piezas, fue posible identificar posibles ajustes en la distribución, prevenir interferencias entre los elementos y garantizar una configuración eficiente que permitiera un funcionamiento adecuado del sistema en su totalidad. Este análisis inicial también sirvió para planificar con mayor precisión el diseño final como se ilustra en la **Figura 4.1.**, considerando aspectos clave como la accesibilidad y la conectividad entre los componentes. Después de completar el ensamblaje, el sistema quedó configurado y listo para su operación. Se verificó que cada uno de los componentes estuvieran correctamente instalados, incluyendo conexiones y sellos.

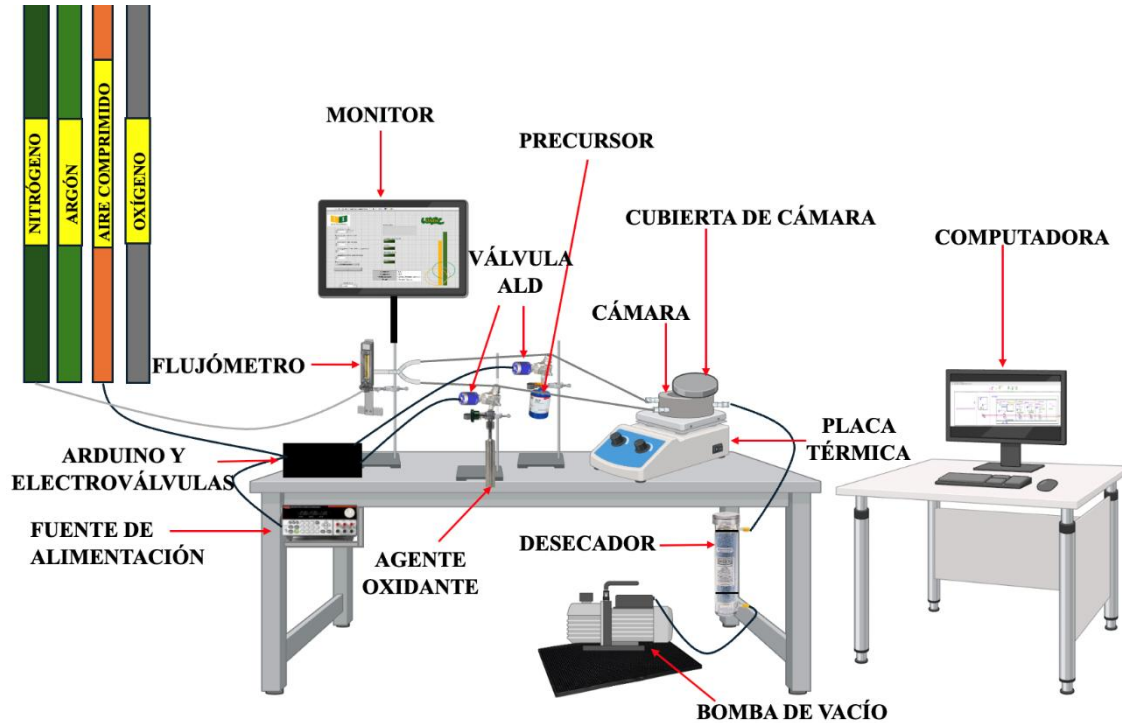


Figura 4.1. Diseño esquemático del sistema ALD desarrollado.

El sistema real ubicado en el LSMN, se muestra en la **Figura 4.2.**, donde se puede observar una integración óptima entre los subsistemas, garantizando su funcionalidad y eficiencia en el proceso.



Figura 4.2. Sistema ALD instalado en el LSMN.

4.2. Automatización del ciclo ALD

La automatización es esencial para asegurar la repetibilidad, precisión y uniformidad en este proceso de deposición de películas delgadas a nivel atómico, esto garantiza que cada ciclo sea idéntico, lo que es crucial para obtener capas de espesor uniforme y propiedades óptimas en aplicaciones como semiconductores, óptica y revestimientos avanzados.

4.2.1. Programación del ciclo ALD en LabVIEW

El diagrama de bloques representa las distintas fases del ciclo ALD, organizadas secuencialmente para garantizar un proceso preciso y eficaz. Cada sección del diagrama corresponde a una fase clave dentro del ciclo, que se describen a continuación (**Figura 4.3.**).

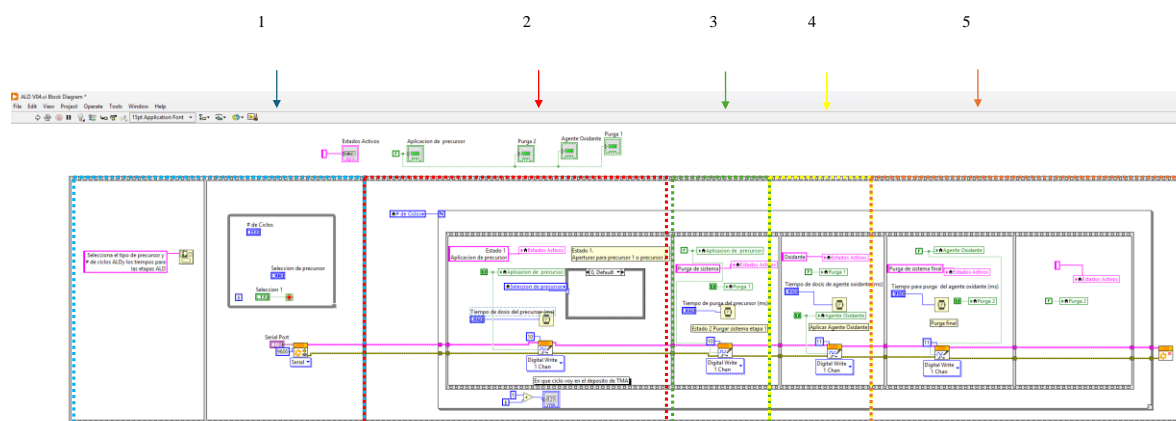


Figura 4.3. Diagrama de bloques en LabVIEW.

1. Parámetros de configuración.

Antes de iniciar el proceso, es esencial definir los parámetros de funcionamiento comenzando con: el número total de ciclos, la dosificación del precursor, los tiempos de purga, el agente oxidante y, por último, la purga final. Estos valores deben ajustarse cuidadosamente para optimizar la uniformidad y la calidad del revestimiento depositado. En la **Figura 4.3.**, se puede observar el diagrama de bloque en LabVIEW, donde se señalan estos parámetros y su configuración, en el recuadro de color azul señalado con el número 1.

2. Inyección del precursor

Durante esta fase, se programa la apertura de las válvulas para permitir que el precursor entre en el sistema. En la **Figura 4.3.**, se observa la configuración de la activación de apertura del precursor (recuadro de color rojo señalado con el número 2). Es crucial controlar con precisión el tiempo de apertura de la válvula para garantizar que la cantidad correcta de material reaccione con la superficie del sustrato.

3. Purga del sistema

Una vez inyectado el precursor, es necesario eliminar cualquier residuo sobrante o que no haya reaccionado, es por ello que en la **Figura 4.3.**, (recuadro de color verde, señalado con el número 3) se observa la configuración para dejar un flujo constante de un gas inerte (nitrógeno o argón), o bien vacío, con el propósito de desplazar las moléculas residuales fuera de la cámara de reacción.

4. Agente oxidante

Tras la primera purga, se repite el proceso de inyección, pero esta vez con el agente oxidante (**Figura 4.3.**, en el recuadro color amarillo, señalado con el número 4). Este material reaccionará con las moléculas del primer precursor, las cuales se adhirieron al sustrato, permitiendo la formación de una monocapa uniforme del compuesto deseado. La dosificación y la exposición correctas en esta fase son decisivas para la calidad del crecimiento una película delgada.

5. Segunda purga

Por último, se realiza una segunda purga para eliminar cualquier residuo del segundo precursor y garantizar un entorno limpio dentro del sistema antes de iniciar el siguiente ciclo es por ello que en la **Figura 4.3.**, recuadro color naranja señalado con el número 5, se configuró este paso debido a que es clave para evitar la contaminación cruzada y mantener la precisión en ALD.

Adicionalmente a la configuración del programa se emplearon ciclos “For” y “While”, para repetir la secuencia del ciclo ALD las veces necesarias. Asimismo, se implementaron condiciones que permitían detener o pausar el ciclo en caso de detectar problemas durante su ejecución.

4.2.2. Implementación de controladores y sensores

El sistema se diseñó para incluir un elemento principal:

- Control de válvulas y actuadores: Se implementó un control automático para regular válvulas y dispositivos mecánicos o electrónicos, garantizando que las acciones del sistema fueran rápidas y precisas, ajustándose a las necesidades dinámicas del proceso.

4.2.3. Pruebas y depuración

Se simuló el ciclo ALD en LabVIEW como un paso preliminar para identificar y corregir posibles errores antes de su implementación en el equipo real. Esta simulación permitió asegurar un funcionamiento eficiente y óptimo. Posteriormente, se realizaron pruebas en el hardware, afinando los parámetros para que el ciclo se adaptara a las necesidades específicas de la aplicación.

4.2.4. Optimización y automatización

Se ajustaron los parámetros de cada etapa del proceso con base en los resultados obtenidos durante las pruebas iniciales. Esta calibración detallada permitió alcanzar un rendimiento óptimo del sistema.

