

16

FABRICACIÓN DE
ESCALÓN PARA
PELÍCULAS DELGADAS
DE Al_2O_3 Y CURVA
CALIBRACIÓN PARA
TRIMETILALUMINIO
(TMA) EN SISTEMA
ALD TÉRMICO

Fabricación de escalón para películas delgadas de Al_2O_3 y curva calibración para Trimetilaluminio (TMA) en sistema ALD térmico

Jorge Adolfo Jurado González^{1,2}, Nicola Radnev Nedev³, Eduardo Murillo Bracamontes², Hugo Borbón Nuñez², Hugo Tizado²

¹Posgrado en Nanociencias, Centro de Investigación Científica y de Educación Superior de Ensenada, Carretera Tijuana-Ensenada 3918, Fraccionamiento Zona Playitas, 22860 Ensenada, Baja California, México. Km. 107 Carretera Tijuana-Ensenada, B. C., México, C. P. 22860.

²Centro de Nanociencias y Nanotecnología, Universidad Nacional Autónoma de México, Carretera Tijuana-Ensenada km107, Playitas, 22860 Ensenada, Baja California, México.

³Instituto de Ingeniería, Universidad Autónoma de Baja California, Blvd. Benito Juárez y calle de la Normal s/n Col. Insurgentes Este, C. P. 21280 Mexicali, Baja California, México.

Correo electrónico: jjurado@uabc.edu.mx

Palabras Clave

Depósito por capa atómica, ALD, TMA, escalón AFM, elipsometría.

Resumen

En este proyecto se fabricaron diferentes escalones en películas delgadas de Al_2O_3 depositadas por la técnica de depósito por capa atómica (ALD, por sus siglas en inglés), utilizando como mascarilla diferentes diluciones de pintura cerámica resistente a altas temperaturas, se midió la altura del escalón por elipsometría y AFM. También se realizaron curvas de saturación para conocer los tiempos ideales de dosis y purga para Trimetilaluminio (TMA), obteniendo una tasa de crecimiento de 1.08 \AA/ciclo .

1. Introducción

La técnica de depósito por capa atómica (ALD, por sus siglas en inglés) permite crecer películas delgadas manteniendo un control preciso del espesor, manteniendo la geometría nanométrica del sustrato ya sea en forma lisa, rugosa, porosa o en forma de polvo [1].

Actualmente existen más de 300 precursores metálicos estudiados para depositar por medio de ALD [2]. Un problema que se enfrenta al trabajar con un nuevo precursor es que no se conocen sus parámetros de depósito (tiempo de dosificación del precursor, purga, presión y temperatura).

La denominada “ventana ALD” es un conjunto de condiciones que, una vez conocidas, permiten controlar la tasa de crecimiento del material de elección. Para crear una ventana ALD, el parámetro clave es el espesor de la película de prueba [3].

Una manera que permite determinar el espesor de una película es mediante la fabricación de un escalón, es decir, una diferencia de altura. Para esto, se protege el sustrato con una máscara removible

que evite que el material se deposite en una sección del sustrato durante el proceso ALD. Una buena máscara es aquella donde el cambio de altura sea abrupto, lo cual permite una lectura de un perfilómetro o un microscopio de fuerza atómica (AFM). Es importante tomar en cuenta que en ALD, los recubrimientos son en tres dimensiones, esto quiere decir, que no dependen de la línea de vista. Lo anterior implica que la máscara debe sellar la entrada de los gases de reacción por debajo de ella, y así evitar depósitos. Además, la máscara deberá soportar temperaturas entre 100-400 C, y poder ser removida completamente con procesos químicos y mecánicos suaves, de manera que no se dañe el material depositado.

2. Metodología

Fabricación de escalón de Al_2O_3 para AFM

Se realizaron 3 diluciones con agua de pintura cerámica resistente a altas temperaturas (máscara), cada dilución se aplicó con un pincel de punta hebra fina sobre la superficie de un sustrato de silicio tipo-p (100) (**Figura 1.**)



Figura 1. Sustrato de silicio con máscara removible de pintura cerámica resistente a altas temperaturas.

