

# UNIVERSIDAD DE SONORA

DIVISIÓN DE INGENIERÍA

DEPARTAMENTO DE INVESTIGACIÓN EN POLÍMEROS Y  
MATERIALES

## **Síntesis de películas delgadas de óxidos metálicos dieléctricos por el método de depósito en baño químico**

Que para obtener el grado de:  
**DOCTOR EN CIENCIA DE MATERIALES**

**Presenta:**

**M.C. GUILLERMO SUÁREZ CAMPOS**

**Nº Expediente: 209208301**

**Directora Dra. Mérida Sotelo Lerma**

**Co-Directora Dra. Hailin Zhao Hu**

**Hermosillo, Sonora**

**Julio de 2021**

# Repositorio Institucional UNISON



“El saber de mis hijos  
hará mi grandeza”

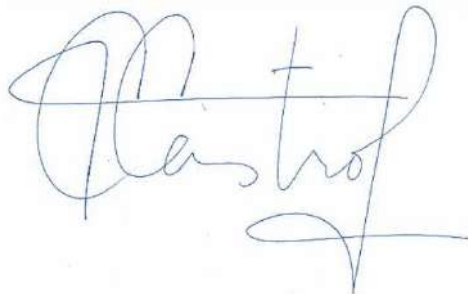


Excepto si se señala otra cosa, la licencia del ítem se describe como openAccess

## **Declaración Institucional**

La información generada en esta tesis es propiedad intelectual de la Universidad de Sonora y del Departamento de Investigación en Polímeros y Materiales (DIPM). Se permiten y se agradecen las citas breves del material contenido en esta tesis sin permiso especial del director de tesis, siempre y cuando se dé el crédito correspondiente. Para la reproducción parcial o total de la tesis con fines académicos, se deberá contar con la autorización escrita del Director de Tesis.

La publicación en comunicaciones científicas o de divulgación popular de los datos contenidos en esta tesis, deberá dar los créditos al DIPM, previa autorización escrita del manuscrito en cuestión del director de tesis.

A handwritten signature in blue ink, appearing to read 'Castro', with a stylized flourish at the end.

Dra. Teresa del Castillo Castro

Jefe del Departamento

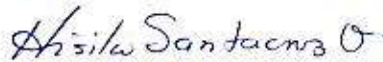
## APROBACIÓN DE TESIS

Los miembros del jurado designado para revisar la tesis de doctorado de Guillermo Suárez Campos han dictaminado que el trabajo cumple satisfactoriamente como requisito parcial para obtener el grado de Doctor en Ciencia de Materiales otorgado por la Universidad de Sonora.



---

Dra. Mérida Sotelo Lerma  
Presidenta



---

Dra. Hisila del Carmen Santacruz Ortega  
Secretaria



---

Dr. Raúl Aceves Torres  
Sinodal



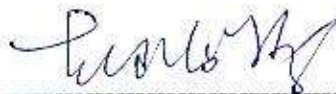
---

Dra. Alicia Vera Marquina  
Sinodal



---

Dr. Daimet Berman Mendoza  
Sinodal



---

Dra. Hailin Zhao Hu  
Sinodal Externo

## **Dedicatoria**

A mi familia, quienes son mi fuerza y mi debilidad. Los amo!

*“Si he visto más lejos es porque estoy sentado sobre los hombros de gigantes”.*

*- Isaac Newton*

## **Agradecimientos**

A mis directores de tesis Dra. Mérida y Dra. Hailin, por su constante guía para sacar adelante este proyecto.

A los Doctores Alicia, Hisila, Dainet y Raúl por formar parte de mi comité de tesis y el tiempo que dedicaron en revisar mi proyecto, por sus valiosas contribuciones.

A la Universidad de Sonora por ser mi segunda casa. Al Departamento de Investigación en Polímeros y Materiales por haberme admitido y darme la oportunidad de cursar su estricto programa de doctorado. A la Dra. Teresa, al Dr. Jesús, Dolores, Mónica y Edna por su constante apoyo en trámites de estancias y titulación.

Al Instituto de Energías Renovables (IER-UNAM) por el préstamo y su apoyo técnico para realizar las mediciones correspondientes del material, M.C. Ma. Luisa Ramón García por análisis de Rayos-X, Ing. Rogelio Morán Elvira por las caracterizaciones de SEM, M.C. Gildardo Casarrubias por las caracterizaciones de AFM y un fuerte saludo a Mario Millán muchas gracias por tu ayuda.

Al Dr. Wencel de la Cruz por recibirme durante la estancia doctoral en el Centro de Nanociencias y Nanotecnología CNyN-UNAM, en su laboratorio de Ablación Láser y unidad de Nanofabricación (UnaFab), así mismo se agradece al Dr. Harvy, Angel y al grupo de trabajo por hacerme sentir como en casa.

A todo el apoyo recibido por el Dr. Manuel, el Dr. Carlos, la Dra. Gabriela y el Dr. Martín de la Universidad de Texas.

A mis compañeros, amigos casi hermanos de laboratorio Lorenzo, Dagoberto, Miguel, Dr. Diego, Martín A., Edgar, Igor, Jeison, por aquellos momentos de mucho trabajo, medio trabajo y poco trabajo.

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología, CONACyT, por la beca que me fue otorgada.

A la DGAPA-UNAM por financiamiento otorgado para el desarrollo de esta investigación, mediante el Proyecto PAPIIT-UNAM (IN102619).

Al CONACyT por financiamiento otorgado para el desarrollo de esta investigación, mediante el Proyecto Problemas Nacionales 2015-01-1739 y el Laboratorio Nacional LIFyCS 315801.

# Índice

Declaración Institucional.....	ii
Aprobación de Tesis.....	iii
Dedicatoria.....	iv
Agradecimientos.....	v
Índice.....	vii
Lista de Figuras.....	ix
Lista de Tablas.....	x
Lista de Abreviaturas.....	xi
Resumen.....	1
<i>Abstract</i> .....	3
Capítulo 1. Introducción.....	5
1.1 Introducción.....	5
1.2 Justificación.....	7
1.3 Hipótesis.....	7
1.4 Objetivo.....	7
1.5 Objetivos Particulares.....	8
Capítulo 2. Antecedentes.....	9
2.1 Películas de Óxido de magnesio.....	9
2.2 Películas de óxido de aluminio.....	10
2.3 Técnica de depósito de baño químico.....	11
2.4 Dispositivo electrónico.....	13
2.4.1 Capacitor MIM.....	13
Capítulo 3. Método Experimental.....	16
3.1 Depósito de películas delgadas de Mg(OH) <sub>2</sub> .....	16
3.1.1 <i>Tratamiento térmico de películas delgadas de Mg(OH)<sub>2</sub> y su transformación a MgO</i> .....	17
3.1.2 <i>Caracterización de películas delgadas</i> .....	17



3.2 Depósito de películas delgadas de $Al(OH)_3$ .....	17
3.2.1 <i>Tratamiento térmico de películas delgadas de <math>Al(OH)_3</math> y su transformación a <math>Al_2O_3</math></i> .....	18
3.2.2 Caracterización de las películas delgadas .....	19
3.2.3 <i>Preparación del dispositivo MIM</i> .....	19
3.2.4 <i>Caracterización del dispositivo MIM</i> .....	19
Capítulo 4. Resultados y Discusión .....	20
4.1. Síntesis y Caracterización de Películas Delgadas de $Mg(OH)_2$ y $MgO$ .....	20
4.2. Síntesis y Caracterización de películas delgadas de hidróxido de aluminio y óxido de aluminio .....	28
Conclusiones.....	37
Perspectivas para trabajo futuro .....	39
Bibliografía.....	40
Anexos .....	45

## Lista de Figuras

Figura 1. Estructuras cristalinas a) $\text{Mg}(\text{OH})_2$ , y b) $\text{MgO}$ .....	9
Figura 2. Principio de funcionamiento depósito en baño químico .....	13
Figura 3. Esquema de un capacitor MIM .....	14
Figura 4. Moléculas de dieléctrico distorsionadas en presencia de un campo eléctrico .....	15
Figura 5 Esquema de un capacitor MIS.....	51
Figura 6. Metal-aislante-semiconductor ideal, MIS, diagramas de bandas, que muestra diferentes condiciones de carga en la superficie de un sustrato semiconductor tipo p: a) bandas planas, b) agotamiento de huecos, c) inversión de electrones y d) acumulación de huecos. ....	53
Figura 7. Esquema Transistor de película delgada (TFT) .....	55
Figura 8. Transistor de película delgada a) diagrama de polarización de transistor de películas delgadas y b) familia de curvas del transistor de película delgada.....	56

## Lista de Tablas

Tabla 1 Detalles de formulación para preparar 100 mL de solución de reacción utilizada para la deposición de solución química de películas delgadas de $\text{Mg}(\text{OH})_2$ a 40 °C sobre sustratos de vidrio pre-sensibilizados. ....	16
Tabla 2 Formulación para preparar 100 mL de una solución de reacción que permite la deposición en solución química de películas delgadas de $\text{Al}(\text{OH})_3$ en sustratos de vidrio, cuarzo y FTO a una temperatura de reacción de 70 °C. ....	18

## Lista de Abreviaturas

OM	Óxidos metálicos
MgO	Óxido de magnesio
Mg(OH) <sub>2</sub>	Hidróxido de magnesio
Al(OH) <sub>3</sub>	Trióxido de aluminio
Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Óxido de aluminio
MIM	Metal- <i>Insulator</i> -Metal (por sus siglas en inglés)
MIS	Metal- <i>Insulator</i> -Semiconductor (por sus siglas en inglés)
TFT	Thin Film Transistor (por sus siglas en inglés)
DBQ	Deposición en baño químico
UV-Vis	Espectroscopía de ultravioleta-visible
$E_g$	Ancho de banda prohibida
DRX	Difracción de Rayos X
MEB	Microscopía electrónica de barrido
MFA	Microscopía de fuerza atómica (AFM, siglas en inglés)
TGA	Análisis termogravimétrico
TEA	Trietanolamina
NH <sub>4</sub> OH	Hidróxido de amonio
NH <sub>4</sub> Cl	Cloruro de amonio
nm	Nanómetros

$\lambda$	Longitud de onda
$\alpha$	Coefficiente de absorción
$\rho$	Resistividad
T	Transmitancia
I	Corriente
V	Voltaje
R	Resistencia
J	Densidad de corriente
$V_G$	Voltaje de umbral
$C_i$	Capacitancia del dieléctrico
$N_{ss}$	Densidad de estados
$R_s$	Resistencia en serie
$C_m$	Capacitancia medida
$G_m$	Conductancia medida
$I_D$	Corriente de drenaje
mA	mili-Amperes
$\mu_{sat}$	Movilidad de saturación
W	Ancho
L	Longitud

As-deposited Películas delgadas salidas de la inmersión en baño químico

## Resumen

En el presente trabajo de tesis, se desarrolló un método de síntesis para obtener películas delgadas de óxidos metálico dieléctrico, donde se obtuvieron películas delgadas de óxido de magnesio (MgO) y óxido de aluminio ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) a partir de la técnica de depósito en baño químico. La obtención de estos materiales requirió de tratamientos térmicos, ya que debido al medio acuoso del baño químico se obtenían hidróxidos metálicos dieléctricos, mediante el tratamiento térmico se logró la transformación exitosa a películas delgadas de óxidos metálicos dieléctricos.

En el caso de las películas delgadas de MgO, se realizó un análisis termogravimétrico para determinar la temperatura de degradación del  $\text{Mg}(\text{OH})_2$ , donde, dicha técnica permitió conocer a qué temperatura el  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  presenta pérdida de masa y si esa pérdida de masa estaba relacionada con la conversión de hidróxido a óxido de magnesio. De la técnica antes mencionada se tomaron los valores de temperatura donde ocurre un posible cambio de fase debido a la liberación de energía y se realizó un barrido de temperaturas para estudiar la conversión de  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  a MgO, las técnicas utilizadas para caracterizar este fenómeno fueron difracción de rayos-X, microscopía electrónica de barrido, donde se aprecia un cambio de estructuras y de morfología durante la transformación. Posteriormente que se estableció la temperatura de transformación para el  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  y el MgO, se caracterizaron mediante perfilometría y microscopía Uv-visible, donde se presentó un cambio de espesor durante el tiempo de depósito, además de un cambio en el ancho de banda. Por otro lado, se caracterizó eléctricamente obteniendo una resistencia promedio de  $10^{-9} \Omega \cdot \text{cm}^2$ .

Además, se presenta una nueva formulación química que permite la deposición química en solución de películas delgadas de hidróxido de aluminio, que se transforma en óxido de aluminio mediante un tratamiento térmico. El método propuesto presenta una alternativa más rápida y económica para la deposición de película delgada de óxido de aluminio que se puede utilizar en aplicaciones de capacitores dieléctricos metal-aislante-metal (MIM). Las propiedades de la película se estudiaron en detalle mediante difracción de rayos X, microscopía electrónica de transmisión, espectroscopía de fotoelectrones de rayos X y espectroscopía óptica. Se demuestra que las películas delgadas obtenidas presentan alta calidad óptica, dominios poco

cristalinos y vacancias de oxígeno. Las películas que se obtuvieron durante un tiempo de deposición de 30 minutos se utilizaron como capa dieléctrica en la fabricación de un dispositivo MIM, las cuales muestran una adecuada morfología superficial determinada por microscopía de fuerza atómica y un espesor obtenido a través de realizar la medición de una sección transversal mediante microscopía electrónica de barrido. Usando caracterizaciones de capacitancia-voltaje y corriente-voltaje en ese dispositivo MIM, se midió una baja corriente de fuga en el rango de  $10^{-4}$  A/cm<sup>2</sup> y una capacitancia de 98 y 48 nF / cm<sup>2</sup>. Estos resultados indican que tanto las películas delgadas de hidróxido de aluminio como de óxido de aluminio tienen propiedades dieléctricas que son comparables a las del óxido de silicio. Por tanto, el método propuesto permite la deposición de películas dieléctricas de compuerta a bajas temperaturas a través de un proceso técnicamente sencillo y escalable.

