

**UNIVERSIDAD NACIONAL DE INGENIERÍA**

**FACULTAD DE CIENCIAS  
ESCUELA PROFESIONAL DE FÍSICA**



**ELABORACIÓN DE FILTROS ÓPTICOS DE PELÍCULA DELGADA DE  
OXIDO DE TITANIO, PRODUCIDOS POR TÉCNICA RF MAGNETRON  
SPUTTERING**

**INFORME DE SUFICIENCIA  
PARA OPTAR EL TITULO PROFESIONAL DE  
LICENCIADO EN FÍSICA**

**PRESENTADO POR:**

**GELACIO ALBINÓ TAFUR ANZUALDO**

**LIMA -PERÚ**

**2009**

*A mis padres e hijos*

# Tabla de Contenidos

Tabla de Contenidos	III
Índice de Tablas	VI
Indice de Figuras	VII
Resumen	IX

## CAPITULO I

<b>1. Introducción</b>	<b>1</b>
1.1 Importancia tecnológica	1
1.2 Antecedentes y actualidad	2

## CAPITULO II

<b>2. Fundamento teórico</b>	<b>3</b>
2.1 Reflexión y refracción en la superficie	3
2.1.1 Ecuaciones de Maxwell.	3
2.1.2 Propagación de ondas planas	4
2.1.3 Reflexión y refracción de una onda plana en el límite entre dos medios.	5
2.1.3.1 Las leyes de Snell	5
2.1.3.2 Los coeficientes de Fresnel.	7
2.2 Filtro metal dieléctrico Fabry Perot	9
2.3 Técnicas experimentales para la elaboración de películas delgadas	11
2.3.1 Sputtering (bombardeo catódico).	12
2.3.1.1 DC Sputtering.	17
2.3.1.2 RF Sputtering.	18
2.3.1.3 Magnetron Sputtering.	18

<b>CAPITULO 3</b>	<b>19</b>
<b>TRABAJO EXPERIMENTAL</b>	<b>19</b>
<b>PRODUCCIÓN DE PELÍCULAS DELGADAS DE ALUMINIO (Al) , OXIDO DE TITANIO ( Ti O<sub>2</sub>) Y FILTROS FABRY-PEROT.</b>	
3.1 Descripción del equipo de vacío	19
3.1.1 Instrumentos de medición y sus funciones	
3.1.1.1 Manómetro.	21
3.1.1.2 Termocupla	21
3.1.2 Detalles técnicos y funciones	21
3.1.2.1 Bomba mecánica	21
3.1.2.2 Bomba turbo-molecular	21
3.1.2.3 Fuente de alimentación	21
3.1.2.4 Fuente de poder	22
3.1.2.5 Cámara de vacío	22
3.2 Proceso de fabricación de las películas delgadas	22
3.2.1 Limpieza de la cámara de vacío	22
3.2.2 Limpieza de los sustratos	22
3.2.3 Ubicación de las muestras	22
3.2.4 Materiales para la deposición.	23
3.2.5 Primer vacío	23
3.2.6 Alto vacío	23
3.2.7 Pre-Sputtering	23
3.2.8 Deposición del aluminio	24
3.2.9 Deposición del Oxido de Titanio	24
3.2.10 Proceso de enfriamiento	25
3.2.11 Salida de los sustratos con material depositado	25
3.2.12 Proceso de fabricación de los dispositivos ópticos (filtros).	25
3.3 Caracterización estructural de películas delgadas policristalinas.	26
3.3.1 Difracción de Rayos X.	26
3.3.2 Espectros de transmitancia óptica (el espectrofotómetro)	27
3.3.3 Microscopía electrónica de barrido	28
3.3.3.1 Microscopio electrónico de barrido.	28

<b>CAPITULO 4</b>	<b>29</b>
<b>RESULTADOS EXPERIMENTALES Y DISCUSIÓN</b>	<b>29</b>
4.1 Películas producidas	29
4.1.1 Películas delgadas de aluminio.	29
4.1.2 Películas de Óxido de Titanio sobre substratos de vidrio.	29
4.1.3 Filtros simples	29
4.1.4 Filtros dobles	30
4.2 Caracterización física de películas delgadas.	31
4.2.1 Difractograma de de rayos X del óxido de titanio ( $TiO_2$ ).	32
4.2.2 Espectros de transmisión óptica del Aluminio ( $Al$ )	33
4.2.3 Espectros de transmisión óptica del óxido de titanio ( $TiO_2$ )	34
4.2.4 Espectros de transmisión óptica de filtros simples $Al - TiO - Al$	35
4.2.5 Espectros de transmisión óptica de filtros dobles $W5 Al - TiO_2 - Al$	38
4.2.6 Micrografías mediante microscopía electrónica de barrido, de filtros ópticos Fabry Perot, simples y dobles.	41
4.3 Determinación de parámetros ópticos y geométricos.	42
4.3.1 Determinación del índice de refracción de la película de $TiO_2$	42
4.3.2 Determinación del espesor de la película de $TiO_2$	42
4.4 Características ópticas de películas delgadas y de filtros.	43
4.4.1 Medidas de los $\lambda_{max}$ , $\lambda_{min}$	44
4.4.2 Medidas de los $\Gamma_{max}$ (luminosidad).	44
4.4.3 Medida del factor constante F	44
4.4.4 Ancho de banda.	44
4.4.5 Poder resolutivo de filtros ópticos ( $\Delta\lambda_m/\lambda_m$ )	45
4.4.6 Finesa de los filtros ópticos.	45

<b>CAPITULO 5</b>	<b>46</b>
<b>5.1 Conclusiones.</b>	<b>46</b>
<b>5.2 Bibliografía</b>	<b>47</b>

### ÍNDICE DE CUADROS (TABLAS)

3.1	Condiciones para la deposición de Al	24
3.2	Condiciones para la deposición de TiO <sub>2</sub>	25
4.1.	Colores que se observan en los filtros simples muestras W	30
4.2	Colores que se observan en los filtros simples, muestras 1W	31
4.3	Parámetros de red de la ANATASA	33
4.5	Parámetros ópticos de películas delgadas de Al y TiO <sub>2</sub>	43
4.5	Parámetros ópticos de filtros simples de Al y TiO <sub>2</sub> , muestras W	43
4.6	Parámetros ópticos de filtros dobles de Al y TiO <sub>2</sub> , muestras 2W	43
4.7	Factor F de filtros simples, muestras W	44
4.8	Factor F de filtros dobles, muestras 2W	44
4.9	Ancho de banda de intensidad de filtros simples, muestras W	44
4.10	Ancho de banda de intensidad de filtros dobles, muestras 2W	44
4.11	Poder resolutivo de filtros simples, muestras W	45
4.12	Poder resolutivo de filtros dobles, muestras 2W	45
4.13	Valores de la finesa de filtros simples, muestras W	45
4.14	Valores de la finesa de filtros dobles, muestras 2W	45

### INDICE DE FIGURAS

2.1	Notación usada para el estudio de la reflexión y refracción de una onda plana.	6
2.2	Esquema de un filtro de interferencia	10
2.3	Esquema general del proceso de la técnica PVD	12
2.4	Esquema de un equipo DC. Magnetron Sputtering	14
2.5	Esquema del equipo RF. Magnetron Sputtering	14
2.6	Cátodo de la unidad de Sputtering	15
2.7	Fotografía de targets para el RF. Magnetron Sputtering utilizado	

	en la elaboración de películas delgadas y filtros ópticos (Fabry-Perot), de la Facultad de Ciencias UNI.	17
2.8	Fotografía de un Magnetron Sputtering	18
3.1	Fotografía del equipo RF.Magnetron Sputtering utilizado en la elaboración de películas delgadas y filtros ópticos (Fabry-Perot), de la Facultad de Ciencias UNI.	20
3.2	Haz incidente a un ángulo $\theta$ , de un cristal. En la Figura se muestra cuando los rayos 1 y 2 son reflejados por los puntos P y Q, respectivamente, la diferencia de trayectoria entre los rayos es: $\delta = 2d \sin\theta$	26
3.3	Sistema óptico monocromador	27
3.4	Equipo de microscopía electrónica	28
4.1	Disposición esquemática para un filtro simple	30
4.2	Disposición esquemática para un filtro doble	30
4.3	Espectro de difracción de rayos X del $\text{TiO}_2$	32
4.4	(a) Posición de los átomos en la unidad tetragonal de la Anatase, $\text{TiO}_2$ , proyectados sobre la cara a. Los círculos grandes corresponden a los átomos de oxígeno y los pequeños al Ti. (b) Dibujo del empaquetamiento con átomos de oxígeno y Titanio de la Anatase	33
4.5.	Espectro de transmisión óptica de una película delgada de Aluminio	34
4.6	Espectro de transmisión óptica de una película delgada de Oxido de Titanio de un espesor $t = 277 \text{ nm}$	35
4.7	Espectro de transmisión óptica de un filtro simple de AL- $\text{TiO}_2$ -AL que muestra dos picos de transmitancia, una máxima de $T = 10.5 \%$ a una longitud de onda $\lambda = 480 \text{ nm}$ $\Delta\lambda = 100 \text{ nm}$	36
4.8	Espectro de transmisión óptica de un filtro simple de AL- $\text{TiO}_2$ -AL que muestra dos picos de transmitancia, una máxima de $T = 14 \%$	37
4.9	Espectro de transmisión óptica de un filtro simple de AL- $\text{TiO}_2$ -AL que muestra dos picos de transmitancia, una máxima de $T = 10.6 \%$	38
4.10	Espectro de transmisión óptica de un filtro doble de AL- $\text{TiO}_2$ -AL que muestra dos picos de transmitancia, una máxima de $T = 5.6 \%$	39

4.11	Espectro de transmisión óptica de un filtro doble de AL-TiO <sub>2</sub> -AL que muestra dos picos de transmitancia, una máxima de $T = 6.1\%$	40
4.12	Micrografías mediante microscopía electrónica de barrido, de filtros ópticos simple (a) y doble ( b ) Fabry perot desarrollados en este trabajo	41



## RESUMEN

El presente informe tiene como objetivo la elaboración de filtros ópticos de película delgada de óxido de titanio, producidos por la técnica **RF Magnetron Sputtering**, sobre sustratos de vidrio, y su caracterización óptica y estructural de las películas fabricadas.

Los filtros Fabry Perot producidos están constituidos por películas delgadas de plata y óxido de titanio que tienen espesores entre 80 y 250 nm medidos a partir de los máximos y mínimos de interferencia en los espectros ópticos.

Las películas delgadas de óxido de titanio, aluminio y los filtros ópticos producidas han sido analizadas mediante UV Visible Spectrophotometer, Shimadzu para obtener los gráficos de la transmitancia, así mismo estimar el índice de refracción y el espesor de las películas producidas.

Mediante la técnica de difracción de electrones se ha logrado comprobar (verificar) la estructura cristalina tetragonal del óxido de titanio.

## AGRADECIMIENTO

El presente trabajo se ha realizado enteramente en el Laboratorio de Sputtering de la Facultad de Ciencias de la Universidad Nacional de Ingeniería, bajo la asesoría del señor profesor **Dr. Arturo Talledo Coronado**, a quien debo expresar mi mas sincero agradecimiento por haberme permitido participar en su grupo de trabajo, orientándome en cada momento y por su participación en la discusión de de cada uno de los puntos tratados en el presente trabajo.

Para realizar las diferentes evaluaciones y obtener los resultados debo agradecer a los señores profesores **Ing. Enrique Neira**, de la Facultad de Ingeniería Química, en cuyo Laboratorio , el de Espectroscopia visible UV se hallaron los espectros de transmitancia de los filtros ópticos fabricados; al señor profesor **Clemente Luyo** de la Facultad de Ciencias, por haber obtenido las fotografías de microscopia electrónica, al señor profesor **José Aguilar** de la Facultad de Ciencias en el hallazgo del espectro de difracción de rayos X para caracterizar estructuralmente el  $\text{TiO}_2$ , al señor profesor **Germán Corrida**, también de la Facultad de Ciencias , por permitirme encontrar adicionalmente los espectros de transmisión óptica de muestras adicionales.

Finalmente debo agradecer el apoyo económico brindado por la Facultad de Ingeniería Industrial y de Sistemas, bajo la gestión de los ex decanos, Señor profesor Ing. **Jorge Álvarez Álvarez** y la Señora Lic. **Celestina Peña Quiñones**.

Así mismo a la Dra. **Irene Tafur Anzualdo** a quienes manifiesto mi reconocimiento por esta ayuda, sin los cuales no hubiera sido posible la culminación del presente trabajo.

### 1. INTRODUCCIÓN

#### 1.1 Importancia tecnológica

En la Actualidad se vive una época de mucha vitalidad en el campo de la física. El descubrimiento de nuevos materiales acapara la atención de los científicos. Uno de los grandes pasos que se ha dado en esta área, es el desarrollo de películas delgadas, de espesor menor que un micrómetro, base de la microelectrónica del futuro y de aplicación en la opto electrónica.

Estas exhiben propiedades particulares, esto se debe a la existencia de una dimensión muy reducida con respecto a las otras, llegándose en ocasiones a sistemas en dos dimensiones, como el caso de electrones atrapados en una interfaz. Adicionalmente, las propiedades de las películas se ven influenciadas por su interacción con el sustrato, i. e. por las propiedades de la interfaz. Finalmente, la razón área/volumen es particularmente elevada

El grupo dirigido por el Dr. **Arturo Talledo Coronado**, docente de la Facultad de Ciencias de la Universidad Nacional de Ingeniería, desarrolla trabajos de investigación orientados a la caracterización física de estos materiales, tales como su estructura, propiedades ópticas, propiedades eléctricas propiedades termoeléctricas entre otros. La investigación que realiza está al nivel de desarrollo de esta nueva tecnología [1]

Después de la elaboración de películas delgadas, el propósito es dar un paso adelante con miras a una próxima aplicación que es la fabricación de un prototipo del filtro **Fabry-Perot** cuya importancia en la industria óptica es múltiple, en espectrofotómetros, en astronomía etc. La elaboración de estas películas delgadas se desarrolla por técnicas de alto vacío RF-Magnetron Sputering, que tiene como objetivo elevar la calidad y eficiencia de estas películas, en esta etapa nos proponemos específicamente a la fabricación y

caracterización estructural y óptica de películas delgadas de Aluminio y Oxido de Titanio.

## 1.2 Antecedentes y actualidad.

En la Universidad Nacional de Ingeniería desde 1993 se vienen desarrollando técnicas de alto vacío, para la producción de materiales de interés tecnológico en forma de recubrimientos. En particular, la técnica **RF magnetron sputtering**. Esta técnica es usada mundialmente en la tecnología moderna, especialmente en la microelectrónica, en la óptica y en otros campos.

En el Laboratorio de Sputtering de la Facultad de Ciencias de la Universidad Nacional de Ingeniería, se han producido recubrimientos de metales y de vidrios. Este trabajo comprende a los recubrimientos de vidrios por la técnica de **RF magnetron sputtering** [1].

La técnica de sputtering es aplicada para la obtención de Filtros y Películas delgadas de Óxido de Titanio ( $\text{TiO}_2$ ). Además de los recubrimientos de Óxido de Titanio, hay recubrimientos de vidrio de Pentóxido de Vanadio, para baterías; Óxido de Niobio, para estudiar sus propiedades ópticas; y otros para estudiar la conductividad de algunos elementos químicos, etc.

Los Filtros y Películas que se obtienen, son usados para estudiar sus propiedades ópticas como la Transmitancia, además de la Difracción de Rayos X de una película delgada de Óxido de Titanio ( $\text{TiO}_2$ ) para su caracterización estructural.

## 2 FUNDAMENTO TEORICO

### 2.1 Reflexión y refracción en superficies sin recubrimiento.

#### 2.1.1 Ecuaciones de Maxwell

De un punto de vista teórico, la investigación de las propiedades ópticas de un sistema de películas delgadas es equivalente al estudio de la propagación de ondas electromagnéticas planas en un medio estratificado. Comenzaremos nuestra investigación evocando a las ecuaciones de Maxwell's los cuales gobiernan todos nuestros resultados, y se escriben de la siguiente forma.

$$\nabla \times \mathbf{E} + \frac{1}{c} \frac{\partial \mathbf{B}}{\partial t} = 0 \quad (1)$$

$$\nabla \times \mathbf{B} - \frac{1}{c} \frac{\partial \mathbf{D}}{\partial t} - \frac{4\pi}{c} \mathbf{J} = 0 \quad (2)$$

Estas ecuaciones vectoriales relacionan las derivadas espaciales y del tiempo de cinco vectores; el vector campo eléctrico  $\mathbf{E}$ , el vector inducción magnética  $\mathbf{B}$ , el vector campo magnético  $\mathbf{H}$ , el vector desplazamiento eléctrico  $\mathbf{D}$  y el vector densidad de corriente  $\mathbf{J}$ . Las ecuaciones (1) y (2) son complementadas por relaciones que describen las propiedades de la materia bajo la influencia de vectores de campo y son llamadas ecuaciones en medios materiales. Nosotros, en lo que sigue, nos limitaremos a sustancias isotrópicas. Las ecuaciones en medios materiales adoptan la siguiente forma simple:

$$\mathbf{J} = \sigma \mathbf{E} \quad (3)$$

$$\mathbf{D} = \varepsilon \mathbf{E} \quad (4)$$

$$\mathbf{B} = \mu \mathbf{H} \quad (5)$$

Donde  $\sigma$  es llamado la conductividad eléctrica,  $\varepsilon$  es la permitividad eléctrica y  $\mu$  la permitividad magnética. Las cantidades eléctricas ( $\mathbf{E}$ ,  $\mathbf{D}$  y  $\mathbf{J}$ ) son medidas en unidades electrostáticas, y las cantidades magnéticas ( $\mathbf{B}$  y  $\mathbf{H}$ ) en unidades electromagnéticas. La constante  $c$  es la velocidad de la luz en el vacío y es aproximadamente igual a  $3 \times 10^8$  m/sec.