Cada muestra fue sometida a 100 ciclos ALD de Al_2O_3 en un reactor Beneq TFS-200 (equipo localizado en CNyN-UNAM, Ensenada), todo a 100 C, utilizando nitrógeno (N_2) como gas de arrastre. Una vez depositadas las películas se procedió a remover la máscara con acetona en un hisopo de algodón (Q-tips). La medición del espesor se realizó mediante elipsometría espectroscópica utilizando un sistema M-2000 J.A. Woollam Co. (equipo localizado en el Instituto de Ingeniería de la UABC, campus Mexicali) utilizando un modelo Si-SiO₂-Al₂O₃ (Cody-Lorentz) (**Figura 2**.) Se compararon los resultados con los espesores obtenidos en el microscopio de

fuerza atómica (AFM, por sus siglas en inglés) Park System modelo XE-70 (equipo localizado en CNyN-UNAM, Ensenada).

Curva de saturación-dosis para TMA

Para determinar el tiempo adecuado de dosis para Trimetilaluminio (TMA) en cada depósito el tiempo de dosis del precursor fue incrementando desde 20 hasta 100 milisegundos (Tabla 1). El espesor de la película resultante determinó mediante la técnica de elipsometría.

Muestra	Ciclos	Dosis TMA (ms)	Purga TMA (ms)	Dosis H ₂ O (ms)	Purga H ₂ O (ms)
D1 TMA	100	20	750	150	750
D2 TMA	100	30	750	150	750
D3 TMA	100	50	750	150	750
D4 TMA	100	75	750	150	750
D5 TMA	100	100	750	150	750

Tabla 1. Parámetros de depósito para curva de saturación-dosis.

Curva de saturación-purga para TMA

Similar a la curva de saturación-dosis se determinó el tiempo adecuado de purga para TMA. En cada depósito el tiempo de purga TMA fue incrementando desde 250 hasta 1500 milisegundos (**Tabla 2.**) El espesor de la película resultante se determinó mediante la técnica de elipsometría.

Muestra	Ciclos	Dosis TMA (ms)	Purga TMA (ms)	Dosis H ₂ O (ms)	Purga H ₂ O (ms)
P1 TMA	100	30	250	150	750
P2 TMA	100	30	500	150	750
P3 TMA	100	30	750	150	750
P4 TMA	100	30	1000	150	750
P5 TMA	100	30	1500	150	750

Tabla 2. Parámetros de depósito para curva de saturación-purga.

3. Resultados y Discusiones

Escalón AFM

Dilución 1:1

Para la disolución 1:1 (Fig. 3) se obtuvo un escalón con un espesor de ~45 nm por AFM, este resultado se comparó con elipsometría en donde se obtuvo un espesor de 42.6 nm. Esta disolución fue la más difícil de remover de manera mecánica debido a que la pintura tiene una consistencia espesa.

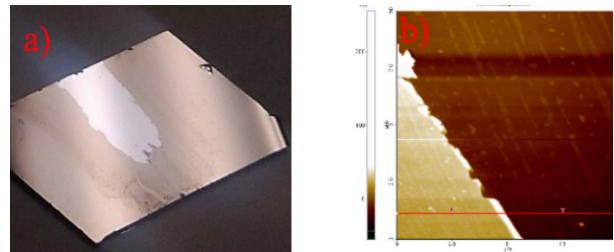


Figura 3. Escalón para la disolución 1:1. a) Fotografía de la película y escalón, b) imagen 2D AFM, c) gráfica de diferencia de alturas y d) imagen 3d AFM.

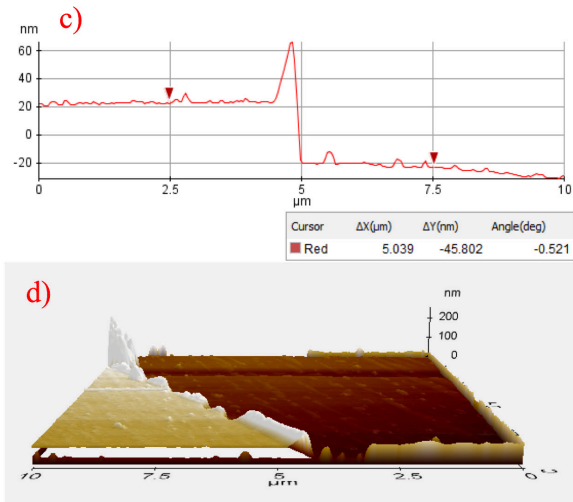


Figura 3. Escalón para la disolución 1:1. a) Fotografía de la película y escalón, b) imagen 2D AFM, c) gráfica de diferencia de alturas y d) imagen 3d AFM.