Además, se implementaron mecanismos automáticos que posibilitaban el inicio, supervisión y finalización del proceso de forma independiente, siguiendo las instrucciones preestablecidas. Esto agilizó la operación y redujo la probabilidad de errores humanos.

4.2.5. Documentación

La documentación del código fue realizada de manera exhaustiva, permitiendo preservar el conocimiento sobre el funcionamiento del software y facilitando su evolución futura. En la **Figura 4.4**. Se presenta una interfaz clara y sencilla que permite al usuario ingresar los valores de cada uno de los parámetros necesarios para el proceso.

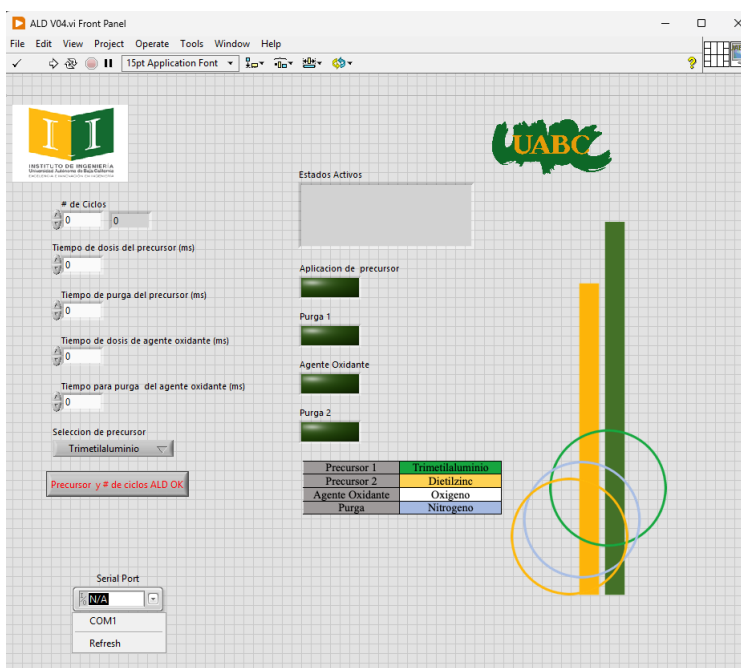


Figura 4.4. Panel frontal en LabVIEW.

El programa diseñado y utilizado para controlar el sistema, la cámara del reactor y la configuración del sistema, se encuentran en proceso de registro de propiedad intelectual ante INDAUTOR.

4.3. Depósitos de películas delgadas

En este proyecto de investigación se realizó la deposición de películas delgadas de Al_2O_3 y ZnO , para comprobar el funcionamiento del sistema desarrollado. Estos materiales son ampliamente utilizados en diversas aplicaciones tecnológicas debido a sus propiedades únicas. El óxido de aluminio es conocido por su alta resistencia química, excelente aislamiento eléctrico y estabilidad térmica, mientras que el óxido de zinc destaca por sus propiedades semiconductoras, piezoeléctricas y ópticas, incluyendo una alta transparencia en el rango UV-visible [1]. Estas películas se emplean en campos como la microelectrónica, revestimientos ópticos, sensores y dispositivos fotovoltaicos, contribuyendo al desarrollo de tecnologías avanzadas.

4.3.1. Películas delgadas de Al_2O_3

Se seleccionaron diferentes muestras de silicio tipo-p (p-Si) y corning glass (CG), estas fueron limpiadas cuidadosamente para garantizar la eliminación de impurezas y residuos superficiales. Una vez completada la limpieza, los sustratos fueron colocados dentro de la cámara de reacción. Para asegurar un sellado hermético, se aplicó grasa de ultra alto vacío (UHV) en el empaque de la cámara. A continuación, se activó la bomba de vacío y la placa calefactora, estableciendo una temperatura de 200 °C. Se permitió un tiempo de estabilización de 20 minutos para garantizar que la cámara y la muestra alcanzara tanto el vacío requerido como la temperatura deseada. Una vez transcurrido este tiempo, se abrió el suministro de aire comprimido para activar las electroválvulas, adicionalmente se introdujo nitrógeno como gas de purga. Durante el proceso de deposición, se utilizó el programa LabVIEW para controlar la apertura y cierre del flujo de precursor y agente oxidante. En la **Tabla 4.1**. Muestra los parámetros utilizados para los depósitos de Al_2O_3 , el agente oxidante empleado fue agua desionizada, lo que permitió obtener capas uniformes y controladas del material, como se observa en la **Figura 4.5**.

Tabla 4.1. Parámetros de deposición utilizados para obtener Al₂O₃.

Depósito	Ciclos	Dosificación de precursor (ms)	Primera purga (ms)	Agente oxidante (ms)	Segunda purga (ms)	Tiempo de deposición (min)
1	100	25	30,000	100	30,000	100.2
2	100	25	30,000	75	30,000	50.5
3	100	50	30,000	100	30,000	100.2
4	500	50	20,000	100	20,000	334.6
5	1,000	75	10,000	100	10,000	336.2
6	1,000	100	10,000	150	10,000	337.2
7	1,000	75	10,000	100	10,000	336.2
8	200	50	10,000	150	10,000	67.3
9	100	50	10,000	150	10,000	67.3
10	100	50	10,000	150	10,000	67.3
11	100	100	10,000	150	10,000	67.3
12	1160	100	10,000	150	10,000	391.2
13	100	75	10,000	100	10,000	33.6
14	100	50	10,000	150	10,000	67.3
15	100	50	15,000	125	15,000	50.2
16	100	50	20,000	150	20,000	67

La muestra correspondiente al depósito #12 de Al₂O₃ fue seleccionada para su análisis mediante elipsometría. Estos resultados pueden ser observados en la sección 4.4.1.1.

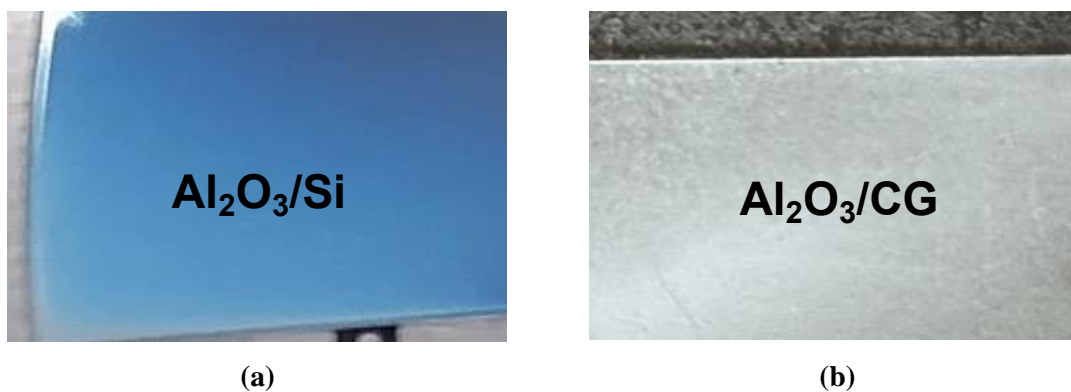


Figura 4.5. Película delgada de Al₂O₃ depositada sobre p-Si (a) y corning glass (b).

4.3.2. Películas delgadas de ZnO

Se seleccionaron diferentes muestras de p-Si y CG, estas fueron limpiadas cuidadosamente para garantizar la eliminación de impurezas y residuos superficiales. Una vez completada la limpieza, los sustratos fueron colocados dentro de la cámara de reacción. Para asegurar un sellado hermético, se aplicó grasa de ultra alto vacío (UHV) en el empaque de la cámara. A continuación, se encendió la bomba de vacío y la placa calefactora, estableciendo una temperatura de 200°C. Se estableció un tiempo de estabilización de 20 minutos para garantizar que la cámara y muestra alcanzaran tanto el vacío requerido como la temperatura deseada. Una vez transcurrido este tiempo, se abrió el suministro de aire comprimido para activar las electroválvulas, y como gas de purga se utilizó únicamente el vacío. Durante el proceso de deposición, se utilizó el programa LabVIEW para controlar la apertura y cierre del flujo de precursor y agente oxidante. En la **Tabla 4.2** muestra los parámetros que fueron utilizados para los depósitos de ZnO, el agente oxidante empleado fue agua oxigenada, lo que permitió obtener capas uniformes y controladas del material (**Figura 4.6.**).

Tabla 4.2. Parámetros de deposición utilizados para obtener ZnO.

Depósito	Ciclos	Dosificación de precursor (ms)	Primera purga (ms)	Agente oxidante (ms)	Segunda purga (ms)	Tiempo de deposición (min)
1	100	75	10,000	100	10,000	33.62
2	250	75	10,000	100	10,000	84
3	100	75	10,000	100	10,000	33.6
4	500	75	10,000	100	10,000	168.1
5	250	75	15,000	100	10,000	104.9
6	250	75	15,000	100	15,000	104.9
7	500	75	15,000	100	15,000	251.4
8	500	75	15,000	100	15,000	251.4
9	500	75	15,000	100	15,000	251.4
10	500	75	15,000	100	15,000	251.4

La muestra correspondiente al depósito #7 de ZnO fue seleccionada para su análisis mediante elipsometría. Estos resultados pueden ser observados en la sección 4.4.1.2.