## *Abstract*

The present thesis work developed a synthesis method to obtain thin films of dielectric metal oxides, where thin films of magnesium oxide (MgO) and aluminum oxide (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) were obtained from the chemical bath deposition technique. Obtaining these materials required thermal treatments, since dielectric metal hydroxides were obtained due to the aqueous medium of the chemical bath, through heat treatment the successful transformation to thin films of dielectric metal oxides was achieved.

In the case of thin MgO films, a thermogravimetric analysis was carried out to determine the degradation temperature of Mg(OH)<sub>2</sub>, where, said technique allowed to know at what temperature the Mg(OH)<sub>2</sub> presents mass loss and if that Loss of mass was related to the conversion of hydroxide to magnesium oxide, from the aforementioned technique, the temperature values were taken where a possible phase change occurs due to the release of energy and a temperature sweep was carried out to study the conversion From Mg(OH)<sub>2</sub> to MgO, the techniques used to characterize this phenomenon were X-ray Diffraction, Scanning Electron Microscopy, where a change of structures and morphology is appreciated during the transformation. Subsequently, the transformation temperature was established for Mg(OH)<sub>2</sub> and MgO, they were characterized by Profilometry, UV-Vis Microscopy, in addition to the electrical properties, where there was a change in thickness during the deposition time, in addition to a change in the bandwidth and a resistance of the order of  $10^{-9} \Omega \cdot \text{cm}^2$ .

A novel chemical formulation is presented that enables the chemical solution deposition of aluminum hydroxide thin films, which transforms into aluminum oxide through subsequent annealing. The proposed method represents a faster and more economical alternative for aluminum oxide thin film deposition that can be used in metal-insulator-metal (MIM) dielectric capacitor applications. The film properties were studied in detail via Xray diffraction, transmission electron microscopy, X-ray photoelectron spectroscopy, and optical spectroscopy. It is demonstrated that the obtained thin films present high optical quality, low-crystalline domains, and oxygen vacancies. The films that were obtained for a 30 min deposition time show a suitable surface morphology and thickness, determined by atomic force microscopy and a



cross-section from scanning electron microscopy, of a dielectric layer which was used to fabricate a MIM device. Using capacitance-voltage and current-voltage characterizations on that device, a low leakage current in the  $10^{-4}$  A/cm<sup>2</sup> range and a capacitance of 98 and 48 nF/cm<sup>2</sup> were measured. These results indicate that, both aluminum hydroxide and aluminum oxide thin films have dielectric properties that are comparable to those of silicon oxide. Thus, the proposed method allows the deposition of gate dielectric films at low temperatures through a technically simple and scalable process.

# Capítulo 1. Introducción

## 1.1 Introducción

Los óxidos metálicos (OM) en forma de película delgada son aquellos metales y elementos de transición que forman enlaces con el oxígeno, dando lugar a óxidos conductores, óxidos semiconductores y óxidos dieléctricos. Algunos OM conductores son el óxido de estaño dopado con indio (ITO) y el óxido de estaño dopado con Flúor (FTO). En el caso de los OM semiconductores se encuentran los semiconductores en forma de película delgada tipo-p y tipo-n, donde se materiales como el NiO, CoO, CuO, ZnO, SnO<sub>2</sub> y In<sub>2</sub>O<sub>3</sub> [1,2]. En el caso de los OM dieléctricos en forma de película delgada se encuentran materiales como el SiO<sub>2</sub>, Y<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, MgO [3–6] solo por mencionar algunos.

Los óxidos metálicos dieléctricos son importantes, debido a la evolución, de la electrónica rígida basada en silicio a la electrónica flexible de bajo costo, por lo que se requiere el uso de métodos de producción basados en soluciones debido a las bajas temperaturas de procesamiento. Recientemente, ha habido un desarrollo notable en materiales semiconductores de óxido metálico inorgánico procesados en solución para transistores de película delgada de alto rendimiento (TFT), sin embargo, el desarrollo de dieléctricos por procesamiento de solución está todavía un paso atrás, inhibiendo la deposición de todas las capas usando la misma tecnología [7,8]. Por lo que el presente trabajo se enfoca en OM dieléctricos como son el MgO y Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, estos materiales son atractivos debido que son elementos abundantes en la corteza terrestre, poseen una baja toxicidad, un amplio ancho de banda, características eléctricas como es una constante dieléctrica alta lo que los hace candidatos para ser utilizados como una capa aislante, dentro de un dispositivo [9–12]. Actualmente estos materiales se sintetizan por varias técnicas estas pueden ser depósitos físicos y depósitos químicos. Dentro de las técnicas físicas las cuales suelen ser un tanto costosas debido a la sofisticada instrumentación utilizada se encuentran, el depósito por capa atómica (ALD, *por sus siglas en inglés*) [13–15], pulverización catódica con magnetrón [16–18], deposición por pulsaciones láser (PLD, *por sus siglas en inglés*) [19,20] y evaporación de haz de electrones [21], entre otros; mientras que por los

métodos químicos se encuentran spray pyrolysis [6,22,23] y recubrimiento por centrifugación [24,25]. Las películas delgadas de MgO y Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, debido a sus propiedades eléctricas, actualmente son utilizadas en una gran variedad de aplicaciones como: sensores piezoeléctricos [26] celdas solares basadas en perovskita [27,28], transistores de película delgada [29–31], capacitores metal-*dieléctrico*-metal (MIM, *por sus siglas en inglés*) [13,32] entre otras aplicaciones. En el presente trabajo se utiliza la técnica de baño químico para depositar películas delgadas de Mg(OH)<sub>2</sub> y Al(OH)<sub>3</sub> las cuales después de un subsecuente tratamiento térmico se transforman a películas delgadas de MgO y Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, respectivamente.

En la actualidad, el fabricar dispositivos de película delgada de alto rendimiento, con el depósito de la capa dieléctrica por procesos químicos, es un reto. De obtener películas delgadas de materiales dieléctricos mediante la técnica de DBQ, con propiedades adecuadas para ser aplicadas en un dispositivo, serían comercialmente atractivas debido a su bajo costo de elaboración y gran área de recubrimiento [8]. Este trabajo presenta formulaciones para obtener películas delgadas de MgO y Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> mediante la técnica de DBQ, los cuales son materiales considerados como OM dieléctricos y que se han sintetizado y caracterizado escasamente por esta vía de depósito.

La presente tesis cuenta con tres capítulos posteriores, en el capítulo 2 se encontrarán los antecedentes, los cuales presentan el principio de funcionamiento y el estado del arte de la técnica de depósito en baño químico; también se mencionará un dispositivo electrónico como lo es el capacitor metal-*dieléctrico*-metal (MIM), donde se resaltarán la estructura, el principio de funcionamiento y materiales que pueden ser utilizados en la elaboración de dicho dispositivo. En el capítulo 3 se presentan las metodologías utilizadas para la obtención de las películas delgadas de Mg(OH)<sub>2</sub> y Al(OH)<sub>3</sub>, así como las temperaturas utilizadas para su conversión en óxidos metálicos. En el capítulo 4 se presentan los resultados y discusiones de los productos científicos obtenidos durante el periodo de estudio, los cuales se titulan: “Síntesis controlada de películas delgadas de Mg(OH)<sub>2</sub> por deposición de solución química y su transformación térmica en películas delgadas de MgO” y “Caracterización de películas delgadas de óxido de aluminio obtenidas por deposición de solución química y recocido para aplicaciones de condensadores dieléctricos de metal-aislante-metal ” donde se discuten propiedades estructurales,

morfológicas, químicas, eléctricas, ópticas, y el cambio que sufren dichas propiedades después de un tratamiento térmico, así, como un, mecanismo de reacción propuesto. En el capítulo siguiente se presentarán las conclusiones generales del trabajo presentado.

## **1.2 Justificación**

El método de depósito en baño químico es una técnica versátil la cual permite la síntesis de semiconductores tipo-n y tipo-p, los cuales se utilizan como capas activas en dispositivos MIS y TFT, sin embargo, para la elaboración de dichos dispositivos se requiere del uso de materiales dieléctricos, los cuales, actualmente, se obtienen mediante técnicas que requieren de instrumentación sofisticada, con altos vacíos y altas corrientes, las cuales encarecen la elaboración de un dispositivo electrónico. Concordando con lo anterior, la técnica de depósito en baño químico es una técnica versátil y económica, que permite fácilmente estudiar la síntesis de películas delgadas de materiales dieléctricos y de esta manera reducir costos en la elaboración de algún dispositivo, ya sea un capacitor MIM, MIS o un transistor de película delgada.

## **1.3 Hipótesis**

La obtención de películas delgadas de materiales dieléctricos, por el método de depósito en baño químico, pueden tener propiedades para ser utilizados como capa dieléctrica en dispositivos electrónicos como capacitores MIM, MIS y TFT, además de poder modificar las propiedades de las películas al realizar variaciones en la temperatura, concentración de reactivos entre otros, sin que éstos repercutan en mucho el costo de fabricación del dispositivo.

## **1.4 Objetivo**

Establecer parámetros de síntesis de películas delgadas de los óxidos metálicos de Mg y Al por el método de depósito en baño químico.

### **1.5 Objetivos Particulares**

- Obtener películas delgadas de óxidos metálicos por el método de depósito en baño químico.
- Establecer parámetros de síntesis para el depósito de películas delgadas de óxidos metálicos basados en MgO, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.
- Estudio de propiedades eléctricas, ópticas, morfológicas y estructurales de películas delgadas de óxidos metálicos sintetizados.
- Establecer parámetros de síntesis para el depósito de películas delgadas de MgO y sobre una película delgada de Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>.

## Capítulo 2. Antecedentes

### 2.1 Películas de Óxido de magnesio

El interés en el MgO data del año de 1956 donde se obtuvieron películas delgadas de MgO sobre sustratos de plata para estudiar sus propiedades. Para la obtención del material se utilizó un proceso físico, el cual implica la utilización de un tubo de vacío, atmósfera controlada, altos voltajes y altas temperaturas [33].

En el año de 1970 se obtuvo  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  y su producto MgO utilizando un proceso químico, el cual consiste en la precipitación de una sal de magnesio soluble en agua, en un medio acuoso. El precipitado, al someterlo por un proceso de calcinación a  $400\text{ }^\circ\text{C}$  se obtiene MgO, este trabajo de síntesis se utilizó para la obtención de una patente [34].

El  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  tiene estructura hexagonal Brucita, como se puede apreciar en la figura 1a, con parámetros de red  $b=a=0.324\text{ nm}$ ,  $c=0.478\text{ nm}$ . En este trabajo el  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  se utiliza como material de partida para obtener MgO mediante un tratamiento térmico.

El MgO presenta estructura cúbica centrada en las caras Periclase como se puede observar en la figura 1b, el parámetro de red es  $a=0.4211\text{ nm}$ . El MgO presenta en bulto un amplio ancho de banda de  $7.8\text{ eV}$ , sin embargo, se han reportado anchos en el intervalo de  $2.87\text{ eV}$  a  $3.21\text{ eV}$ .

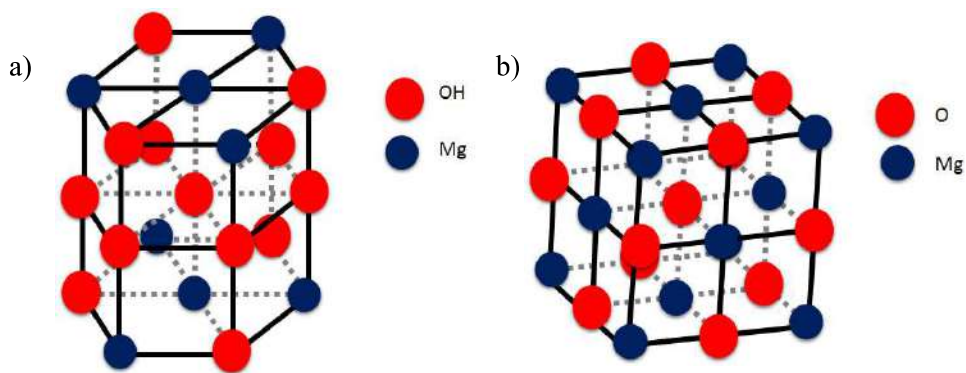


Figura 1. Estructuras cristalinas a)  $\text{Mg}(\text{OH})_2$ , y b) MgO

## 2.2 Películas de óxido de aluminio

El  $\text{Al}_2\text{O}_3$  presenta propiedades físicas interesantes para diversas aplicaciones, dentro de las propiedades físicas cuenta con un alto punto de fusión, fuerza mecánica excelente, resistividad eléctrica e inercia química. Algunos de los productos clásicos donde se utiliza el  $\text{Al}_2\text{O}_3$  es en piezas cerámicas resistentes al desgaste, equipo para procesamiento químico y aislantes de alto voltaje, además de ser utilizado en sustratos para circuitos integrados así como en la manufactura de capacitores y otros dispositivos como transistores de película delgada [35].

En la década de los 40's Junius D. Edwards, et al, (1941) comenzaban a trabajar con el óxido de aluminio mediante oxidación anódica del aluminio [36], donde, la capa de óxido de aluminio solucionó el problema de interferencia de la señal del aluminio en los sensores instalados en diversos equipos. Para el año de 1946 Paul P. Reichertz et al. estudiaban la cristalización del trihidróxido de aluminio a la estructura Bohemita. [37]. Años después en 1966 Olin B. Cecil, a cargo del laboratorio de Texas Instrument, utilizando la técnica de anodizado para obtener películas delgadas de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , encontraron una importante aplicación del  $\text{Al}_2\text{O}_3$  como material dieléctrico en un capacitor metal-dieléctrico-metal (MIM, *por sus siglas en inglés*) donde se emplea como sensor de humedad, motivo de una patente. Para la década de los años 70's Michael T. Duffy et. al. trabajando en laboratorios RCA, confirmaban que mediante la técnica de depósito de vapor químico se puede obtener el óxido de aluminio en forma de película delgada y efectivamente se puede emplear en un dispositivo eléctrico, como es el capacitor con estructura MIM [38], continuando con su trabajo M.T. Duffy depositó un material semiconductor sobre la capa de óxido de aluminio, dando lugar a un nuevo dispositivo electrónico como es el capacitor metal-dieléctrico-semiconductor (MIS, *por sus siglas en inglés*) motivo de patente [39]. Empleando la técnica evaporación térmica, en 1977, H. Birey sintetizó películas delgadas de óxido de aluminio, las cuales aplicó en un capacitor MIM para caracterizar las propiedades dieléctricas del material [40]. En la década de los 80's T. M. Davidson empleó nuevamente la técnica de anodizado para la elaboración de películas delgadas de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ , las cuales empleo en un sensor de humedad [41]. La técnica de disposición por vapor químico metal-orgánico empleada por K. P. Pande et. al. se utilizó para sintetizar el óxido de aluminio y la utilizaron como película dieléctrica en la elaboración de dispositivos metal-óxido-

semiconductor (MOS, *por sus siglas en inglés*) [42]. Antes de finalizar los 80's los laboratorios ALCOA liderados por Karl Wefers, realizaron una aportación importante en cuanto a la síntesis y los diferentes tipos de óxido de aluminio que se pueden obtener al cristalizar [35].