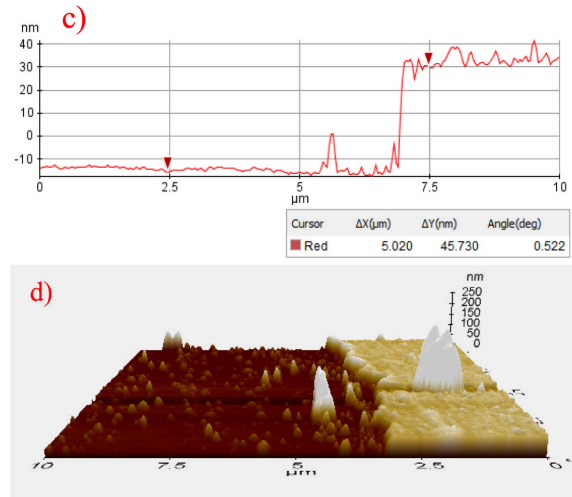
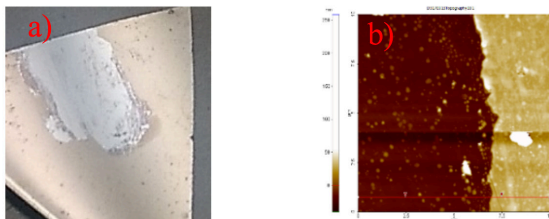


Figura 4. Escalón para la disolución 1:3. a) Fotografía de la película y escalón, b) imagen 2D AFM, c) gráfica de diferencia de alturas y d) imagen 3d AFM.

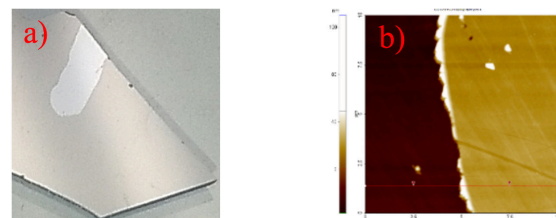
Dilución 1:3

Para la disolución 1:3 (**Figura 4.**) se obtuvo un escalón similar a la muestra anterior con un espesor de ~45 nm por AFM, este resultado se comparó con elipsometría en donde se obtuvo un espesor de 42.34 nm. Se observa que en la parte del sustrato quedaron residuos de pintura, por ello, la rugosidad de la muestra aumentó.



Dilución 1:5

Para la disolución 1:5 (**Figura 5.**) se obtuvo un escalón con un espesor de ~47 nm por AFM, este resultado se comparó con elipsometría en donde se obtuvo un espesor de 41.3 nm. Esta dilución fue la más fácil de remover debido a la menor concentración de pintura, además la rugosidad tanto en el sustrato como en el depósito no se vieron afectadas.



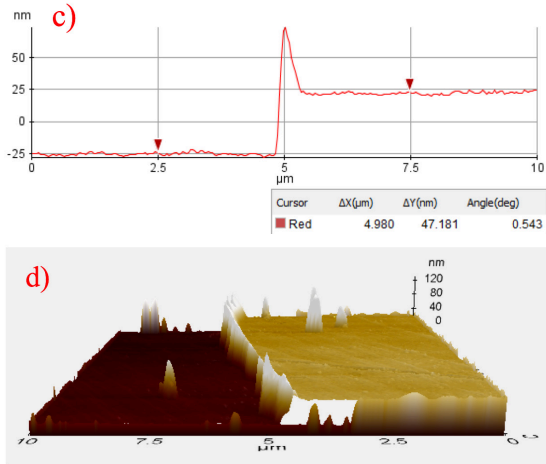


Figura 5. Escalón para la dilución 1:5. a) Fotografía de la película y escalón, b) imagen 2D AFM, c) gráfica de diferencia de alturas y d) imagen 3d AFM

Muestra	Dilución	Espesor escalón Elipsómetro (nm)	Espesor escalón AFM (nm)
Dilución 1	1:1	42.6	~45
Dilución 3	1:3	42.3	~45
Dilución 5	1:5	41.3	~47

Tabla 3. Resultados de espesor para las diferentes diluciones.

Curva de saturación-dosis

Se obtuvo una tasa de crecimiento para cada muestra dividiendo el espesor entre el número de ciclos, en la Tabla 4 se observan las tasas de crecimiento para las diferentes muestras. Se observa un con-

trol del espesor a 50 ms de dosis de TMA (Fig. 6) con una tasa de crecimiento de 1.08 (Å/c) (Tabla 4.)