Para poder estudiar la reflexión y refracción de una onda electromagnética sobre una superficie discontinua para  $\sigma$ ,  $\epsilon$  y  $\mu$ , es necesario aplicar las condiciones de frontera.

Nosotros haremos uso de lo siguiente: las componentes tangencial (paralelos al plano de discontinuidad) los vectores de campo eléctrico y magnético son continuos a través de la superficie. Estas dos condiciones de frontera son suficientes para nuestro propósito, porque la sustitución de (3), (4) y (5) dentro de (1) y (2) permite escribir las ecuaciones de Maxwell de la siguiente forma:

$$\nabla \times \mathbf{E} + \frac{\mu}{c} \frac{\partial \mathbf{H}}{\partial t} = 0 \quad (6)$$

$$\nabla \times \mathbf{H} - \frac{\epsilon}{c} \frac{\partial \mathbf{D}}{\partial t} + \frac{4\pi\sigma}{c} \mathbf{E} = 0 \quad (7)$$

El cual es un sistema de dos ecuaciones diferenciales en derivadas parciales que relaciona a los vectores  $\mathbf{E}$  y  $\mathbf{H}$ .

### 2.1.2 Propagación de ondas planas

Ahora consideraremos ondas planas monocromáticas de frecuencia  $\omega$ , y vamos a suponer que los vectores de campo eléctrico y magnético son de la forma  $\mathbf{E}(x, y, z)\exp(i\omega t)$  y  $\mathbf{H}(x, y, z)\exp(i\omega t)$  respectivamente. Las ecuaciones (6) y (7) se escribirán ahora como:

$$\nabla \times \mathbf{E} + \frac{i\omega\mu}{c} \mathbf{H} = 0 \quad (8)$$

$$\nabla \times \mathbf{H} - \frac{i\omega\epsilon'}{c} \mathbf{E} = 0 \quad (9)$$

Donde  $\epsilon' = \epsilon + \frac{4i\pi\sigma}{\omega}$ . Eliminando  $\mathbf{E}$  o  $\mathbf{H}$  se demuestra que estos vectores verifican la ecuación de onda:

$$\nabla^2 \mathbf{E} + \frac{\omega^2 \epsilon' \mu}{c^2} \mathbf{E} = 0, \quad \nabla^2 \mathbf{H} + \frac{\omega^2 \epsilon' \mu}{c^2} \mathbf{H} = 0 \quad (10)$$

Nosotros suponemos ahora que ésta es una onda monocromática y plana propagándose en dirección  $z$ . Donde  $\mathbf{E}$  y  $\mathbf{H}$  son funciones únicamente de  $z$ , por tanto la ecuación (10) se escribirá ahora como:

$$\frac{d^2 \mathbf{E}}{dz^2} + \frac{\omega^2 \epsilon' \mu}{c^2} \mathbf{E} = \mathbf{0}, \quad \frac{d^2 \mathbf{H}}{dz^2} + \frac{\omega^2 \epsilon' \mu}{c^2} \mathbf{H} = \mathbf{0} \quad (11)$$

del cual se demuestra que las componentes de ambos vectores son del tipo  $a \exp(-ikz) + b \exp(ikz)$ , donde a y b son constantes y  $k = (\omega/c) \sqrt{\epsilon' \mu}$ .

Puede mostrarse que, para onda planas los vectores de campo  $\mathbf{E}$  y  $\mathbf{H}$  son perpendiculares a la dirección de propagación (en este caso, a la dirección z). Es más,  $\mathbf{E}$ ,  $\mathbf{H}$  y la dirección z forman una triada ortogonal de vectores. Las magnitudes de los vectores de campo eléctrico y magnético son tales que  $\sqrt{\mu} H = \sqrt{\epsilon'} E$ . En un medio no absorbente ( $\sigma = 0$ ), tenemos  $\epsilon' = \epsilon$ , y la solución general para los vectores de campo eléctrico y magnético viene dado por

$$A \exp[i(\omega t - \kappa_0 (x \operatorname{sen} \varphi_0 + z \operatorname{cos} \varphi_0))] = A e^{i(\omega t - \mathbf{k} \cdot \mathbf{r})} \quad (12)$$

### 2.1.3 Reflexión y refracción de una onda plana en el límite entre dos medios.

#### 2.1.3.1 Las leyes de Snell

Las Ecuaciones de Maxwell y las condiciones de frontera permiten derivar las leyes de la reflexión y de la refracción para una onda plana incidente sobre el plano límite entre dos medios homogéneos e isótropos. Nosotros suponemos primero que ambos medios son no-absorbentes y que están caracterizadas por las cantidades reales  $\epsilon$  y  $\mu$ . En principio discutiremos el caso de incidencia oblicua. La dirección de propagación de la onda no está en la dirección de la normal del plano en el límite entre los dos medios. La Fig.2.1 señala la notación usada. El plano x0y separa los dos medios, los cuales están caracterizados por  $\epsilon_0, \mu_0$  y  $\epsilon_1, \mu_1$ . El plano z0x es el plano de incidencia, en el cual los vectores campo eléctrico y magnético en el medio dependen del espacio y del tiempo, y pueden escribirse como

$$A \exp[i(\omega t - \kappa_0 (x \operatorname{sen} \varphi_0 + z \operatorname{cos} \varphi_0))] ]$$

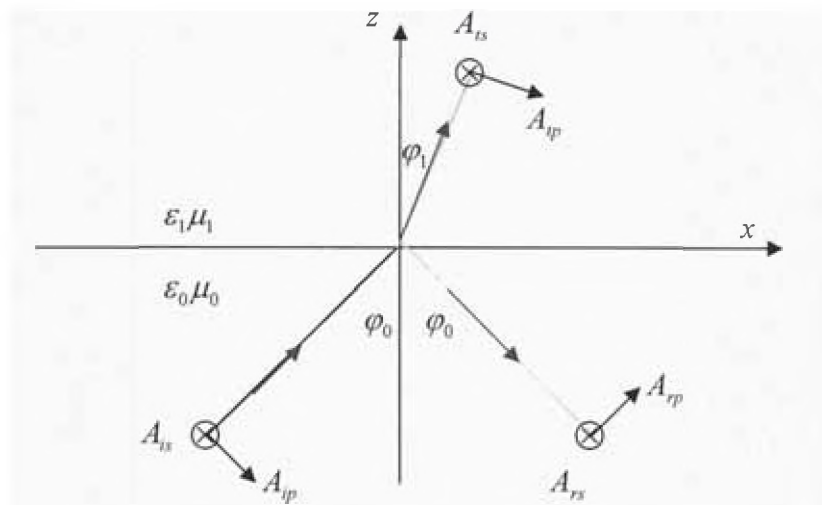


Fig.2.1 Notación usada para el estudio de la reflexión y refracción de una onda plana.

siendo  $\varphi_0$  el ángulo de incidencia. La onda reflejada y transmitida se propagan en las direcciones  $(l_r, m_r, n_r)$  y  $(l_t, m_t, n_t)$  respectivamente, estos vectores contienen los factores  $\exp[i(\omega t - \kappa_0(l_r x + m_r y + n_r z))]$  y  $\exp[i(\omega t - \kappa_1(l_t x + m_t y + n_t z))]$ ,  $\kappa_0$  y  $\kappa_1$  son los coeficientes definidos anteriormente, es decir  $\kappa_0 = (\omega/c) \sqrt{\epsilon_0 \mu_0}$  y  $\kappa_1 = (\omega/c) \sqrt{\epsilon_1 \mu_1}$ .

En la frontera (el límite) entre los dos medios (en el plano  $z = 0$ ), debemos escribir la continuidad de las componentes tangenciales de los de campo eléctrico y magnético en los dos medios. Esto implica en primer lugar que los mismos coeficientes de  $x$ ,  $y$  y  $t$  deben aparecer escritos ya en cada uno de los exponenciales. Igualando los coeficientes de  $y$  conseguimos  $0 = m_r = m_t$ , el cual significa que las direcciones de los vectores de propagación están en el mismo plano, conteniendo a la normal en la frontera. Igualando los coeficientes de  $x$  y escribiendo  $l_r = \text{sen} \varphi_0$ ,  $l_t = \text{sen} \varphi_1$ , tenemos  $\text{sen} \varphi_0 = \text{sen} \varphi_1$  y  $\kappa_0 \text{sen} \varphi_0 = \kappa_1 \text{sen} \varphi_1$ . Así nosotros hemos obtenido las leyes de la reflexión y de la refracción (las leyes de Snell)



### 2.1.3.2 Los coeficientes de Fresnel.

Nosotros encontraremos ahora las formulas de Fresnel. Evitaremos hacer uso de las exponenciales ya discutidas, porque las leyes de Snell garantizan su igualdad en el plano  $z=0$ . Así mismo resolveremos cada vector en las componentes paralelo al plano de incidencia (subíndice p) y perpendicular (subíndice s) al plano de incidencia, y usaremos la igualdad  $\sqrt{\epsilon} \mathbf{E} = \sqrt{\mu} \mathbf{H}$  junto con el hecho de que los vectores  $\mathbf{E}$ ,  $\mathbf{H}$  y el vector de Poyting forman una triada ortogonal de vectores. Las componentes de los vectores de campo eléctrico y magnético de las ondas incidente, reflejada y transmitida son, dejando de lado los factores exponenciales,

$$\begin{aligned} E_x^{(i)} &= A_{ip} \cos \varphi_0 & E_x^{(r)} &= A_{rp} \cos \varphi_0 & E_x^{(t)} &= A_{tp} \cos \varphi_1 \\ E_y^{(i)} &= A_{is} & E_y^{(r)} &= A_{rs} & E_y^{(t)} &= A_{ts} \end{aligned}$$

$$\begin{aligned} H_x^{(i)} &= -(\epsilon_0/\mu_0)^{1/2} A_{is} \cos \varphi_0 & H_x^{(r)} &= (\epsilon_0/\mu_0)^{1/2} A_{rs} \cos \varphi_0 & H_x^{(t)} &= -(\epsilon_1/\mu_1)^{1/2} A_{ts} \cos \varphi_1 \\ H_y^{(i)} &= (\epsilon_0/\mu_0)^{1/2} A_{ip} & H_y^{(r)} &= -(\epsilon_0/\mu_0)^{1/2} A_{rp} & H_y^{(t)} &= (\epsilon_1/\mu_1)^{1/2} A_{tp} \end{aligned}$$

Las condiciones en la frontera son  $E_x^{(i)} + E_x^{(r)} = E_x^{(t)}$ ,  $H^{(i)} + H_x^{(r)} = H_x^{(t)}$ , ..... etc.

Resolviéndolas obtenemos las amplitudes de las ondas reflejada y transmitida, los cuales se escriben como:

$$\begin{aligned} A_{rs} &= \frac{Y_0 \cos \varphi_0 - Y_1 \cos \varphi_1}{Y_0 \cos \varphi_0 + Y_1 \cos \varphi_1} A_{is} \\ A_{is} &= A_{is} + A_{rs} = \frac{2Y_0 \cos \varphi_0}{Y_0 \cos \varphi_0 + Y_1 \cos \varphi_1} A_{is} \\ A_{rp} &= \frac{Y_0 \cos \varphi_1 - Y_1 \cos \varphi_0}{Y_0 \cos \varphi_1 + Y_1 \cos \varphi_0} A_{ip} \\ A_{ip} &= (A_{ip} + A_{rp}) \frac{\cos \varphi_0}{\cos \varphi_1} = \frac{2Y_0 \cos \varphi_0}{Y_0 \cos \varphi_1 + Y_1 \cos \varphi_0} A_{ip} \end{aligned}$$

Donde  $Y_0 = (\epsilon_0/\mu_0)^{1/2}$  y  $Y_1 = (\epsilon_1/\mu_1)^{1/2}$  son las admitancias de los dos medios, que reduce sus índices de refracción cuando  $\mu_0 = \mu_1 = 1$ , en este caso las amplitudes pueden ser escritas únicamente en términos de  $\varphi_0$  y  $\varphi_1$  (ángulos de incidencia y transmisión), es decir:

$$\begin{aligned}
A_{rs} &= -\frac{\text{sen}(\varphi_0 - \varphi_1)}{\text{sen}(\varphi_0 + \varphi_1)} A_{is} & A_{ts} &= \frac{2 \text{sen} \varphi_1 \cos \varphi_0}{\text{sen}(\varphi_0 + \varphi_1)} A_{is} \\
A_{rp} &= -\frac{\tan(\varphi_0 - \varphi_1)}{\tan(\varphi_0 + \varphi_1)} A_{ip} & A_{tp} &= \frac{2 \text{sen} \varphi_1 \cos \varphi_1}{\text{sen}(\varphi_0 + \varphi_1) \cos(\varphi_0 - \varphi_1)} A_{ip}
\end{aligned}$$

Estos son los coeficientes (ó fórmulas) de Fresnel. Podemos notar que  $A_{rp} = 0$  cuando  $\varphi_0 + \varphi_1 = \pi/2$ , eso es para un ángulo de incidencia  $\varphi_{0p}$  definido por  $\tan \varphi_{0p} = n_1/n_0$  y llamado ángulo de Brewster. Examinamos ahora, cómo la energía de la onda incidente es dividida entre las ondas reflejada y transmitida. La energía transportada por una onda está dada por el vector de Poyting. De esto se sigue que la cantidad de energía incidente reflejada y transmitida sobre un área unitaria por segundo en la frontera es:

$$I^{(i)} = S^{(i)} \cos \varphi_0 = \frac{c n_0}{4 \pi} A_i^2 \cos \varphi_0$$

$$I^{(r)} = S^{(r)} \cos \varphi_0 = \frac{c n_0}{4 \pi} A_r^2 \cos \varphi_0$$

$$I^{(t)} = S^{(t)} \cos \varphi_1 = \frac{c n_1}{4 \pi} A_t^2 \cos \varphi_1$$

(12 a)

Hemos omitido los índices  $s$  y  $p$  porque estas expresiones son válidas para cualquiera de los dos, para  $s$  o para  $p$ . Nosotros llamaremos a las proporciones de reflectancia y transmitancia, a  $R = I^{(r)}/I^{(i)}$  y  $T = I^{(t)}/I^{(i)}$  respectivamente. De las ecuaciones precedentes se puede ver que [2]

$$R_s = \frac{I_s^{(r)}}{I_s^{(i)}} = \left( \frac{Y_0 \cos \varphi_0 - Y_1 \cos \varphi_1}{Y_0 \cos \varphi_0 + Y_1 \cos \varphi_1} \right)^2 = \frac{\text{sen}^2(\varphi_0 - \varphi_1)}{\text{sen}^2(\varphi_0 + \varphi_1)}$$

$$T_s = \frac{I_s^{(t)}}{I_s^{(i)}} = \frac{4 Y_0 Y_1 \cos \varphi_0 \cos \varphi_1}{(Y_0 \cos \varphi_0 + Y_1 \cos \varphi_1)^2} = \frac{\text{sen} 2 \varphi_0 \text{sen} 2 \varphi_1}{\text{sen}^2(\varphi_0 + \varphi_1)}$$

$$R_p = \frac{I_p^{(r)}}{I_p^{(i)}} = \left( \frac{Y_0 \cos \varphi_1 - Y_1 \cos \varphi_0}{Y_0 \cos \varphi_1 + Y_1 \cos \varphi_0} \right)^2 = \frac{\tan^2(\varphi_0 - \varphi_1)}{\tan^2(\varphi_0 + \varphi_1)}$$

(12 b)

$$T_p = \frac{I_p^{(t)}}{I_p^{(i)}} = \frac{4 Y_0 Y_1 \cos \varphi_0 \cos \varphi_1}{(Y_0 \cos \varphi_1 + Y_1 \cos \varphi_0)^2} = \frac{\text{sen} 2 \varphi_0 \text{sen} 2 \varphi_1}{\text{sen}^2(\varphi_0 + \varphi_1) \cos^2(\varphi_0 - \varphi_1)}$$

Para una incidencia normal donde  $\varphi_0, \varphi_1$  son nulos, entonces podemos escribir (12 a) y (12 b) como sigue:

$$I^{(i)} = S^{(i)} \cos \varphi_0 = \frac{c n_0}{4\pi} A_i^2 \quad I^{(r)} = S^{(r)} \cos \varphi_0 = \frac{c n_0}{4\pi} A_r^2, \quad I^{(t)} = S^{(t)} \cos \varphi_1 = \frac{c n_1}{4\pi} A_t^2$$

$$R_s = \frac{I_s^{(r)}}{I_s^{(i)}} = \frac{A_r^2}{A_i^2}, \quad T_s = \frac{I_s^{(t)}}{I_s^{(i)}} = \frac{n_1 A_t^2}{n_0 A_i^2}$$

Aquí podemos prescindir de los súper y subíndices para escribir una única ecuación para la transmitancia, dado por:

$$T = \frac{16n_0 n_1 n^2 \alpha}{C_1^2 + C_2^2 \alpha^2 + 2C_1 C_2 \alpha \cos(4\pi n t / \lambda)} \quad (13)$$

Donde:

$$C_1 = (n + n_0)(n_1 + n), \quad C_2 = (n - n_0)(n_1 - n) \quad \text{y} \quad \alpha = \exp(-4\pi k t / \lambda) = \exp(-K t) \quad (14)$$

## 2.2 Filtro metal dieléctrico Fabry Perot

Este dispositivo es una variante del interferómetro Fabry – Perot (etalon). En su forma original el interferómetro Fabry – Perot consiste de dos espejos metálicos semitransparentes paralelos depositados en dos placas de vidrio separadas una distancia  $d$ . La transmitancia de luz colimada es baja para todas las longitudes de onda excepto para una serie de muy estrechas bandas de transmisión espaciales a intervalos que son constantes en términos del número de onda. En este trabajo, este dispositivo es reemplazado por una superposición de películas delgadas, que consisten de una capa de material dieléctrico transparente limitado por dos capas metálicas semireflectantes. La capa dieléctrica actúa como un simple espaciador entre las placas semireflectantes.