### **2.3 Técnica de depósito de baño químico**

El depósito en baño químico (DBQ), es una técnica versátil, que es ampliamente utilizada para realizar el depósito de películas delgadas, de calcogenuros y óxidos con metales y elementos de transición, dando como resultado la obtención de diferentes materiales insolubles en agua, entre los que destacan los semiconductores y aislantes [1,43–46].

La técnica de DBQ presenta ventajas y desventajas, como cualquier otra técnica que se utilice para depositar materiales en forma de película delgada. Dentro de las ventajas se tiene que es una técnica de bajo costo, se manejan a temperaturas menores a las del punto de ebullición del agua, no necesita equipo sofisticado, utiliza poca energía, el depósito de las películas es escalable a grandes superficies, en caso de llevarlo a nivel industrial. Dentro de las desventajas se pueden considerar, el no poder aprovechar en su mayor parte los precursores, además de una gran generación de residuos, por otro lado, se encuentra la gran variedad de parámetros involucrados en la reacción, como son: la molaridad y volumen de los precursores, pH de la reacción, temperatura de reacción, el soporte donde se realizará el depósito de la película delgada.

El DBQ consiste en una serie de reacciones químicas producidas entre los precursores utilizados, tales como: fuente de iones metálicos, agente complejante, y la solución reguladora de pH. Esta serie de reacciones dan lugar a la formación de sólidos, un precipitado homogéneo y un precipitado heterogéneo, que este último da lugar a la formación de una película delgada sobre un soporte sólido los cuales pueden ser: vidrio, cuarzo, FTO, ITO. Desde el inicio de la reacción hasta el depósito de la película sobre el sustrato ocurren cuatro etapas las cuales describen lo siguiente: (1) equilibrio de especies, (2) nucleación, (3) crecimiento y (4) terminación, cada una de las cuales, se describen a continuación:



### *Etapa 1.- Equilibrio de especies*

Esta etapa consiste en la disociación de una sal en presencia de agua, suministrando cationes y aniones a la solución, de acuerdo con la ec. (1). Debido a que la reacción se lleva a cabo en un medio acuoso, no se incluye el agua



Posteriormente, para controlar la precipitación homogénea, al agregar el agente acomplejante (en este caso, TEA) este interaccionará con los cationes formando un ion complejo como se puede ver en la ec. (2).



### *Etapa 2.- Nucleación*

En esta etapa, los cationes que no fueron acomplejados formaran enlaces con el hidróxido los cuales al situarse sobre el soporte formaran centros de nucleación, los centros de nucleación crearan una zona altamente reactiva en forma de una capa delgada ( $\sim 4 \text{ nm}$ ), la cual dará pie al crecimiento de la película.

### *Etapa 3.- Crecimiento*

En esta etapa ya va tiempo transcurrido desde el inicio de la reacción a una temperatura constante, por lo tanto, los iones complejos se irán hidrolizando lenta y gradualmente, por lo que se irán incorporando más cationes libres en la reacción. Estos cationes reaccionaran con los hidróxidos presentes en la solución formando algunas especies que coexisten antes de formar una película delgada.

### *Etapa 4.- Finalización*

En esta etapa existen varios tipos de finalización, cuando se empiezan a consumir los reactivos la reacción se detendrá, cuando se forma una capa polvosa sobre el sustrato o cuando el sustrato es retirado de la reacción, significa que el crecimiento de la película ha terminado [47,48].

El DBQ se lleva a cabo en un termo-baño como se muestra en la figura 2. El equipo consiste en un controlador de temperatura, un termopar, una resistencia, un sistema de enfriamiento y un depósito para el líquido (agua en nuestro caso) el cual se utilizará como medio para calentar los vasos de precipitados (reactores) [48].

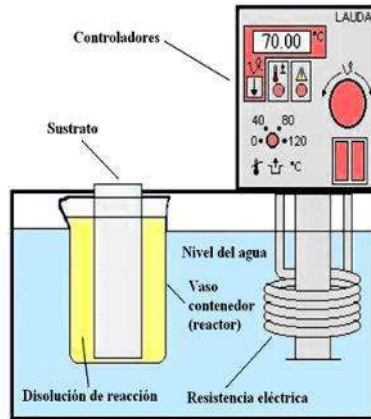


Figura 2. Principio de funcionamiento depósito en baño químico

En el reactor se colocan las soluciones acuosas precursoras, para realizar depósito del material. Con el transcurso del tiempo de reacción se realizará el depósito del material sobre el sustrato sólido.

## 2.4 Dispositivo electrónico

### 2.4.1 Capacitor MIM

Un capacitor MIM es un dispositivo, conformado por dos metales separados por un dieléctrico, dando lugar a la siguiente estructura vidrio/metal/dieléctrico/metal, como se puede apreciar en la Figura 3. Los metales cuentan con cierta área y son separados entre sí por una distancia, dicha distancia depende del espesor del dieléctrico. Un dispositivo MIM funciona al aplicarle una diferencia de potencial a los metales, lo que originará la formación de un campo eléctrico entre ellos,  $V^+$  y  $V^-$ .

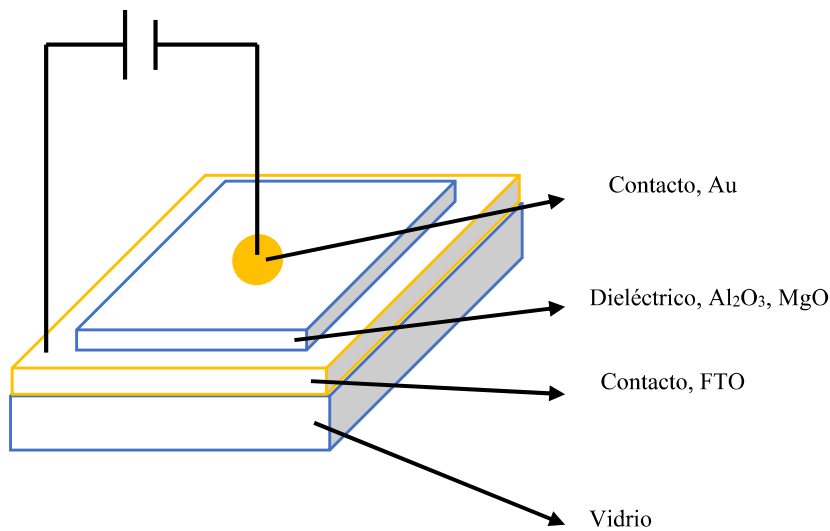


Figura 3. Esquema de un capacitor MIM

El campo eléctrico producido se ve disminuido por la capa del material dieléctrico, la disminución del campo eléctrico se debe a la presencia de los núcleos atómicos y electrones, donde los electrones se encuentran sujetos a los núcleos, dando lugar a un material neutro. El dieléctrico en presencia del campo eléctrico presenta un momento dipolar, el cual se trata de un movimiento el cual acomoda las cargas positivas y negativas presentes en el dieléctrico. Los núcleos se mueven en dirección al campo eléctrico y los electrones se mueven en dirección contraria al campo eléctrico, como se puede observar en la Figura 4. Para poder visualizar la Figura 4 es necesario pensar que el tiempo transcurre de una manera tan lenta, que sea posible apreciar los movimientos atómicos, al momento de aplicar una diferencia de potencial a las placas están tendrán una carga y el campo eléctrico comenzará a travesar el material dieléctrico (Fig. 4-iii), conforme transcurre el tiempo (recuerden de manera lenta), ese campo eléctrico avanzará cierta distancia e irá provocando el movimiento de los núcleo y los electrones (Fig. 4-iv), una vez que el campo eléctrico atraviere el material dieléctrico los núcleos y los electrones serán orientados respectivamente (Fig. 4-v) y por último, esa orientación es la polarización del material dieléctrico, de esta manera al aplicar la diferencia de potencial de constante el material

que no se polarizo de forma inmediata se irá polarizando poco a poco provocando una tensión entre los núcleo y los electrones.

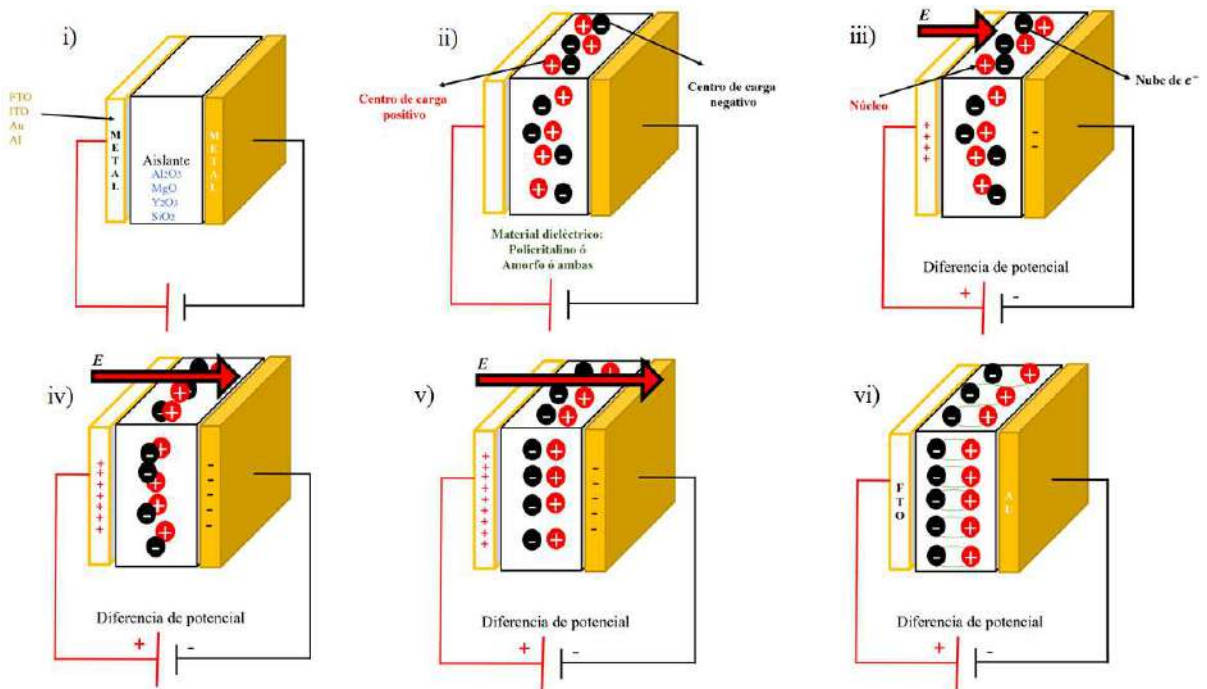


Figura 4. Moléculas de dieléctrico distorsionadas en presencia de un campo eléctrico

La unidad de medida del capacitor es el faradio (F), que considera el área de los metales (A), el espesor del material dieléctrico (t) y la permitividad en el espacio libre ( $\epsilon_0 = 8.85 \times 10^{-12} \text{ F/m}$ ) se puede obtener la constante dieléctrica ( $\kappa$ ) la cual se puede interpretar como la cantidad en que el dieléctrico reduce la intensidad del campo eléctrico y la polarización del material, como se puede observar en la ec. (3).

$$\kappa = \frac{tC}{\epsilon_0 A} \quad \text{ec. (3)}$$

## Capítulo 3. Método Experimental

### 3.1 Depósito de películas delgadas de Mg(OH)<sub>2</sub>

La deposición en solución química de películas delgadas de Mg(OH)<sub>2</sub> se realizó mediante la inmersión de los sustratos en 100 mL de una solución de reacción acuosa, compuesto por sulfato de magnesio 0,10 M (MgSO<sub>4</sub>; Sigma-Aldrich, ≥99,5% de pureza) y trietanolamina 0,15 M (N(CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>OH)<sub>3</sub>, abreviado como TEA; Fermont, 99,8% de pureza); esta solución de reacción contiene también 6 mL de una solución tampón de amonio preparada de la siguiente manera: 12 g de cloruro de amonio (NH<sub>4</sub>Cl; Fermont, 99,9% de pureza) y 142 mL de hidróxido de amonio (NH<sub>4</sub>OH; Fermont, 29,0% de pureza como NH<sub>3</sub>) son mezclados y aforados con agua destilada para alcanzar un volumen total de 250 mL. Se siguió la formulación para preparar 100 mL de esta reacción, La cual se presenta en la Tabla 1. El valor de pH inicial la solución de reacción es ~11, según lo probado con una tira indicador de pH MColorpHast™.

*Tabla 1 Detalles de formulación para preparar 100 mL de solución de reacción utilizada para la deposición de solución química de películas delgadas de Mg(OH)<sub>2</sub> a 40 °C sobre sustratos de vidrio pre-sensibilizados.*

Soluciones en existencia	Volumen (mL)
1.00 M MgSO <sub>4</sub>	10
TEA 50% (N(CH <sub>2</sub> CH <sub>2</sub> OH) <sub>3</sub> ) 3.75 M	4
Buffer de amonio	6
Agua destilada	80

Los sustratos empleados fueron portaobjetos de microscopio VE-P10 Velab™ que fueron limpiados y pre-sensibilizados en una solución de cloruro de estaño según a una metodología descrita anteriormente [16]. Las películas fueron depositadas a 40 °C durante diferentes tiempos de reacción: 10, 20, 30, 40 y 50 min. Una vez que terminó la deposición de película delgada, los sustratos con el Mg(OH)<sub>2</sub> A continuación, las películas se retiraron cuidadosamente de la solución de reacción, se enjuagaron con agua destilada e isopropanol y fueron secadas con aire caliente.