Muestra	Tasa de crecimiento (Å/c)
D1 TMA	1.03
D2 TMA	1.05
D3 TMA	1.08
D4 TMA	1.08
D5 TMA	1.09

Tabla 4. Tasa de crecimiento obtenidas en las diferentes muestras.

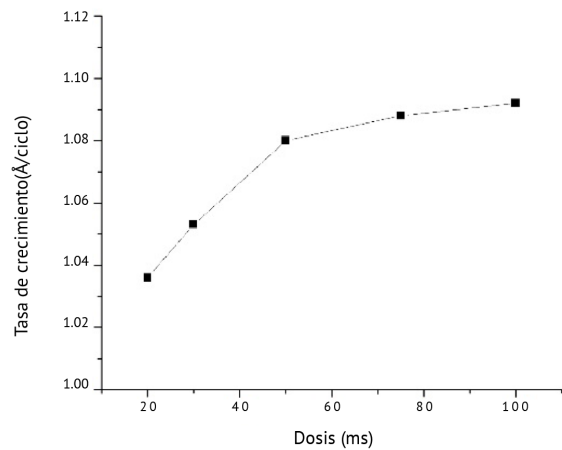


Figura 6. Curva de dosis para TMA a 100 °C.

Curva de saturación-purga

Se observa un control del espesor con 500 ms de purga para TMA (Fig. 7) con una tasa de crecimiento de 1.08 (Å/c) (Tabla 5.)

Muestra	Tasa de crecimiento (Å/c)
P1 TMA	1.13
P2 TMA	1.08
P3 TMA	1.08
P4 TMA	1.07
P5 TMA	1.07

Tabla 5. Tasa de crecimiento obtenidas en las diferentes muestras.

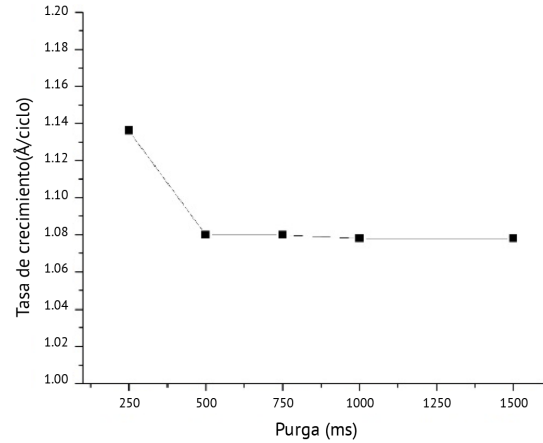


Figura 7. Curva de saturación-purga para TMA a 100 °C.

4. Conclusiones

Todas las diluciones de la pintura cerámica resistente a alta temperatura, son buenos candidatos para fabricar escalones. Cabe destacar que la dilución 1:5 resulta más fácil de remover en comparación

con las demás disoluciones. En la “Curva de saturación” se obtuvo un control del espesor con 50 ms dosis de precursor y una tasa de crecimiento de 1.08 Å/ciclo. En la “Curva de purga” se obtuvo un control del espesor con una purga de 500 ms y una tasa de crecimiento de 1.08 Å/ciclo.

Agradecimientos

A la Red Temática de Energía Solar del CONACyT, por su financiamiento para la realización de la estancia de investigación en el Instituto de Ingeniería de la Universidad Autónoma de Baja California. A DGAPA-UNAM por el apoyo brindado en los proyectos IT100314, IN107715, IN112117, PE101517 y PE101317. Al Dr. Javier López Medina por su apoyo en la síntesis y caracterización de películas delgadas por ALD. Al Dr. Roberto Machorro por su apoyo en la caracterización elipsométrica de las películas delgadas. Al M.C. David Domínguez por su apoyo para el desarrollo de este proyecto.

REFERENCIAS

- [1] M. Ritala, “Atomic layer deposition (ALD) : from precursors to thin film structures,” vol. 409, pp. 138–146, 2002.
- [2] L. M, N. J, and R. M, “Atomic Layer Deposition,” in *Comprehensive Materials Processing*, vol. 4, Finland: Elsevier, 2014, pp. 101–123.
- [3] M. R. Saleem, R. Ali, M. B. Khan, S. Honkanen, and J. Turunen, “Impact of Atomic Layer Deposition to Nanophotonic Structures and Devices,” *Front. Mater.*, vol. 1, p. 18, Oct. 2014.