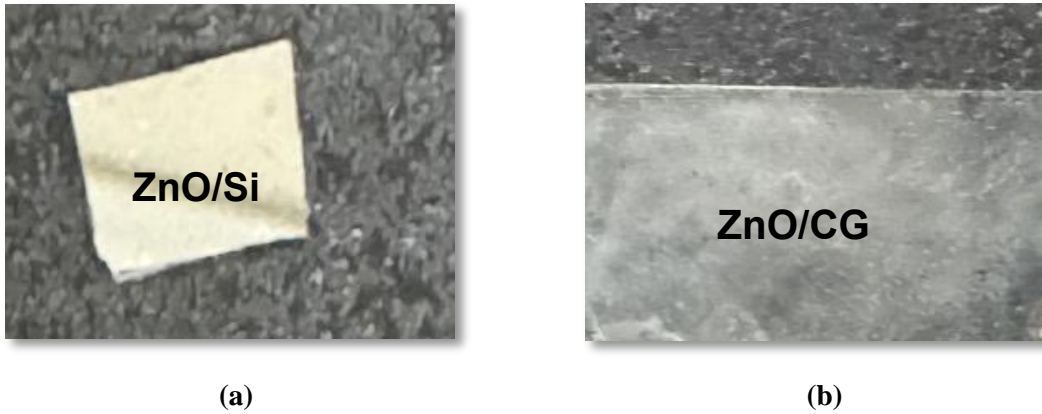


Figura 4.6. Película delgada de ZnO depositada sobre p-Si (a) y corning glass (b).

4.4. Caracterización de películas delgadas

4.4.1. Elipsometría

4.4.1.1. Película delgada de Al_2O_3

El espesor y las constantes ópticas: índice de refracción (n) y coeficiente de extinción (k), se determinaron mediante mediciones elipsométricas utilizando un elipsómetro espectroscópico de ángulo variable J.A. Woollam M-2000U. Las mediciones se llevaron a cabo en tres ángulos de incidencia en el rango de $50-70^\circ$. Los resultados experimentales de los ángulos elipsométricos Ψ y Δ se ajustaron en el intervalo de $400-1000$ nm utilizando el modelo de dispersión de Cauchy (**Figura 4.7.**).

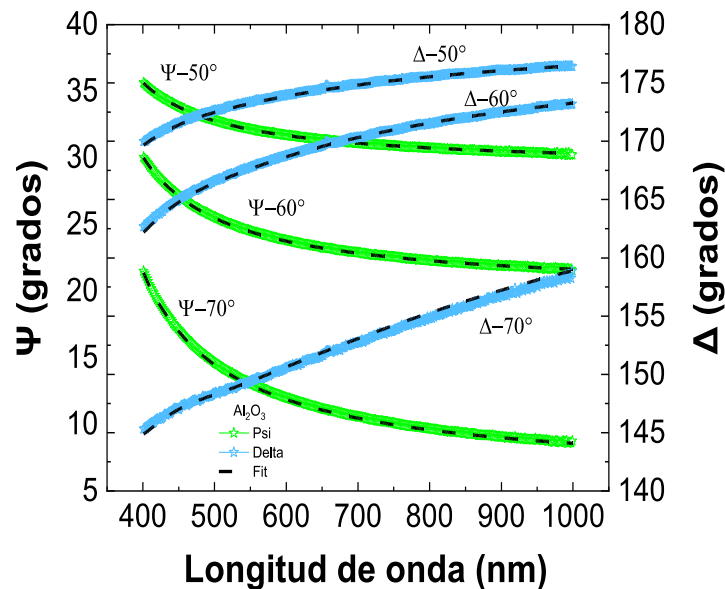


Figura 4.7. Dependencias experimentales de Ψ y Δ y las curvas ajustadas para una capa depositada de óxido de aluminio.

Las películas delgadas de óxido de aluminio (Al_2O_3) fueron depositadas sobre sustratos de silicio tipo-p y corning glass, empleando una tasa de deposición de $1.1 \text{ \AA}/\text{ciclo}$, lo que resultó en un espesor aproximado de 116 nm , en la **Figura 4.8.** Se observa una representación del depósito de la película delgada de Al_2O_3 .

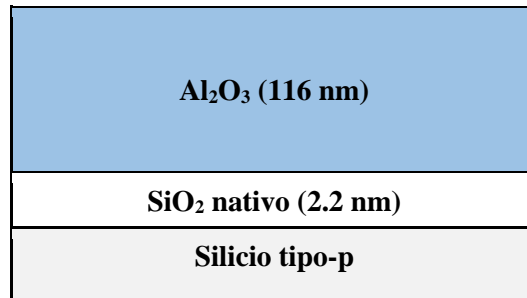


Figura 4.8. Representación esquemática de la muestra de Al₂O₃ analizada.

Los resultados obtenidos de las mediciones de elipsometría revelaron que el material presenta un índice de refracción de 1.76 y un coeficiente de extinción igual a 0, como se muestra en la **Figura 4.9**. Este último valor indica la ausencia de absorción en la gama del espectro visible, lo que sugiere una elevada transparencia óptica. La combinación de estas propiedades ópticas es de gran interés para diversas aplicaciones tecnológicas, como revestimientos antirreflejantes, dispositivos ópticos y componentes en la fabricación de pantallas y sensores ópticos. Además, la alta transparencia del material puede favorecer su integración en sistemas ópticos avanzados en los que es necesario minimizar la pérdida de luz [2].

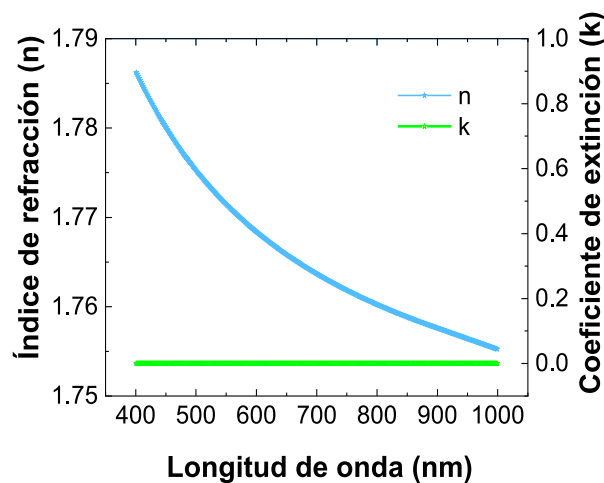


Figura 4.9. Índice de refracción (n) y coeficiente de extinción (k) de la película delgada de Al₂O₃ obtenida por ALD.

Las películas delgadas depositadas sobre sustratos de corning glass, mostraron una transmitancia óptica que osciló entre el 18% y el 40% dentro del espectro visible como se muestra en la **Figura 4.10**. Este comportamiento sugiere una dependencia de la transmitancia respecto a la longitud de onda, en la que pueden influir factores como el grosor de la película, la morfología de la superficie y la composición del material [3].

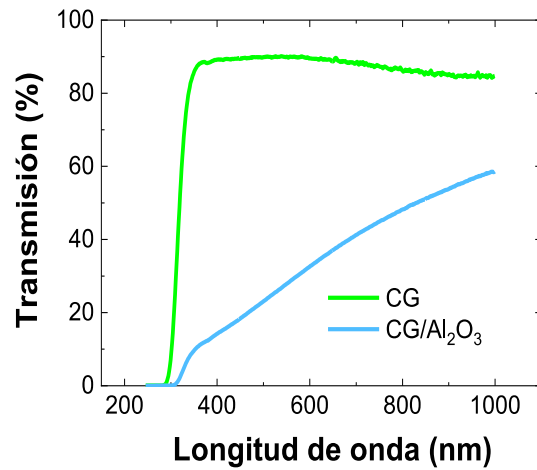


Figura 4.10. Espectro de transmisión de una película de óxido de aluminio depositada sobre corning glass.

Como se muestra en la **Figura 4.11.**, se llevó a cabo el análisis mediante la metodología de Tauc-plot, a partir del cual se obtuvo la determinación del band gap del material en estudio. Los resultados obtenidos indican que el valor de la banda prohibida es de aproximadamente 3.8 eV, lo que sugiere una alta energía de gap, característica de materiales con posibles aplicaciones en dispositivos optoelectrónicos y semiconductores avanzados [4,5].

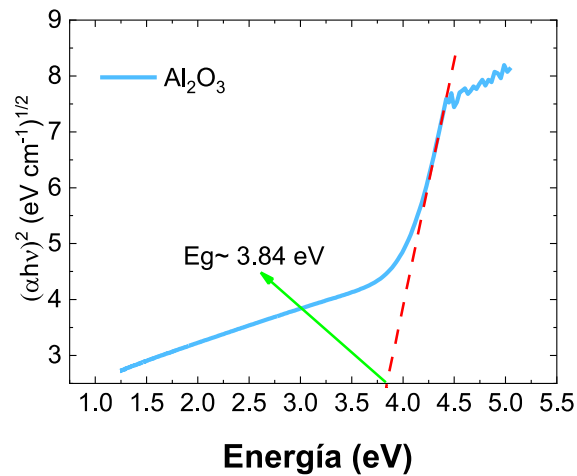


Figura 4.11. Gráfica de Tauc-plot de la muestra de Al₂O₃/CG.

4.4.1.2. Película delgada de ZnO

Por otro lado, para las películas delgadas de óxido de zinc (ZnO) se obtuvo una tasa de deposición de 1 Å/ciclo, obteniéndose un espesor promedio de 40 nm. En la **Figura 4.12.**, se observa una representación esquemática del depósito de la película delgada de ZnO.