### *3.1.1 Tratamiento térmico de películas delgadas de Mg(OH)<sub>2</sub> y su transformación a MgO*

La transformación de las películas delgadas depositadas de Mg(OH)<sub>2</sub> en MgO se estudiaron mediante el tratamiento térmico de las películas durante 1 hora a diferentes temperaturas de tratamiento térmico, que oscilan entre 325 y 500 °C. La atmósfera del horno era aire y después de 1 h de recocido, se dejó que el horno se enfriara gradualmente a temperatura ambiente para evitar que las películas se agrietaran.

### *3.1.2 Caracterización de películas delgadas*

La estructura cristalina de las películas se evaluó mediante difracción de rayos X (XRD) empleando un difractómetro Rigaku DMAX-2200 equipado con una fuente de radiación Cu K $\alpha$  ( $\lambda = 1,54 \text{ \AA}$ ). La morfología de la superficie se estudió utilizando un microscopio electrónico de barrido (SEM) Zeiss Supra-40. Se utilizó espectroscopia de fotoelectrones de rayos X (XPS) para evaluar la composición química de las películas. La herramienta empleada fue un Perkin-Elmer PHI 5100 XPS equipado con una fuente de rayos X de Mg K $\alpha$  (1253,6 eV) no monocromática y un analizador hemisférico que se hizo funcionar a una energía de paso constante de 20 eV. La escala de energía de enlace se corrigió calibrando el pico principal de C 1s de la película depositada a una energía de enlace de 284,80 eV. El espesor de las películas se determinó con un Ambios XP-200. perfilómetro. Las mediciones eléctricas se realizaron en CASCADA Estación de sonda SUMMIT 11741B-H; modelo de línea de transmisión circular (CTLM) se utilizó para evaluar la resistencia de la hoja. La banda prohibida óptica se determinó a partir de los espectros de transmisión medidos con un espectrómetro UV-Visible Shimadzu UV-3101PC. Además, el polvo obtenido durante la deposición de las películas fue estudiado mediante análisis termogravimétrico con un modelo TA Instruments Q500.

## **3.2 Depósito de películas delgadas de Al(OH)<sub>3</sub>**

Se depositaron películas delgadas sobre sustratos de vidrio empleando una solución de reacción compuesta de sulfato de aluminio (Al<sub>2</sub>(SO<sub>4</sub>)<sub>3</sub>·18H<sub>2</sub>O, Sigma-Aldrich), Trietanolamina (N(CH<sub>2</sub>CH<sub>2</sub>OH)<sub>3</sub>, abreviado como TEA; Fermont, 99.8% de pureza) y una solución tampón de amonio preparada con cloruro de amonio (NH<sub>4</sub>Cl; Fermont, 99,9% de pureza) e hidróxido de

amonio ( $\text{NH}_4\text{OH}$ ; Fermont, 29.0% de pureza como  $\text{NH}_3$ ) [27]. La solución de reacción se preparó siguiendo la secuencia que se muestra en Tabla 2. Es importante mencionar que la solución tampón y las soluciones madre de TEA se agregaron primero al vaso de precipitados que se mantuvo en constante agitación a 750 rpm durante 10s. Después de eso, mientras se mantenía la solución de reacción bajo la misma agitación constante, se añadió la solución madre de  $\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ . Después de 15 min de agitación constante y la solución de reacción se volvió transparente, se añadió agua destilada para alcanzar un volumen final de 100 mL. Posteriormente, los sustratos se colocaron dentro del vaso de precipitados mirando hacia el interior del vaso de precipitados. Los sustratos empleados fueron portaobjetos de microscopio VE-P10 Velab™ que se limpiaron con detergente Alconox® y se enjuagaron completamente con agua destilada. Además, es interesante notar que la formulación presentada aquí es versátil porque puede producir películas delgadas de  $\text{Al}(\text{OH})_3$  que se adhieren firmemente a varios tipos de sustratos, como sustratos de cuarzo, tereftalato de polietileno (PET) y óxido de estaño dopado con flúor. La temperatura de reacción se fijó en 70 °C con un tiempo de deposición de 30 min.

*Tabla 2 Formulación para preparar 100 mL de una solución de reacción que permite la deposición en solución química de películas delgadas de  $\text{Al}(\text{OH})_3$  en sustratos de vidrio, cuarzo y FTO a una temperatura de reacción de 70 °C.*

Soluciones	Volumen (mL)
TEA 50% ( $\text{N}(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{OH})_3$ ) 3.75 M	10
Buffer de amonio pH ~ 10	20
$\text{Al}_2(\text{SO}_4)_3 \cdot 18\text{H}_2\text{O}$ 0.5 M	5
Agua destilada	65

### *3.2.1 Tratamiento térmico de películas delgadas de $\text{Al}(\text{OH})_3$ y su transformación a $\text{Al}_2\text{O}_3$*

Las películas delgadas depositadas se sometieron a un recocido que consistió en un tratamiento térmico a 500 ° C durante 2 h y un enfriamiento gradual, a temperatura ambiente para evitar un choque térmico en la película. Se utilizó aire como atmósfera de recocido. Las condiciones de deposición se basaron en el informe de Hu et al. [28].

### *3.2.2 Caracterización de las películas delgadas*

El espesor de las películas se midió con un perfilómetro Ambios XP-200. Se empleó espectroscopia de fotoelectrones de rayos X (XPS) para analizar las características químicas, utilizando un instrumento Perkin Elmer PHI 5100 XPS equipado con una radiación de Mg K $\alpha$  (1253,6 eV) no monocromática. La estructura se probó con difracción de rayos X (XRD) empleando un difractómetro Rigaku DMAX-2200 equipado con un Cu K $\alpha$  ( $\lambda = 1,54 \text{ \AA}$ ) fuente de rayos X, y con un electrón de transmisión JEM 2010F microscopio (TEM). Se utilizó un microscopio electrónico de barrido por emisión de campo (FESEM) Jeol JSM-7800F para evaluar la morfología de la superficie de las películas. La evaluación de los espectros de transmitancia se realizó con un espectrómetro Perkin Elmer Lambda 20 Uv-visible donde se registraron los datos experimentales de películas que se depositaron en un sustrato de cuarzo para evitar la interferencia del sustrato de vidrio en la medición.

### *3.2.3 Preparación del dispositivo MIM*

El dispositivo MIM tenía la siguiente configuración: vidrio/FTO/AlO $_x$ /Au. Para preparar esta configuración, las películas delgadas tal como se depositaron tuvieron que depositarse en un sustrato de portaobjetos de vidrio recubierto con óxido de estaño dopado con flúor (FTO  $\sim 7 \text{ } \Omega/\text{sq}$ ) de 2.5 x 2.5 cm, suministrado por Aldrich Chemistry. Los sustratos FTO se limpiaron siguiendo el procedimiento mencionado anteriormente. Además, el FTO con las películas delgadas depositadas se llevaron a tratamiento térmico para obtener películas delgadas de Al $_2$ O $_3$  en la parte superior del FTO. Finalmente, se depositaron 200 nm de Au mediante evaporación por haz de electrones y se utilizaron máscaras de sombra con patrones de diferentes diámetros para contactos.

### *3.2.4 Caracterización del dispositivo MIM*

La morfología superficial de la estructura FTO/AlO $_x$  fue estudiada por microscopía de fuerza atómica (AFM) con un instrumento Bruker Veeco Dimension Icono. La caracterización eléctrica consistió en I-V y C-V mediciones utilizando un sistema de caracterización de semiconductores 4200-SCS y un medidor LCR de precisión Agilent 4284A, respectivamente.



# Capítulo 4. Resultados y Discusión

## 4.1. Síntesis y Caracterización de Películas Delgadas de Mg(OH)<sub>2</sub> y MgO

Ceramics International 45 (2019) 10356–10363



Contents lists available at ScienceDirect

Ceramics International

journal homepage: [www.elsevier.com/locate/ceramint](http://www.elsevier.com/locate/ceramint)



### Controlled synthesis of Mg(OH)<sub>2</sub> thin films by chemical solution deposition and their thermal transformation to MgO thin films



G. Suárez-Campos<sup>a,b</sup>, D. Cabrera-German<sup>a,b</sup>, J.A. García-Valenzuela<sup>c,b</sup>, M. Cota-Leal<sup>a,b</sup>, J.L. Fuentes-Ríos<sup>a</sup>, M. Martínez-Gil<sup>a,b</sup>, H. Hu<sup>d</sup>, M. Sotelo-Lerma<sup>a,\*</sup>

<sup>a</sup> Departamento de Investigación en Polímeros y Materiales, Universidad de Sonora, Blvd. Luis Encinas y Rosales S/N, 83000, Hermosillo, Sonora, Mexico

<sup>b</sup> SMARTER-Lab Nucleus for Research & Divulgateion A.C., Blvd. Eusebio Francisco Kino No. 848, 83150, Hermosillo, Sonora, Mexico

<sup>c</sup> Departamento de Ciencias Químico Biológicas, Universidad de Sonora, Blvd. Luis Encinas y Rosales S/N, 83000, Hermosillo, Sonora, Mexico

<sup>d</sup> Instituto de Energías Renovables, Universidad Nacional Autónoma de México, 62580, Temixco, Morelos, Mexico

#### ARTICLE INFO

##### Keywords:

Magnesium hydroxide  
Magnesium oxide  
Thin film  
Chemical bath deposition  
Annealing  
Quantitative XPS

#### ABSTRACT

The chemical solution deposition of Mg(OH)<sub>2</sub> thin films on glass substrates and their transformation to MgO by annealing in air is presented. The chemical solution deposition consists of a chemical reaction employing an aqueous solution composed of magnesium sulfate, triethanolamine, ammonium hydroxide, and ammonium chloride. The as-deposited films were annealed at different temperatures ranging from 325 to 500 °C to identify the Mg(OH)<sub>2</sub>-to-MgO transition temperature, which resulted to be around 375 °C. Annealing the as-deposited Mg(OH)<sub>2</sub> films at 500 °C results in homogeneous MgO thin films. The properties of the Mg(OH)<sub>2</sub> and MgO thin films were analyzed by X-ray diffraction, scanning electron microscopy, X-ray photoelectron spectroscopy, UV-Vis spectroscopy, and by circular transmission line model. Results by X-ray diffraction show that the as-deposited thin films have a brucite structure (Mg(OH)<sub>2</sub>), that transforms into the periclase phase (MgO) after annealing at 500 °C. For the as-deposited Mg(OH)<sub>2</sub> thin film, a nanowall surface morphology is found; this morphology is maintained after the annealing to obtain MgO, which occurred with the evident formation of pores on the nanowall surface. The assessed chemical composition from X-ray photoelectron spectroscopy yields Mg<sub>0.36</sub>O<sub>0.64</sub> (O/Mg ratio of 1.8) for the as-deposited Mg(OH)<sub>2</sub> film, where the expected stoichiometric composition is Mg<sub>0.33</sub>O<sub>0.67</sub> (O/Mg ratio of 2.0); the same assessment yields Mg<sub>0.60</sub>O<sub>0.40</sub> (O/Mg ratio of 0.7) for the annealed thin film, which indicates the obtaining of a MgO material with oxygen vacancies, given the deviation from the stoichiometric composition of Mg<sub>0.50</sub>O<sub>0.50</sub> (O/Mg ratio of 1.0). These results confirm the deposition of Mg(OH)<sub>2</sub> films and the obtaining of MgO after the heat-treatment. The energy band gap of the films is found to be 4.64 and 5.10 eV for the as-deposited and the film annealed at 500 °C, respectively. The resistivity of both Mg(OH)<sub>2</sub> and MgO thin films lies around 10<sup>8</sup> Ωcm.

#### 1. Introduction

Magnesium hydroxide (Mg(OH)<sub>2</sub>) and magnesium oxide (MgO) are novel and attractive materials because of their low-toxicity, large energy band gap, and them being composed by elements that are abundant in the crust of the Earth. Currently, MgO thin films are used in various applications such as optoelectronics, photoluminescence [1], chemical and piezoelectric sensors [2,3], perovskite-based solar cells [4], and thin-film transistors [5], just to name a few. MgO thin films, presenting diverse morphologies (which should be taken into account depending on the material application), have been obtained by means of both physical and chemical techniques. Some of the physical

techniques include pulse laser deposition (PLD) [6], sputtering [7], and e-beam evaporation [8]; while chemical techniques include spray deposition [9], spin-coating [10], and successive ionic layer adsorption reaction (SILAR) [11].

Chemical solution deposition, on the other hand, is an attractive technique due to its low-cost and large-area processing, besides that complex instrumentation is not required. However, to the knowledge of the authors, reports dealing with MgO thin films obtained by chemical solution deposition are scarce, due to the difficulty of obtaining this material in thin film form. Thus, it is considered that the best synthesis route for MgO is by thermal treatment of chemical-solution-deposited Mg(OH)<sub>2</sub> thin films. Therefore, this work presents a structural,

\* Corresponding author.

E-mail address: [msotelo@guaymas.uson.mx](mailto:msotelo@guaymas.uson.mx) (M. Sotelo-Lerma).

<https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2019.02.093>

Received 1 November 2018; Received in revised form 15 January 2019; Accepted 14 February 2019

Available online 16 February 2019

0272-8842/ © 2019 Elsevier Ltd and Techna Group S.r.l. All rights reserved.

## Conclusiones

En el presente trabajo se sintetizaron de manera satisfactoria óxidos metálicos dieléctricos ( $\text{MgO}$ ,  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) mediante la técnica de depósito en baño químico y un posterior tratamiento térmico para obtener una transformación hidróxidos metálicos dieléctricos a óxidos metálicos dieléctricos. Se observó que mediante la técnica de baño químico se pueden obtener tanto estructuras cristalinas como amorfas, de igual manera se observa que se puede obtener un excelente control de espesor de las películas delgadas, con lo cual se pueden obtener propiedades eléctricas deseadas para aplicaciones en dispositivos electrónicos.