Según (13) y (14) el punto de partida para el análisis de un filtro Fabry – Perot es la ecuación [3]:

$$T_F = \frac{T_a T_b}{[1 - (R_a R_b)^{1/2}]^2} \cdot \frac{1}{1 + F \operatorname{sen}^2 \left[ \frac{1}{2} (\phi_a + \phi_b) - \delta \right]} \quad (15)$$

Donde

$$F = \frac{4(R_a R_b)^{1/2}}{[1 - (R_a R_b)^{1/2}]^2} \quad \delta = \frac{2\pi n d \cos \theta}{\lambda} \quad (16)$$

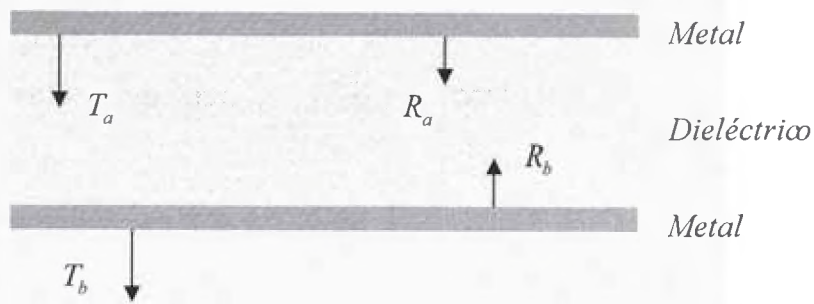


Fig. 2.2 Esquema de un filtro de interferencia

La máxima transmisión viene dado por

$$\frac{2 \pi n d \cos \theta}{\lambda} - \frac{\phi_a + \phi_b}{2} = m \pi ; \quad m = 0, \pm 1, \pm 2, \pm 3, \dots \quad (17)$$

Las posiciones de los picos están dados por

$$\frac{1}{\lambda} = \frac{m \pi + \frac{(\phi_a + \phi_b)}{2}}{2 \pi n d \cos \theta} = \frac{1}{2 n d \cos \theta} \left[ m + \frac{\phi_a + \phi_b}{2 \pi} \right] \quad (18)$$

El poder de resolución de un filtro Fabry – Perot puede ser definido según [3] y [4] como:

$$P.R = \frac{\lambda_p}{\Delta \lambda} \quad (19)$$

Donde  $\lambda_p$  es el valor de la longitud de onda para el cual se obtiene el pico y  $\Delta \lambda$  es el ancho de la banda medido a la mitad del pico de transmisión.

Ahora, si el paso de las bandas es lo suficientemente estrecho, que es lo mismo que  $F$  sea lo suficientemente grande, por lo que cerca de un pico que puede sustituir

$$\frac{\phi_a + \phi_b}{2} - \delta \quad \text{Por} \quad - m \pi - \Delta \delta \quad (20)$$

Y

$$\text{sen}^2\left(\frac{\phi_a + \phi_b}{2} - \delta\right) = 1 \text{ Por } (\Delta\delta)^2 \quad (21)$$

Nosotros asumimos aquí que  $\phi_a$  y  $\phi_b$  son constantes o que varían mucho más lentamente que  $\delta$ .

Cuando la transmisión es a la mitad de  $\lambda_p$ ,

$$F \text{sen}^2\left(\frac{\phi_a + \phi_b}{2} - \delta\right) = 1 \quad (22)$$

Asumiendo que podemos hacer la aproximación

$$\left(\frac{\phi_a - \phi_b}{2} - \delta\right) = \Delta\delta \quad (23)$$

Por lo que

$$\text{sen}^2 \Delta\delta \approx (\Delta\delta)^2 \quad (24)$$

Entonces

$$(\Delta\delta)^2 = \frac{1}{F} \quad (25)$$

Es decir, el ancho de la banda medido a la mitad del pico de transmisión.  $\lambda_p$  Viene dado por:

$$2\Delta\delta_h = 2/F^{1/2} \quad (26)$$

La finesa es definida como la razón del intervalo entre dos bandas al ancho de banda a media altura. El cambio en la fase  $f$  al movernos de un lado a otro es  $\pi$ .

Por tanto, la finesa queda expresado por:

$$\mathfrak{F} = \frac{\pi F^{1/2}}{2} \quad (27)$$

### 2.3 Técnicas experimentales para la elaboración de películas delgadas

Las técnicas de elaboración de películas delgadas utilizadas en el laboratorio se basan en la deposición física a partir de la fase vapor (physical vapour deposition). En este caso, la técnica está basada en la formación de un vapor del material a ser depositado, con objeto de que el vapor se condense sobre

la superficie del sustrato formando una película delgada. Generalmente el proceso se realiza en vacío o en atmósfera controlada para evitar la interacción del vapor con la atmósfera del aire.

En las técnicas físicas (PVD) se parte de un material sólido que se convierte en vapor mediante calentamiento (evaporación) o bombardeo con iones energéticos. El material en forma de vapor termina condensándose sobre la superficie del sustrato en forma de capa delgada [5].

Otras técnicas de preparación incluyen la oxidación térmica a altas temperaturas y la oxidación anódica.

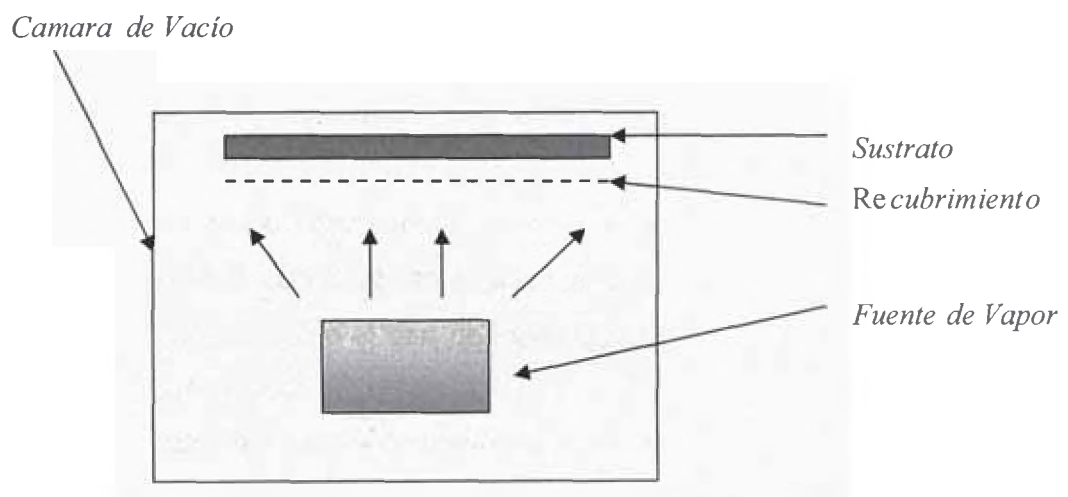


Fig.2.3 Esquema general del proceso

### 2.3.1 Sputtering (bombardeo catódico)

El proceso de sputtering consiste en la extracción de átomos de la superficie de un electrodo debido al intercambio de momento con iones que bombardean los átomos de la superficie [1]. Con esta definición está claro que el proceso de sputtering es básicamente un proceso de ataque, frecuentemente utilizado para la limpieza de superficies y la delineación de pistas. Sin embargo, como en el proceso de sputtering se produce vapor del material del electrodo, es también un método utilizado en la deposición de películas, similar a la evaporación. Con el término deposición por sputtering se enmarcan una gran cantidad de procesos, pero todos tienen en común el empleo de un blanco del material que va a ser depositado como

cátodo en la descarga luminosa. El material es transportado desde el blanco hasta el substrato donde se forma la película, de esta manera se depositan películas de metales puros o aleaciones utilizando descargas de gases nobles (ver Fig. 2.5) Es también posible depositar materiales compuestos por sputtering utilizando blancos elementales con gases reactivos. Así se depositan óxidos y nitruros de metales en atmósferas reactivas de oxígeno y nitrógeno, respectivamente.

La técnica del Sputtering es uno de los métodos para la deposición de películas delgadas que más se usa en la actualidad. Su popularidad deriva de la sencillez de su proceso físico, de la versatilidad de la técnica, de la flexibilidad y de la posibilidades de personalización que ésta ofrece. Su uso está ampliamente extendido a las industrias de semiconductores de medios de grabación, de autos, cristales; así como otras más específicas, como por ejemplo en la fabricación de sensores o sistemas ópticos. Por otro lado, materiales que, debido a su alto punto de fusión, se evaporan con dificultad o no se evaporan mediante otras técnicas, pueden ser depositados con facilidad gracias al Sputtering., la propia naturaleza del proceso Sputtering permite el uso de iones que dirigen tanto la química como la estructura de las películas

Uno de los principales inconvenientes del Sputtering es que, en ciertas configuraciones, como el Magnetron Sputtering, el material del blanco se aprovecha poco. Considerando sólo la técnica por Sputtering, estudios detallados han sido reportados para películas de  $\text{TiO}_2$  hechas por RF Magnetron Sputtering, DC Magnetron Sputtering y Sputtering de haz iónico. Todas estas películas fueron efectuadas en plasmas de  $\text{Ar} + \text{O}_2$ .

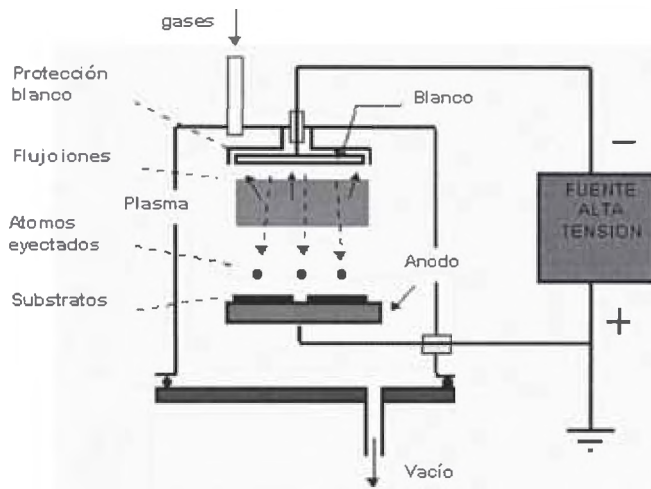


Fig. 2.4 Esquema de un equipo DC. Magnetron Sputtering

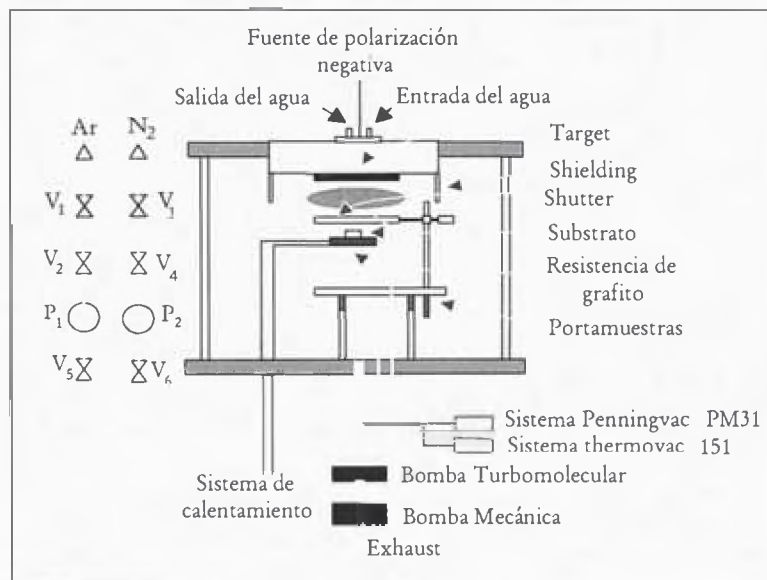


Fig.2.5 Esquema del equipo RF. Magnetron Sputtering

El calor producido sobre el cátodo que corresponde entre el 70% y 80% de la energía primaria debe ser removida por refrigeración mediante un flujo de agua a través del cuerpo metálico del cátodo (ver fig. 2.6). Desde que el alto voltaje es aplicado sobre el cátodo es necesario que este sea refrigerado con agua a través de dos tuberías de plástico.



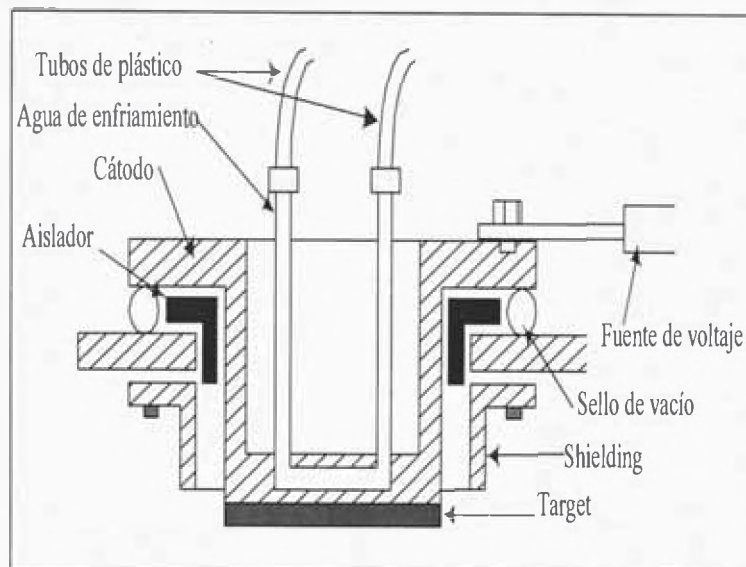


Fig. 2.6 Cátodo de la unidad de Sputtering

Los elementos básicos con los que cuenta la técnica del Sputtering son los siguientes [1]:

- Una cámara de vacío, un target(cátodo) y substrato(ánodo).
  - Un campo eléctrico dentro de la cámara que acelera a los electrones, los cuales colisionan con átomos de argón produciendo iones de argón ( $Ar^+$ ) y más electrones, y un plasma característico color púrpura/azul.
  - Partículas cargadas que son aceleradas por el campo eléctrico, es decir, los electrones cerca del ánodo y los iones de argón ( $Ar^+$ ) cerca del cátodo.
- Cuando un ión se aproxima al target, puede experimentar lo siguiente:

- a.- Colisiones elásticas y ser reflejadas.
- b.- Colisiones inelásticas y serán depositadas dentro del target.
- c.- Una recondensación estructural en el material del target.
- d.- Poner en marcha unas series de colisiones entre átomos del target principal para la ejecución de uno de estos blancos, este proceso es conocido como sputtering

Por tanto el proceso de sputtering esencialmente involucra una capa adherente de un átomo o molécula fuera de la superficie del target. Bajo condiciones adecuadas, se podrá depositar capas adherentes y condensar sobre la superficie del sustrato, donde necesariamente serán consideradas los siguientes aspectos:.

**Interacciones ión-superficie.-** El análisis y el diseño de los procesos de sputtering es un conocimiento de lo que pasa cuando los iones colisionan con las superficies del target.. Cada proceso depende del tipo de iones (masa, carga), la naturaleza de la superficie, de los átomos involucrados, y, lo más importante, de la energía del ión. Muchas de estas interacciones han sido desarrolladas ampliamente, usadas procesando láminas delgadas, deposición y técnicas de caracterización física. El flujo de iones, tiempos y energías deben ser precisamente controladas para el rendimiento de niveles de impurificación deseada.

