



Universidad Autónoma De Baja California
Facultad De Ingeniería Arquitectura Y Diseño



“Diseño y fabricación de filtros antirreflejantes”

Tesis

para cubrir los requisitos necesarios para obtener el grado de Ingeniero en
Nanotecnología

Presenta:

Lorena Conchita Cruz Gabarain

Director de Tesis:
Dra. Noemi Abundiz Cisneros

Codirector de Tesis:
Dra. Eunice Vargas Viveros

Ensenada, Baja California, México, 12 de septiembre de 2019.

UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE BAJA CALIFORNIA
FACULTAD DE INGENIERÍA, ARQUITECTURA Y DISEÑO

DISEÑO Y FABRICACIÓN DE FILTROS ANTIRREFLEJANTES

TESIS

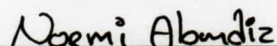
**PARA CUBRIR LOS REQUISITOS NECESARIOS PARA OBTENER EL
TÍTULO DE**

INGENIERO EN NANOTECNOLOGÍA

PRESENTA:

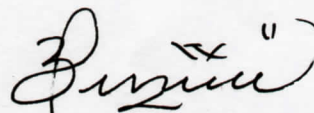
LORENA CONCHITA CRUZ GABARAIN

Aprobada por:



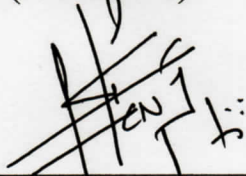
Noemi Abundiz Cisneros

Director
(Presidente)



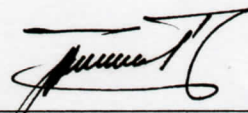
Dra. Eunice Vargas Viveros

Co-director
(Secretario)



Dr. Enrique Efrén García Guerrero

Sinodal
(Vocal)



Dr. Franklin David Muñoz Muñoz

Sinodal
(Vocal)



Dr. Roberto Sanginés de Castro

Sinodal
(Vocal)

Resumen

En el presente trabajo de tesis se realizó el diseño, fabricación y caracterización de 2 filtros antirreflejantes conformados por un apilamiento de 3 películas delgadas. Se eligió el grosor de los materiales de acuerdo a la teoría de cuartos y medios de onda siendo: SiO₂(94nm)/SnO₂(70nm)/SiN_xO_y(80nm) y SiO₂(93nm)/SnO₂(142nm)/SiN_xO_y(82nm) que representan $\frac{1}{4}, \frac{1}{4}, \frac{1}{4}$ y $\frac{1}{4}, \frac{1}{2}, \frac{1}{4}$ respectivamente, para una longitud de onda de 550 nm (región verde del espectro). El objetivo es disminuir la reflexión en comparación al vidrio BK7 dentro de la región del espectro visible (400-700nm). Ambos apilamientos fueron sintetizados usando la técnica de erosión iónica reactiva con magnetrón con doble cañón, con el objetivo degenerar el filtro completo sin necesidad de abrir la cámara, y evitar con ello, la generación de interfaces indeseadas que ocurren generalmente por la exposición de las diferentes capas del material con la atmósfera. Se empleó la espectroscopía óptica de emisión de plasmas (OES en inglés) y la espectroscopía elipsométrica in situ para encontrar las condiciones óptimas de depósito para cada capa, y para monitorear la reproducibilidad del proceso de fabricación. También se caracterizó por medio de espectrofotometría (UV-Vis-NIR), obteniéndose una transmitancia de 100% de 500 a 550nm y, por lo tanto, una reflectancia de 0% en ese rango. En adición, se obtuvo una reflexión menor a la del vidrio BK7 en el resto del espectro visible, cumpliendo así con las especificaciones que se requiere para lograr un filtro antirreflejante. Al realizar las pruebas del material propuesto en esta investigación en áreas de exteriores, se obtuvo un excelente comportamiento, ya que se obtuvo una reducción de los reflejos de forma significativa en comparación al vidrio BK7 y en las pruebas térmicas el filtro resistió hasta 70°C, por lo cual puede ser utilizado en el exterior, ya que no presentó pérdidas o desprendimiento del material.

Palabras clave: antirreflejante, película delgada, erosión iónica con magnetrón, elipsometría, espectroscopía óptica de plasmas.

