

# **SISTEMA DE DEPÓSITO POR CAPAS ATÓMICAS TÉRMICO PARA LA SÍNTESIS DE PELÍCULAS DELGADAS DE ÓXIDO DE HAFNIO**

## *THERMAL ATOMIC LAYER DEPOSITION SYSTEM FOR THE SYNTHESIS OF HAFNIUM OXIDE THIN FILMS*

**Antonio Ramos Carrasco**

Universidad de Sonora, México

*antonio.ramos@unison.mx*

**Rodrigo Iván González Valenzuela**

Universidad de Sonora, México

*ivan.glz.98@gmail.com*

**Frank Romo García**

Universidad de Sonora, México

*frank.romo@unison.mx*

**María Elena Anaya Pérez**

Universidad de Sonora, México

*elena.anaya@unison.mx*

**Recepción:** 3/noviembre/2021

**Aceptación:** 7/marzo/2022

### **Resumen**

El depósito por capas atómicas (ALD, Atomic Layer Deposition) es un proceso de fabricación de películas delgadas que ha mantenido su relevancia durante los últimos años, impulsando a los laboratorios de nanofabricación a poseer, de forma casi obligatoria, un sistema de depósito atómico.

Por medio del diseño e implementación de un sistema mecatrónico basado en modelado mecánico CAD, instrumentación virtual y automatización, este trabajo presenta un equipo capaz de producir, de forma controlada y reproducible, películas nanométricas de óxido de hafnio utilizando Tetrakis (etilmetilamino) hafnio (IV) y vapor de agua como precursores, y nitrógeno como gas de purga.

Como resultado, las pruebas realizadas al equipo obtenido mostraron un control de la secuencia de depósito configurada desde una interfaz gráfica, un rango de temperatura de 25 a 700 °C, un flujo de nitrógeno entre los 0 y 200 SCCM, y una presión de vacío mínima de 14 mTorr.

**Palabras Clave:** ALD, automatización, Óxido de Hafnio, películas nanométricas.

## **Abstract**

*Atomic Layer Deposition (ALD) is an ultrathin film fabrication process that has remained relevant in recent years, prompting nanofabrication laboratories to have an atomic deposition system almost mandatory.*

*Through the design and implementation of a mechatronic system based on CAD mechanical modeling, virtual instrumentation and automation, this work presents an equipment capable of producing, in a controlled and reproducible way, nanometric hafnium oxide films using Tetrakis (ethylmethylamino) hafnium (IV) and water vapor as precursors, and nitrogen as purge gas.*

*As a result, the tests performed on the equipment obtained showed a control of the deposition sequence configured from a graphical interface, a temperature range of 25 to 700 °C, a nitrogen flow between 0 and 200 SCCM, and a minimum vacuum pressure of 14 mTorr.*

**Keywords:** ALD, automation, Hafnium Oxide, nanometric films.

## **1. Introducción**

El depósito por capas atómicas (ALD, por sus siglas en inglés Atomic Layer Deposition) es un proceso de fabricación en el que se realiza la síntesis de una película ultradelgada sobre un sustrato, proporcionada por múltiples materiales gaseosos aplicados de manera alternada y cíclica. Teóricamente, el ALD implica la adsorción y reacción de cada uno de los precursores en completa ausencia de los otros materiales [Eastman Kodak Company, 2012]. La relevancia que la técnica ALD ha mantenido durante los últimos años, ha impulsado a los laboratorios de nanofabricación a poseer, de forma casi obligatoria, un sistema de depósito atómico, idea sostenida por los autores [Nam, 2011], [Romo, 2018] y [Romo, 2019].

El ALD brinda la posibilidad de producir óxidos metálicos, una de las ramas de investigación más predominantes referente a la elaboración de materiales por medio de esta técnica, ya que estos óxidos son utilizados de forma destacada para la fabricación de dispositivos electrónicos a base de silicio [Nam, 2020].