Entrando en detalle con las películas delgadas de  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  las cuales se transformaron a  $\text{MgO}$ , se presentan las siguientes conclusiones, Las películas delgadas de  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  depositadas tienen una estructura cristalina brucita, según la carta cristalográfica PDF # 07-0239, y morfología caracterizada por nanoparedes. La composición química da como resultado  $\text{Mg}_{0.36}\text{O}_{0.64}$  (relación O/Mg de 1.8) para la película *as-deposited*, que está cerca de la estequiometría esperada de  $\text{Mg}(\text{OH})_2$ . Cuando se aplica tratamiento térmico, los picos XRD correspondientes a  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  disminuyen al aumentar la temperatura de recocido, hasta su completa desaparición a  $375\text{ }^\circ\text{C}$ , donde surgen los picos correspondientes a la estructura periclase del  $\text{MgO}$ , según la carta cristalográfica PDF # 45-0946. De acuerdo con el análisis térmico gravimétrico y diferencial, esta temperatura corresponde a la transformación térmica de  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  a  $\text{MgO}$ . Las nanoparedes, por otro lado, se vuelven porosas al aumentar la temperatura de recocido, lo que resulta en una distribución uniforme de poros en la superficie de las placas, ahora compuestas de  $\text{MgO}$ . La morfología de la red de nanoparedes interconectada permanece con el aumento de la temperatura de recocido. Cuando las películas delgadas depositadas se recocen a  $500\text{ }^\circ\text{C}$ , la composición da como resultado  $\text{Mg}_{0.60}\text{O}_{0.40}$  (relación O/Mg de 0.7), lo que indica películas de  $\text{MgO}$  con vacancias de oxígeno. Tanto el  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  como el  $\text{MgO}$  resultaron altamente resistivos ( $10^8\ \Omega\cdot\text{cm}$ ) y presentaron valores de banda prohibida de gran energía ( $\sim 5\text{ eV}$ ). Todos los resultados muestran que con un proceso de bajo costo es posible obtener películas delgadas de  $\text{Mg}(\text{OH})_2$  y transformarlas térmicamente a  $\text{MgO}$  con éxito.

Así mismo las películas delgadas de  $\text{Al}(\text{OH})_3$  que posterior a un tratamiento térmico ocurre una transformación a películas delgadas de  $\text{Al}_2\text{O}_3$ . El método de depósito mostró un gran control sobre el espesor de la película, y mediante la modulación del espesor se obtiene una corriente de fuga mínima de  $1.5 \times 10^{-4} \text{ A/cm}^2$  para una película delgada de 209 nm. A través de XPS se confirmó que las películas depositadas están compuestas de hidróxido y óxido de aluminio que se transforman en  $\text{Al}_2\text{O}_3$  cuando se someten a un tratamiento térmico. El Eg también se determinó mediante espectroscopia óptica y de fotoemisión, con resultados autoconsistentes, demostrando la deposición exitosa de las películas delgadas, que según a los requisitos de caracterización, se depositaron sobre sustratos como vidrio, cuarzo y FTO demostrando la versatilidad de la formulación química propuesta de este trabajo. La aplicación de las películas delgadas se evaluó en un dispositivo MIM, en el que se comprueba que su morfología y características eléctricas son favorables para su uso como material dieléctrico en aplicaciones de condensadores por corrientes de fuga en el  $1 \times 10^{-4}$ - $9 \times 10^{-4} \text{ A/cm}^2$ , y variaciones de capacitancia en respuesta a la frecuencia en el rango de capacitancia de 98 a 43 nF/cm<sup>2</sup> y de 48 a 26 nF/cm<sup>2</sup> para películas *as-deposited* y *annealed*, respectivamente. Así, este trabajo muestra que el uso de la deposición química en solución de hidróxido de aluminio y su posterior transformación térmica a óxido de aluminio, es una alternativa confiable, rápida y económica para la fabricación de transistores a baja temperatura a través de un método técnicamente simple y fácilmente escalable.

La técnica de depósito en baño químico demuestra ser una técnica versátil y de bajo costo, en la cual se pueden sintetizar materiales semiconductores y en este caso materiales dieléctricos. Ambos materiales son muy utilizados en la elaboración de dispositivos electrónicos, lo cual abre una ruta para elaboración de dispositivos electrónicos a un bajo costo. Sí bien existen técnicas con mayor precisión y control del depósito de películas de materiales dieléctricos de alta calidad, es decir, con una morfología superficial suave, una rugosidad menor a 5 nm, con el DBQ se obtuvo un material capaz de competir con el  $\text{SiO}_2$ , además es posible mejorar las propiedades que permitan tener mejores resultados al aplicarse en dispositivos, realizando mezclas *insitu* o elaborando bicapas con otros elementos, esto con el fin de mejorar las propiedades físicas que permitan aislar voltajes mayores.

## Perspectivas para trabajo futuro

El desarrollo de materiales dieléctricos por el método de depósito en baño químico se encuentra poco explorado, por lo que aún hay mucho trabajo por hacer como:

- Combinaciones en forma de bicapa de las películas delgadas de MgO y Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>,
- Establecer una formulación para intentar el dopado del MgO con diferentes metales como son el Y, Zr, Hf y Al ya que estos presentan propiedades dieléctricas, esto con el fin de para mejorar y modular sus propiedades dieléctricas, así como realizar las caracterizaciones correspondientes y evaluar si se está obteniendo un material dopado, un material ternario o una aleación.
- Establecer una formulación para intentar el dopado del Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> con diferentes metales como son el Y, Zr, Hf y Mg ya que estos presentan propiedades dieléctricas, esto con el fin de para mejorar y modular sus propiedades dieléctricas, así como realizar las caracterizaciones correspondientes y evaluar si se está obteniendo un material dopado, un material ternario o una aleación.
- Incorporar los materiales en un dispositivo electrónico ya sea un capacitor con estructuras MIM ó MIS para después aplicarlo en un transistor de película delgada como el dieléctrico de compuerta.

## Bibliografía

- [1] M. Martínez-Gil, M.I. Pintor-Monroy, M. Cota-Leal, D. Cabrera-German, A. Garzon-Fontecha, M.A. Quevedo-López, M. Sotelo-Lerma, Influence of annealing temperature on nickel oxide thin films grown by chemical bath deposition, *Mater. Sci. Semicond. Process.* 72 (2017) 37–45. <https://doi.org/10.1016/j.mssp.2017.09.021>.
- [2] M. Martínez-Gil, D. Cabrera-German, M.I. Pintor-Monroy, J.A. García-Valenzuela, M. Cota-Leal, W. De la Cruz, M.A. Quevedo-Lopez, R. Pérez-Salas, M. Sotelo-Lerma, Effect of annealing temperature on the thermal transformation to cobalt oxide of thin films obtained via chemical solution deposition, *Mater. Sci. Semicond. Process.* 107 (2020). <https://doi.org/10.1016/j.mssp.2019.104825>.
- [3] G. Suárez-campos, D. Cabrera-german, J.A. García-valenzuela, M. Cota-leal, Controlled synthesis of Mg ( OH ) 2 thin fi lms by chemical solution deposition and their thermal transformation to MgO thin fi lms, (2019) 1–8. <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2019.02.093>.
- [4] G. Suárez-Campos, D. Cabrera-German, A.O. Castelo-González, C. Avila-Avendano, J.L. Fuentes Ríos, M.A. Quevedo-López, R. Aceves, H. Hu, M. Sotelo-Lerma, Characterization of aluminum oxide thin films obtained by chemical solution deposition and annealing for metal–insulator–metal dielectric capacitor applications, *Appl. Surf. Sci.* 513 (2020). <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2020.145879>.
- [5] P. Katiyar, C. Jin, R.J. Narayan, Electrical properties of amorphous aluminum oxide thin films, *Acta Mater.* 53 (2005) 2617–2622. <https://doi.org/10.1016/j.actamat.2005.02.027>.
- [6] G. Adamopoulos, S. Thomas, D.D.C. Bradley, M.A. McLachlan, T.D. Anthopoulos, Low-voltage ZnO thin-film transistors based on Y2 O3 and Al2 O3 high- k dielectrics deposited by spray pyrolysis in air, *Appl. Phys. Lett.* 98 (2011) 98–101. <https://doi.org/10.1063/1.3568893>.
- [7] R. Branquinho, D. Salgueiro, L. Santos, P. Barquinha, L. Pereira, R. Martins, E. Fortunato, Aqueous combustion synthesis of aluminum oxide thin films and application as gate dielectric in GZTO solution-based TFTs, *ACS Appl. Mater. Interfaces.* 6 (2014) 19592–19599. <https://doi.org/10.1021/am503872t>.
- [8] P.D. Byrne, A. Facchetti, T.J. Marks, High-performance thin-film transistors from solution-processed cadmium selenide and a self-assembled multilayer gate dielectric, *Adv. Mater.* 20 (2008) 2319–2324. <https://doi.org/10.1002/adma.200702677>.
- [9] H. Kim, D.H. Kim, S. Ryu, B.J. Choi, Tuning electrical properties of Au/n-InP junctions by inserting atomic layer deposited Al 2 O 3 layer, *Vacuum.* 144 (2017) 256–260. <https://doi.org/10.1016/j.vacuum.2017.08.004>.
- [10] G. Fisichella, E. Schilirò, S. Di Franco, P. Fiorenza, R. Lo Nigro, F. Roccaforte, S.

- Ravesi, F. Giannazzo, Interface Electrical Properties of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Thin Films on Graphene Obtained by Atomic Layer Deposition with an in Situ Seedlike Layer, *ACS Appl. Mater. Interfaces*. 9 (2017) 7761–7771. <https://doi.org/10.1021/acsami.6b15190>.
- [11] S.H. Tamboli, R.B. Patil, S. V. Kamat, V. Puri, R.K. Puri, Modification of optical properties of MgO thin films by vapour chopping, *J. Alloys Compd.* 477 (2009) 855–859. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2008.11.011>.
- [12] M.-C. Wu, J.S. Corneille, C.A. Estrada, J.-W. He, D. Wayne Goodman, Synthesis and characterization of ultra-thin MgO films on Mo(100), *Chem. Phys. Lett.* 182 (1991) 472–478. [https://doi.org/10.1016/0009-2614\(91\)90110-U](https://doi.org/10.1016/0009-2614(91)90110-U).
- [13] J. Yota, H. Shen, R. Ramanathan, Characterization of atomic layer deposition HfO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, and plasma-enhanced chemical vapor deposition Si<sub>3</sub>N<sub>4</sub> as metal–insulator–metal capacitor dielectric for GaAs HBT technology, *J. Vac. Sci. Technol. A Vacuum, Surfaces, Film.* 31 (2013) 01A134. <https://doi.org/10.1116/1.4769207>.
- [14] H.Y. Kwak, H.M. Kwon, Y.J. Jung, S.K. Kwon, J.H. Jang, W. Il Choi, M.L. Ha, J. Il Lee, S.J. Lee, H.D. Lee, Characterization of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-HfO<sub>2</sub>-Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sandwiched MIM capacitor under DC and AC stresses, *Solid. State. Electron.* 79 (2013) 218–222. <https://doi.org/10.1016/j.sse.2012.09.007>.
- [15] G.P. Gakis, C. Vahlas, H. Vergnes, S. Dourdain, Y. Tison, H. Martinez, J. Bour, D. Ruch, A.G. Boudouvis, B. Caussat, E. Scheid, Investigation of the initial deposition steps and the interfacial layer of Atomic Layer Deposited (ALD) Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> on Si, *Appl. Surf. Sci.* 492 (2019) 245–254. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2019.06.215>.
- [16] J. Murray, W. Huebner, M.J. O’Keefe, K. Wilder, R. EATINGER, W. Kuhn, D.S. Krueger, J.A. Wolf, Sputter deposition of thin film MIM capacitors on LTCC substrates for RF bypass and filtering applications, *Int. Symp. Microelectron.* 2011 (2011) 000747–000752. <https://doi.org/10.4071/isom-2011-wp3-paper3>.
- [17] S. Mao, H. Yang, F. Huang, T. Xie, Z. Song, Corrosion behaviour of sintered NdFeB coated with Al/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> multilayers by magnetron sputtering, *Appl. Surf. Sci.* 257 (2011) 3980–3984. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2010.11.162>.
- [18] C. Park, Y. Kim, S. Lee, W. Lee, Y. Sung, Surface-discharge characteristics of MgO-thin films prepared by reactive RF unbalanced magnetron sputtering, *Thin Solid Films.* 366 (2000) 88–94.
- [19] M. Ben Rabha, M. Salem, M.A. El Khakani, B. Bessais, M. Gaidi, Monocrystalline silicon surface passivation by Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/porous silicon combined treatment, *Mater. Sci. Eng. B Solid-State Mater. Adv. Technol.* 178 (2013) 695–697. <https://doi.org/10.1016/j.mseb.2012.11.021>.
- [20] M. Kodu, J. Raud, M. Aints, T. Avarmaa, V. Denks, J. Choi, E. Feldbach, R. Jaaniso, M. Kirm, M. Lee, A. Maaros, Y.T. Matulevich, H. Mändar, V. Sammelselg, Structural and discharging properties of MgO thin films prepared by pulsed laser deposition, *Thin Solid Films.* 519 (2010) 846–851. <https://doi.org/10.1016/j.tsf.2010.08.136>.