**Rendimiento de sputtering.-** Cuando el ión impactado establece un tren de colisiones en el target (blanco) principal para la ejecución de un átomo matriz, se incluye previamente la introducción de un parámetro fundamental de la función de la transferencia de energía. El rendimiento de sputtering es definido como el número de átomos o moléculas ejecutadas de una superficie del target por un ión incidente y es una medida de la eficiencia del sputter.

Los procesos de sputtering son los siguientes:

(1) dc, (2) RF, (3) magnetrón, (4) reactivo. En este trabajo de investigación el equipo utilizado, realiza los 4 procesos en elaborar un Filtro de Óxido de Titanio( $TiO_2$ ) y los 3 últimos procesos en elaborar una Película Delgada de Óxido de Titanio( $TiO_2$ ).

Los targets (blancos), todos prácticamente de materiales importantes son comerciales para el uso en estos procesos de sputtering. Un número selecto de targets compuestos representando las clases importantes de sólidos, junto con aplicaciones típicas de sputtering para cada uno está listadas en la Tabla 2.1

En general, los targets de metal y de aleación son fabricados por fundición cada uno en el vacío o bajo atmósferas protectoras, seguidos por procesos termomecánicos. Los targets elementales y metales tienden a tener una pureza de 99.99 % o mejor, mientras que los no metales son generalmente menos puros, con una pureza típica limitada 99.9 %. Los targets están disponibles en diferentes formas (Ej. ,discos, toroides, placas, etc.) y tamaños.



Fig. 2.7 Fotografía de targets para el RF. Magnetrón Sputtering utilizado en la elaboración de películas delgadas y filtros ópticos (Fabry-Perot), de la Facultad de Ciencias UNI [1].

### 2.3.1.1 DC sputtering:

También conocido como Sputtering diodo o catódico [1], el DC Sputtering, es el más sencillo de todos. Está constituido por un par de electrodos planos (cátodo y ánodo). En la cara del cátodo que da al plasma se coloca el blanco metálico que se va a evaporar y en el ánodo los substratos. A una presión de 1 Torr (0.133 bar) se aplica 1000 voltios a los electrodos, a través de unas resistencias (1 a 10  $K\Omega$ ), para producir el plasma. Los iones de Ar de este plasma son acelerados contra el cátodo, el material se evapora y deposita sobre el substrato para formar láminas delgadas.

### 2.3.1.2 RF sputtering.

En el proceso de RF Sputtering se utiliza un blanco que sea aislante (pero este no permite mantener la descarga entre los electrodos, porque se polariza) y se sustituye la fuente DC por una RF. Este proceso fue observado por Robertson y Clapp en 1933. Este proceso requiere de un sistema de ajuste entre las impedancias de la fuente de potencia ( $50 \Omega$ ) y de la descarga ( $1$  a  $10 \text{ K}\Omega$ ). La presión para mantener el plasma es del orden de  $1 \text{ m Torr}$ , porque el campo eléctrico en RF aumenta la posibilidad de las colisiones entre los electrones secundarios y las moléculas del gas. El área del blanco es mucho más pequeña que la del ánodo (y como está conectado a tierra, que la de toda la cámara). Esta configuración induce un bias DC negativo en el blanco, que provoca que los iones positivos del gas vayan a esa zona, produciéndose el Sputtering [1].

### 2.3.1.3 Magnetron sputtering .

El proceso de Sputtering con magnetrones permite trabajar con presiones suficientemente bajas ( $10^{-5}$  a  $10^{-3}$  Torr, con  $1 \text{ Torr} = 0.133 \text{ bar}$ ), para que los átomos evaporados lleguen sin choques con el gas hasta el sustrato. Hay dos sistemas de Sputtering con magnetrones: cilíndrico y planar. Consiste en un imán permanente dentro del cátodo que produce un campo muy grande (más de  $100 \text{ Gauss}$ ). El plasma se concentra en esta zona, pero debido a las líneas de campo, no ataca uniformemente la superficie del cátodo.



Fig. 2.8 Fotografía de un Magnetron Sputtering

### 3 TRABAJO EXPERIMENTAL

En este capítulo describimos la técnica experimental usada para la producción de las películas delgadas de óxido de titanio ( $\text{TiO}_2$ ) y aluminio (Al), por el método de RF Magnetron Sputtering [1]. Primeramente describiremos las partes del equipo y sus funciones, y todo el proceso de la fabricación de las películas antes citadas. También incluimos en este capítulo una breve descripción de las técnicas de caracterización: Difracción de rayos X, Espectro fonometría, UV-Visible y microscopía electrónica de barrido.

#### 3.1 Descripción del equipo de vacío

El equipo usado en este trabajo es el Sistema comercial UNIVEX 300 que consta de las siguientes partes:

- Cámara de vacío, de acero inoxidable.
- Cátodo circular en el que se halla ubicado el blanco, material a ser depositado, eléctricamente aislado de la cámara de vacío.
- Sistema de refrigeración, constituido por dos mangueras, conectadas al cátodo, siendo aisladas de este.
- Sistema de bombas para producir vacío hasta  $10^{-6}$  mbar.
- Botella de argón, el transporte de este gas inerte es usado para suministrar la presión requerida para el proceso de sputtering en la cámara de vacío.
- Botella de Oxígeno, el transporte de este gas reactivo es usado para el proceso de sputtering reactivo.
- Ventiladores destinados al enfriamiento de la cámara de vacío y las bombas de vacío.
- Substrato de vidrio, el cual será recubierto con el material a depositar.
- Sistema de calentamiento del substrato compuesto por una resistencia de grafito.
- Placa de acero inoxidable (porta substratos) con movimiento horizontal, provisto de una ventana, controlado desde el exterior, aproximadamente 3.0 mm por encima del substrato.



La Fig. 3.1 muestra una fotografía del equipo, donde se han identificado las partes principales.

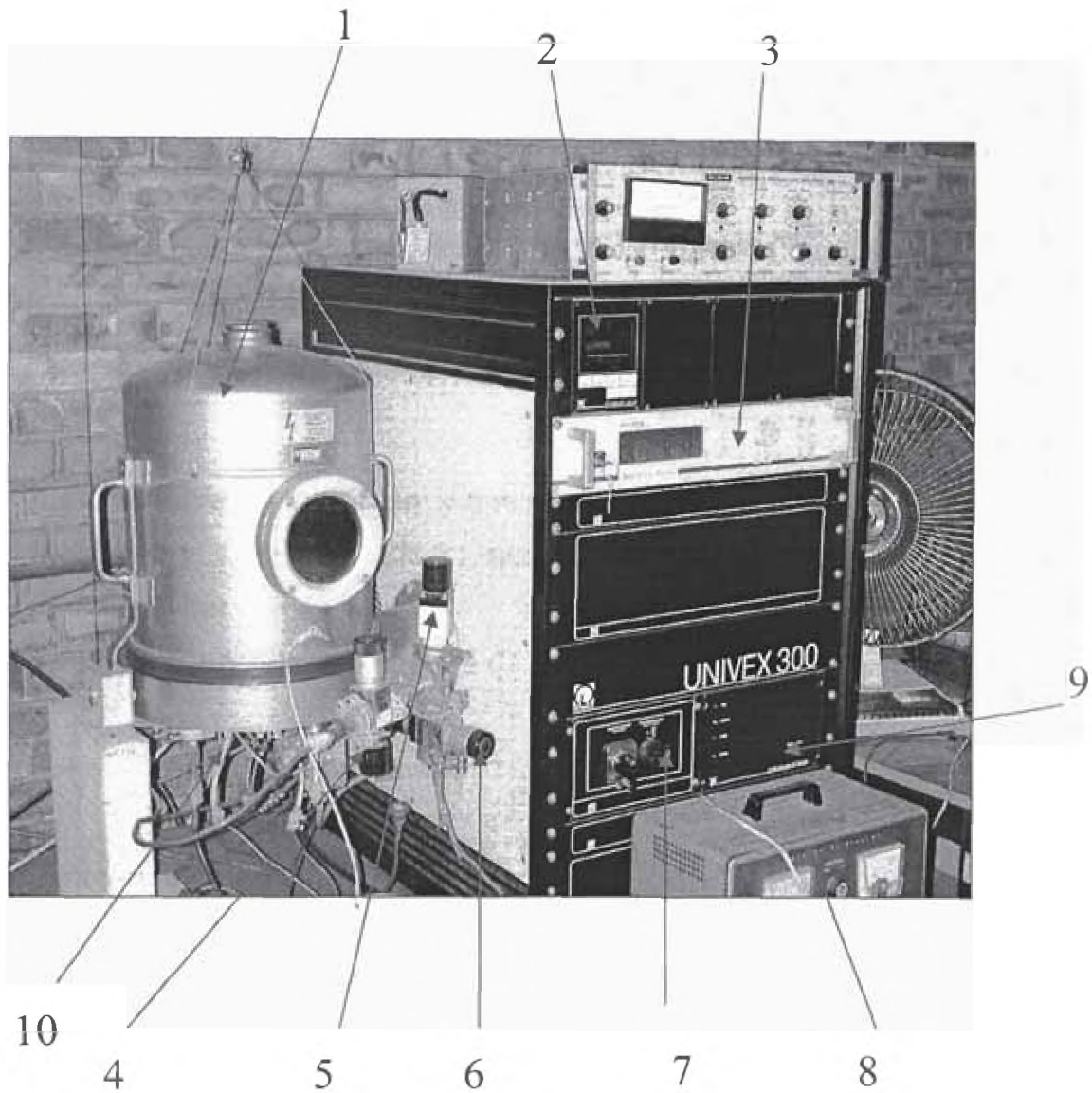


Fig. 3.1 Fotografía del equipo RF.Magnetron Sputtering utilizado en la elaboración de películas delgadas y filtros ópticos (Fabry-Perot), de la Facultad de Ciencias UNI.

## PARTES DE EQUIPO

- 1 Cámara de vacío, de acero inoxidable
- 1 Manómetro marca COMBIVAC CM 31
- 2 Generador de potencia Cesar RF Power Generator-  
Marca Dressler
- 3 Llave- ingreso de Argón
- 4 Llave - ingreso de aire del exterior
- 5 Llave- ingreso de Oxígeno
- 6 Interruptor de la Bomba mecánica
- 7 Fuente DC para atemperar el sustrato
- 8 Bomba Turbo-molecular, marca Turotronik NT  
ISI/361.
- 9 Sistema de enfriamiento

### 3.1.1 Instrumentos de medición y sus funciones

Manómetro COMBIVAC CM 31, que mide la presión del vacío dentro de la cámara, en milibar.

Termocupla, para medir la temperatura de deposición sobre el sustrato.

### 3.1.2 Detalles técnicos y funciones

#### 3.1.2.1 Bomba mecánica

Bomba mecánica (Trivac B, S4B), su función es producir un primer vacío en la cámara, con presiones del orden de  $10^{-3}$  mbar.

#### 3.1.2.2 Bomba turbo-molecular.

Bomba turbomolecular (turbovac 151), su función es producir alto vacío en la cámara, con presiones del orden de  $10^{-10}$  mbar.

#### 3.1.2.3 Fuente de alimentación.

Línea de tensión de 220 V, 60 Hz Adicionalmente se cuenta con una fuente DC de 13 Volt y 1.0 A , para atemperar el sustrato.

### **3.1.2.4 Fuente de poder.**

Generador de potencia, CESAR RF POWER GENERATOR, marca DRESSLER. Su función es encender el plasma.

### **3.1.2.5 Cámara de vacío**

Cámara de acero inoxidable de 30 cm de diámetro por 30 cm de altura donde se fabricaran las películas delgadas, la cual se evacua hasta presiones comprendidas entre  $10^{-3}$  mbar y  $10^{-10}$  mbar.

## **3.2 Proceso de fabricación de las películas delgadas**

### **3.2.1 Limpieza de la cámara de vacío.**

Limpiar cuidadosamente todos los óxidos y polvos extraños de los componentes metálicos al interior de la cámara. Las empaquetaduras, los contactos, la refrigeración deben mantenerse en buen estado, para garantizar el vacío requerido.

### **3.2.2 Limpieza de los sustratos.**

Los sustratos son láminas portaobjetos de vidrio de 76 x 26 x 1 mm, los mismos que se limpian previamente con algodón humedecido en una solución con detergente los residuos de polvos y grasas, luego enjuagar con abundante agua, posteriormente enjuagar con agua destilada, finalmente humedecer el algodón en benceno para retirar del sustrato todo vestigio de grasa y otros residuos.

### **3.2.3 Ubicación de las muestras.**

Los sustratos se ubican horizontalmente en el portamuestras, instalado al interior de la cámara de vacío, protegidos por el plato giratorio por encima del blanco, al lado izquierdo.



### 3.2.4 Materiales para la deposición.

Los materiales para la deposición son los blancos (target) de titanio y aluminio que se colocan al lado derecho de la campana, dependiendo cual de los materiales se ha de depositar.

### 3.2.5 Primer vacío.

Concluido el proceso indicado en el punto 2.3, y con las llaves (válvulas) 3, 4 y 5 cerradas, así mismo abierta el sistema de refrigeración, se enciende la bomba mecánica dándose inicio al vacío en la cámara, del mismo modo se tiene ya acondicionado la fuente del sistema de calentamiento del sustrato. Posteriormente debe esperarse hasta llegar a un vacío cuya presión en la cámara es de  $9,5 \times 10^{-2} \text{ mbar}$

### 3.2.6 Alto vacío.

Cuando la presión en la cámara sea de  $9,5 \times 10^{-2} \text{ mbar}$ , se enciende la bomba turbomolecular. (TURBOTRONIK NT ISI/361). En esta etapa debe encenderse la luz del indicador NORMAL, dejando luego que continúe la evacuación de la cámara durante cuatro horas aproximadamente ó más. Esta bomba cuenta con cuatro indicadores LED, FAIL, NORMAL, ACCEL y POWER. El LED de POWER se enciende cuando conectamos el switch de CONTROL. El LED de ACCEL se acciona cuando se enciende la bomba turbomolecular, y si todo está bien, se enciende la luz de NORMAL. Cuando se detecte alguna falla con el equipo se enciende la luz del LED FAIL.

### 3.2.7 Pre-Sputtering

Luego de más de cuatro horas, se tiene un vacío de  $3 \times 10^{-5} \text{ mbar}$  aproximadamente, dándose inicio prácticamente a la deposición. Se enciende la fuente para atemperar los sustratos durante 10 minutos con un voltaje de 10 Voltios y una corriente de 1 Amper.

El sustrato debe mantenerse en la parte izquierda de la cámara. Se conecta el generador de potencia, CESAR RF POWER GENERATOR, marca DRESSLER. Para obtener el plasma se enciende el generador RF con la llave, seguidamente se abre la llave de Argón hasta una presión de  $1.1 \times 10^{-2} \text{ mbar}$  y se presiona el botón ON, se observa el plasma de color rosado y comienza a

bajar la presión hasta  $6.0 \times 10^{-3}$  mbar, manteniendo las muestras fuera de la zona de PRE-SPUTTERING. Luego se hace un PRE-SPUTTERING de 2 minutos de Aluminio ó de Titanio. En la pantalla del generador de potencia RF se observa varios números, aproximadamente 570 VBIAS y 200 Wf\_0 Wr, donde este último dato es muy importante que este en 0 Wr, para que se observe el plasma sino es así debe existir un problema con el equipo, el cual comienza a emitir un ruido.

Si es así se apagar el generador de potencia RF con el botón OFF y cerrar la llave de Argón, esperar a que llegue de nuevo al vacío para volver a trabajar.

Si no existe el problema, se continúa trabajando; después de realizar el PRE\_SPUTTERING., apagando el generador de potencia y cerrando inmediatamente el argón, todo ello durante 10 minutos aproximadamente.

### 3.2.8 Deposición del aluminio

Para la deposición del aluminio sobre los sustratos, previamente se realiza un PRE-SPUTTERING de Aluminio, cuando la presión en la cámara alcance el valor de  $5,8 \times 10^{-6}$  mbar se abre la llave del argón hasta alcanzar una presión de  $5,5 \times 10^{-3}$  mbar para luego girar las portamuestras hacia la derecha para depositar aluminio durante el tiempo requerido, para nuestro trabajo se han hecho deposiciones de aluminio durante 10 segundos.

**Tabla 3. 1 Condiciones para la deposición de Al**

	Aluminio
Blanco	Disco de Aluminio $\phi$ 76 mm
Pureza del blanco	99.97%
Pureza del Ar	99.999%
temperatura del sustrato	24 a 50 °C
Presión de fondo	$5 \times 10^{-6}$ mbar
Presión parcial de Ar	$4 \times 10^{-4}$ mbar
Presión total	$4 \times 10^{-3}$ mbar
tiempo de deposición	08 a 11 segundos

### 3.2.9 Deposición del Oxido de Titanio.

Para la deposición de óxido de titanio sobre los sustratos, previamente se realiza un PRE-SPUTTERING de Titanio, cuando la presión en la cámara

alcanza el valor de  $5,8 \times 10^{-6}$  mbar se abre la llave del oxígeno hasta alcanzar una presión de  $4,5 \times 10^{-4}$  mbar, inmediatamente se abre la llave del argón hasta obtener una presión de  $5,5 \times 10^{-3}$  mbar para luego girar las portamuestras hacia la derecha y depositar el óxido de titanio durante el tiempo requerido, en nuestro trabajo se han realizado deposiciones de óxido de titanio de 15 – 20 – 25 -30 minutos, y otros hasta de una hora.