El dióxido de silicio ( $\text{SiO}_2$ ), es el material dieléctrico más comúnmente usado, no obstante, existen investigaciones y propuestas de nuevos materiales que han surgido para sustituir su implementación en dispositivos de menor escala, tal como describen [Gaskins, 2017] y [Widjaja, 2002].

Los óxidos de alta constante dieléctrica (alto valor de  $\kappa$ ) son una excelente alternativa al dióxido de silicio para mejorar el rendimiento de los nanoelectrónicos, pues presentan un desempeño sobresaliente en los dispositivos de almacenamiento de energía, fotovoltaicos, optoelectrónicos, de alta frecuencia, de alta potencia y de alta temperatura, además de presentar ventajas al ser producidos por medio de ALD, con una temperatura de fabricación relativamente baja, una densidad atómica alta, una reducción en los defectos de recubrimiento y una buena estabilidad termodinámica [Gaskins, 2017]. Por su parte, el dióxido de hafnio ( $\text{HfO}_2$ ) se ha posicionado como una de las opciones más apropiadas para sustituir al  $\text{SiO}_2$  debido a su elevado valor de constante dieléctrica  $\kappa \approx 25$  [Chen, 2007]. En el proceso de fabricación del  $\text{HfO}_2$  existen diferentes materiales que se pueden emplear para su obtención, sin embargo, en este trabajo se considera el depósito a partir del uso del metalorgánico Tetrakis (etilmetilamino)hafnio (IV) (TEMAH, por sus siglas en inglés) como precursor, teniendo como reactante vapor de agua  $\text{H}_2\text{O}$ , gas nitrógeno  $\text{N}_2$  como elemento de purga para el sistema, y un sustrato de silicio como superficie a depositar. Inicialmente, se realizaban películas delgadas de óxido de hafnio a partir de tetracloruro de hafnio (IV). Sin embargo, el uso de dicho material implica contenido residual de cloro, un aspecto importante a considerar ya que la contaminación por este elemento tiene repercusiones que pueden llevar a la inestabilidad y deterioro en el rendimiento [Chen, 2007]. Por consecuencia, la implementación del TEMAH es una alternativa que mejora la calidad de las capas atómicas además de ser más eficiente requiriendo menos temperatura de depósito. El proceso de nanofabricación por medio de ALD requiere del diseño y control de un equipo específico, por lo que la obtención de un dispositivo comercial no sólo implica una limitante económica sino que requiere de personal técnico capacitado en su uso; por lo tanto, por medio del diseño e implementación de un sistema mecatrónico basado en modelado mecánico CAD, instrumentación virtual y

automatización, esta investigación propone como resultado la obtención de un equipo capaz de producir películas nanométricas de óxido de hafnio de forma controlada y reproducible. La importancia de contar con un equipo diseñado para un laboratorio principalmente recae en que éste puede satisfacer la producción necesaria para la experimentación en la investigación de proyectos académicos, sin malemployar un equipo para producción industrial, además de promover la investigación y desarrollo tecnológico para la obtención de equipamiento menos costoso y de un mantenimiento más sencillo y accesible.

## **2. Métodos**

Para dar comienzo al proyecto, fue necesario realizar una revisión detallada de la técnica de depósito de capas atómicas y así conocer el aspecto teórico de su funcionamiento para, posteriormente, determinar los aspectos que serán aplicados al diseño de un sistema ALD. Cada propuesta de diseño y su implementación fue desarrollada con base en el funcionamiento del ALD, y con el objetivo de presentar características que mejoren el rendimiento de los procesos de síntesis e impliquen un buen acoplamiento entre los componentes que han sido considerados para utilizarse como una cámara de reacción ya existente.

### **Diseño y modelado CAD de la estación ALD**

En esta primera fase se utilizó el software SolidWorks para el modelado de los distintos elementos que componen todo el sistema de ALD, desde su red neumática hasta el gabinete del control eléctrico. Además, con el fin de diseñar un circuito impreso (PCB, por sus siglas en inglés *Printed Circuit Board*) para el circuito de control, se usó el software KiCad. Las actividades de esta fase son:

- Dibujar en software la cámara y conexiones neumáticas: Consiste en hacer uso de herramientas de medición para determinar los valores de las dimensiones de la cámara y sus componentes.
- Diseñar las propuestas de mejora a implementar en el sistema: Consiste en el diseño y fabricación de los accesorios (PCB, porta muestras, gabinete y panel) que favorezcan al equipo ALD.