- [21] K.H. Kim, M.S. Lee, J.S. Choi, J.P. Ahn, Microstructural and textural characterization in MgO thin film using HRTEM, *Thin Solid Films*. 517 (2009) 3995–3998. <https://doi.org/10.1016/j.tsf.2009.01.167>.
- [22] B.P. Dhonge, T. Mathews, S.T. Sundari, C. Thinaharan, M. Kamruddin, S. Dash, A.K. Tyagi, Spray pyrolytic deposition of transparent aluminum oxide (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) films, *Appl. Surf. Sci.* 258 (2011) 1091–1096. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2011.09.040>.
- [23] S.G. Kim, K.H. Choi, J.H. Eun, H.J.K. U, C. Seung, Effects of additives on properties of MgO thin films by electrostatic spray deposition, (2000) 694–698.
- [24] P.K. Nayak, M.N. Hedhili, D. Cha, H.N. Alshareef, High performance In<sub>2</sub>O<sub>3</sub> thin film transistors using chemically derived aluminum oxide dielectric, *Appl. Phys. Lett.* 103 (2013) 1–5. <https://doi.org/10.1063/1.4816060>.
- [25] Z. Habibah, a. N. Arshad, L.N. Ismail, R. a. Bakar, M. Rusop, Chemical Solution Deposited Magnesium Oxide Films: Influence of Deposition Time on Electrical and Structural Properties, *Procedia Eng.* 56 (2013) 737–742. <https://doi.org/10.1016/j.proeng.2013.03.187>.
- [26] X. Liao, X. Yan, P. Lin, S. Lu, Y. Tian, Y. Zhang, Enhanced performance of ZnO piezotronic pressure sensor through electron-tunneling modulation of MgO nanolayer, *ACS Appl. Mater. Interfaces*. 7 (2015) 1602–1607. <https://doi.org/10.1021/am5070443>.
- [27] X. Guo, H. Dong, W. Li, N. Li, L. Wang, Multifunctional MgO layer in perovskite solar cells, *ChemPhysChem*. 16 (2015) 1727–1732. <https://doi.org/10.1002/cphc.201500163>.
- [28] Z. Liang, Z. Bi, K. Gao, Y. Fu, P. Guan, X. Feng, Z. Chai, G. Xu, X. Xu, Interface modification via Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> with retarded charge recombinations for mesoscopic perovskite solar cells fabricated with spray deposition process in the air, *Appl. Surf. Sci.* 463 (2019) 939–946. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2018.08.077>.
- [29] N. Matsuki, J. Ohta, H. Fujioka, M. Oshima, M. Yoshimoto, H. Koinuma, Fabrication of oxide-gate thin-film transistors using PECVD/PLD multichamber system, *Sci. Technol. Adv. Mater.* 1 (2000) 187–190. [https://doi.org/10.1016/S1468-6996\(00\)00018-8](https://doi.org/10.1016/S1468-6996(00)00018-8).
- [30] X. Ding, J. Zhang, H. Zhang, H. Ding, C. Huang, J. Li, W. Shi, X. Jiang, Z. Zhang, ZrO<sub>2</sub> insulator modified by a thin Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> film to enhance the performance of InGaZnO thin-film transistor, *Microelectron. Reliab.* 54 (2014) 2401–2405. <https://doi.org/10.1016/j.microrel.2014.06.011>.
- [31] K. Takhar, B.B. Upadhyay, Y.K. Yadav, S. Ganguly, D. Saha, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> formed by post plasma oxidation of Al as a Gate dielectric for AlGa<sub>N</sub>/Ga<sub>N</sub> MIS-HEMTs, *Appl. Surf. Sci.* 481 (2019) 219–225. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2019.03.065>.
- [32] Y. Koda, H. Sugita, T. Suwa, R. Kuroda, T. Goto, A. Teramoto, S. Sugawa, Low leakage current Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> metal-insulator-metal capacitors formed by atomic layer

- deposition at optimized process temperature and O<sub>2</sub> post deposition annealing, in: ECS Trans., Electrochemical Society Inc., 2016: pp. 91–100.  
<https://doi.org/10.1149/07204.0091ecst>.
- [33] P. Wargo, B. V. Haxby, W.G. Shepherd, Preparation and properties of thin film MgO secondary emitters, *J. Appl. Phys.* 27 (1956) 1311–1316.  
<https://doi.org/10.1063/1.1722256>.
- [34] E.P. Helvenston, D.A. Stewart, United States Patent 0 ", (1970) 3–4.
- [35] K. Wefers, C. Misra, Oxides and Hydroxides of Aluminum, *Alcoa Tech. Pap.* 19 (1987) 1–100.
- [36] J.D. Edwards, F. Keller, Formation of Anodic Coatings on Aluminum, *Trans. Electrochem. Soc.* 79 (1941) 135. <https://doi.org/10.1149/1.3071266>.
- [37] A. You, M.A.Y. Be, I. In, The Crystal Structure of Synthetic Boehmite, 495 (2004).
- [38] MCBgi Review, 31 (1970).
- [39] M.T.D.E.T. Al, M. Duffy, J.E. Carnes, : N6-42, (1974).
- [40] H. Birey, Dielectric properties of aluminum oxide films, *J. Appl. Phys.* 49 (1978) 2898–2904. <https://doi.org/10.1063/1.325174>.
- [41] T.M. Davidson, S.D. Senturia, ALUMINUM OXIDE THIN FILMS WITH APPLICATION TO INTEGRATED MOISTURE SENSORS a matched anid E :, (1982).
- [42] K.P. Pande, V.K.R. Nair, D. Gutierrez, Plasma enhanced metal-organic chemical vapor deposition of aluminum oxide dielectric film for device applications, *J. Appl. Phys.* 54 (1983) 5436–5440. <https://doi.org/10.1063/1.332725>.
- [43] V.R. Shinde, C.D. Lokhande, R.S. Mane, S.-H. Han, Hydrophobic and textured ZnO films deposited by chemical bath deposition: annealing effect, *Appl. Surf. Sci.* 245 (2005) 407–413. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2004.10.036>.
- [44] A. Begum, A. Hussain, A. Rahman, chemically prepared nanocrystalline lead selenide thin films Effect of deposition temperature on the structural and optical properties of chemically prepared nanocrystalline lead selenide thin films, (2014).  
<https://doi.org/10.3762/bjnano.3.50>.
- [45] D.A. Mazón-Montijo, M. Sotelo-Lerma, M. Quevedo-López, M. El-Bouanani, H.N. Alshareef, F.J. Espinoza-Beltrán, R. Ramírez-Bon, Morphological and chemical study of the initial growth of CdS thin films deposited using an ammonia-free chemical process, *Appl. Surf. Sci.* 254 (2007) 499–505.  
<https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2007.06.041>.
- [46] K.J. Ramos-corella, M. Sotelo-lerma, A.A. Gil-salido, J.L. Rubio-pino, O. Auciello, Controlling crystalline phase of TiO<sub>2</sub> thin films to evaluate its biocompatibility



ABSTRACT, (2019).

- [47] T.P. Gujar, V.R. Shinde, C.D. Lokhande, R.S. Mane, S.H. Han, Bismuth oxide thin films prepared by chemical bath deposition (CBD) method: Annealing effect, *Appl. Surf. Sci.* 250 (2005) 161–167. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2004.12.050>.
- [48] D.R. Askeland, P.P. Phulé, *By Arkanosant...*, 4ta Edició (2004).
- [49] O. Pakma, Current Mechanism in HfO<sub>2</sub> -Gated Metal-Oxide-Semiconductor Devices, 2012 (2012). <https://doi.org/10.1155/2012/858350>.
- [50] S. Hlali, A. Farji, N. Hizem, L. Militaru, A. Kalboussi, A. Souifi, High temperature and voltage dependent electrical and dielectric properties of TiN/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/p-Si MIS structure, *J. Alloys Compd.* 713 (2017) 194–203. <https://doi.org/10.1016/j.jallcom.2017.04.165>.

## Anexos

### Resumen de productos obtenidos

Este trabajo de investigación se realizó en el Departamento de Investigación en Polímeros y Materiales de la Universidad de Sonora en Hermosillo, Sonora, México en el periodo de tiempo de agosto de 2017 a julio de 2021.

### Resultados del proyecto de tesis publicados

2019.- G. Suárez-Campos, D. Cabrera-German, J.A. García-Valenzuela, M. Cota-Leal, J.L. Fuentes-Ríos, M. Martínez-Gil, H. Hu, M. Sotelo-Lerma. ‘Controlled synthesis of Mg(OH)<sub>2</sub> thin films by chemical solution deposition and their thermal transformation to MgO thin films’. Ceramics International, DOI: <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2019.02.093>

2020.- G. Suárez-Campos, D. Cabrera-German, A.O. Castelo-González, C.H. Ávila-Avendaño, J.L. Fuentes-Ríos, M.A. Quevedo-López, R. Aceves, H. Hu, M. Sotelo-Lerma, ‘Characterization of aluminum oxide thin films obtained by chemical solution deposition and annealing for metal–insulator–metal dielectric capacitor applications’, Applied Surface Science, DOI: <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2020.145879>

### Publicaciones en colaboración

2021.- Carlos A. Rodríguez-Castañeda, Paola M. Moreno-Romero, Asiel N. Corpus-Mendoza, Guillermo Suárez-Campos, Margarita Miranda-Hernández, Mérida Sotelo-Lerma, and Hailin-Hu. ‘Thermal Evaporation–Oxidation Deposited Aluminum Oxide as an Interfacial Modifier to Improve the Performance and Stability of Zinc Oxide-Based Planar Perovskite Solar Cells’, Applied Energy Materials. DOI: <https://dx.doi.org/10.1021/acsaem.0c01106>

2019.- D. Cabrera-German, J.A. García-Valenzuela, M. Martínez-Gil, G. Suárez-Campos, Z. Montiel-González, M. Sotelo-Lerma, M. Cota-Leal. ‘Assessing the chemical state of chemically deposited copper sulfide: A quantitative analysis of the X-ray photoelectron spectra of the amorphous to-covellite transition phases’. Applied Surface Science, DOI: <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2019.03.054>

2018.- J.A. García-Valenzuela, D. Cabrera-German, M. Cota-Leal, G. Suárez-Campos, M. Martínez-Gil, F. Romo-García, R. Baez-Gaxiola, M. Sotelo-Lerma, J. Andreu, and J.

Bertomeue. 'Modulation of argon pressure as an option to control transmittance and resistivity of ZnO:Al films deposited by DC magnetron sputtering: on the dark yellow films at  $10^{-7}$  Torr base pressures'. *Revista Mexicana de Física*, 2018, vol. 64, num. 6, p. 566-576.

# Thermal Evaporation–Oxidation Deposited Aluminum Oxide as an Interfacial Modifier to Improve the Performance and Stability of Zinc Oxide-Based Planar Perovskite Solar Cells

Carlos A. Rodríguez-Castañeda,\* Paola M. Moreno-Romero, Asiel N. Corpus-Mendoza, Guillermo Suárez-Campos, Margarita Miranda-Hernández, Mérida Sotelo-Lerma, and Hailin Hu\*

Cite This: <https://dx.doi.org/10.1021/acsaem.0c01106>

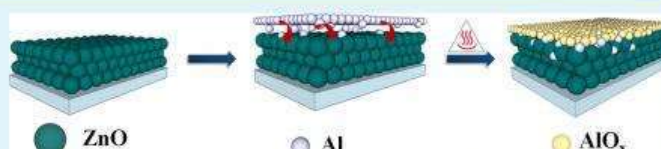
Read Online

ACCESS |

Metrics & More

Article Recommendations

Supporting Information



**ABSTRACT:** The acid–base chemistry at the interface of zinc oxide (ZnO) and methylammonium lead tri-iodide (perovskite) leads to a proton transfer reaction that results in perovskite degradation. In perovskite solar cells (PSCs), this reaction produces low efficiency and reduces the long-term stability. In this work, an aluminum (Al) layer of 1–2 nm thickness is thermally evaporated on top of ZnO or Al<sup>3+</sup>-doped ZnO (ZnO:Al) thin films and then annealed at 450 °C for 30 min. Thermal annealing converts the surface aluminum film into a transparent and approximately 2 nm thick aluminum oxide (AlO<sub>x</sub>) layer. Also, a larger concentration of oxygen vacancies is obtained by the annealing of Al and attributed to the diffusion of Al into the ZnO surface, and the ZnO underlayer results in a more conductive material. As a result, the chemical stability of perovskite coatings on top of AlO<sub>x</sub>-coated ZnO films is significantly enhanced, and the flat-band level of ZnO shifts 0.09 eV upwards, which improves the energetic level alignment in PSCs. This allows us to obtain ZnO:Al/AlO<sub>x</sub>-based planar PSCs that show a maximum efficiency of 16.56% with the perovskite layer prepared in ambient conditions under a relative humidity of 40–50%. After continuous illumination of about 30 min in air, ZnO-based PSCs without AlO<sub>x</sub> layer retain only 34.5% of their original efficiency, whereas those with AlO<sub>x</sub> retain about 92.5%. It is demonstrated that thermal evaporation–oxidation is an efficient method to modify the surface properties of inorganic semiconductor thin films and improves both the performance and stability of PSCs.