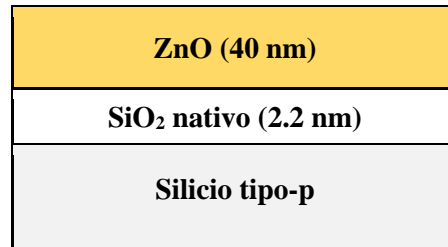


Figura 4.12. Representación esquemática de la muestra de ZnO analizada.

En la **Figura 4.13.**, se muestran los resultados experimentales de Ψ y Δ correspondientes a las películas delgadas de ZnO, en comparación con el modelo de Cauchy propuesto (línea punteada) a tres ángulos de incidencia: 50, 60 y 70°.

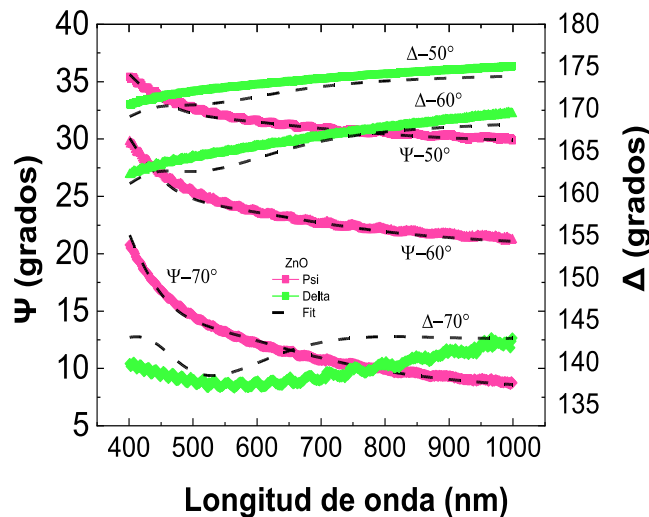


Figura 4.13. Dependencias experimentales de Ψ y Δ y las curvas ajustadas para una capa depositada de óxido de zinc.

Las películas delgadas analizadas presentaron, un índice de refracción de 3.62, lo que indica una alta capacidad de confinamiento de la luz dentro del material, característica común en compuestos con elevada densidad óptica.

Como se muestra en la **Figura 4.14.**, se obtuvo un coeficiente de extinción de 0.56, lo que sugiere una absorción moderada de la radiación incidente, influenciada por la estructura electrónica y la calidad del material depositado [2]. Los valores reportados corresponden a una longitud de onda de 632.8 nm.

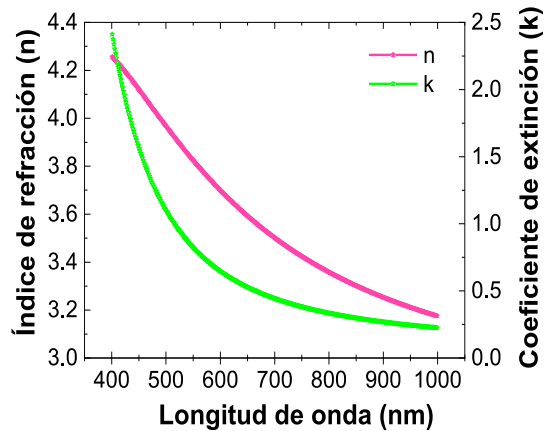


Figura 4.14. Índice de refracción (n) y coeficiente de extinción (k) de la película delgada de ZnO obtenida por ALD.

En el caso específico de las películas depositadas sobre sustratos de corning glass o, los resultados de espectroscopía óptica revelaron una transmisión óptica en el rango del 70% al 80% dentro de la región visible del espectro electromagnético. Como se muestra en la **Figura 4.15.**, este nivel de transparencia es un factor clave para aplicaciones en dispositivos ópticos, como recubrimientos antirreflejantes, filtros ópticos y componentes en optoelectrónica [2-5].

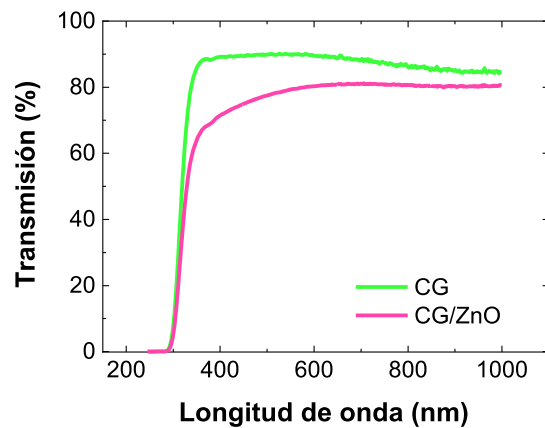


Figura 4.15. Comparación del espectro de transmisión de un sustrato de corning glass y de una película de ZnO sobre corning glass.

Adicionalmente, el análisis realizado mediante la metodología de Tauc-plot permitió determinar un band gap aproximado de 4 eV, lo que indica la **Figura 4.16.**, es que el material posee una banda prohibida relativamente ancha. Este valor sugiere que las películas presentan propiedades ópticas propias de materiales dieléctricos o semiconductores con aplicaciones en tecnologías avanzadas, tales como sensores ópticos, dispositivos fotovoltaicos y recubrimientos protectores para sistemas electrónicos [6-9]. Los resultados demuestran que las propiedades ópticas de las películas dependen tanto del material como del sustrato utilizado, lo que destaca la importancia de controlar los parámetros de deposición para aplicaciones específicas.

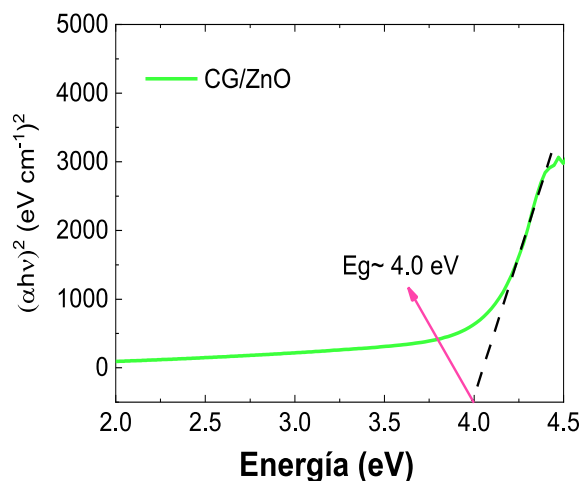


Figura 4.16. Gráfica de Tauc-plot de la muestra de ZnO/CG.

4.4.2. Análisis SEM/EDS

Este análisis se realizó con un microscopio electrónico de barrido (SEM) modelo JEOL JSM-6010Plus/LV, operando en modo alto vacío. Se utilizó un voltaje de aceleración de 15 kV y una corriente ajustada a aproximadamente 10 nA. El equipo cuenta con detectores de electrones secundarios (SE) y retrodispersados (BSE), permitiendo obtener imágenes morfológicas y de contraste composicional. La distancia de trabajo fue de 10 mm y se empleó un aumento de hasta 10,000× para el análisis de detalle. El sistema se operó con control automático de enfoque, astigmatismo y alineación del haz, para la captura de imágenes y registro de datos.

4.4.2.1. Película delgada de Al_2O_3

En la **Figura 4.17.**, se muestra una imagen de SEM (a) y el espectro EDS (b) correspondiente a la película de óxido de aluminio depositada por ALD. La imagen de SEM revela una cierta uniformidad y homogeneidad del depósito obtenido, sin embargo, es posible observar algunos cúmulos de partículas de aluminio en la superficie, los cuales se atribuyen a residuos provenientes del precursor. El espectro de EDS muestra la presencia de aluminio y oxígeno, provenientes de la película depositada y un pico con mayor intensidad que corresponde al sustrato de silicio.

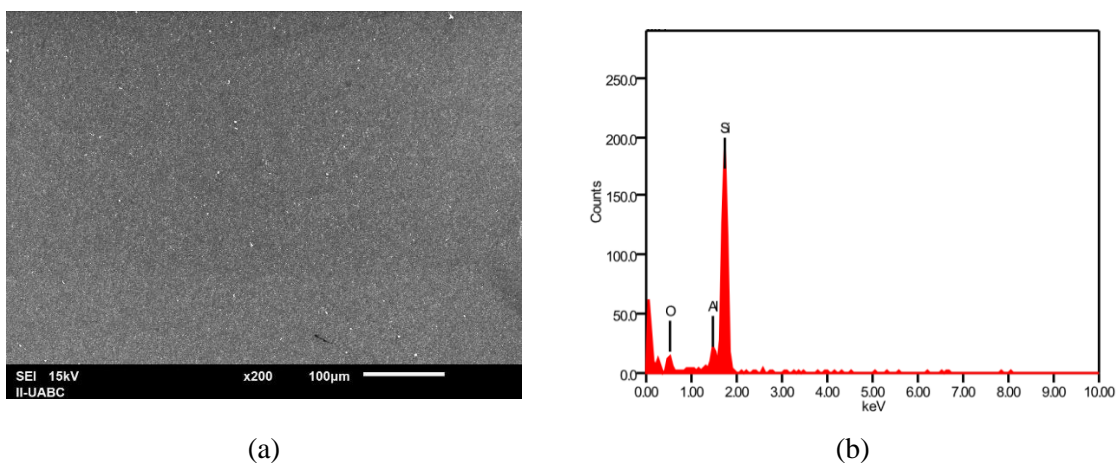


Figura 4.17. Micrografía SEM (a) y espectro EDS (b) de la película de Al_2O_3 depositada sobre silicio.