## **Diseño y programación de interfaz gráfica**

Esta parte de la metodología consistió en la implementación de una Raspberry Pi como computadora central en el uso de elementos electrónicos y su conexión a través de un circuito. Cabe mencionar que las principales implicaciones en el uso de la tarjeta y los circuitos diseñados se desglosarán a detalle. También se realizó el diseño de una PCB implementada en el circuito de control a través de KiCad. En esta fase del proyecto se cumplieron los siguientes objetivos:

- Programación de la interfaz gráfica: Diseñar y programar una interfaz gráfica de usuario para el control de la apertura de las válvulas ALD y la secuencia de depósito, teniendo en cuenta las diferentes funciones para la preparación del proceso de depósito.
- Diseño del circuito electrónico de control: Determinar los elementos que serán usados para el circuito, además del diseño y fabricación de una placa impresa para el montaje de un potenciómetro digital, encargado del control del flujómetro, y puertos que faciliten la conexión de la Raspberry Pi a los diferentes componentes del circuito de control.

## **Construcción e instalación del gabinete de control**

En este apartado se realizó la construcción e integración del dispositivo, con el objetivo de obtener la totalidad del sistema montado en la estación del laboratorio para proceder con las pruebas de funcionamiento. Para llevar a cabo las actividades fue necesario contar con las herramientas para el ensamblaje de los componentes, además de apegarse a las indicaciones de instalación de los proveedores con el objetivo de no dañar la integridad de los dispositivos usados. Las actividades realizadas fueron:

- Instalación del gabinete de control: Consiste en ensamblar los elementos estructurales del tablero y situar los dispositivos de control sobre éste.
- Conexión del sistema neumático: En esta tarea se realiza el montaje de los elementos acoplados a la cámara de depósito, poniendo especial atención a los protocolos de instalación de las conexiones, ya que la hermeticidad del sistema requiere de un ajuste preciso entre componentes.

- Conexión del circuito: Esta actividad requiere de la instalación de los componentes en el tablero y gabinete de control, de soldar los elementos electrónicos a la placa impresa y corroborar su funcionamiento por medio de la medición de la continuidad de sus pistas, y finalmente, del cableado que comunica a los componentes.
- Instalación del control de temperatura y cintas térmicas: Consiste en fijar las cintas térmicas a las paredes de la cámara de depósito y establecer el cableado correspondiente a los controles de temperatura que proveerán la energía eléctrica para alcanzar las condiciones para el depósito.

### **Pruebas del funcionamiento**

Finalmente, se realizaron pruebas para determinar las características del funcionamiento del equipo. Se efectuaron mediciones de las condiciones esenciales del sistema: la presión de vacío, la temperatura de la cámara, la secuencia de apertura de válvulas y el control del valor en el flujo del controlador másico. Las actividades correspondientes a esta sección fueron:

- Pruebas de vacío: En esta tarea se sometió al sistema ALD a presión de vacío, la cual fue monitoreada con la ayuda de un sensor (anteriormente instalado) y fue cronometrado su comportamiento.
- Pruebas de funcionamiento preliminares: Consiste en realizar pruebas que simulen una secuencia de depósito; se analizó el funcionamiento del flujo de nitrógeno, la presión de vacío de trabajo, la estabilidad de la temperatura en el sistema, y la secuencia y tiempos de disparos de aperturas de las válvulas ALD.

## **3. Resultados**

### **Diseño y modelado digital de la estación ALD**

Se optó por realizar un modelado 3D en software SolidWorks como se observa en la figura 1. Se considera el diseño de la cámara como el elemento principal del segmento neumático, añadido a éste se acoplan en un archivo de ensamblaje los demás elementos de la red neumática, como las tuberías y conexiones, las válvulas

ALD, el sensor de vacío con su válvula de fuelle correspondiente y el flujómetro Omega FMA-2618A. Además, se incluye dentro del diseño la válvula para vacío de apertura manual.