Abstract

In this thesis project the design, fabrication and characterization of 2 anti-reflective filters conformed by a stack of 3 thin films were realized. The thickness of the materials was chosen according to the theory of quarters and half-waves being: $\text{SiO}_2(94\text{nm})/\text{SnO}_2(70\text{nm})/\text{SiN}_x\text{O}_y(80\text{nm})$ y $\text{SiO}_2(93\text{nm})/\text{SnO}_2(142\text{nm})/\text{SiN}_x\text{O}_y(82\text{nm})$ that represent $\frac{1}{4}, \frac{1}{4}, \frac{1}{4}$ and $\frac{1}{4}, \frac{1}{2}, \frac{1}{4}$ respectively. The purpose is to decrease the reflection compared to BK7 glass in the visible spectrum region (400-700nm). Both stacks were synthesized using reactive magnetron sputtering technique with double cannon; the reason for this is to be able to generate the complete filter without opening the chamber, and to avoid the exposure of the different layers with the environment in order to eliminate unwanted interfaces. Plasma Optical Emission Spectroscopy (OES) and *in situ* ellipsometric spectroscopy were used to find the optimal deposition conditions for each layer, and to monitor the fabrication process for reproducibility. It was also characterized by spectrophotometry (UV-Vis-NIR) obtaining a transmittance of 100% from 500 to 550nm and therefore the reflectance was 0% in that range, in addition, it was obtained a lower reflection than the BK7 glass in the rest of visible spectrum, accomplishing the objective of the antireflective filter. When performing outdoors, an excellent behavior was obtained reducing the light reflections considerably in comparison to BK7 glass and in the thermal tests the filter resisted up to 70°C, so it can be used outdoors, since it did not present losses or detachment of the material.

Key words: antireflective, thin film, magnetron sputtering, ellipsometry, plasma optical emission spectroscopy

Dedicatoria

Este trabajo de tesis es dedicado a mi padre José Guadalupe Flores Velazquez, a mi madre Lorena del Carmen Gabarain Ceseña, a mi hermana Arena del Mar Cruz Gabarain y a mi novio Jesús Mauricio Jimenez Solorio, por a su amor y apoyo incondicional a lo largo de mi formación profesional.

Agradecimientos

A mi directora de tesis, la Dra. Noemi Abundiz Cisneros, gracias por la oportunidad que me dio al aceptarme como su estudiante, también por su paciencia, tiempo, confianza y asesoramiento necesarios para la realización de este trabajo de tesis.

A mi codirectora, Dra. Eunice Vargas Viveros por la beneficiosa contribución en este proyecto y su constante apoyo a lo largo de mi carrera profesional.

Agradezco a los miembros de mi comité, Dr. Enrique Efrén García Guerrero, Dr. Franklin David Muñoz Muñoz y al Dr. Roberto Sanginés de Castro, por los valiosos consejos en la escritura de esta tesis.

Agradezco al Centro de Nanociencias y Nanotecnología de la Universidad Autónoma de México (CNYN-UNAM) por permitirme hacer uso de sus instalaciones. A cada uno de los integrantes del laboratorio de Síntesis y Análisis Óptico de Materiales (SAOM-Lab), especialmente al Dr. Roberto Machorro Mejía por permitirme formar parte de su apreciado equipo.

Gracias al proyecto CONACyT CB-2015-254494, PAPIIT-UNAM IT101017 el cual financió la parte experimental de este trabajo de tesis.

También agradezco a los compañeros que conocí a lo largo de mi carrera: Diego Mejía, Norma Cota, Marimar Rodríguez, Marlen Valadez, Andrea Bernal. Los cuales hicieron de mi estancia en la universidad muy amena y solidaria.

Agradezco inmensamente a mi familia, a mis padres por su esfuerzo y por impulsarme a vivir mis sueños. A mi hermana por acompañarme siempre a lo largo de mi carrera.