**Tabla 3.2 Condiciones para la deposición de TiO<sub>2</sub>**

	Óxido de titanio
Blanco	Disco de titanio $\phi$ 76 mm
Pureza del blanco	99.97%
Pureza del Ar	99.999%
Pureza del O <sub>2</sub>	99.997%
temperatura de substrato	100 a 350 <sup>0</sup> C
Presión de fondo	$5 \times 10^{-6}$ mbar
Presión parcial de O <sub>2</sub>	$4 \times 10^{-4}$ mbar
Presión total	$4 \times 10^{-3}$ mbar
tiempo de deposición	15 a 60 minutos

### 3.2.10 Enfriamiento.

Concluida la deposición, se ubica el substrato en la parte izquierda de la cámara para dar inicio al proceso de enfriamiento. Se apaga la fuente DC de calentamiento, luego se deja enfriar por un lapso de 1 hora aproximadamente; se acciona el botón STOP de la bomba turbomolecular y se espera unos 5 minutos para luego apagar la bomba mecánica por 1 minuto, finalmente se desconecta el manómetro.

### 3.2.11 Salida de los sustratos con material depositado.

Se abre la llave de aire con mucho cuidado dejando ingresar aire a la cámara.

Finalmente se abre la cámara y se retira la muestra.

### 3.2.12 Fabricación de los dispositivos ópticos (filtros).

Para la elaboración de los filtros ópticos se procede según lo indicado anteriormente en los 2.4.1 al 2.4.7, combinado etapas de deposición de aluminio y óxido de titanio, para producir muestras simples  $Al - TiO_2 - Al$  y dobles  $Al - TiO_2 - Al - TiO_2 - Al$ .

### 3.3 Caracterización estructural de películas delgadas policristalinas.

En esta sección reportamos la realización de los experimentos de caracterización de los materiales producidos. Hemos usado difracción de rayos X para caracterizar nuestras películas delgadas de óxido de titanio.

Hemos usado espectrofotometría en el rango UV – visible para caracterizar nuestras películas delgadas de aluminio, y de óxido de titanio. También hemos usado microscopia electrónica de scanning para obtener una vista de nuestros filtros simples como de nuestros filtros dobles.

#### 3.3.1 Difracción de Rayos X.

Los Rayos X descubiertos por **Wilhelm Roentgen** [6], son radiaciones electromagnéticas de muy corta longitud de onda producidas por la colisión de electrones de alta velocidad sobre las paredes de vidrio del tubo de cristal.

Como la longitud de onda de los Rayos X es del orden de  $10^{-8}$  cm. Calculando para un cristal, **Von Laue** encontró que la distancia media entre los átomos en los cristales podía usarse como una especie de red de difracción para los Rayos X y estableció el Carácter Ondulatorio de los Rayos X al difractarlos por medio de cristales.

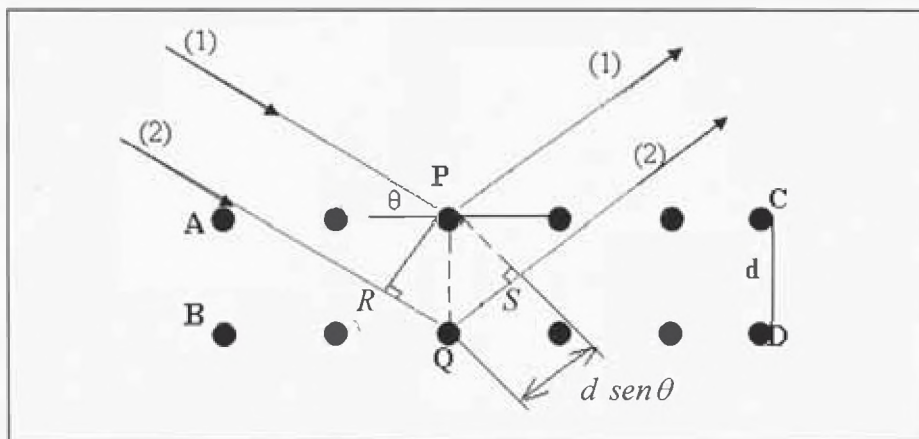


Fig.3.2 Haz incidente a un ángulo  $\theta$ , de un cristal. En la Figura se muestra cuando los rayos 1 y 2 son reflejados por los puntos P y Q, respectivamente, la diferencia de trayectoria entre los rayos es:  $\delta = RQ + QS = 2d \sin\theta$

Luego, **W.H. Bragg** y su hijo **Lawrence Bragg**, Recibieron el premio Nobel al perfeccionar los conceptos de **Von Laue** sobre la Difracción de Rayos X por cristales.

El haz difractado de Rayos X se verá forzado constructivamente sólo cuando una longitud  $\lambda$  encuentre planos de átomos separados una distancia  $d$  y los encuentre a un cierto ángulo, dado por:  $n\lambda = 2d \text{ sen}\theta$

El equipo utilizado es el Difractómetro X' Pert de Phillips de Universidad Nacional de Ingeniería.

Se utilizó un blanco de cobre cuyos rayos X provienen de la transición  $K\alpha$  con una longitud de onda de 1,5418 Å.

### 3.3.2 Espectros de transmitancia óptica (el espectrofotómetro)

Un **UV\_1601, UV\_Visible Spectrophotometer** de marca **SHIMADZU** de la Facultad de Ingeniería Química es utilizado para obtener los espectros de transmitancia de los filtros Fabry Perot y de las películas de Óxido de Titanio ( $\text{TiO}_2$ ). Su sistema de operación es la siguiente:

**Óptico:** La radiación policromática de una lámpara halógena de Tungsteno de 20W es enfocada por un lente de cuarzo sobre la hendidura de entrada de un monocromador digital de barrido. La radiación es reflejada de un espejo plegable a un espejo esférico donde este espejo colimador es dirigido sobre la red de difracción, esto se observa en la figura. La red de difracción difracta la radiación policromática, dispersando este en un espectro, y dirige

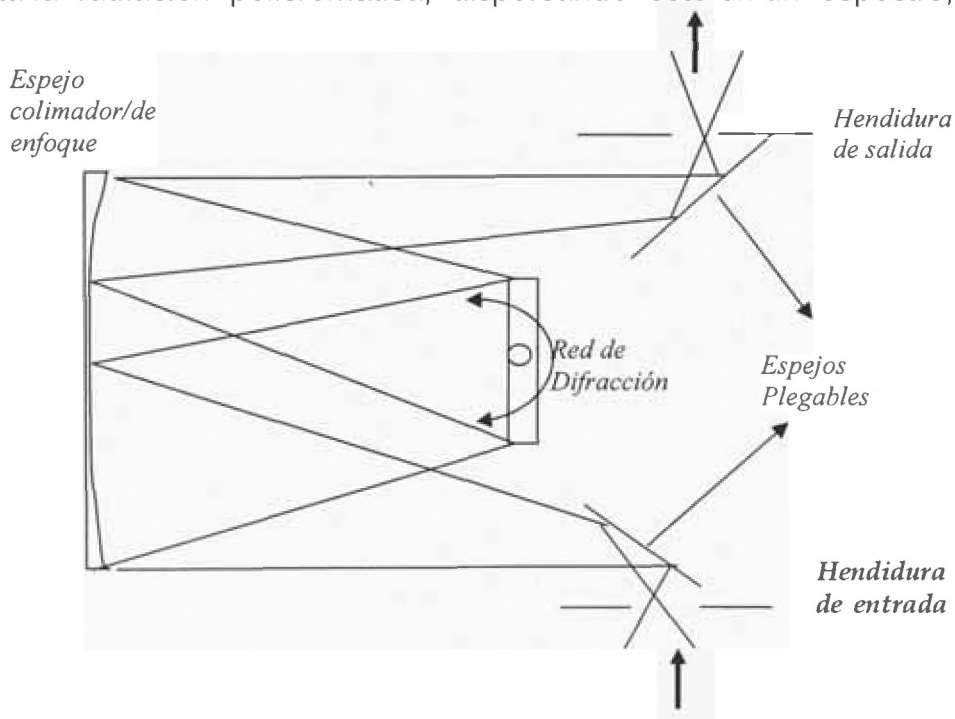


Fig. 3.3 Sistema óptico monocromador



este atrás al espejo esférico. Una porción del espectro es enfocada a la hendidura de salida por el espejo esférico de enfoque. La longitud de onda de la radiación monocromática salida de la hendidura es dependiente de la posición angular de la red de difracción. Un seno bar maneja un mecanismo actuante por un motor paso a paso rotacional de la red de difracción además que las longitudes de ondas discretas están secuencialmente enfocadas a la hendidura de salida.

### **3.3.3 Microscopía electrónica de barrido**

La Microscopía Electrónica de Barrido es una de las técnicas más versátiles para la visualización y el análisis de las características microestructurales de muestras sólidas, debido, principalmente, a su elevada resolución (alrededor de 2nm) y a su gran profundidad de campo, lo que permite una visualización tridimensional

#### **3.3.3.1 Microscopio electrónico de barrido.**

El equipo disponible, es un JEOL modelo JSM-840, con una magnificación máxima de 300.000. Está provisto de una sonda de microanálisis de energías dispersivas de rayos X (Link modelo QX-200)

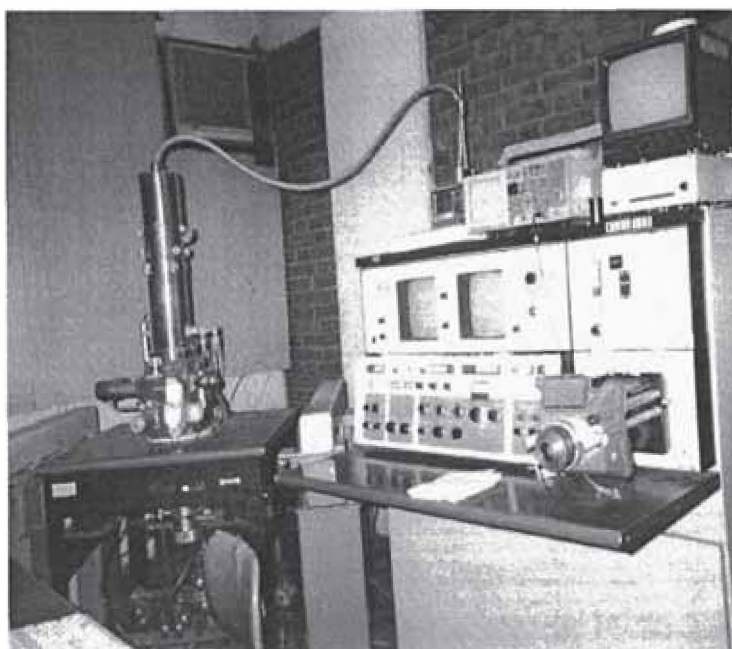


Fig. 3.4 Equipo de microscopía electrónica

## 4 RESULTADOS EXPERIMENTALES Y DISCUSIÓN

En este capítulo se describen en primer lugar, las películas obtenidas por la técnica RF magnetron sputtering, luego se muestra los resultados de las medidas y análisis realizados tales como las propiedades ópticas y análisis estructural de las muestras obtenidas en el laboratorio, y análisis de los filtros ópticos.

### 4.1 PELICULAS PRODUCIDAS.

#### 4.1.1 Películas delgadas de aluminio.

Se han producido películas delgadas de Aluminio sobre sustratos de vidrio, las dimensiones de los sustratos son de  $71 \times 26 \times 1 \text{ mm}^3$ . El tiempo de deposición fue de 08 - 11 seg. Sobre estas muestras se han realizado espectros de transmitancia óptica en el rango de 350 a 800 nm.

#### 4.1.2 Películas de Óxido de Titanio sobre sustratos de vidrio.

Dos tipos de filtros ópticos Fabry Perot se han desarrollado en este trabajo. Los sustratos son portaobjetos de vidrio cornig y sus dimensiones son  $71 \times 26 \times 1 \text{ mm}^3$ . El tiempo de deposición fue de 1 hora. Sobre estas muestras hemos realizados medidas de propiedades estructurales y ópticas.

#### 4.1.3 Filtros simples $Al - TiO_2 - Al$

Triple deposición sobre sustrato de vidrio. La figura 4.1 muestra un esquema de un filtro simple, que consiste de dos películas de aluminio de aproximadamente 80 nm de espesor, separadas por una película de óxido de titanio de 200 nm de espesor. El tiempo de deposición del Aluminio es 11 seg. y el tiempo de deposición del Óxido de Titanio son de 15-20-25-30 minutos.

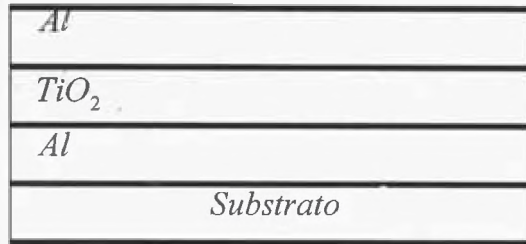


Fig. 4.1 Disposición esquemática para un filtro simple

Muestra	Color
W1	Verde - Anaranjado
W2	Azul - Verde
W3	Verde - Anaranjado
W4	Rosado
W5	Rosado
W6	Azul

TABLA 4.1 Colores que se observan en los filtros simples

#### 4.1.4 Filtros dobles $Al - TiO_2 - Al - TiO_2 - Al$ .

Quíntuplo deposición sobre substrato de vidrio. La figura 4.2 muestra el esquema de filtro doble el cual tiene una capa adicional de óxido de titanio de 200 nm y una película adicional de aluminio de 80 nm de espesor. El tiempo de deposición del Aluminio en cada etapa es 11 seg. aproximadamente, y el tiempo de deposición del Óxido de Titanio en cada etapa está entre 15-20-25-30 minutos.

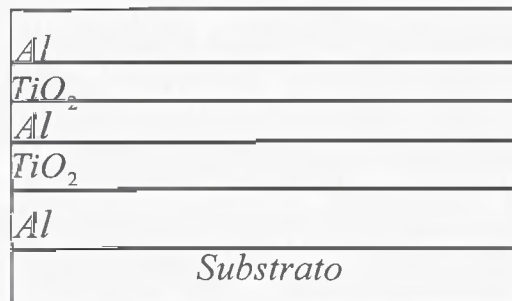


Fig. 4.2 Disposición esquemática para un filtro doble



Muestra	Color
2W1	Azul - Verde
2W2	Azul
2W3	Azul - Verde
2W4	Azul - Verde
2W5	Azul – Verde - Amarillo
2W6	Anaranjado
2W7	Anaranjado
2W8	Azul - Anaranjado

TABLA 4.2 Colores que se observan en los filtros dobles

#### 4.2 Caracterización física de películas delgadas.

En esta sección presentamos los siguientes resultados: (1) Difractograma de rayos x del TiO<sub>2</sub>. El instrumento de estudio es el Phillips X' Pert. Espectros de transmitancia óptica de PELICULAS DELGADAS DE ÓXIDO DE TITANIO SOBRE VIDRIO Corning, en el rango de longitudes de onda de 300 a 800 nm, los cuales fueron obtenidos usando el espectrofotómetro UV Visible SHIMADZU modelo UV 1601, (3) Micrografía obtenidas por microscopía electrónica de barrido, mediante un microscopio JEOL modelo JSM-840, con una magnificación máxima de 300.000. Está provisto de una sonda de microanálisis de energías dispersivas de rayos X (Link modelo QX-200) [1] :