Figura 1 Modelo en SolidWorks de la red neumática.

Debido al uso de la placa Raspberry Pi 3 B+ como dispositivo encargado de la programación del funcionamiento del sistema, se añadieron como dispositivos periféricos una pantalla táctil y un teclado numérico.

Se diseñó una propuesta de gabinete, véase figura 2, considerando el uso de perfiles de aluminio estructural recubierto con paredes de acrílico oscuro, que incluye los siguientes elementos para el tablero de control: una pantalla táctil de 5 pulgadas, un interruptor para encender el dispositivo, un teclado numérico y dos controladores térmicos Omega CN780.



Figura 2 Diseño del gabinete de control a la derecha de la red neumática.

### **Porta muestras reductor de volumen**

Haciendo uso del modelo CAD de la cámara de reacción, se diseñó un prototipo del porta muestras, véase la figura 3 que se adecúe con la construcción de la cámara y que pueda reducir el volumen de ésta. El dispositivo de soporte cuenta con dos piezas atornillables que, unidas, forman una cavidad que favorece y guía el flujo de los gases dentro de la cámara. A las paredes de dicho espacio se les incluyeron dos pequeñas ranuras de forma que, al unirse a la pieza inferior, el espacio favorezca el posicionamiento del sustrato y limite el rango de movimiento, evitando que sufra desplazamientos críticos.



a) Herramienta para extracción. b) Vista isométrica explotada. c) Vista inferior de la cavidad para el flujo.  
Figura 3 Modelo renderizado del prototipo de porta muestras.

Así, se redujo el volumen interno de la cámara, ocupándose éste con material propio del porta muestras; teniendo en cuenta las conexiones de tubería por donde fluye el material, se adaptó una geometría que guiara a los materiales en su trayecto pasando por el sustrato.

### **Desarrollo e instalación del sistema de control**

#### **Programación de la interfaz gráfica**

En el proceso de ALD, la conformación de las etapas en los ciclos no es una secuencia compleja, como se muestra en la figura 4; por el contrario, en la programación podría describirse como un bucle condicionado por la cantidad de capas que uno desea para el material depositado, es decir, el número de ciclos, tal y como es descrito por los autores [George, 2009] y [Johnson, 2014]. No obstante, [Hausmann, 2002] describe otras funciones que son necesarias para preparar el sistema antes de realizar la tarea central, como el flujo de gas de purga y el vacío



en la cámara. El código programado para llevar a cabo dichas funciones fue escrito en Python (3.0), y por la naturaleza del problema fue realizado como un programa estructurado.

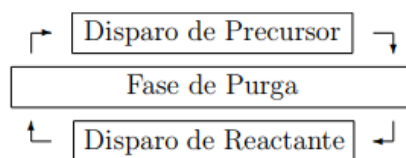


Figura 4 Ciclo ALD.

Para el funcionamiento general del código se consideraron las siguientes condiciones, las cuales son representadas en la interfaz gráfica mostrada en la figura 5.

- Controlar la apertura de las válvulas de forma independiente.
- La configuración del potenciómetro digital para definir el valor del límite de flujo para el gas de purga.
- La presencia de elementos gráficos que sirvan al usuario para conocer el estado actual del depósito.
- Un mecanismo para poder iniciar y detener el proceso.
- La entrada de parámetros proporcionados por el usuario, tales como el tiempo de disparo de los materiales y el número de ciclos para el depósito.



Figura 5 Pantalla principal de la interfaz gráfica de control.

## Diseño del circuito de control del flujo másico

Para formalizar el montaje del potenciómetro digital se consideró el diseño de una tarjeta de circuito que facilitaría la disposición de los elementos electrónicos y sus conexiones. Usando el software de diseño electrónico KiCad, se modeló un circuito esquemático (Figura 6) que incluiría el potenciómetro digital MPC41050 y un capacitor de desacople para su protección, considerando puertos de conexión hacia los demás dispositivos. También se utilizó el mismo diseño para facilitar la alimentación del módulo de relevadores y su conexión con la Raspberry Pi.