Contenido

Resumen.....	I
Abstract	II
Dedicatoria	III
Agradecimientos.....	IV
Lista de figuras.....	VII
Lista de tablas	X
1. Introducción	1
1. Antecedentes.....	2
2. Marco teórico	6
2.1. Películas delgadas.....	6
2.2. Definición de filtro óptico	7
2.2.1. Interferencia de ondas.....	9
2.2.2. Interferencia constructiva y destructiva	9
2.3. Reflectancia y Transmitancia	11
Caso 1. Campo eléctrico perpendicular al plano de incidencia.....	11
Caso 2. Campo eléctrico paralelo al plano de incidencia.....	12
2.4. Recubrimientos antirreflejantes	14
2.5. Propiedades ópticas de materiales dieléctricos.....	19
2.6. Técnica de erosión iónica reactiva con magnetron	22
2.7. Espectroscopía elipsométrica	25
2.7.1. Modelo de EMA.....	27
2.8. Espectroscopía óptica de Emisión (OES).....	30
2.8.1. La luz emitida por el plasma	30
2.8.2. Descripción de la técnica	32
2.8.3. Espectroscopía de emisión óptica en erosión iónica	33
2.9. Espectrofotometría.....	33
3. Hipótesis y objetivos.....	35
3.1. Hipótesis	35
3.2. Objetivos generales	35
3.3. Objetivos específicos	35
4. Metodología	36
4.1. Diseño de los filtros antirreflejantes.....	36

4.2.	Síntesis de las películas por medio de la técnica de erosión iónica reactiva con magnetrón	36
4.2.1.	Descripción del sistema de vacío	36
4.2.2.	Preparación del sustrato.....	38
4.2.3.	Preparación de la cámara para realizar el depósito.....	39
4.2.4.	Condiciones de depósito de las películas delgadas.....	39
4.3.	Caracterizaciones.....	39
4.3.1.	Espectroscopía óptica de emisión	40
4.3.2.	Elipsometría.....	43
4.3.3.	Espectrofotometría UV-Vis-NIR	43
5.	Resultados y discusiones	44
5.1.	Diseño del filtro antirreflejante	44
5.2.	Condiciones óptimas de cada capa.....	47
5.2.1.	Condiciones óptimas del óxido de silicio	48
5.2.2.	Condiciones óptimas del óxido de estaño	49
5.2.3.	Condiciones óptimas de Al_2O_3	51
5.3.	Apilamiento del filtro antirreflejante	53
5.3.1.	Propiedades ópticas de capa 1 y capa 2 apiladas	53
5.3.2.	Propiedades ópticas de la 3er capa	53
5.4.	Apilamiento final.....	56
5.5.	Pruebas térmicas	59
5.6.	Funcionamiento de filtro antirreflejante en el exterior	60
6.	Conclusiones.....	62
7.	Referencias	63

Lista de figuras

Figura 1. Representación esquemática de la reflexión y transmitancia que ocurre en los diseños de filtros antirreflejantes tipo (a) $\lambda/4, \lambda/2, \lambda/4$ y (b) $\lambda/4, \lambda/4, \lambda/4$ compuestos de SiO ₂ (capa superior) - TiO ₂ (capa intermedia) - ZnO (capa inferior). (Priyadarshini, B. G., & Sharma, A. K., 2016)	4
Figura 2. Comparación entre el filtro SiO ₂ /TiO ₂ /ZnO de $1/4, 1/4, 1/4$ (línea roja) y $1/4, 1/2, 1/4$ (línea magenta).....	5
Figura 3. Estructura atómica de una película delgada de Al ₂ O ₃ sobre un sustrato de Ni ₆₅ Co ₂₀ Fe ₁₅ . (Depla, D., & Mahieu, S., 2008).....	6
Figura 4 Espectro electromagnético. (García J. R. & Rovira J. M., 1998).....	8
Figura 5. Representación de la conservación de la energía. (Martín, 2003)	8
Figura 6. Interferencia constructiva (Hecht, 2002).	10
Figura 7. Interferencia de ondas constructiva y destructiva. Recuperado de http://hyperphysics.phy-astr.gsu.edu/hbasees/Sound/interf.html	11
Figura 8. Onda incidente cuyo campo E es normal al plano de incidencia. (Hecht, 2002).....	12
Figura 9. Onda incidente cuyo campo E se halla en el plano de incidencia. (Hecht, 2002).....	12
Figura 10. Reflexión y transmisión de un haz incidente. (Hecht, 2002).....	13
Figura 11. Interferencia de los haces R_{01} y R_{15} en un recubrimiento antirreflejante de una capa.....	15
Figura 12. Reflectancia en la superficie de un vidrio ($n=1.52$) recubierto con un cuarto de onda de MgF ₂ ($n=1.38$). El medio incidente es el aire ($n=1$) y la longitud de onda de referencia es 510 nm. (Macleod, 2010).	16
Figura 13. Funcionamiento de un recubrimiento antirreflejante de un cuarto/un cuarto en vidrio. La curva más baja y ancha es el comportamiento de la combinación de los índices 1.38 y 1.70. La curva más alta y estrecha tiene los índices 1.50 y 1.85 (Macleod, 2010).	17
Figura 14. Funcionamiento de 2 recubrimientos en W de un medio/un cuarto en vidrio (Macleod, 2010).	18
Figura 15. Cambios progresivos en un recubrimiento antirreflejante formado por 3 capas de un cuarto de onda. El recubrimiento original es el recubrimiento en W (Macleod, 2010).	19
Figura 16. Diagrama simplificado de la energía de bandas para un dieléctrico, semiconductor y metal típico. Las regiones sombreadas en gris y gris claro representan la banda de valencia y la banda de conducción, respectivamente, y la región vacía entre ellas indica la banda prohibida.....	21