#### 4.2.1 Difractograma de de rayos X del óxido de titanio ( $TiO_2$ ).

### Difraccion de rayos X

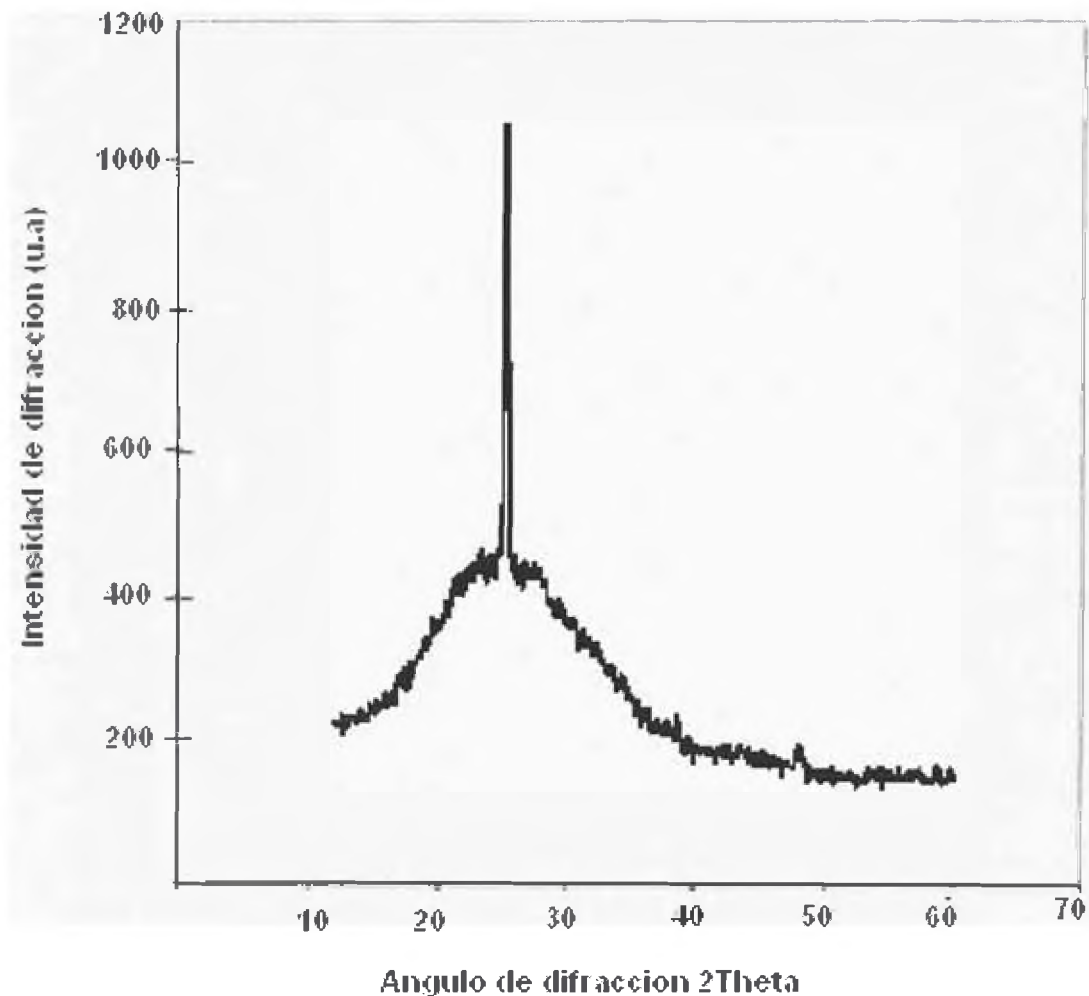


Fig. 4.3 Espectro de difracción de rayos X del  $TiO_2$

La figura 4.3 muestra el difractograma de rayos X de una muestra de óxido de titanio de aproximadamente 220 nm de espesor. El pico bien definido se observa para  $2\theta = 25,302^\circ$ . Este pico corresponde a la familia de planos (101) de la estructura tetragonal del ( $TiO_2$ ) (*Anatasa*). Este resultado está de acuerdo con la estructura de la anatasa, y se puede comparar con los resultados observados en las referencias [1], [2] y [3] cuya estructura cristalina se observa en las figuras 4.4 a y 4.4b, con parámetros de red  $a = b = 3.785 \text{ \AA}$

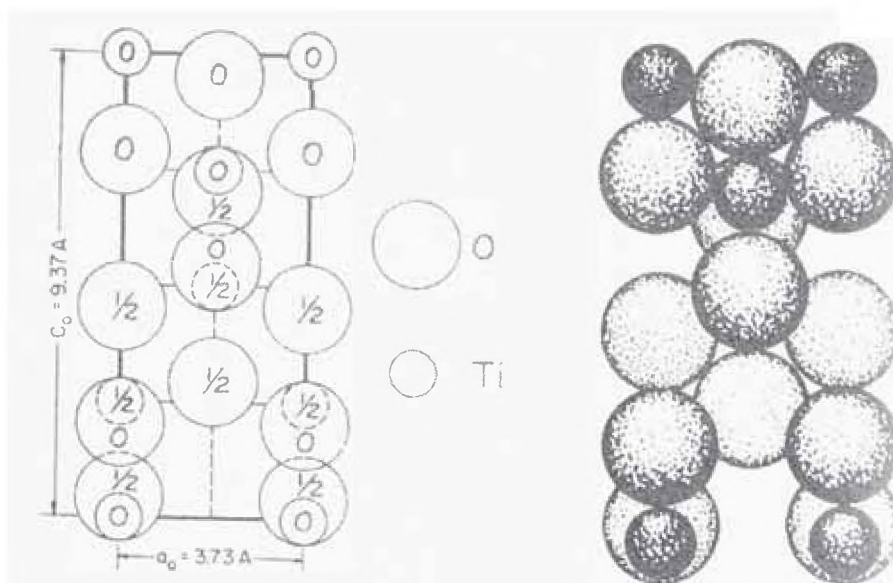


Fig. 4.4a Posición de los átomos en la unidad tetragonal de la Anatase,  $\text{TiO}_2$ , proyectados sobre la cara a. Los círculos grandes corresponden a los átomos de oxígeno y los pequeños al Ti. Fig. 4.4b Dibujo del empaquetamiento con átomos de oxígeno v Titanio de la Anatase.

Tabla 4.3 Parámetros de red de la ANATASA	
$\text{TiO}_2$	
Sistema Cristalino	Tetragonal
Grupo puntual	4/mmm
Grupo espacial	$I4_1/amd$
Celda unitaria	
$a(\text{Å})$	<b>3.785</b>
$b(\text{Å})$	<b>3.785</b>
$c(\text{Å})$	<b>9.514</b>

#### 4.2.2 Espectros de transmisión óptica del Aluminio (Al)

En la Fig. 4.5 mostramos el espectro de transmitancia de una película delgada de aluminio sobre vidrio. La muestra fue depositada por RF-Sputtering a 300W. El tiempo de deposición fue de 10 segundos a una temperatura de 50 °C. No hemos medido el espesor de la muestra. Sin embargo, Si incidimos que una película de 100 nm es perfectamente reflectante, podemos decir que el

espesor de la muestra en este experimento es de 70 nm. Otros espectros de otras películas de aluminio fueron obtenidos y el resumen de los resultados se muestran en la Tabla 4.4

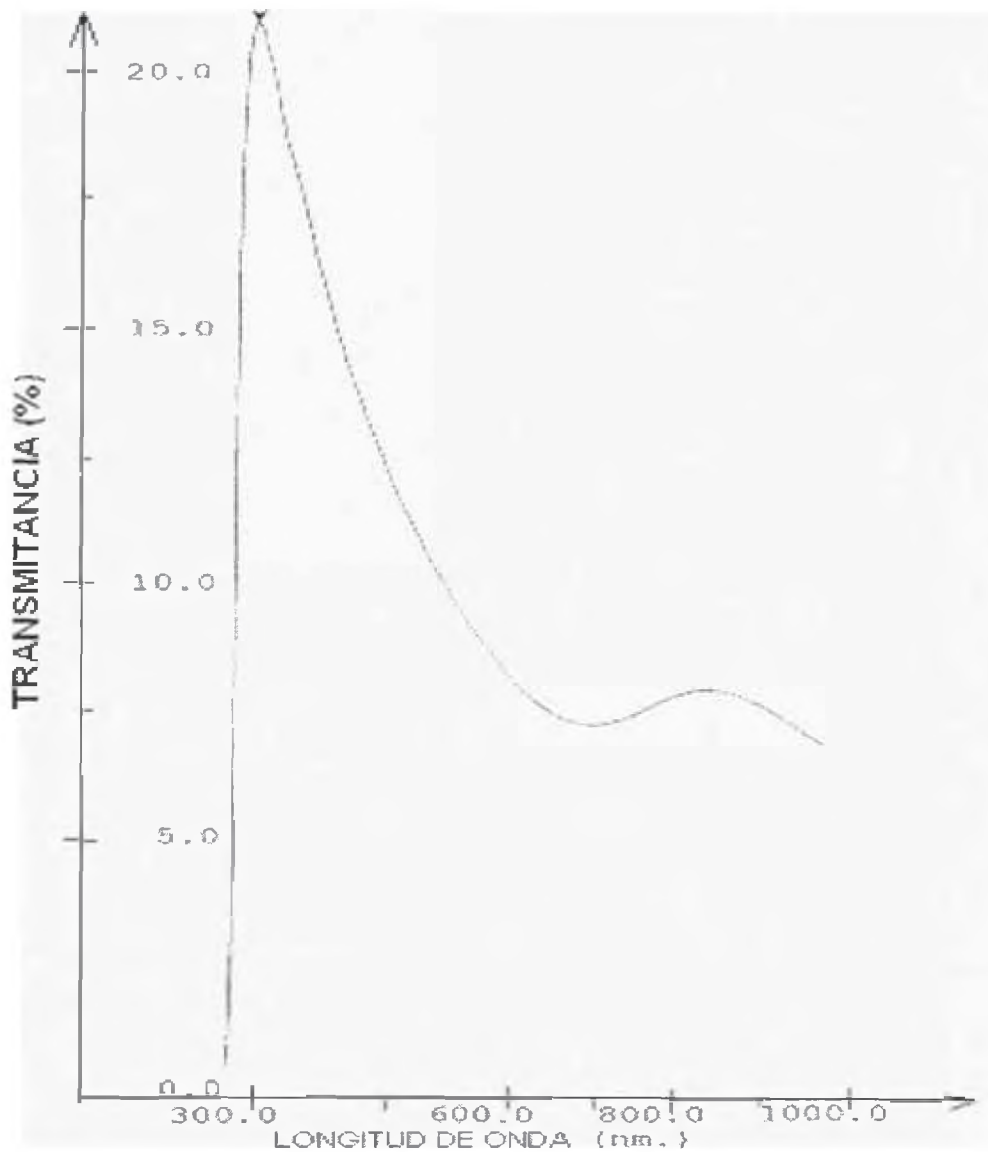


Fig. 4.5. Espectro de transmisión óptica de una película delgada de Aluminio que muestra dos picos de transmitancia, una máxima de  $T = 21\%$  a una longitud de onda de  $\lambda = 351 \text{ nm}$ , otra menor de  $T = 7.9\%$  a una longitud de onda  $\lambda = 900 \text{ nm}$

#### 4.2.3 Espectros de transmisión óptica del óxido de titanio ( $\text{TiO}_2$ )

En la Fig. 4.6 mostramos el espectro de transmitancia de una película delgada de Oxido de Titanio sobre vidrio. La muestra fue depositada por RF-Sputtering a 300W. El tiempo de deposición fue de 60 segundos a una

temperatura de 50 °C. Hemos calculado el espesor de la muestra, dando como resultado el valor de 195.31 nm, como se indica en la Tabla 4.4.

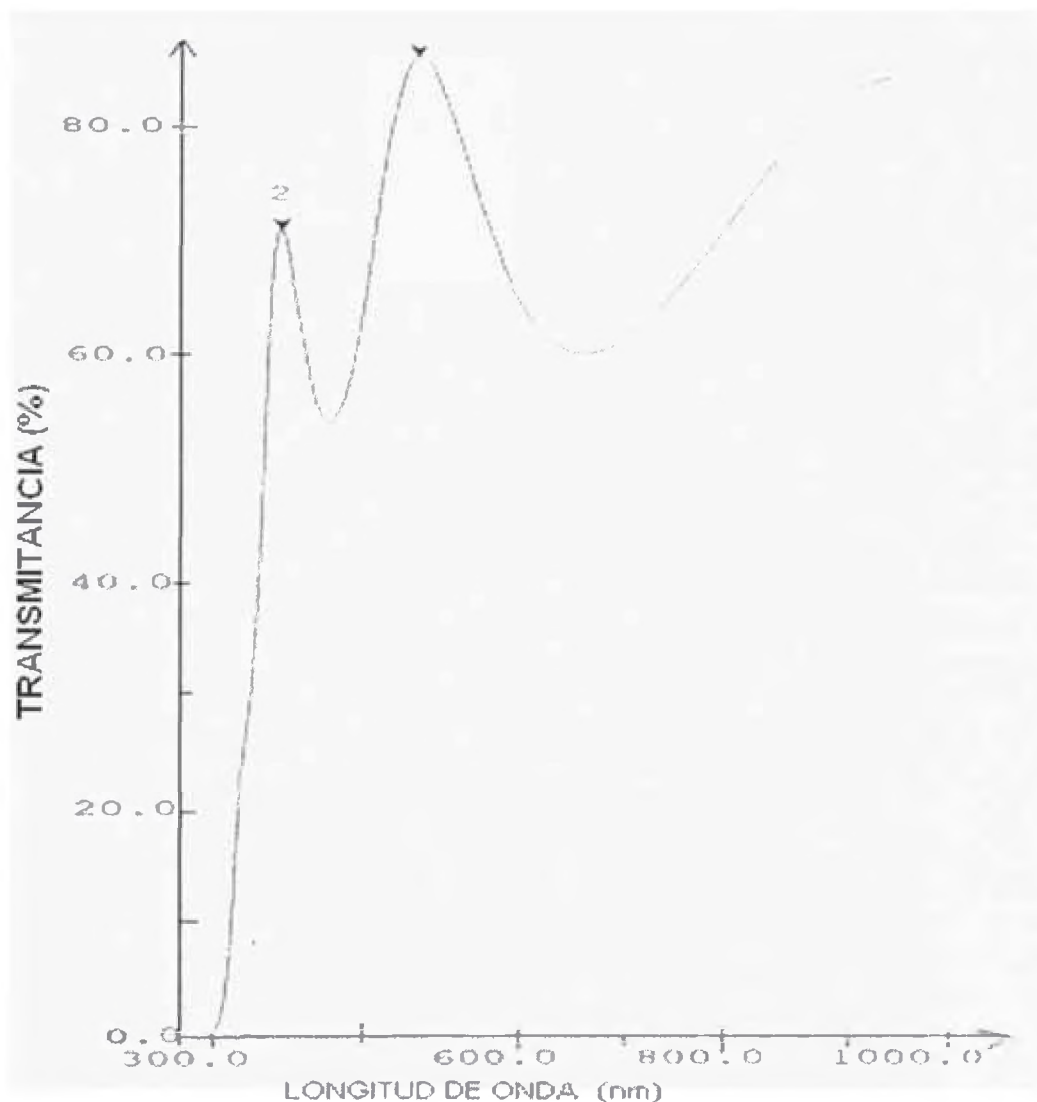


Fig. 4.6 Espectro de transmisión óptica de una película delgada de Oxido de Titanio de un espesor  $d = 146.5631 \text{ nm}$  que muestra dos picos de transmittancia, una máxima de  $T = 86.3 \%$  a una longitud de onda de  $\lambda = 543 \text{ nm}$ , otra menor de  $T = 52.5\%$  a una longitud de onda  $\lambda = 410 \text{ nm}$

#### 4.2.4 Espectros de transmisión óptica de filtros simples.

En la Fig. 4.7 mostramos el espectro de transmittancia de un filtro simple de  $Al - TiO_2 - Al$  sobre vidrio. La muestra fue depositada en tres partes mediante RF-Sputtering a 300W. Los tiempos de deposición para el Aluminio 11 segundos, y para el Óxido de titanio por 15 minutos. Otros espectros de

otros filtros fueron obtenidos y el resumen de los resultados se muestran en la Tabla 4.6. Se observa una similitud con lo hallado en [6]. La finesa de este filtro puede observarse en la Tabla 4.10b