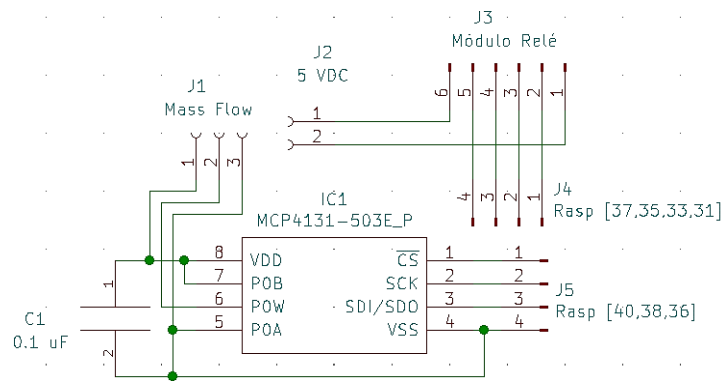
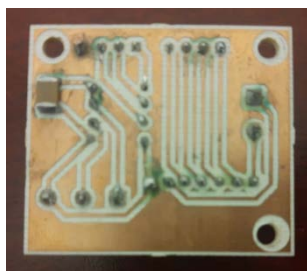
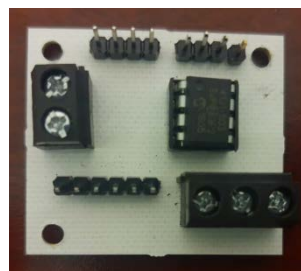


Figura 6 Captura del circuito esquemático generado en KiCad.

Se fabricó el resultado sobre una placa fenólica de cobre con un Plotter Fresadora para circuitos impresos. La configuración de la impresión se realizó a partir de los archivos Gerber generados por KiCad. Habiendo comprobado su funcionamiento sin inconvenientes, se soldaron los componentes a la placa, véase la figura 7: capacitor SMD de 0.1  $\mu\text{F}$ , un soporte para el potenciómetro digital, un Terminal Block 1x2, un Terminal Block 1x3, y tres hileras de pines tipo macho.



a) Cara inferior.



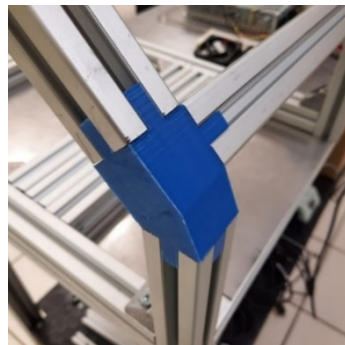
b) Cara superior.

Figura 7 PCB resultante.

## **Construcción y montaje del sistema**

Para la estructura de soporte del gabinete, a la cual se atornillan las paredes de acrílico, se utilizaron perfiles de aluminio estructural, fijados por medio de accesorios de ángulo. Para la superficie angulada del tablero, se unieron los perfiles con ayuda de cuatro piezas plásticas, véase la figura 8 a) de poliácido láctico (PLA) fabricadas en una impresora 3D a partir de un diseño realizado en SolidWorks.

Como puede observarse en la figura 8 b), a la superficie angulada y a la cara frontal del gabinete le han sido instalados los principales elementos de control: la pantalla táctil de la Raspberry Pi, un interruptor general del sistema, un teclado numérico y los controladores de temperatura.



a) Pieza impresa para la unión de perfiles.



b) Tablero de control

Figura 8 Gabinete de control terminado.