4.4.2.2. Película delgada de ZnO

La **Figura 4.18**. (a) revela una micrografía SEM de la película de óxido de zinc depositada por ALD. Adicionalmente en el inciso (b), se muestra el espectro EDS de la película obtenida. Es posible apreciar que la película depositada tiene un aspecto uniforme en cuanto a su morfología y una homogeneidad en su composición. El espectro de EDS revela la presencia de zinc, oxígeno y silicio. El pico de Zn y O, corresponden a la película depositada, mientras que el pico de Si con mayor intensidad proviene sustrato.

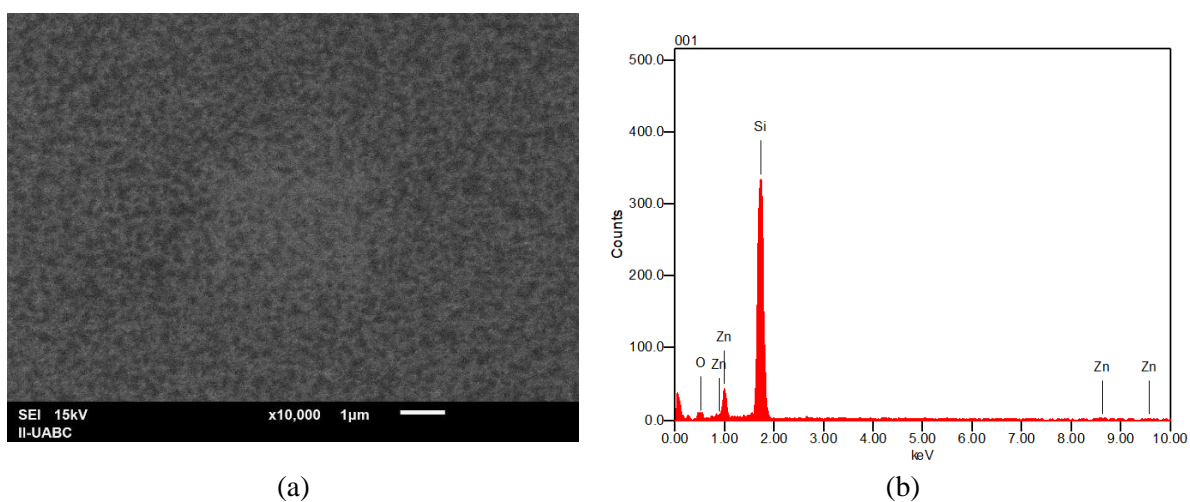


Figura 4.18. Micrografía SEM (a) y espectro EDS (b) de la película de ZnO depositada sobre silicio.

4.4.3. Análisis en AFM

Este análisis se realizó con un Microscopio MFP3D-SA Asylum Research, modo contacto cantiléver rectangular AC160TS-R3 con punta de Si de 9 nm, constante elástica $k=26$ N/m y frecuencia nominal de 300 Hz en modo AC.

4.4.3.1 Película delgada de Al_2O_3

En la **Figura 4.19.**, se observa una superficie a escala nanométrica con diversas características distintivas. La base de la superficie exhibe múltiples protuberancias o estructuras sobresalientes, las cuales están distribuidas de manera no uniforme. El área analizada abarca $1\ \mu\text{m} \times 1\ \mu\text{m}$ (un micrómetro cuadrado), mientras que la altura de las estructuras varía entre 0 y 9.3 nm, como se indica en la escala vertical y en la barra de color ubicada a la derecha. Estas formaciones presentan una morfología redondeada, semejante a pequeños montículos. En cuanto a la coloración, los tonos oscuros (marrones) corresponden a las regiones más bajas de la superficie, mientras que las áreas más elevadas adquieren colores más claros, como beige o crema. Se destaca, además, una prominencia particularmente alta en la parte superior de la imagen, alcanzando entre los 3 a 3.5 nm [10-12].

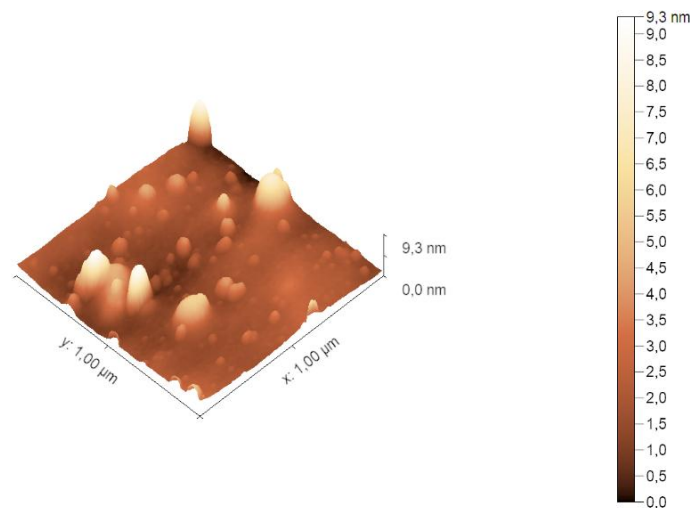


Figura 4.19. Película delgada de Al_2O_3 .

4.4.3.2. Película delgada de ZnO

En la **Figura 4.20.**, se observa una superficie a escala nanométrica con diversas características distintivas. La base de la superficie exhibe múltiples protuberancias o estructuras sobresalientes, las cuales están distribuidas de manera no uniforme. El área analizada abarca $1\ \mu\text{m} \times 1\ \mu\text{m}$ (un micrómetro cuadrado), mientras que la altura de las estructuras varía entre 0 y 9.3 nm, como se indica en la escala vertical y en la barra de color ubicada a la derecha.

Estas formaciones presentan una morfología redondeada, semejante a pequeños montículos. En cuanto a la coloración, los tonos oscuros (marrones) corresponden a las regiones más bajas de la superficie, mientras que las áreas más elevadas adquieren colores más claros, como beige o crema. Se destaca, además, una prominencia particularmente alta en la parte superior de la imagen, alcanzando entre los 5 a 5.5 nm [10-12].

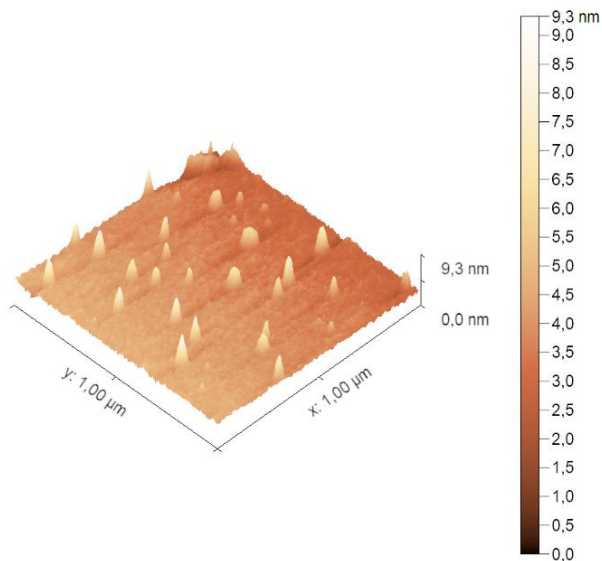


Figura 4.20. Película delgada de ZnO.

4.4.4. Análisis en XPS

Las mediciones de XPS fueron llevadas a cabo en un equipo marca SPECS de alta resolución, el cual cuenta con una fuente de rayos-X de aluminio (energía 1486.6 eV) y un analizador PHOIBOS 150 WAL con lente de ángulo grande.

4.4.4.1. Película delgada de Al_2O_3

El espectro de XPS presentado en la **Figura 4.21.**, revela una distribución compleja de señales espectrales que proporciona información fundamental sobre la composición elemental y el estado químico de la superficie de la muestra. Los picos observados constituyen una huella espectroscópica única, resultante de las transiciones electrónicas características de los elementos presentes. Se observa una intensa señal en 531 eV correspondiente al oxígeno (O 1s), lo que sugiere su existencia en forma de óxidos o hidroxilos. En el caso del carbono (C 1s), se detecta una señal en 285 eV, atribuible a contaminantes orgánicos o residuos de carbono presentes en la superficie. El aluminio se identifica a través de los picos característicos en 74.4 eV (Al 2p) y 118 eV (Al 2s), lo que indica su estado oxidado, probablemente en forma de Al_2O_3 o $Al(OH)_3$. Adicionalmente, se registra una señal en 23 eV asociada al oxígeno (O 2s), lo que sugiere su presencia en diferentes estados electrónicos dentro de la estructura del material.

Las líneas Auger del oxígeno (O_{KLL}), observadas en 1013, 999 y 978 eV, refuerzan la existencia de especies oxidadas en la superficie. Finalmente, la señal en 1223 eV correspondiente al carbono (C_{KVV}) confirma la presencia de este elemento en la muestra. Los valores en color rojo (Ref) son los reportados en la literatura y en negro (Exp), los experimentales.