**KEYWORDS:** zinc oxide, thermal evaporation and oxidation, thermal diffusion doping, interfacial modifier, perovskite solar cells, photovoltaic stability

## 1. INTRODUCTION

Research in solution-processed methylammonium lead halide or hybrid perovskite thin films has contributed to the optoelectronic enhancement of perovskite solar cells (PSCs) with power conversion efficiencies (PCEs) exceeding 20%.<sup>1</sup> Part of this progress is due to the development of distinct electron transport layers (ETLs), which are an important component of PSCs.<sup>2</sup> In typical planar PSCs, a perovskite absorber layer is deposited on the ETL followed by the hole transport layer deposition. The most commonly used ETLs are the titanium oxide (TiO<sub>2</sub>) and tin oxide (SnO<sub>2</sub>). TiO<sub>2</sub> is prone to interaction with atmospheric oxygen, especially when photoexcited by UV light.<sup>3</sup> This promotes photo-oxidation of the materials in contact, including perovskites and, as a result, reduces the long-term stability of the solar cells.<sup>4</sup> On the other hand, long-term stability of SnO<sub>2</sub>-based PSCs is better than that of TiO<sub>2</sub>-based devices.<sup>5</sup> Nevertheless, SnO<sub>2</sub> films suffer from temperature-dependent non-ideal electron mobility<sup>6</sup> and

high trap-state density at low annealing temperature or crack defect morphology induced by high annealing temperature.<sup>7</sup>

Despite the remarkable advancements in TiO<sub>2</sub>- and SnO<sub>2</sub>-based PSCs, state-of-the-art PSCs based on zinc oxide (ZnO) as the ETL attract considerable interest due to the high electrical performance<sup>8</sup> and exceptional optical transparency of ZnO thin films.<sup>9</sup> The first scientific article about ZnO planar PSCs, fabricated via spin-coating, reports a 15.7% of PCE by adopting a compact dense film of ZnO nanoparticles.<sup>10</sup> However, consequent reports confirm that any attempt to anneal the perovskite films deposited on ZnO films leads to its chemical decomposition.<sup>11,12</sup> Now, it is accepted that the

Received: May 13, 2020

Accepted: September 11, 2020

Published: September 11, 2020



## Full length article

# Assessing the chemical state of chemically deposited copper sulfide: A quantitative analysis of the X-ray photoelectron spectra of the amorphous-to-covellite transition phases



D. Cabrera-German<sup>a,b</sup>, J.A. García-Valenzuela<sup>c,b</sup>, M. Martínez-Gil<sup>a,b</sup>, G. Suárez-Campos<sup>a,b</sup>, Z. Montiel-González<sup>d</sup>, M. Sotelo-Lerma<sup>a</sup>, M. Cota-Leal<sup>a,b,\*</sup>

<sup>a</sup> Departamento de Investigación en Polímeros y Materiales, Universidad de Sonora, Blvd. Luis Encinas y Rosales s/n, Hermosillo, Sonora C.P. 83000, Mexico

<sup>b</sup> SMARTER-Lab Nucleus for Research & Divulgateion A.C., Blvd. Eusebio Francisco Kino No. 848, Hermosillo, Sonora C.P. 83150, Mexico

<sup>c</sup> Departamento de Ciencias Químico Biológicas, Universidad de Sonora, Blvd. Luis Encinas y Rosales s/n, Hermosillo, Sonora C.P. 83000, Mexico

<sup>d</sup> CONACYT-Centro de Investigación en Materiales Avanzados S.C., Unidad Monterrey, Apodaca, Nuevo León C.P. 66628, Mexico

## ARTICLE INFO

## Keywords:

Quantitative XPS  
Active background approach  
Copper sulfide  
Chemical bath deposition  
Peak-fitting  
X-ray photoelectron spectroscopy

## ABSTRACT

Precise determination of the chemical composition and structure of copper sulfides is important to understand the different phase properties. To contribute in this matter, a set of peak-fitting parameters that allows for an accurate reproduction and subsequent quantitative analysis of the X-ray photoemission spectra of copper sulfides films is presented. The results show that the as-deposited brown-gold film, obtained by chemical solution deposition, is composed of Cu(I) and that it has an amorphous nature with a chemical composition of  $\text{CuS}_{1.67 \pm 0.15}$ , which is related to the composition of a pyrite-type structure. After annealing in a nitrogen-rich atmosphere, the film turned blue-green and shows a mixed Cu(I)/Cu(II) state with photoemission signals characteristic of covellite where the chemical composition was determined to be  $\text{CuS}_{1.00 \pm 0.20}$ . This chemical composition, in addition to the X-ray diffraction results, supports that the as-deposited amorphous copper sulfide film, when annealed, certainly turns into covellite. All the results suggest that the proposed quantification method is suitable for quantitative analysis of copper sulfides, even when presenting an oxide overlayer.

## 1. Introduction

Determination of the copper (and sulfur) oxidation state in copper sulfides is still a debated issue. Uncertainty in this matter goes hand in hand with the uncertainty in the real chemical composition and structure of copper sulfide materials, for which at least nine defined structural phases are known to exist [1]: chalcocite ( $\text{Cu}_2\text{S}$ ), djurleite ( $\text{Cu}_{1.94}\text{S}$ ), digenite ( $\text{Cu}_{1.80}\text{S}$ ), anilite ( $\text{Cu}_{1.72}\text{S}$ ), geerite ( $\text{Cu}_{1.66}\text{S}$ ), spionkopite ( $\text{Cu}_{1.39}\text{S}$ ), yarrowite ( $\text{Cu}_{1.12}\text{S}$ ), covellite ( $\text{CuS}$ ), and a pyrite-type copper sulfide cubic phase ( $\text{CuS}_2$ ); conveniently, these phases are better referred in literature as  $\text{Cu}_x\text{S}$ . This diversity of phases makes copper sulfide an interesting material not only for technological areas, but also for fundamental research, this because of the need to understand the formation of the various stoichiometries of these materials. The reason for the latter is that the various stoichiometries of copper sulfide, each of which is assigned to a specific structural phase, present clearly distinct electrical and optical properties [2–7], which definitively define the ultimate application.

Although copper sulfide failed to form a stable solar cell structure when coupled with cadmium sulfide ( $\text{CdS}$ ), which was the driving force for the research on copper sulfides during its first years of study (with the discovery of the photovoltaic effect of this structure [8]), nowadays there is a renewed interest due to the current technological applications of these materials. For our particular case, for example, we are interested in the use of chemical-solution-deposited copper sulfide thin films as a precursor for the copper-zinc sulfide (CZS) ternary and copper-zinc-tin sulfide (CZTS) quaternary semiconducting compounds for applications in photovoltaics, as well as a precursor of copper iodide ( $\text{CuI}$ ) films [9] for application as a hole-transporting layer (HTL), which is also important in photovoltaics research. However, given that the electrical and optical properties largely depend on the structure and composition of the copper sulfides [2–7], the synthesis of these materials and the fabrication of devices (photovoltaic devices, in our case) should be done under well-defined and well-controlled conditions. In the same way, determining the real chemical composition of each copper sulfide phase is quite

\* Corresponding author at: Departamento de Investigación en Polímeros y Materiales, Universidad de Sonora, Blvd. Luis Encinas y Rosales s/n, Hermosillo, Sonora C.P. 83000, Mexico.

E-mail address: [mcota@smarterlab.com.mx](mailto:mcota@smarterlab.com.mx) (M. Cota-Leal).

<https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2019.03.054>

Received 2 November 2018; Received in revised form 22 February 2019; Accepted 5 March 2019

Available online 06 March 2019

0169-4332/© 2019 Published by Elsevier B.V.

## Modulation of argon pressure as an option to control transmittance and resistivity of ZnO:Al films deposited by DC magnetron sputtering: on the dark yellow films at $10^{-7}$ Torr base pressures

J.A. García-Valenzuela<sup>a,b,\*</sup>, D. Cabrera-German<sup>c,b,\*\*</sup>, M. Cota-Leal<sup>c,b</sup>, G. Suárez-Campos<sup>c,b</sup>, M. Martínez-Gil<sup>c,b</sup>,

F. Romo-García<sup>d,b</sup>, M.R. Baez-Gaxiola<sup>b</sup>, M. Sotelo-Lerma<sup>c</sup>, J. Andreu<sup>e,f</sup>, and J. Bertomeu<sup>e,f</sup>

<sup>a</sup>Departamento de Ingeniería Química y Metalurgia, Universidad de Sonora,

Bvld. Luis Encinas Johnson y Calle Rosales S/N, Col. Centro, 83000, Hermosillo, Sonora, Mexico.

\*e-mail: jgarciavlz@gmail.com; jorgealberto.garcia@unison.mx

<sup>b</sup>SMARTER-Lab Nucleus for Research & Divulcation, A.C.,

Bvld. Eusebio Francisco Kino No. 848, Local 6, Col. Pitic, 83150, Hermosillo, Sonora, Mexico.

\*\*e-mail: dagoberto.cabrera.iaf@gmail.com; dcabrera@cinvestav.mx

<sup>c</sup>Departamento de Investigación en Polímeros y Materiales, Universidad de Sonora,

Calle Rosales y Bvld. Luis Encinas Johnson S/N, Col. Centro, 83000, Hermosillo, Sonora, Mexico.

<sup>d</sup>Departamento de Física, Universidad de Sonora,

Calle Rosales y Bvld. Luis Encinas Johnson S/N, Col. Centro, 83000, Hermosillo, Sonora, Mexico.

<sup>e</sup>Departamento de Física Aplicada, Universitat de Barcelona,

Carrer de Martí i Franquès 1-11, 08028, Barcelona, Catalonia, Spain.

<sup>f</sup>Institut de Nanociència i Nanotecnologia, Universitat de Barcelona,

Av. de Joan XXIII S/N, 08028, Barcelona, Catalonia, Spain.

Received 25 June 2018; accepted 2 July 2018

In a previous paper, we reported that thin films of ZnO:Al [aluminum-zinc oxide (AZO)] deposited after achieving a very low base pressure [from  $4.0 \times 10^{-7}$  Torr ( $5.6 \times 10^{-5}$  Pa) to  $5.7 \times 10^{-7}$  Torr ( $7.6 \times 10^{-5}$  Pa)] result dark yellow in color and are resistive. These are undesirable characteristics for the application of AZO thin films as front electrodes in solar cells. However, given the increasingly tendency in the acquisition of equipment that allows us to reach excellent vacuum levels, it is necessary to find the deposition conditions that lead to an improving of transmittance without greatly impacting the electrical properties of materials deposited after achieving these levels of vacuum. In this way, the present work is focused on AZO thin films deposited after achieving a very low base pressure value:  $4.2 \times 10^{-7}$  Torr ( $5.6 \times 10^{-5}$  Pa). For this, we studied the effect of the variation of the oxygen volume percent in the argon/oxygen mixture (by maintaining the deposition pressure constant) and the effect of deposition pressure with only argon gas on the main properties of AZO thin films. The depositions were done at room temperature on glass substrates by direct-current magnetron sputtering with a power of 120 W (corresponding to a power density of  $2.63 \text{ W/cm}^2$ ). As a result, we found that the variation of deposition pressure with only argon gas is a good option for the control of optical and electrical properties, since the addition of oxygen, although improves transmittance, greatly impacts on the electrical properties. Furthermore, an interesting correlation was found between the optical and electrical properties and the chemical composition of the AZO films, the latter depending on the argon pressure (for this, a careful X-ray photoelectron spectroscopy analysis was performed).

## **Participación en congresos**

**2020.-** Participación en el Coloquio Bienal XIV en ciencia de materiales, del 10-12 de marzo de 2021 en Hermosillo Son. Presentando el trabajo en modalidad virtual “Caracterización de películas delgadas de óxido de aluminio obtenidas por deposición de solución y tratamiento térmico para aplicaciones de condensadores dieléctricos metal-aislante-metal”.

**2019.-** Participación en la reunión universitaria de materiales RUIM XXIV, del 6 al 8 de noviembre del 2019 en Hermosillo, Son. Presentando el trabajo “Síntesis y caracterización de películas delgadas compuestas de ZnO y Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> por un método en solución”.

**2019.-** Participación en el Coloquio Bienal XIII en ciencia de materiales, del 3 al 5 de Abril de 2019 en Hermosillo, Sonora. Presentando el trabajo ‘Controlled synthesis of Mg(OH)<sub>2</sub> thin films by chemical solution deposition and their thermal transformation to MgO thin films’.

**2018.-** Participación en la reunión universitaria de materiales RUIM XXIII, del 28 al 30 de noviembre de 2018 en Hermosillo, Sonora. Presentando el trabajo ‘Synthesis and characterization of amorphous Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> thin films by chemical bath deposition’.

**2017.-** Participación en la reunión universitaria de materiales RUIM XXII del 22 al 24 de noviembre de 2017 en Hermosillo, Sonora. Presentando el trabajo ‘Síntesis y caracterización de películas delgadas de Mg(OH)<sub>2</sub> obtenidas por depósito en baño químico y su conversión a MgO’.

**2016.-** Participación en la reunión universitaria de materiales RUIM XXI, del 30 de noviembre al 2 de diciembre de 2016 en Hermosillo, Sonora. Presentando el trabajo ‘películas delgadas de Mg(OH)<sub>2</sub> obtenidas por el depósito en baño químico’ (se anexa constancia).

**2015.-** Participación en el evento “Matemáticas en la calle: jugando con matemáticas y luz”, los días 19 y 20 de octubre de 2015.

**2012.-** Participación en la reunión universitaria de materiales RUIM, del 28 al 30 de noviembre de 2012 en Hermosillo, Sonora. Presentando el trabajo ‘Control lineal para un rectificador monofásico PWM puente completo’.

## **Estancia de Investigación**

**2020.-** Estancia de investigación científica en el laboratorio de ablación láser en el Centro de Nanociencias y Nanotecnología (CNYN) de la universidad autónoma de México (UNAM) a cargo del Dr. Wencil de la Cruz Hernández, en el periodo del 24 de enero al 20 de marzo.

## Capacitor MIS

El capacitor MIS a diferencia del capacitor MIM cuenta con un material semiconductor, este semiconductor puede ser tipo-p o tipo-n, teniendo la siguiente estructura del dispositivo MIS vidrio/metal/dieléctrico/semiconductor/metal, como se puede apreciar en la figura 5. Al aplicarle un voltaje a los metales y dependiendo de la polarización, en el dieléctrico se formará un campo eléctrico el cual mediante inducción la cual afectará la superficie del semiconductor incrementando la densidad de electrones, disminuyendo la densidad de huecos libres y dejando atrás centros de aceptores ionizados (Na).