La cámara fue fijada al escritorio de la estación de ALD con tres perfiles de aluminio verticales que tienen la altura necesaria para permitir la instalación de los otros elementos neumáticos, pero que a su vez permite la colocación del porta muestras de forma cómoda. Posteriormente, se colocaron las válvulas ALD a las entradas Swagelok de la cámara, por medio de una extensión de tubería de 1/4 de pulgada doblada en un ángulo de 90°; a las válvulas fueron añadidos los accionadores MAC 34C-ABA-GDFC-1KT conectándose por medio de un tubo plástico flexible de 1/8 de pulgada; se instaló una línea de aire comprimido para el accionamiento de las electroválvulas, que comunica al compresor. Adicionalmente, se conectó a cada una de las válvulas ALD una válvula de fuelle de seguridad, que a su vez conecta el cilindro contenedor del material precursor; ésta tiene la función de evitar un

desperdicio de material en situaciones de inactividad o malfuncionamiento del sistema. Se conectó, además, la cámara de depósito al motor de extracción mediante una válvula de fuelle para vacío. A la entrada del conducto correspondiente al gas de purga se instaló, por medio de una conexión de tres vías tipo T, un sensor de vacío MKS HPS 317. En serie a la conexión tipo T, se colocó la válvula neumática Swagelok SS-4BK-V51-1C para la apertura del nitrógeno, y ésta se conectó a su vez al controlador de flujo másico que es suministrado por el generador de nitrógeno NITROSTATION 50LC/LC-3000. El resultado del montaje se puede observar en la figura 9.



Figura 9 Estación del sistema ALD térmico terminada.

### **Interconexiones del circuito de control**

Para el circuito que conecta los componentes electrónicos para el control del sistema ALD, se tomó como punto de partida la placa Raspberry Pi 3 B+, la cual maneja sus pines de propósito general (GPIO) para comunicarse con los demás elementos del sistema. Al circuito se le fueron incluyendo otros dispositivos para complementar las funciones que debían de ser desempeñadas, éstos fueron: una fuente conmutada de voltaje para la alimentación, un módulo de relevadores para el control de las válvulas dosificadoras, un circuito auxiliar a la fuente, una pantalla táctil y una placa de circuito impreso.

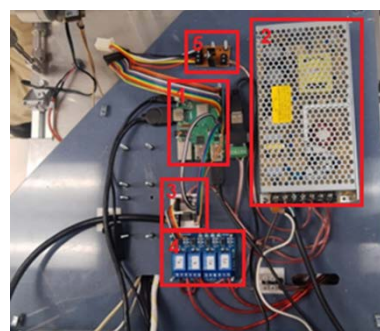
La mayor cantidad de dispositivos electrónicos del sistema son alimentados con 5 VDC, por lo que se utilizó una fuente conmutada para poder transformar la energía de corriente alterna en una continua que pudiese ser requerida. Por otro lado, los

accionadores de las válvulas ALD son operados por una fuente de 24 VDC, los cuales también son proporcionados por la fuente RD-125B utilizada en el proyecto. En la tabla 1 se puede observar el listado de dispositivos y su conexión a los canales de la fuente, no obstante, esta fuente tiene como especificación una demanda mínima por canal para su correcto funcionamiento. En el caso del canal V1 (5 VDC), la producción mínima de 2.0 A es demandada por la Raspberry Pi en todo momento, sin embargo, al hacer uso del canal V2 (24 VDC) y tener un estado de inactividad de las válvulas, no hay elemento que utilice el mínimo de 400 mA, por ello fue implementado un pequeño circuito que alimenta dos ventiladores, que a su vez cumplen con la función de enfriamiento del gabinete.

Tabla 1 Componentes del circuito eléctrico y su conexión a la fuente conmutada.

Componente	V1 (5 VDC)	V2 (24 VDC)
Módulo relevadores (Válvulas ALD)		*
Ventilación		*
Raspberry Pi	*	
Módulo relevadores (alimentación)	*	

El circuito se montó en el gabinete sobre la pared de acrílico más cercana a los accionadores de las válvulas. Se perforó la lámina acrílica y se fijaron los componentes; posteriormente, se conectaron como se muestra en la figura 10.



1. Raspberry Pi 3 B+
2. Fuente conmutada RD-125B
3. Placa impresa con potenciómetro digital
4. Módulo de cuatro relevadores
5. Circuito para la alimentación de la ventilación

Figura 10 Resultado del circuito eléctrico sobre la pared del gabinete.