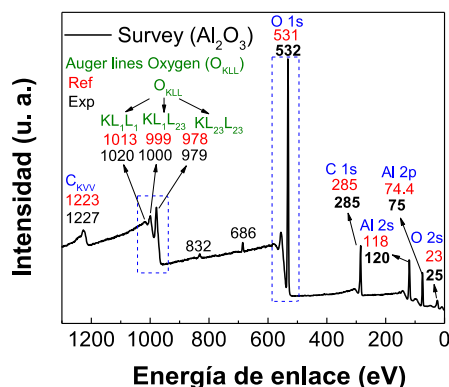


Figura 4.21. Espectro XPS de Al_2O_3 .

La **Figura 4.22.** de XPS nivel energético C1s (carbono 1s) en una muestra de óxido de aluminio (Al_2O_3). El gráfico presenta en su eje horizontal la energía de enlace en electronvoltios (eV), con un rango que va desde 275 hasta 300 eV, mientras que el eje vertical representa la intensidad en unidades arbitrarias (u. a.).

Se observan claramente dos picos en el espectro: el pico principal aparece a 285.2 eV, con un valor de referencia marcado en rojo de 284.5 eV, sugiriendo una ligera desviación entre el valor experimental y el de referencia. Adicionalmente, se distingue un segundo pico menos intenso a 289.3 eV. La presencia de estos dos picos indica diferentes estados químicos o entornos del carbono presente en la muestra de Al_2O_3 . Tiene una nomenclatura en la esquina superior izquierda con Al_2O_3 y C1s, así como la leyenda que distingue entre Ref (en rojo) y Exp (en negro) para indicar los valores de referencia y experimentales, respectivamente [13,14].

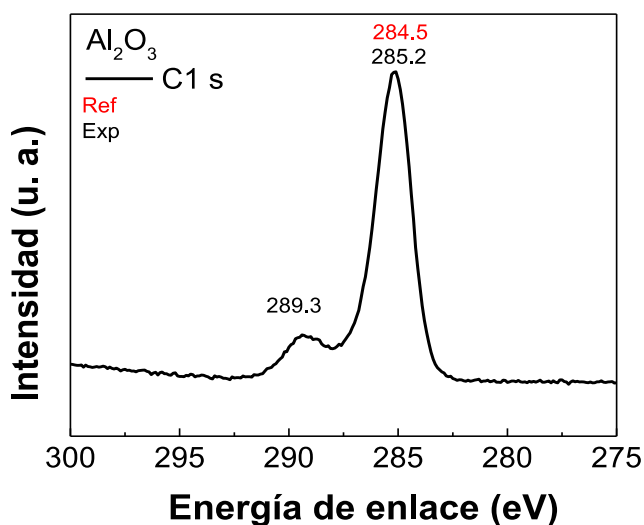


Figura 4.22. Espectro XPS del pico de carbono 1s de la muestra de Al_2O_3 .

En la **Figura 4.23.**, Se muestra específicamente el espectro correspondiente al nivel energético del oxígeno 1s. El gráfico exhibe un eje horizontal que mide la energía de enlace en electronvoltios (eV), abarcando un rango desde 520 hasta 545 eV, mientras que el eje vertical indica la intensidad en unidades arbitrarias. Lo más destacable es un pico prominente centrado aproximadamente a 532 eV, con dos valores numéricos marcados en color rojo: 531 y 532.

En la esquina superior izquierda del gráfico se identifica claramente el compuesto analizado como Al_2O_3 , junto con la anotación O 1s que especifica el nivel energético bajo estudio. Además, se observa una pequeña leyenda que distingue entre Ref (en rojo) y Exp (en negro), lo que sugiere una comparación entre valores de referencia y experimentales [13,14].

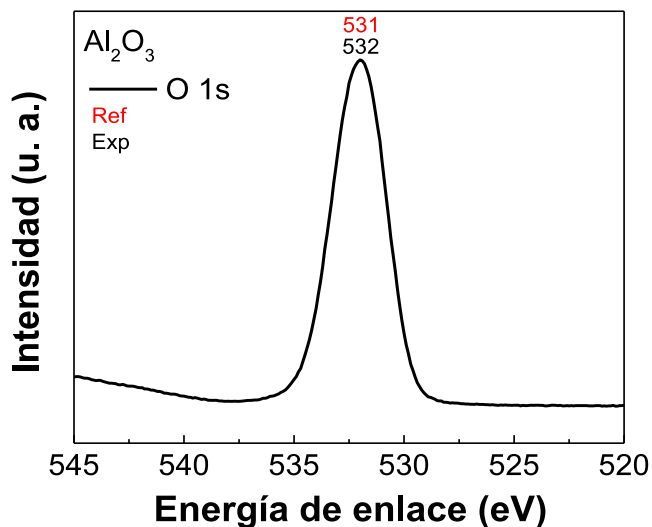


Figura 4.23. Espectro XPS del pico de oxígeno 1s de la muestra de Al_2O_3 .

En la **Figura 4.24.**, se observa XPS correspondiente al nivel energético Al 2p (aluminio 2p) en una muestra de óxido de aluminio (Al_2O_3). El gráfico exhibe en su eje horizontal la energía de enlace medida en electronvoltios (eV), a detrás de un rango desde 66 hasta 84 eV, mientras que el eje vertical indica la intensidad en unidades arbitrarias (u.a.). Se distingue un pico bien definido y prominente centrado a 74.9 eV según el valor experimental, mientras que el valor de referencia, marcado en rojo, se ubica a 72.9 eV, evidenciando una diferencia de 2 eV entre ambos valores. Al igual que en los espectros anteriores, se mantiene la misma estructura de presentación con la identificación del compuesto Al_2O_3 y el nivel energético Al 2p en la esquina superior izquierda, así como la leyenda que distingue entre Ref (en rojo) y Exp (en negro). El pico es simétrico y bien resuelto, sin hombros o picos secundarios evidentes, lo que podría indicar un único estado químico predominante para el aluminio en esta muestra [13,14].

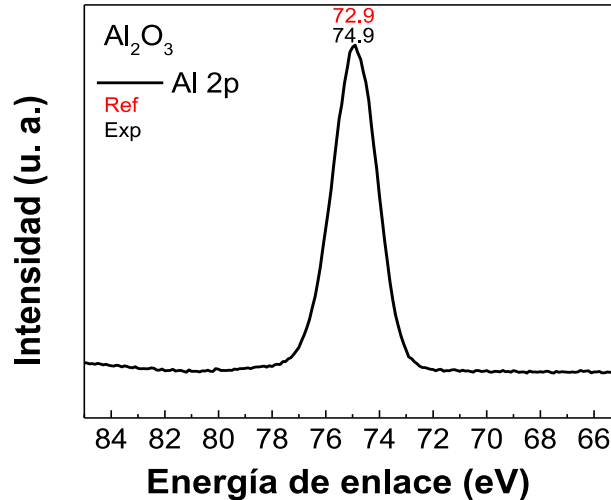


Figura 4.24. Espectro XPS del pico de aluminio 2p de la muestra de Al₂O₃.

4.4.4.2. Película delgada de ZnO

El espectro obtenido en la **Figura 4.25.**, muestra diversas señales correspondientes a diferentes niveles energéticos característicos de los elementos presentes en la muestra. A continuación, se detallan los principales picos observados. El análisis espectroscópico revela la presencia de diversos elementos en la superficie del material. Se observa una intensa señal en 531 eV correspondiente al oxígeno (O 1s), lo que indica su existencia en forma de óxidos. En cuanto al carbono (C 1s), se detecta una señal en 285 eV, atribuible a contaminantes orgánicos o residuos de carbono presentes en la superficie [13,14].

El aluminio se identifica mediante los picos característicos en 74.4 eV (Al 2p) y 118 eV (Al 2s), lo que confirma su estado oxidado, probablemente en forma de Al₂O₃ o Al (OH)₃. Además, la presencia de oxígeno en distintos estados electrónicos dentro de la estructura del material queda evidenciada por una señal adicional en 23 eV (O 2s).

Las líneas Auger del oxígeno (O_{KLL}), observadas en 1013, 999 y 978 eV, refuerzan la existencia de especies oxidadas en la superficie. De manera similar, las transiciones Auger del zinc (Zn_{KLL}), con picos en 582 eV y 495 eV, sugieren la posible presencia de este elemento en la muestra.

Por otro lado, se registra un pico en 1072 eV correspondiente al sodio (Na 1s), lo que indica su presencia en la superficie del material. El silicio se identifica a través de señales en 99 eV (Si 2p) y 151 eV (Si 2s), lo que sugiere la existencia de compuestos de silicio en la muestra.

Finalmente, la presencia de zinc queda confirmada por las señales en 1045 eV y 1022 eV, correspondientes a las transiciones Zn 2p_{1/2} y Zn 2p_{3/2}, respectivamente. Adicionalmente, un pico en 1223 eV (C_{KVV}) reafirma la presencia de carbono en la muestra.