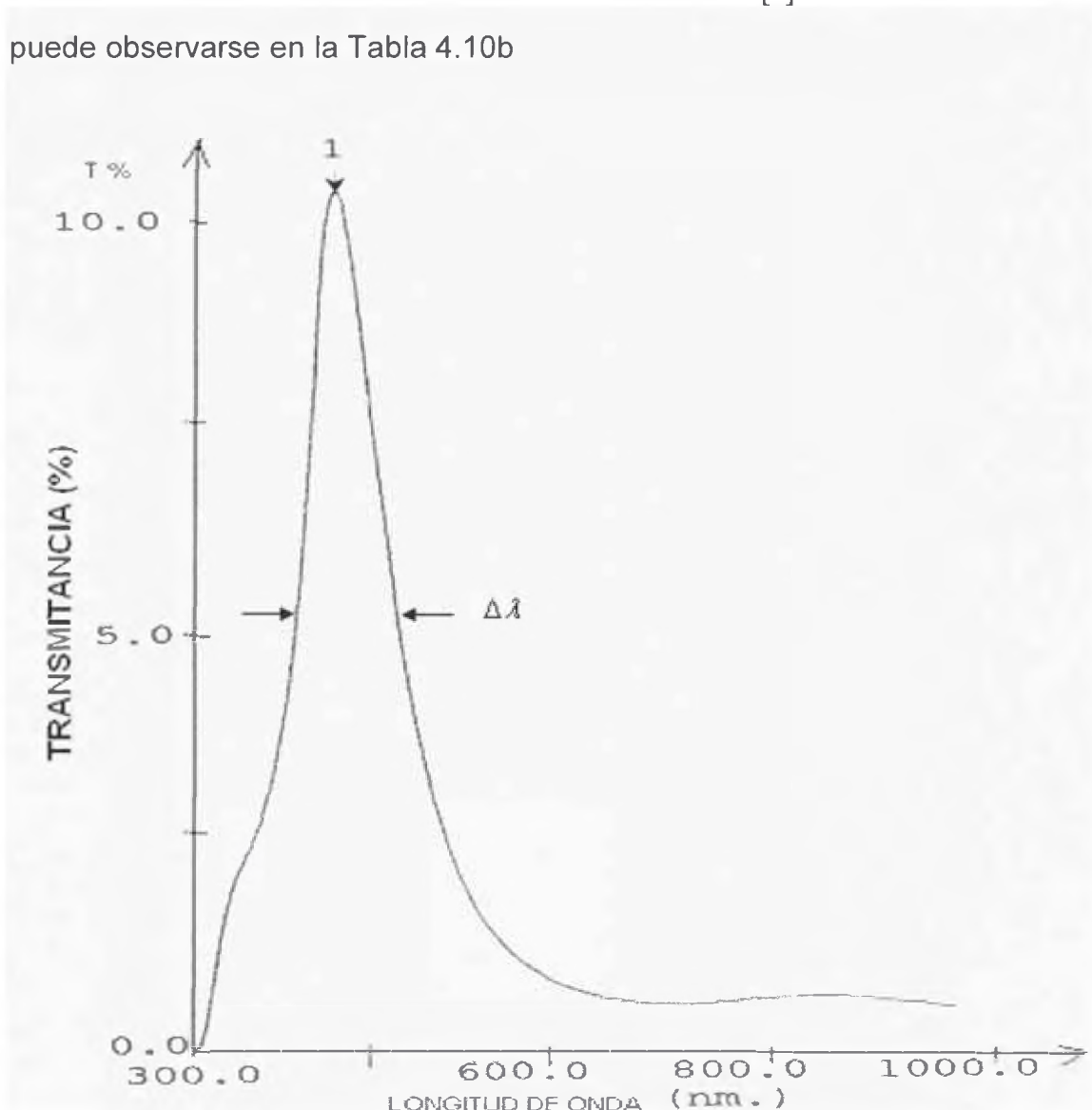


Fig. 4.7 Espectro de transmisión óptica de un filtro simple de  $Al-TiO_2-Al$  que muestra dos picos de transmitancia, una máxima de  $T = 10.5\%$  a una longitud de onda  $\lambda = 480\text{ nm}$   $\Delta\lambda = 100\text{ nm}$

En la Fig. 4.8 mostramos el espectro de transmitancia de un filtro simple de  $Al-TiO_2-Al$  sobre vidrio. La muestra fue depositada en tres partes mediante RF-Sputtering a 300W. Los tiempos de deposición para el Aluminio 10 segundos, y para el Óxido de titanio por 15 minutos. Otros espectros de otros filtros fueron obtenidos y el resumen de los resultados se muestran en la Tabla

4.5. Se observa una similitud con lo hallado en [6] La finesa de este filtro puede observarse en la Tabla 4.13

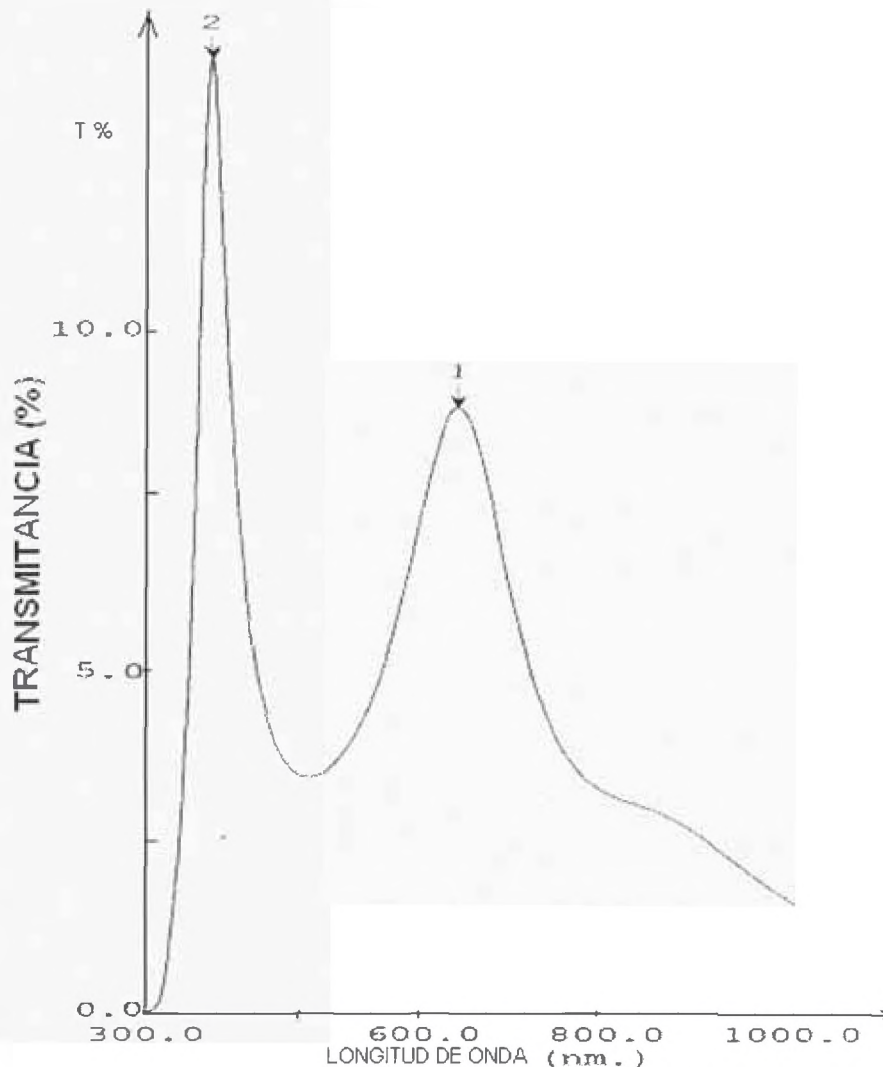


Fig. 4.8 Espectro de transmisión óptica de un filtro simple de  $Al-TiO_2-Al$  que muestra dos picos de transmitancia, una máxima de  $T = 14\%$  a una longitud de onda  $\lambda = 370\text{ nm}$ , otra menor de  $T = 8.9\%$  a una longitud de onda  $\lambda = 636.50\text{ nm}$   $\Delta\lambda = 39\text{ nm}$   $\Delta\lambda = 128\text{ nm}$

En la Fig. 4.9 mostramos el espectro de transmitancia de un filtro simple de  $Al-TiO_2-Al$  sobre vidrio. La muestra fue depositada en tres partes mediante RF-Sputtering a 300W. Los tiempos de deposición para el Aluminio 10 segundos, y para el Óxido de titanio por 15 minutos. Otros espectros de otros filtros fueron obtenidos y el resumen de los resultados se muestran en la Tabla

4.6. Se observa una similitud con lo hallado en [6]. La finesa de este filtro puede observarse en la Tabla 4.10b

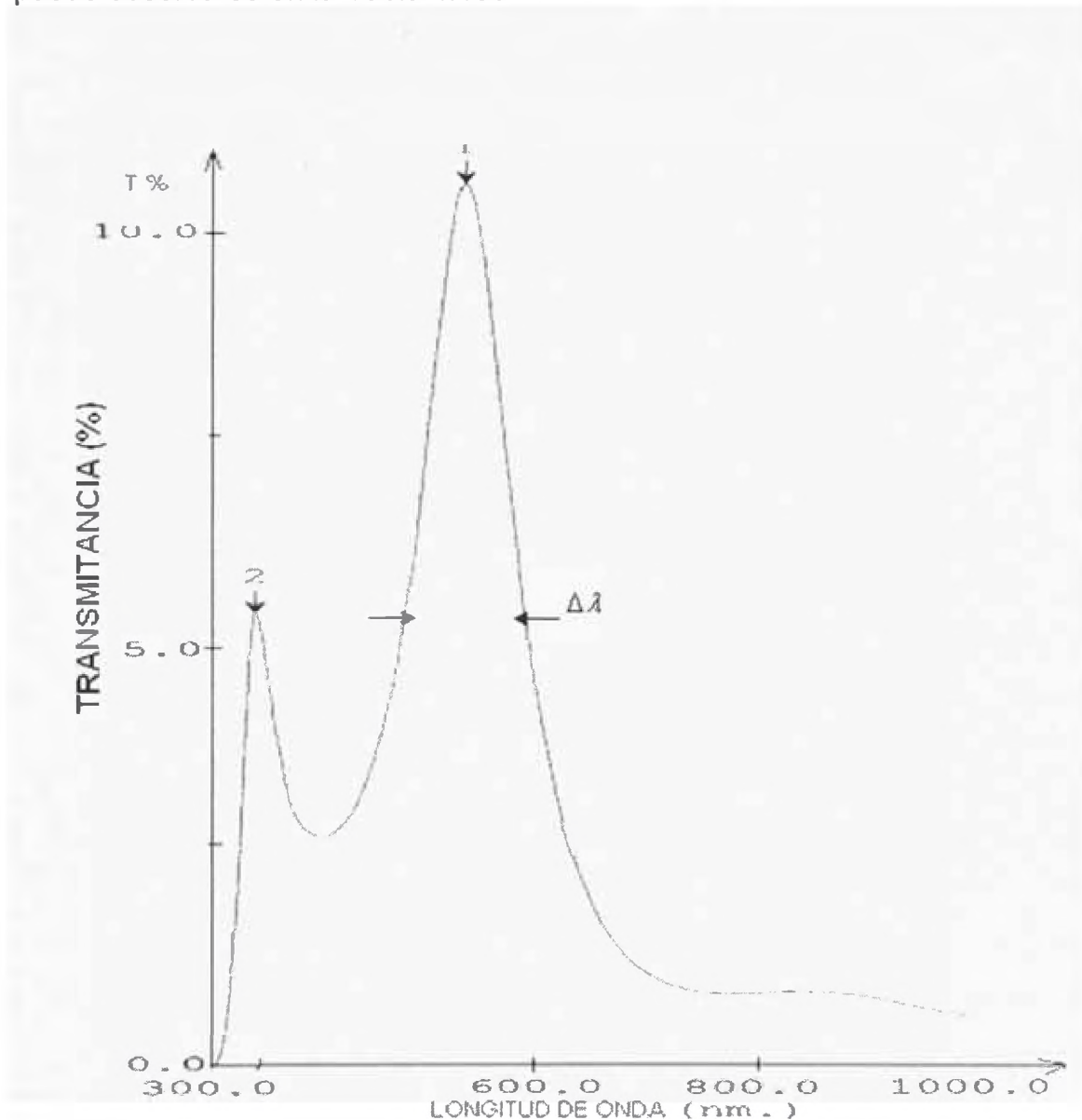


Fig. 4.9 Espectro de transmisión óptica de un filtro simple de  $Al-TiO_2-Al$  que muestra dos picos de transmitancia, una máxima de  $T = 10.6\%$  a una longitud de onda  $\lambda = 541 \text{ nm}$ , otra menor de  $T = 5.4\%$  a una longitud de onda  $\lambda = 346 \text{ nm}$   $\Delta\lambda = 120 \text{ nm}$

#### 4.2.5 Espectros de transmisión óptica de filtros dobles.

En la Fig. 4.10 mostramos el espectro de transmitancia de un filtro doble de  $Al-TiO_2-Al-TiO_2-Al$  sobre vidrio. La muestra fue depositada en cinco partes mediante RF-Sputtering a 300W. Los tiempos de deposición para el



Aluminio 10 segundos, y para el Óxido de titanio por 15 minutos. Otros espectros de otros filtros fueron obtenidos y el resumen de los resultados se muestran en la Tabla 4.7. Se observa una similitud con lo hallado en [6]. La finesa de este filtro puede observarse en la Tabla 4.14

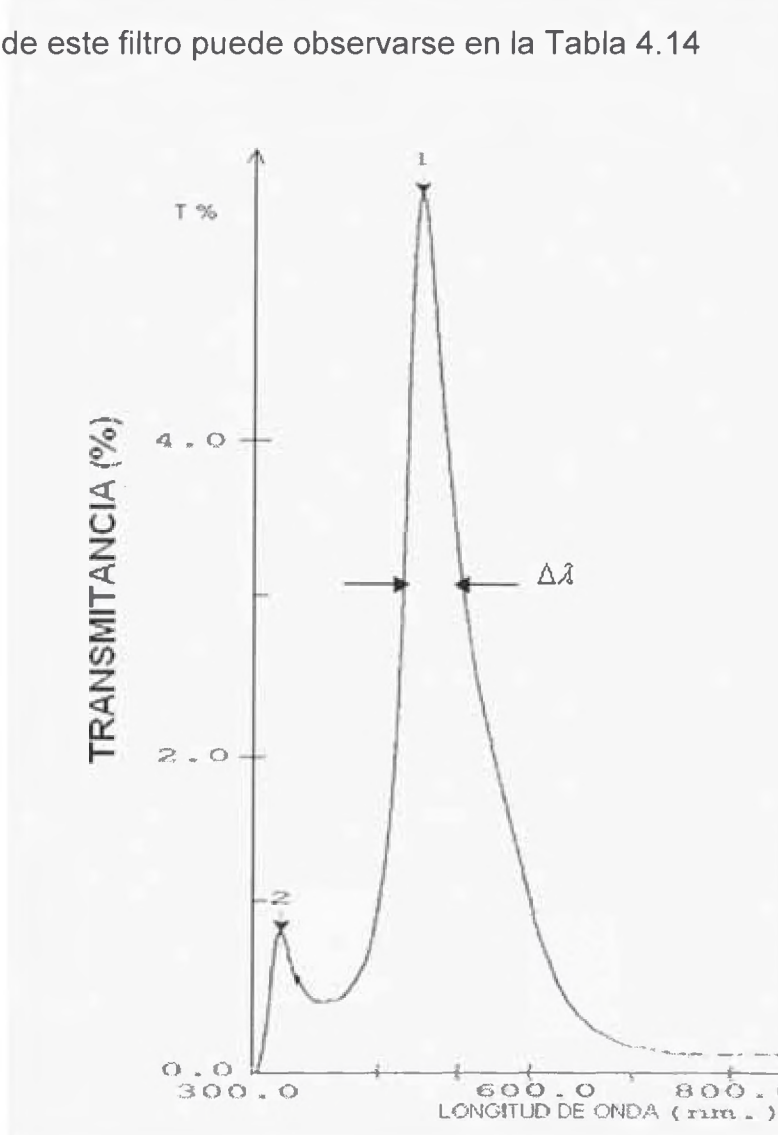


Fig. 4.10 Espectro de transmisión óptica de un filtro doble de  $Al-TiO_2-Al-TiO_2-Al$  que muestra dos picos de transmitancia, una máxima de  $T = 5.6\%$  a una longitud de onda  $\lambda = 494\text{ nm}$ , otra menor de  $T = 0.9\%$  a una longitud de onda  $\lambda = 345\text{ nm}$   $\Delta\lambda = 60\text{ nm}$

En la Fig. 4.11 mostramos el espectro de transmitancia de un filtro doble de  $Al-TiO_2-Al-TiO_2-Al$  sobre vidrio. La muestra fue depositada en cinco partes mediante RF-Sputtering a 300W. Los tiempos de deposición para el Aluminio 10 segundos, y para el Óxido de titanio por 15 minutos. Otros

espectros de otros filtros fueron obtenidos y el resumen de los resultados se muestra en la Tabla 4.7. Se observa una similitud con lo hallado en [6]. La finesa de este filtro puede observarse en la Tabla 4.14