Finalmente, se colocó el controlador térmico modelo Omega CN780 en el gabinete de control, conectando a éste unas cintas térmicas de la marca HTS/AMPTEK, que enrollan a la cara exterior de las paredes de la cámara de depósito. Para tener una

medición de la temperatura, se colocó un termopar entre la cinta térmica y la superficie más cercana al sustrato, en la cara inferior de la cámara.

### **Pruebas de funcionamiento**

Para confirmar si la red de conexiones neumáticas no presentaba fugas, se monitoreó con la ayuda de un sensor durante una hora, sometiendo al sistema ALD a vacío. Como resultado se obtuvo una presión de 14 mTorr, véase la figura 11.

Se probó también la presión a la cual trabaja con el flujo de purga, valor provisto por el flujómetro y el generador de Nitrógeno; el resultado fue de 1.8 Torr a un flujo de 100 SCCM.



Figura 11 Medición del sensor de presión después de una hora de vacío.

Finalmente, se realizaron pruebas que simularon un depósito de óxido de hafnio, donde: se obtuvo un vacío de 14 mTorr y un flujo de 100 SCCM del nitrógeno, y se elevó la temperatura de la cámara a 300 °C, véase la figura 12.



Figura 12 Medición de la temperatura en la cámara.

Habiendo preparado las condiciones de presión, temperatura y flujo de gas de purga, se realizó una secuencia de depósito con los valores que se muestran en figura 13.



Figura 13 Captura de la interfaz gráfica con los tiempos de depósito.

## 4. Discusión

Los resultados en las pruebas de funcionamiento del sistema ALD mostraron que una de las necesidades principales identificadas fue resuelta con el uso del porta muestras diseñado: se redujo el tiempo necesario para alcanzar la presión de vacío favorable en la cámara de depósito; además se corroboró la integridad del sustrato en la cámara después de cada prueba, lo que indica que se eliminó el riesgo de que éste obstruya los conductos de introducción y extracción de material, o que el sustrato se voltee dentro de la cámara, ambos casos donde el resultado sería el desperdicio de material y del tiempo empleado en el proceso.

Según los resultados obtenidos, es posible decir que la optimización en el diseño del sistema ALD favoreció el funcionamiento de éste y mejora la interacción con el usuario gracias a la inclusión de la pantalla táctil en el gabinete de control. De igual manera, el sistema de ALD térmico presenta las condiciones necesarias para la síntesis de películas de óxido de hafnio presentadas por [Tomer, 2019], dentro de las cuales se encuentran: una temperatura máxima de cámara entre 300 y 375 °C, una temperatura de precursor máxima de 120 °C, y una correcta secuencia de apertura de precursores correspondiente al tiempo de disparo de cada válvula. Además, se comprobó el control del flujo de nitrógeno por medio de la interfaz gráfica a través del potenciómetro digital.

Como seguimiento, se tiene planeado para trabajo futuro realizar el depósito de óxido de hafnio y analizar las propiedades de las capas atómicas obtenidas, para así lograr una caracterización de los parámetros de depósito del equipo. Además,

se espera realizar depósitos de otros óxidos metálicos, en especial el óxido de aluminio.

Finalmente, cabe recalcar que el equipo de fabricación ALD tiene un rango de temperatura de 25 a 700 °C, debido al límite de trabajo al que la cinta térmica puede llegar sin comprometer su funcionamiento. Además, presenta un flujo de nitrógeno que puede variar entre los 0 y 200 SCCM, lo cual es la capacidad máxima del flujómetro. De igual manera, se logró identificar que la presión de vacío mínima con la presencia del porta muestras es de 14 mTorr. Para la fabricación de películas nanométricas de óxido de hafnio, tomando en consideración un crecimiento de 0.116 nm por ciclo y los tiempos de disparo presentados por [Tomer, 2019], es posible confirmar que el ALD requiere 500 ms de apertura para el TEMAH, 100 ms para el vapor de agua, 10 segundos de purga de nitrógeno y 100 ciclos del proceso.