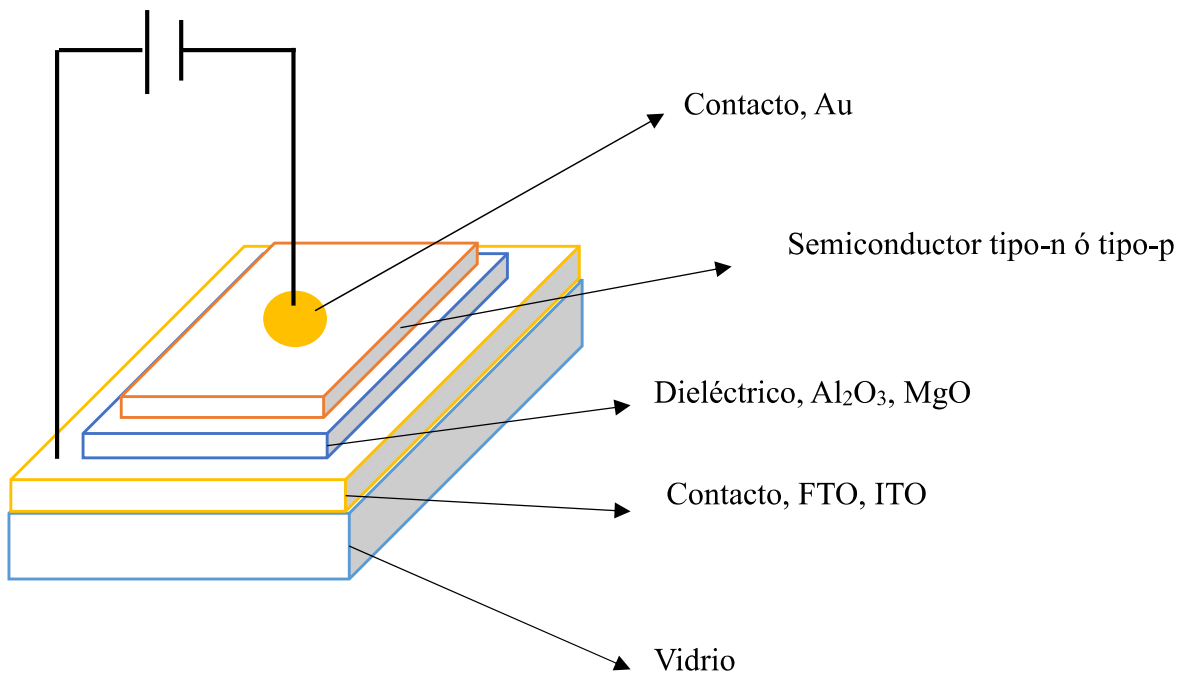


Figura 5. Esquema de un capacitor MIS

Lo anterior se puede explicación mediante el diagrama de bandas de la Figura 6. En la Figura 6a se puede observar un diagrama de bandas de un capacitor MIS ideal utilizando un semiconductor tipo-p, donde no se presenta una flexión de la banda inducida en la estructura, debido a que los niveles de fermi del semiconductor y el metal se encuentran alineados. En



cambio, en la Figura 6b, al aplicarle una carga positiva ( $+V_G$ ) en el metal de la compuerta, el semiconductor sentirá carga negativa de misma magnitud ( $+V_S$ ), donde la carga negativa repercute en el incremento en la densidad de electrones y en la disminución de densidad de huecos libres, dejando atrás centros aceptores ionizados ( $N_a$ ). Para la densidad de portadores libres se acomodan a estos cambios las bandas dentro del semiconductor tendrán que doblarse hacia abajo cerca de su superficie, lo anterior se supone para el caso de un voltaje de polarización pequeño que logra mover hacia abajo el nivel de fermi del metal y el potencial de la superficie del semiconductor, de esta manera, la densidad de electrones  $n_s$  de la superficie es pequeña en comparación con  $N_a$  y se dice que la superficie está agotada de huecos libres.

En el caso de un gran voltaje de polarización positiva como se puede apreciar en la Figura 6c, se presenta una flexión de la banda  $V_s$ , y la concentración de electrones libres en la superficie es mayor a  $N_a$  y la superficie del semiconductor ahora esta invertida. En medio de polarizar positivamente los metales con un bajo voltaje o con un alto voltaje se puede obtener una flexión de la banda donde  $V_s=V_F$ , donde la superficie sería intrínseca por lo tanto  $n_s=p_s=n_i$ .

Finalmente, en la Figura 6d, al aplicarle un voltaje de polarización negativo, en la superficie del semiconductor se inducirá incremento en la carga positiva, esto debido al incremento en de la densidad de huecos libres, en este caso se dice que la superficie es acumuladora. Para el caso de un semiconductor tipo-n para cada una de las figuras ocurrirá una situación opuesta.

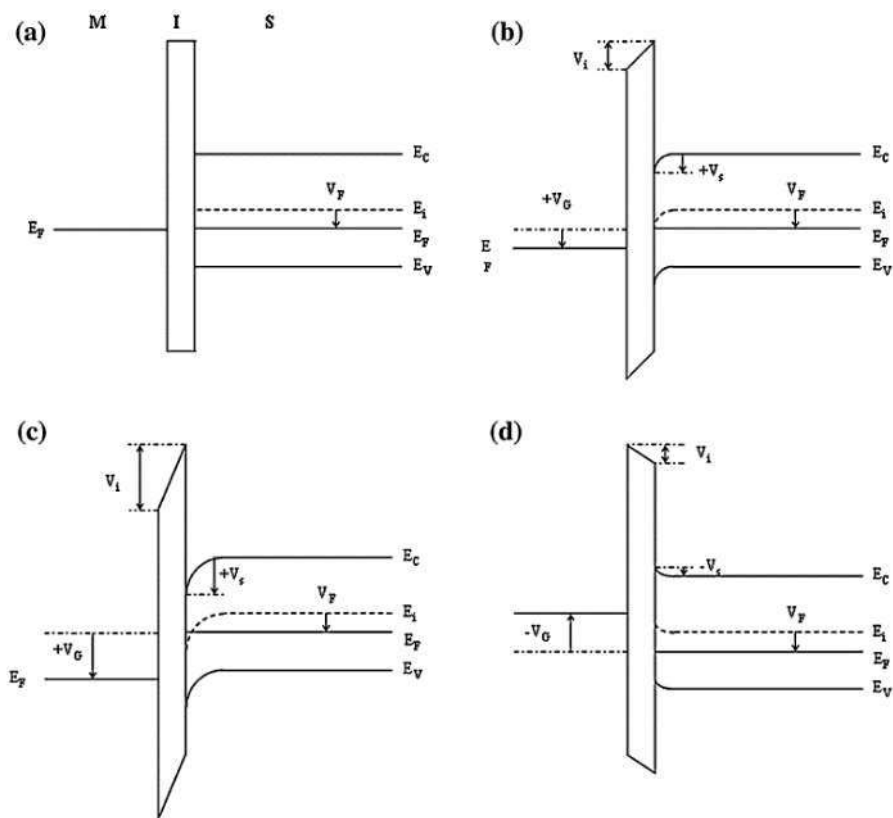


Figura 6. Metal-aislante-semiconductor ideal, MIS, diagramas de bandas, que muestra diferentes condiciones de carga en la superficie de un sustrato semiconductor tipo p: a) bandas planas, b) agotamiento de huecos, c) inversión de electrones y d) acumulación de huecos.

Una gama de parámetros como el efecto de capa aislante, interfaz de estados ( $N_{ss}$ ) y la resistencia en serie ( $R_s$ ) tienen una gran influencia en las características eléctricas de los dispositivos MIS [19]. Los parámetros antes mencionados se pueden obtener a partir de las caracterizaciones eléctricas del dispositivo MIS, tales como las mediciones de capacitancia contra voltaje (C-V) y conductancia contra voltaje ( $G/\omega$ -V). Como se mencionó anteriormente los capacitores MIS cuentan con tres distintos regímenes acumulación-agotamiento-inversión donde los valores de C-V y  $G/\omega$ -V decrecen en la región de agotamiento debido a  $N_{ss}$  y  $R_s$  de la estructura MIS, generalmente en la interfaz semiconductor/dieléctrico [49].

Por lo tanto, para obtener los valores de  $N_{ss}$  y  $R_s$  se emplean dos distintos métodos, el de conductancia y el de Hill-Coleman, respectivamente. En el caso de  $R_s$  del dispositivo MIS se

puede obtener de la capacitancia ( $C_m$ ) y conductancia ( $G_m$ ) medidos en una región de acumulación fuerte método a una frecuencia de 1 MHz, así, sustituyendo valores en la siguiente ecuación se puede encontrar  $R_s$ .

$$R_s = \frac{G_m}{G_m^2 + (\omega C_m)^2} \quad \text{ec. (4)}$$

Posteriormente para estimar  $N_{ss}$  se emplea la siguiente fórmula:

$$N_{ss} = \left( \frac{2}{qA} \right) \left[ \frac{(G/\omega)_{max}}{\left( (G/\omega)_{max}/C \right)^2 + \left( 1 - C_m/C \right)^2} \right] \quad \text{ec. (5)}$$

Donde de igual manera se emplean los valores de  $C_m$  y  $G_m$  además de la capacitancia del dieléctrico ( $C$ ) ecuación (1),  $\omega$  es la frecuencia angular,  $A$  es el área del dispositivo. Las mediciones de  $V$  se llevan a cabo a una frecuencia suficientemente alta aproximadamente 1 MHz, la contribución de la capacitancia del estado de la interfaz a la capacitancia total puede despreciarse porque apenas puede seguir la señal de CA [50].

### **Transistor de película delgada (TFT)**

El transistor de película delgada (TFT) es un tanto parecido al capacitor MIS, solo que este cuenta con dos contactos en el semiconductor los cuales son la fuente (source) y el drenaje (drain), el otro contacto se encuentra en la parte inferior del dieléctrico y se llama compuerta (gate). La estructura de un TFT es la siguiente: vidrio/metal/dieléctrico/semiconductor/metal como se puede observar en la Figura 7.

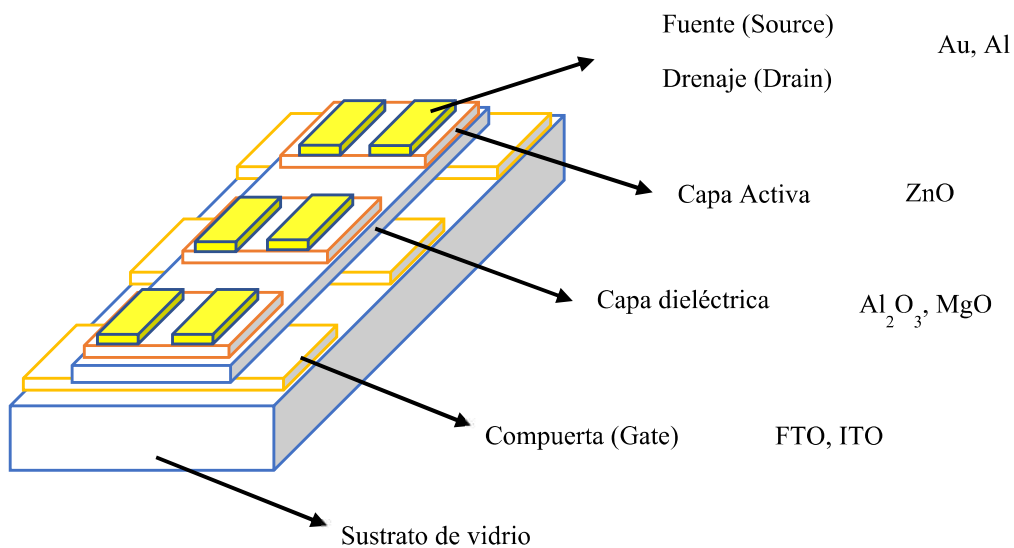


Figura 7. Esquema Transistor de película delgada (TFT)

En la figura 8 se pueden observar el diagrama de polarización y la familia de curvas de un transistor de película delgada, respectivamente. El diagrama de polarización muestra una fuente de voltaje entre los contactos encontrados en el semiconductor fuente-drenaje y otra fuente entre los contactos fuente-compuerta, donde al ir variando el voltaje entre la fuente-drenaje va obteniendo un incremento en la corriente del drenaje  $I_D$  (mA), de esta manera se logra un incremento en la región óhmica y por lo tanto una corriente de saturación mayor, este fenómeno se debe a la intensidad del campo eléctrico generado debido a la película delgada del dieléctrico.

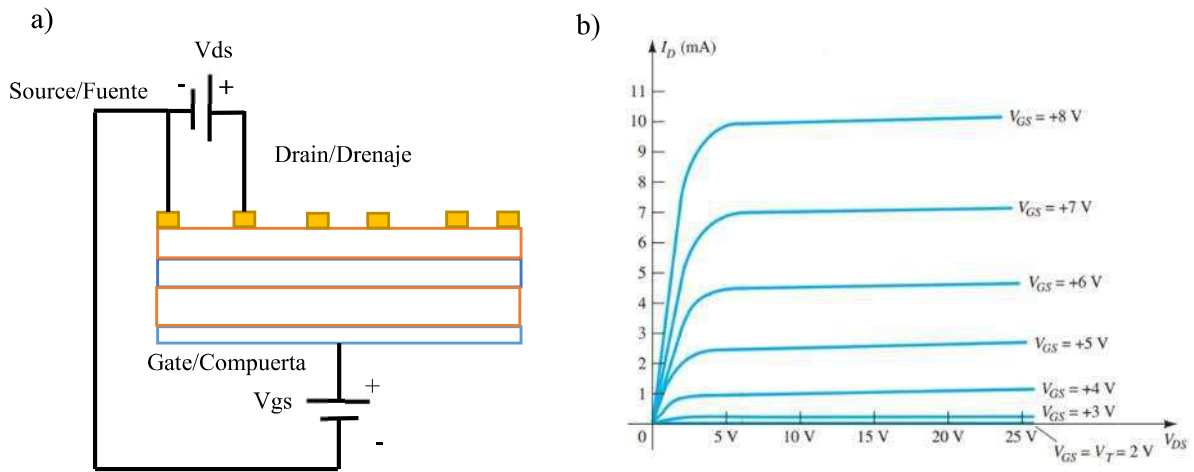


Figura 8. Transistor de película delgada a) diagrama de polarización de transistor de películas delgadas y b) familia de curvas del transistor de película delgada

Una caracterización básica, para este tipo de dispositivo es la medición de corriente contra voltaje, en donde, se realiza un barrido de voltaje de cero a voltajes positivos entre la fuente y el drenaje mientras el voltaje de la compuerta se mantiene constante, posteriormente se realiza un nuevo barrido de voltaje, pero con un incremento de voltaje en la compuerta y así sucesivamente, de lo comentado anteriormente se puede obtener la movilidad de saturación ( $\mu_{sat}$ ) siguiendo la siguiente ecuación:

$$I_D = \left( \frac{C_i W \mu_{sat}}{2L} \right) (V_G - V_T)^2 \quad \text{ec. (6)}$$

Donde  $C_i$  es la capacitancia dieléctrica de la compuerta por unidad de área,  $W$  y  $L$  son el ancho y la longitud del canal,  $V_G$  es el voltaje de la compuerta y  $V_T$  es el voltaje umbral, que se determina en la región de saturación mediante un ajuste lineal al graficar  $I_D^{1/2}$  contra  $V_G$ .