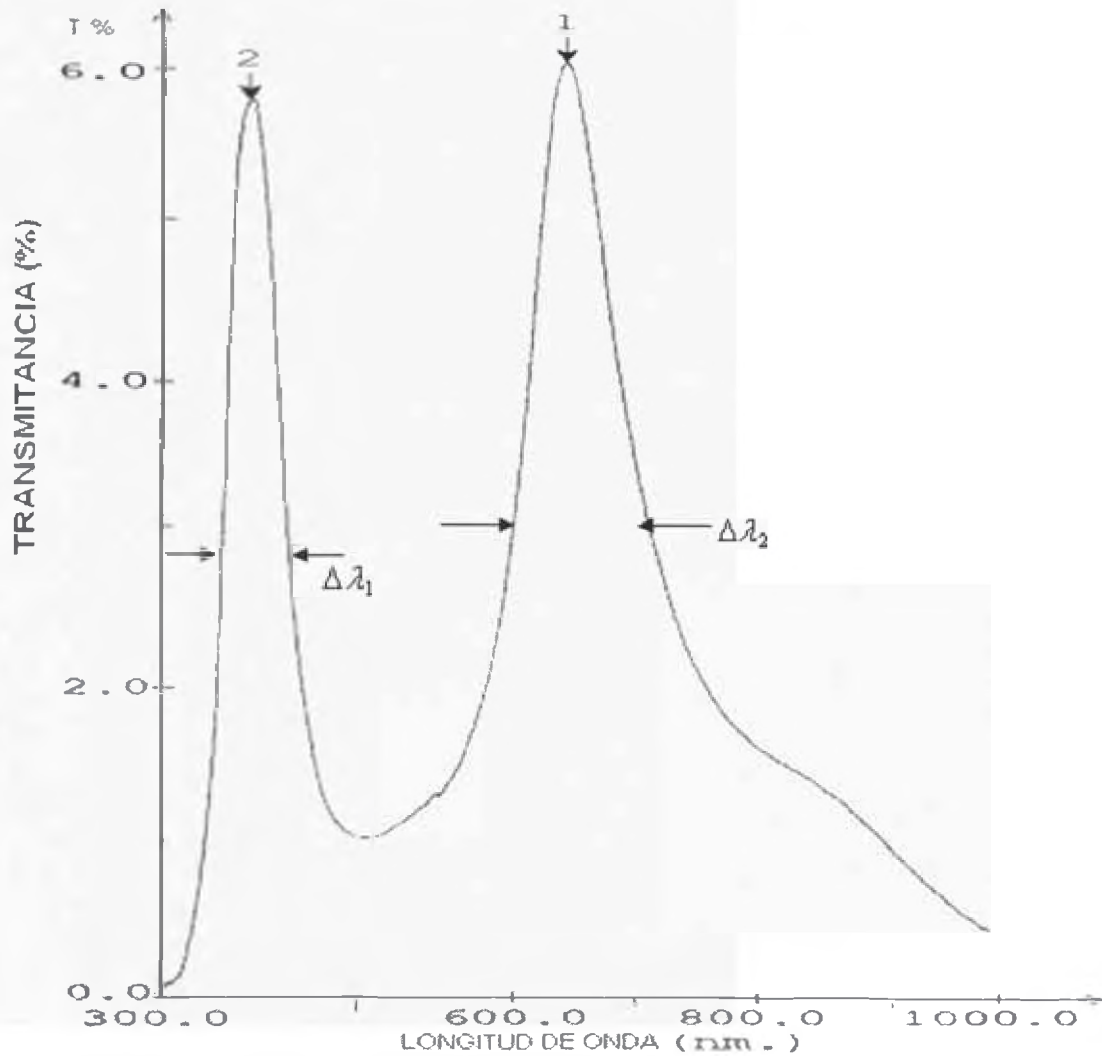


Fig. 4.11 Espectro de transmisión óptica de un filtro doble de  $Al-TiO_2-Al-TiO_2-Al$  que muestra dos picos de transmitancia, una máxima de  $T = 6.1\%$  a una longitud de onda  $\lambda = 649\text{ nm}$ , otra menor de  $T = 5.8\%$  a una longitud de onda  $\lambda = 384\text{ nm}$   $\Delta\lambda = 52\text{ nm}$   $\Delta\lambda = 103\text{ nm}$

#### 4.2.6 Micrografías mediante microscopía electrónica de barrido, de filtros ópticos Fabry Perot, simples y dobles.

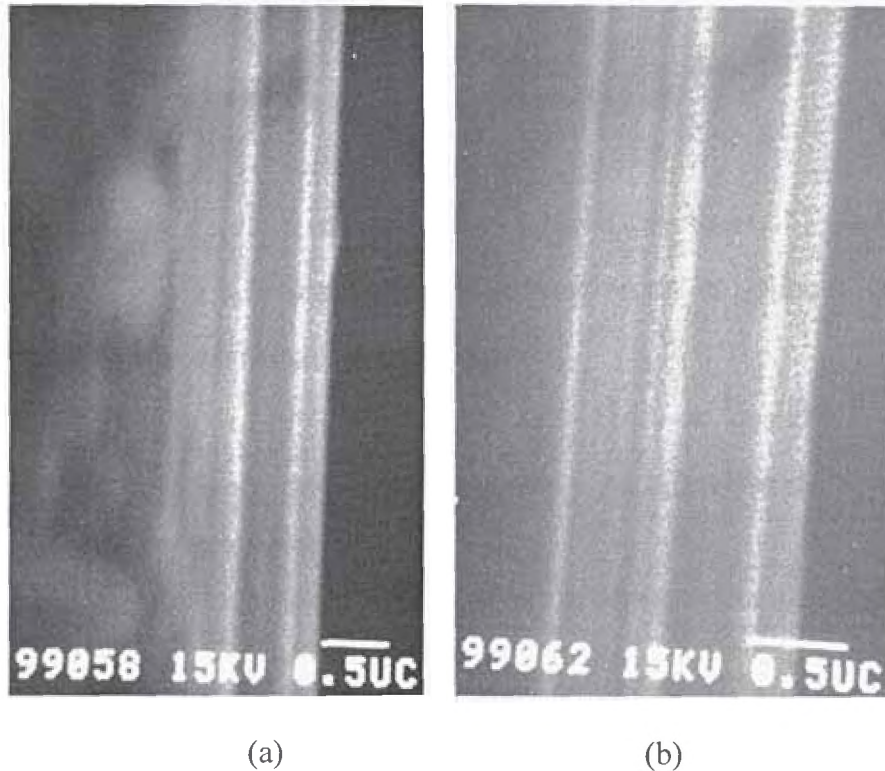


Fig. 4.12 Micrografías mediante microscopía electrónica de barrido, de filtros ópticos simple (a) y doble (b) Fabry Perot desarrollados en este trabajo.

La figura 4.12 muestra micrografías tomadas con el microscopio electrónico de barrido, en el cual se aprecia claramente las interfaces entre las películas de aluminio y las aislantes de óxido de titanio.

Según las escalas mostradas en las micrografías  $0.5\mu c \approx 13mm$  para los filtros simples y  $0.5\mu c \approx 18mm$  para el filtro doble. Las medida halladas son en promedio  $1,201nm$  de espesor aproximadamente de espesor para los filtros simples, con un aumento de  $2.6 \times 10^5$ ; y de  $1,331nm$  de espesor para los filtros dobles con un aumento de  $3.6 \times 10^5$ .

### 4.3 Determinación de parámetros ópticos y geométricos.

Para un sistema de película delgada depositada sobre un sustrato de vidrio, la Transmitancia  $T$  viene dado por:

$$T = \frac{16n_0n_1n^2\alpha}{C_1^2 + C_2^2\alpha^2 + 2C_1C_2\alpha \cos(4\pi n t / \lambda)}$$

Donde

$$C_1 = (n + n_0)(n_1 + n), \quad C_2 = (n - n_0)(n_1 - n) \quad \text{y} \quad \alpha = \exp(-4\pi k t / \lambda) = \exp(-K t)$$

Y siendo  $n_0 = 1$ ,  $n_1 = 1.5$ , y  $n$  el índice de refracción de la película, la expresión para la transmitancia se reduce a la ecuación:

$$T = 8n_0n^2 / [(n^2 + 1)(n^2 + n_1^2) + 4n_1n^2 - (n^2 - 1)(n^2 - n_1^2)\cos(2nk')] \quad (28)$$

Donde  $k'$  es la constante del vector de onda y es diferente de  $K$  que viene a ser el coeficiente de absorción.

Esta última ecuación nos permitirá hacer un análisis sobre la zona óptica del cual obtendremos el espesor de la película delgada, el índice refracción de la película, y el coeficiente de extinción.

#### 4.3.1 Determinación del índice de refracción de la película de $\text{TiO}_2$ .

Haciendo uso de la ecuaciones (28) para  $T_{\min}$  se tiene lo siguiente:

$$\cos(2ndk'_{\min}) = \cos(2N + 1)\pi = -1$$

Donde  $N$  es un número entero que al reemplazar en la ecuación para  $T$  se tiene:

$$T_{\min} = \frac{4n_1n^2}{(n^2 + n_1)^2}$$

Con los valores de  $T_{\min}$  obtenidos del espectro de transmisión óptica del  $\text{TiO}_2$  (tabla 4.4) y asumiendo  $n_1 = 1.5$  conocido, se obtiene para  $n$  el siguiente valor:

$$n \approx 2.855$$

#### 4.3.2 Determinación del espesor de la película

De las ecuaciones  $T_{\max}$  y  $T_{\min}$  se tienen:

$$2ndk'_{\max} = 2\pi N \quad \text{y} \quad 2ndk'_{\min} = (2N + 1)\pi$$

Y como,  $k' = 2\pi/\lambda$ , entonces  $k'_{\max} = 2\pi/\lambda_{\min}$  y  $k'_{\min} = 2\pi/\lambda_{\max}$ , luego resolvemos para  $d$  obteniéndose:

$$d = \frac{\lambda_{\max} \lambda_{\min}}{4n(\lambda_{\max} - \lambda_{\min})}$$

Reemplazando los valores de  $\lambda_{\max}$  y  $\lambda_{\min}$ , Obtenidas del espectro de transmisión óptica del  $TiO_2$  (tabla 4.5) en la ecuación para  $d$  se obtiene:

$$d \approx 146 \text{ nm}.$$

En la zona óptica prácticamente no existe absorción debido a la alta transmitancia. Por eso asumimos que  $K$  es aproximadamente 0.

#### 4.4 Características ópticas de películas delgadas y de filtros.

Los parámetros ópticos que característicos a los filtros de interferencia (Fabry-Perot) como se indica en el punto 2.2, son los siguientes.

Muestra	$\lambda_{\min}$ (nm)	$T_{\min}$ (%)	$\lambda_{\max}$ (nm)	$T_{\max}$ (%)	Tiempo de deposición $t$ (seg)
Al	351	7.5	800	21	20
TiO <sub>2</sub>	407.5	52.5	672	86.3	60

TABLA 4.4. Parámetros ópticos de películas delgadas de Al y TiO<sub>2</sub>

Muestra	$\lambda_{\min}$ (nm)	$T_{\min}$ (%)	$\lambda_{\max}$ (nm)	$T_{\max}$ (%)	Tiempo de deposición $t$ (mn)
1W1	445.0	0.64	720.0	10.4	15
W5	370.0	4.50	636.5	14.0	30
1W5	346.0	2.8	541.0	10.6	25

TABLA 4.5. Parámetros ópticos de filtros simples de Al y TiO<sub>2</sub>

Muestra	$\lambda_{\min}$ (nm)	$T_{\min}$ (%)	$\lambda_{\max}$ (nm)	$T_{\max}$ (%)	Tiempo de deposición $t$ (mn)
2W3	345	0.5	494	5.6	20
2W7	384.5	1.0	649	6.1	30

TABLA 4.6 Parámetros ópticos de filtros dobles de AL y TiO<sub>2</sub>

#### 4.4.1 Medidas de los $\lambda_{\max}$ y $\lambda_{\min}$

Están indicadas en las TABLAS 4.4, 4.5a, 4.5b y 4.6

#### 4.4.2 Medidas de los $\Gamma_{\max}$ (luminosidad).

Igualmente se obtienen a partir de las TABLAS 4.5, y 4.6

#### 4.4.3 Medida del factor constante F.

Se obtiene del cociente entre los picos de transmisión máxima y mínima.

Se obtienen a partir de las TABLAS 4.5, y 4.6, los cuales se dan en los siguientes cuadros.

Muestra	1W1	W5	1W5
Factor ( F )	16.25	3.11	3.13

TABLA 4.7 Factor F de filtros simples

Muestra	2W3	2W7
Factor ( F )	11.2	6.1

TABLA 4.8 Factor F de filtros dobles

#### 4.4.4 Ancho de banda.

Es el ancho de la banda medido a la mitad de la altura del pico de transmisión.

$$\Delta\lambda\left(\frac{1}{2}T_m\right)$$

Muestra	1W1	W51	W52	1W5
$\Delta\lambda\left(\frac{1}{2}T_m\right)$ nm	90	20	190	110

TABLA 4.9 Ancho de banda de intensidad de filtros simples

Muestra	2W3	2W71	2W72
$\Delta\lambda\left(\frac{1}{2}T_m\right)$ nm	70	50	110

TABLA 4.10 Ancho de banda de intensidad de filtros dobles

4.4.5 El poder resolutivo de los filtros se definen como.

$$(\lambda_p / \Delta\lambda)$$

Muestra	1W1	W51	W52	1W5
$(\lambda_p / \Delta\lambda)$	5.05	7.40	3.35	4.92

TABLA 4.11 Poder resolutivo de filtros simples

Muestra	2W3	2W71	2W72
$(\lambda_p / \Delta\lambda)$	7.07	7.69	5.90

TABLA 4.12 Poder resolutivo de filtros dobles

4.4.6 La finesa de los filtros se definen como.  $\mathfrak{F} = \frac{\pi F^{1/2}}{2}$

Muestra	1W1 x10 <sup>-3</sup>	W51 x10 <sup>-3</sup>	W52 x10 <sup>-3</sup>	1W5 x10 <sup>-3</sup>
$\Delta\lambda\left(\frac{1}{2}T_m\right)$ nm	90	20	190	110
$\mathfrak{F} = \pi F^{1/2} / 2$	17.45	53.54	8.27	14.28

TABLA 4.13 Valores de la finesa de filtros simples

Muestra	2W3 x10 <sup>-3</sup>	2W71x10 <sup>-3</sup>	2W72 x10 <sup>-3</sup>
$\Delta\lambda\left(\frac{1}{2}T_m\right)$ nm	70	50	110
$\mathfrak{F} = \pi F^{1/2} / 2$	22.44	31.42	14.28

TABLA 4.14 Valores de la finesa de filtros dobles

## 5 CONCLUSIONES.

- 5.1** Con el uso de la técnica RF Magnetron Sputtering se han producido a nivel experimental películas delgadas de Óxido de Titanio y de Aluminio para la elaboración de los filtros Fabry – Perot con espesores entre 20 y 250 nm de espesor. Las condiciones de su producción están señaladas en las tablas 3.1 y 3.2 y los colores que pueden ser apreciados se indican en las tablas 4.1, 4.2 y 4.3. Así mismo los espesores se miden a partir de los máximos y mínimos de interferencia en los espectros ópticos, figuras 4.5 y 4.6.
- 5.2** Las películas delgadas de óxido de titanio, aluminio y los filtros ópticos producidas han sido analizadas mediante UV Visible Spectrophotometer, Shimadzu 1600 de la Facultad de Ingeniería Química para obtener los gráficos de la transmitancia, así mismo estimar el índice de refracción y el espesor de las películas producidas, figuras 4.7, 4.8, 4.9, 4.10 y 4.11.
- 5.3** Mediante la técnica de difracción de electrones se ha logrado comprobar (verificar) la estructura cristalina tetragonal del óxido de titanio, Fig. 4.3..
- 5.4** Mediante el microscopio electrónico se han obtenido micrografías de los filtros simples, dobles y sus espesores respectivos. Donde se aprecian claramente las interfaces entre las películas metálicas de aluminio y los aislantes de óxido de titanio. Fig. 4.12 (a) y (b).
- 5.5** Se han determinado las características ópticas de las películas delgadas de plata, óxido de titanio y de los filtros simples y dobles. Tablas 4.5, 4.6 y 4.7.
- 5.6** Para los filtros simples y dobles se han calculado: La constante F, el ancho de banda, el poder resolutivo y la finesa, los cuales se señalan en las tablas 4.7; 4.8; 4.9; 4.10; 4.11; 4.12; 4.13 y 4.14.



## BIBLIOGRAFIA:

- [1] **Arturo Talledo.** Tecnología de Alto Vacío., ANR, Lima, 2004
- [2] **F. Abeles,** Optics of thin film. Instituto d'optiques, Paris. 1972
- [3] **H.A Marcleod,** Thin film second Edition, Adam Hilger, Bristol. Pgs. 238-241. London 1986
- [4] **Ohring, Milton:** "The Materials the Science of Thin Films.", Editorial Academic Press Limited, London, 1991
- [5] **Camps, E.Romero, S., Fernandez Valverde, S. M., Jimenez Becerril, J., Pérez Alvarez, J., Escobar Alarcón, L.** Caracterización de bicapas TiO<sub>2</sub>/SnO<sub>2</sub> depositadas por ablación láser para fotocatalisis Superficies y vacío [en línea] 2007, 20 (junio) : [fecha de consulta: 11 de agosto de 2009] Disponible en:  
<<http://redalyc.uaemex.mx/redalyc/src/inicio/ArtPdfRed.jsp?iCve=94220204>> ISSN 1665-3521
- [6] **Hetch, Eugene** "Optica" Addison Wesley Publishing Company of Reading, 2000
- [7] **Rossi, Bruno:** "Fundamentos de óptica.", Editorial Reverte S.A., 1966
- [8] **Smith F., Thompson J.:** "Óptica.", Editorial Limesa S.A., México, 1979
- [9] **Tolansky, S:** "Multiple\_Beam Interference Microscopy of Metals.", Editorial Academic Press Inc., London, 1970
- [10] **J C. Manificier, J Gasiot and J P Fillard** Université des Sciences et Techniques du Languedoc, Centre d'Estudes d'Electronique des Solides, associé au CNRS, Place Eugene Bataillon, 34060 Montpellier, France. A simple method for the determination of the optical constants n, K and the the thickness of a weakly absorbing thin film. 1976.

[11] **Abel Gutarra**. Obtención de películas delgadas de Dióxido de Estaño y su caracterización óptica, eléctrica y estructural. Tesis, lic. UNI. Fac. ciencias. Lima, 1992.

[12] **Ralph W.G. Wychoff**, Crystal structure, second Edition Vol.1. Interscience publisher's. 1965.