## **5. Conclusiones**

A partir del conocimiento sobre el funcionamiento de la técnica de ALD se logró la generación de un modelado CAD de la estación ALD que incluye estructura del gabinete, distribución de los componentes del sistema, cámara de crecimiento, conexiones eléctricas y neumáticas. Además de obtenerse la programación de una interfaz gráfica de usuario en el lenguaje Python 3 que controla efectivamente el proceso de depósito a través de una placa Raspberry Pi 3 B+, misma que cumple con todas las funciones propuestas.

Se obtuvo la construcción de un sistema que cuenta con un gabinete de control optimizado, el cual trajo consigo las ventajas de tener una visibilidad accesible del circuito, una posición en que no guarde polvo y una mejor fijación de las conexiones entre los elementos del sistema.

De igual manera, se caracterizó e implementó el uso de un controlador de flujo másico para la regulación del gas de purga utilizando un potenciómetro digital, que resultó en la modificación del flujo por medio de la interfaz gráfica programada.

Finalmente, se puede concluir que las pruebas de funcionamiento del sistema comprueban la posibilidad de realizar depósitos de óxido de hafnio en las condiciones necesarias para la síntesis de este material.



## 6. Bibliografía y Referencias

- [1] Chen W., Sun Q., Xu M., Ding S., Zhang D., & Wang L., Atomic Layer Deposition of Hafnium Oxide from Tetrakis (ethylmethylamino) hafnium and Water Precursors, *The Journal of Physical Chemistry C*, vol. 111, no. 17, pp. 6495-6499, 2007.
- [2] Eastman Kodak Company. Process for Atomic Layer Deposition, US 8207063 B2, 2012.
- [3] Gaskins J. et al., Review–Investigation and Review of the Thermal, Mechanical, Electrical, Optical, and Structural Properties of Atomic Layer Deposited High-k Dielectrics: Beryllium Oxide, Aluminum Oxide, Hafnium Oxide, and Aluminum Nitride, *ECS Journal of Solid State Science and Technology*, vol. 6, no. 10, pp. N189-N208, 2017.
- [4] George S., Atomic Layer Deposition: An Overview, *Chemical Reviews*, vol. 110, no. 1, pp. 111-131, 2009.
- [5] Hausmann D., Kim E., Becker J., & Gordon R., Atomic Layer Deposition of Hafnium and Zirconium Oxides Using Metal Amide Precursors, *Chemistry of Materials*, vol. 14, no. 10, pp. 4350-4358, 2002.
- [6] Johnson R., Hultqvist A. & Bent S., A brief review of atomic layer deposition: from fundamentals to applications, *Materials Today*, vol. 17, no. 5, pp. 236-246, 2014.
- [7] Nam T. & Kim H., Atomic layer deposition for nonconventional nanomaterials and their applications, *Journal of Materials Research*, vol. 35, no. 7, pp. 656-673, 2020.
- [8] Nam T., Kim J., Kim M., Kim H., & Kim W., Low-temperature Atomic Layer Deposition of TiO<sub>2</sub>, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, and ZnO Thin Films, *Journal of the Korean Physical Society*, vol. 59, no. 21, pp. 452-457, 2011.
- [9] Romo F. et al., Optoelectronic attenuation behavior of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/ZnO nanolaminates grown by Atomic Layer Deposition, *Thin Solid Films*, vol. 669, pp. 419-424, 2018.
- [10] Romo F. et al., Gallium nitride thin films by microwave plasma - assisted ALD, *Optical Materials Express*, vol. 9, no. 11, p. 4187, 2019.

- [11] Tomer S., Vandana, Panigrahi J., Srivastava R. & Rauthan C., Importance of precursor delivery mechanism for Tetrakis-ethylmethylaminohafnium/water atomic layer deposition process, *Thin Solid Films*, vol. 692, p. 137629, 2019.
- [12] Widjaja Y. & Musgrave C., Atomic layer deposition of hafnium oxide: A detailed reaction mechanism from first principles, *The Journal of Chemical Physics*, vol. 117, no. 5, pp. 1931-1934, 2002.