Figura 17. Rango espectral de transparencia para varios materiales dieléctricos importantes.	22
Figura 18. Esquema de un sistema convencional de una cámara de erosión iónica. A la izquierda se muestra el sistema con blanco y el sustrato cara a cara, así como las posiciones de los imanes, sistemas de bombeo y de enfriamiento, entrada de gases y conexión a la fuente de poder. La imagen de la derecha es un corte de una sección del blanco y sustrato que muestra las líneas de campo magnético, el campo eléctrico apunta en dirección del blanco, la posición en la que se forma el plasma que da origen al surco, además de los átomos involucrados en el proceso de formación de una película delgada. (Boydens., 2013; Cárdenas, 2017).	24
Figura 19. Funcionamiento de elipsometría. Una luz polarizada linealmente incide sobre la muestra, ocurre un cambio a polarización elíptica debido a la reflexión, con diferentes índices de refracción n y n' . (Hilfiker, 2011).	26
Figura 20. Cambio de estado de polarización debido a la reflectancia de una capa. (Fujiwara, H., & Collins, R. W., 2018).	27
Figura 21. La aproximación del medio efectivo (EMA) considera la mezcla de materiales basada en las funciones dieléctricas (ϵ_a y ϵ_b) y las fracciones de volumen (f_a y f_b) de cada constituyente, para ser aproximados por una sola función dieléctrica (ϵ_{EMA}). (M. Losurdo, K. Hingerl, 2013) ..	28
Figura 22. Esquema de absorción y emisión de energía de un átomo. Recuperado de https://cdn.educ.ar/dinamico/UnidadHtml__get__e8928534-4b51-11e1-81a2-ed15e3c494af/index.html	31
Figura 23. Espectro de emisión continuo y de líneas.	32
Figura 24. Esquema de funcionamiento de espectrofotometría UV/Vis.	34
Figura 25. Diagrama en vista frontal de la cámara de erosión iónica (Rodríguez, 2018).	37
Figura 26. Vista lateral de la cámara de erosión iónica, donde se observa la posición del sistema espectroscópico y la distancia de enfoque. (Rodríguez, 2018)	37
Figura 27. Posicionamiento del sustrato en el portamuestra.	38
Figura 28. Diagrama de flujo de la preparación de la cámara para realizar el depósito.	39
Figura 29. Espectro de emisión generado durante el depósito de SiN_xO_y (línea azul)y SnO_2 (línea roja).	41
Figura 30. Espectro de emisión de los gases monitoreado por el software plasmonitor donde la línea roja es el simboliza el cociente nitrógeno/Ar, la línea negra y azul simbolizan señales de Argón.	42
Figura 31. Medición de transmitancia por espectrofotometría de las muestras.	43
Figura 32. A) Transmitancia y b) Reflectancia de los modelos creados.	45