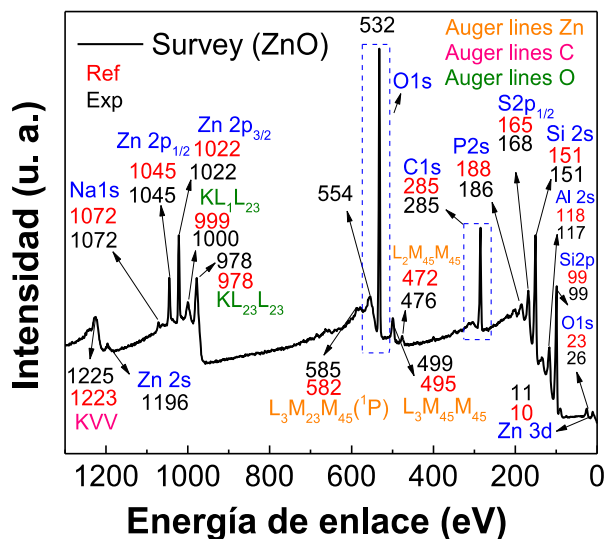


Figura 4.25. Espectro XPS de ZnO.

En la **Figura 4.26.**, se muestra un espectro de XPS correspondiente al nivel energético C1s (carbono 1s) en una muestra de óxido de zinc (ZnO). El gráfico presenta en su eje horizontal la energía de enlace medida en electronvoltios (eV), con un rango que abarca desde 275 hasta 300 eV, mientras que el eje vertical indica la intensidad en unidades arbitrarias (u. a.). En este espectro se observan dos picos distintivos: el pico principal aparece a 285.2 eV según el valor experimental, mientras que el valor de referencia, marcado en rojo, se sitúa a 284.5 eV, mostrando una pequeña desviación de 0.7 eV. Además, se aprecia un segundo pico de menor intensidad a 289.3 eV.

La presencia de estos dos picos sugiere diferentes entornos químicos para el carbono en la muestra de ZnO, posiblemente indicando la presencia de carbono adventicio (pico principal) y especies carbonadas con mayor grado de oxidación (pico secundario), como podrían ser grupos carboxílicos o carbonatos. En la esquina superior izquierda se identifica claramente el material analizado ZnO con la especificación C1s del nivel energético bajo estudio. La leyenda distingue entre Ref (en rojo) y Exp (en negro) [13,14].

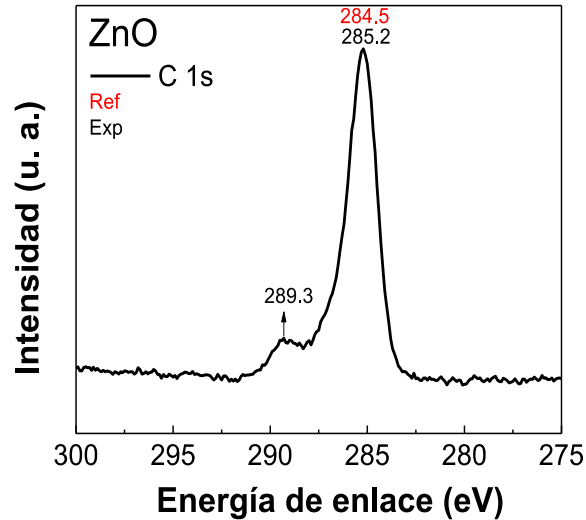


Figura 4.26. Espectro XPS del pico de carbono 1s de la muestra de ZnO.

La **Figura 4.27.**, muestra un espectro de XPS del nivel energético O 1s (oxígeno 1s) en una muestra de óxido de zinc (ZnO). El eje horizontal representa la energía de enlace en electronvoltios (eV), abarcando un rango desde 520 hasta 545 eV, mientras que el eje vertical indica la intensidad en unidades arbitrarias (u. a.).

Se observa un pico prominente y bien definido centrado a 532.6 eV según el valor experimental, mientras que el valor de referencia, indicado en rojo, se encuentra a 531.0 eV, presentando una discrepancia de 1.6 eV. Esta diferencia podría atribuirse a efectos de carga en la superficie de la muestra no conductora, a variaciones en el entorno químico del oxígeno, o a calibraciones diferentes en el instrumento de medición.

El pico muestra una forma simétrica característica, con una base ancha que se estrecha hacia un máximo bien definido. La ausencia de hombros o picos secundarios sugiere un entorno químico relativamente homogéneo para los átomos de oxígeno en la estructura del ZnO, aunque pequeñas asimetrías podrían estar, pero no ser claramente discernibles en este espectro. En la parte superior izquierda del gráfico se identifica el material analizado como ZnO junto con la especificación O 1s para el nivel energético estudiado. También se incluye una leyenda que distingue entre Ref (en rojo) y Exp (en negro) [13-15].

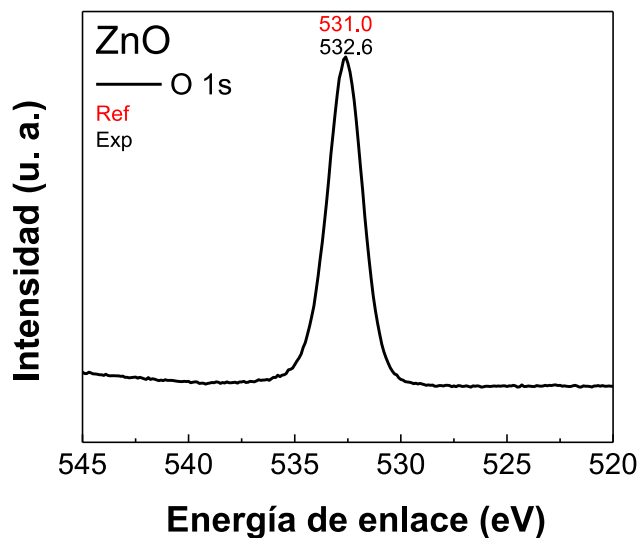


Figura 4.27. Espectro XPS del pico de oxígeno 1s de la muestra de ZnO.

La **Figura 4.28.**, muestra un espectro al nivel energético Zn 2p (zinc 2p). El gráfico presenta en su eje horizontal la energía de enlace medida en electronvoltios (eV), con un rango que abarca desde 1010 hasta 1060 eV, mientras que el eje vertical indica la intensidad en unidades arbitrarias (u. a.). A diferencia de los espectros anteriores, esta muestra dos picos bien definidos y separados que corresponden al desdoblamiento spin-órbita del nivel 2p del zinc. El pico de mayor intensidad, identificado como $2p_{3/2}$ (en azul), aparece a 1022.6 eV según el valor experimental, mientras que su valor de referencia, marcado en rojo, es de 1022 eV. El segundo pico, identificado como $2p_{1/2}$ (también en azul), se ubica a 1045.7 eV según el valor experimental, con un valor de referencia de 1045 eV (en rojo).

La separación entre estos dos picos (aproximadamente 23 eV) es característica del desdoblamiento spin-órbita del nivel 2p del zinc. Ambos picos muestran formas simétricas y bien definidas, indicando un único estado químico predominante para el zinc en la muestra. La ausencia del material analizado en la esquina superior izquierda sugiere que podría tratarse de ZnO como en las imágenes anteriores, aunque sólo se especifica Zn 2p junto con la leyenda que distingue entre Ref (en rojo) y Exp (en negro) [13,15].

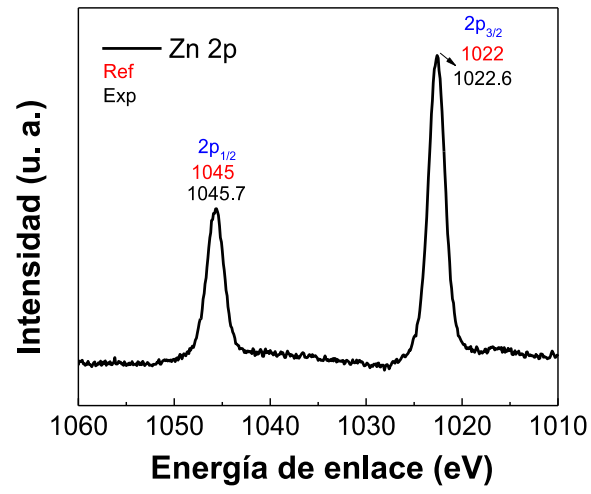


Figura 4.28. Espectro XPS del pico de zinc 2p de la muestra de ZnO.

Referencias bibliográficas

- [1] George, S. M., & Yousfi, A. (2003). ZnO/Al₂O₃ Alloy Thin Films Deposited by Atomic Layer Deposition. *Journal of The Electrochemical Society*, 150(6), G339-G347. Recuperado de <https://www.psec.uchicago.edu>
- [2] Tauc, J., Grigorovici, R., & Vancu, A. (1966). Optical properties and electronic structure of amorphous germanium. *Physica Status Solidi (b)*, 15(2), 627-637. <https://doi.org/10.1002/pssb.19660150224>
- [3] Coulter, J. B., & Birnie, D. P. (2017). Assessing Tauc Plot Slope Quantification: ZnO Thin Films as a Model System. *Physica Status Solidi (B)*, 255(3). <https://doi.org/10.1002/pssb.201700393>
- [4] Kaviti, A. K., & Akkala, S. R. (2022). Influence of anodization time on Al₂O₃ nanoporous morphology and optical properties using energy band gap at room temperature. *Results In Engineering*, 17, 100816. <https://doi.org/10.1016/j.rineng.2022.100816>
- [5] Shi, S., Qian, S., Hou, X., Mu, J., He, J., & Chou, X. (2018). Structural and Optical Properties of Amorphous Al₂O₃ Thin Film Deposited by Atomic Layer Deposition. *Advances In Condensed Matter Physics*, 2018, 1-10. <https://doi.org/10.1155/2018/7598978>
- [6] Haeblerle, J., Henkel, K., Gargouri, H., Naumann, F., Gruska, B., Arens, M., Tallarida, M., & Schmeißer, D. (2013). Ellipsometry and XPS comparative studies of thermal and plasma enhanced atomic layer deposited Al₂O₃-films. *Beilstein Journal Of Nanotechnology*, 4, 732-742. <https://doi.org/10.3762/bjnano.4.83>
- [7] Li, Q. H., Zhu, D., Liu, W., Liu, Y., & Cui, X., MA. (2007). Optical properties of Al-doped ZnO thin films by ellipsometry. *Applied Surface Science*, 254(10), 2922-2926. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2007.09.104>
- [8] Corning Incorporated. (s.f.). Optical characterization of high refractive index glass wafers for augmented reality wearables. Corning Technical Document. Recuperado el 6 de marzo de 2025, de https://www.corning.com/content/dam/corning/media/worldwide/csm/documents/Optical_Characterization_of_High_Refractive_Index_Glass_Wafers_for_Augmented_Reality_Wearables.pdf
- [9] Thermo Fisher Scientific. (s.f.). Band gap analysis through UV-Visible spectroscopy. Thermo Fisher Scientific Application Note. Recuperado el 6 de marzo de 2025, de <https://assets.thermofisher.com/TFS-Assets/CAD/Application-Notes/band-gap-analysis-uv-visible-spectroscopy-an54685-en.pdf>

- [10] Elam, J., Sechrist, Z., & George, S. (2002). ZnO/Al₂O₃ nanolaminates fabricated by atomic layer deposition: growth and surface roughness measurements. *Thin Solid Films*, 414(1), 43-55. [https://doi.org/10.1016/s0040-6090\(02\)00427-3](https://doi.org/10.1016/s0040-6090(02)00427-3)
- [11] Groner, M. D., Fabreguette, F. H., Elam, J. W., & George, S. M. (2004). Low-Temperature AL₂O₃ atomic layer deposition. *Chemistry Of Materials*, 16(4), 639-645. <https://doi.org/10.1021/cm0304546>
- [12] Tapily, K., Gu, D., Baumgart, H., Namkoong, G., Stegall, D., & Elmustafa, A. A. (2011). Mechanical and structural characterization of atomic layer deposition-based ZnO films. *Semiconductor Science And Technology*, 26(11), 115005. <https://doi.org/10.1088/0268-1242/26/11/115005>
- [13] Moulder, J. F. (1992). *Handbook of X-ray Photoelectron Spectroscopy: A Reference Book of Standard Spectra for Identification and Interpretation of XPS Data*. Perkin-Elmer, Physical Electronics Division.
- [14] Iatsunskyi, I., Kempinski, M., Jancelewicz, M., Załęski, K., Jurga, S., & Smyntyna, V. (2014). Structural and XPS characterization of ALD Al₂O₃ coated porous silicon. *Vacuum*, 113, 52-58. <https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2014.12.015>
- [15] Ghods, A., Zhou, C., & Ferguson, I. T. (2020). XPS characterization of Al₂O₃/ZnO ultrathin films grown by atomic layer deposition. *Surface Science Spectra*, 27(2). <https://doi.org/10.1116/6.0000585>

CAPÍTULO V:
CONCLUSIONES Y
TRABAJO FUTURO

5.1. Conclusiones

En este proyecto se llevó a cabo el diseño, manufactura e implementación de un sistema completo de depósito por capas atómicas (ALD). El proceso inició con el diseño de la cámara de reacción utilizando el software SolidWorks, seguido por su fabricación mediante un torno de alta precisión con el apoyo de FCITEC-UABC.

Tras elaborar un inventario detallado de componentes y adquirir las piezas necesarias, se procedió al ensamblaje del sistema. Se realizaron diversas pruebas de vacío, evaluando variables como el tiempo, la aplicación de grasa de vacío y el efecto de la temperatura en la cámara.

La instalación del sistema ALD se completó exitosamente, adaptándolo a una estación modular. Se efectuaron pruebas del mecanismo de disparo de precursores mediante electroválvulas, logrando un tiempo de respuesta de 3.5 milisegundos. Adicionalmente, se diseñaron tapas para la cámara con el objetivo de reducir el volumen interno, garantizar un flujo laminar y aumentar la velocidad de depósito, lo que también permitió optimizar el consumo de precursores.

Para controlar y monitorear el ciclo ALD, se desarrolló un programa especializado en LabVIEW, utilizando como primer etapa Arduino Uno, así mismo asegurando la automatización y estandarización del proceso.

El sistema fue puesto a prueba mediante múltiples depósitos utilizando trimetilaluminio (TMA) y dietilzinc (DEZ) para obtener películas delgadas de óxido de aluminio (Al_2O_3) y óxido de zinc (ZnO), respectivamente. Durante este proyecto se planteó un diseño de experimentos para optimizar las condiciones del proceso de deposición y obtener las mejores características en las películas delgadas. A través de la variación controlada de parámetros como la temperatura y tiempo de ciclo, se establecieron varias condiciones experimentales que fueron evaluadas en términos de espesor, uniformidad y calidad de la película depositada. Los resultados obtenidos permitieron identificar las condiciones óptimas que garantizan un rendimiento eficiente del sistema y una alta calidad en las capas producidas.

La muestra seleccionada de Al_2O_3 para su estudio fue preparada bajo las siguientes condiciones: 1160 ciclos, dosificación del precursor durante 100 milisegundos, primera purga de 10,000 milisegundos, exposición al agente oxidante durante 150 milisegundos y una purga final de 10,000 milisegundos, todo a una temperatura de 200 °C, la temperatura fue tomada con un termómetro de horno con capacidades de 100-500°C.

En el caso del depósito seleccionado de ZnO , se emplearon 400 ciclos, con una dosificación del precursor de 75 milisegundos, una purga inicial de 15,000 milisegundos, un tiempo de exposición al agente oxidante de 100 milisegundos y una purga final también de 15,000 milisegundos.

La caracterización óptica de las películas se realizó mediante elipsometría para evaluar su espesor, propiedades ópticas y transparencia. Las películas de Al_2O_3 depositadas sobre p-Si y corning glass alcanzaron una tasa de deposición de 1.1 Å/ciclo, logrando un espesor aproximado de 116 nm, con un índice de refracción de 1.76 y un coeficiente de extinción de 0. Estas películas mostraron una transmisión entre 18 y 40% en el rango visible y, mediante el método de Tauc-plot, se determinó un band gap de aproximadamente 3.8 eV.

Por su parte, las películas de ZnO depositadas sobre los mismos sustratos presentaron una tasa de deposición de 1 Å/ciclo, resultando en un espesor de aproximadamente 40 nm, con un índice de refracción de 3.62 y un coeficiente de extinción de 0.56. Estas películas exhibieron una transmisión entre 70 y 80% en la región visible y un band gap de aproximadamente 4 eV.

Los resultados de SEM/EDS indicaron una homogeneidad en la película depositada y además no se encontró presencia de agentes contaminantes. Los elementos químicos detectados fueron Al y O para el caso de la película de óxido de aluminio; y Zn y O para la película de óxido de zinc. Finalmente en ambos casos se detectó Si proveniente del sustrato y una baja cantidad de carbono.

Las imágenes obtenidas por AFM, mostraron superficies con estructuras a escala nanométrica distribuidas de forma no uniforme, con morfologías tipo montículo para Al_2O_3 alcanzando una rugosidad promedio entre los 3-4 nm, mientras que para el ZnO se observa una rugosidad entre los 5-6 nm.

Los espectros de XPS confirmaron la presencia de los elementos esperados en ambos compuestos. Para Al_2O_3 , se identificaron los picos característicos de Al 2p (74.9 eV), O 1s (532 eV) y señales Auger del oxígeno (O_{KLL}), confirmando su estado oxidado.

En el caso del ZnO, se observaron los picos de Zn 2p_{3/2} (1022.6 eV) y Zn 2p_{1/2} (1045.7 eV), con una separación típica de 23 eV, validando la presencia de zinc en forma oxidada. Adicionalmente, en ambas muestras se detectaron señales de carbono (C 1s), atribuidas a contaminantes superficiales comunes, y en la muestra de ZnO se identificaron trazas de sodio y silicio, posiblemente provenientes del sustrato o del ambiente.

Los resultados obtenidos indican que si es posible depositar películas delgadas de Al_2O_3 y ZnO sobre silicio y corning glass con el sistema desarrollado a bajo costo en el Instituto de Ingeniería y en colaboración con FCITEC y CNYN-UNAM.

5.2. Trabajo futuro

- Analizar las propiedades estructurales y eléctricas de las películas delgadas de Al_2O_3 y ZnO en función de los parámetros de deposición.
- Adecuar el sistema ALD desarrollado para depositar diferentes precursores y oxidantes de forma simultánea.
- Desarrollar una base de datos (receta) con los parámetros óptimos para distintos precursores y oxidantes.
- Modificar el programa de LabVIEW para múltiples precursores y oxidantes.
- Adaptar el sistema desarrollado para poder utilizar precursores que requieren temperatura.
- Adquirir precursores para depositar y estudiar películas delgadas de óxido de titanio (TiO_2) y óxido de hafnio (HfO_2).
- Evaluar la compatibilidad del sistema desarrollado y la deposición de películas delgadas sobre sustratos poliméricos rígidos y flexibles.