Figura 33. Comparación entre el filtro $\text{SiO}_2/\text{SnO}_2/\text{Al}_2\text{O}_3$ de 1/4,1/4,1/4 (línea roja) y 1/4,1/2,1/4 (línea magenta).....	46
Figura 34. Diagrama CIE-1931. Se muestra el color de la reflectancia y transmitancia de los modelos creados.	47
Figura 35. Parámetros elipsométricos a) psi y b) delta de la capa de SiO_2	48
Figura 36. Constantes ópticas de capa de SiO_2 . a) índice de refracción y b) coeficiente de extinción. .	49
Figura 37. Parámetros elipsométricos a) psi y b) delta de la capa de SnO_2	49
Figura 38. Constantes ópticas de la capa de SnO_2 . a) índice de refracción y b) coeficiente de extinción.	50
Figura 39. Parámetros elipsométricos a) psi y b) delta de la capa de Al_2O_3	51
Figura 40. Constantes ópticas de capa de Al_2O_3 . a) índice de refracción y b) coeficiente de extinción.	52
Figura 41. Comparación de reflectancia entre el filtro de dos capas diseñado y sintetizado.	53
Figura 42. Constantes ópticas del Al_2O_3 con problemas. a) índice de refracción y b) coeficiente de extinción.	54
Figura 43. Comparación entre la película de Al_2O_3 y SiN_xO_y	55
Figura 44. Parámetros elipsométricos a) psi y b) delta de la capa de SiN_xO_y	55
Figura 45. Constantes ópticas del SiN_xO_y . a) índice de refracción y b) coeficiente de extinción.	56
Figura 46. a) Transmitancia y b) reflectancia de los filtros AR ¼ y AR ½ medida por espectrofotometría (Uv-Vis-NIR).	57
Figura 47. Comparación entre el filtro AR ¼ diseñado y el filtro fabricado.	58
Figura 48. Fotografía de los filtros antirreflejantes a) AR ¼ y b) AR ½.	59
Figura 49. Fotografía del filtro AR ¼.	59
Figura 50. Transmitancia del filtro antirreflejante AR 1/4 expuesto a diferentes temperaturas.	60
Figura 51. Comparación entre a) Vidrio BK7 y b) filtro antirreflejante AR ¼.	61
Figura 52. Comparación entre el a) vidrio BK7 y el b) filtro antirreflejante AR ½.	61

Lista de tablas

Tabla 1. Eficiencia de los modelos creados.	46
Tabla 2. Características de la capa de SiO ₂ obtenidas a partir de elipsometría.	48
Tabla 3. Características de la capa de SnO ₂ obtenidas a partir de elipsometría.	50
Tabla 4. Características de la capa de Al ₂ O ₃ obtenidas a partir de elipsometría.	51
Tabla 5. Características de la capa de SiN _x O _y obtenidas a partir de elipsometría.	56

1. Introducción

En la actualidad el uso de celulares, televisiones, computadoras, lentes, ventanas, los cuales están formados por distintos componentes como transistores, procesadores, recubrimientos, etc., tienen un gran impacto en la vida cotidiana del hombre, es por ello que en la industria siempre es importante innovar para mejorar u optimizar el funcionamiento de algún equipo. Una rama importante en la industria son los recubrimientos o películas delgadas estos pueden tener distintas propiedades como dureza, color, ser capas conductoras, transparentes o capas antirreflejantes. Este trabajo se enfocará en el diseño de filtros ópticos en particular filtros antirreflejantes, este tipo de filtros utilizan las propiedades ópticas de los materiales (reflexión, absorción y transmisión) para guiar y manipular la luz.

Entre los diferentes tipos de filtros ópticos, los antirreflejantes son aquellos que actúan disminuyendo la reflexión en un rango de longitud de onda, generalmente en el visible, en comparación con el sustrato sobre el que están actuando. Pueden construirse a partir de una película delgada hasta un apilamiento multicapa de distintos materiales y grosores.

Hoy en día existen distintas técnicas de síntesis para el crecimiento de películas delgadas, las cuales han avanzado de forma impresionante en los últimos años y se dividen en métodos físicos, químicos y físico-químicos; su uso depende de las características requeridas en el recubrimiento. Algunos de los métodos más comunes utilizados en la industria y en la ciencia son: sol-gel, depósito por descomposición química de vapores (CVD), ablación laser (PLD), depósito por capa atómica (ALD), electrodeposición, erosión iónica, etc.

En este trabajo de tesis se realiza el diseño y la fabricación de filtros antirreflejantes de tres capas apiladas sobre vidrio BK7 por medio de la técnica de erosión iónica reactiva con magnetrón. Se implementaron métodos de caracterización no invasivos como espectroscopía elipsométrica, espectroscopía de plasmas y espectrofotometría, con el fin de garantizar el grosor y composición de cada una de las películas, su reproducibilidad y medir la respuesta óptica final del filtro.

1. Antecedentes

Las películas delgadas están presentes en nuestra vida diaria, muchas veces actuando como filtros ópticos. El uso de películas delgadas como filtros ópticos no es un suceso reciente, podemos reconocer los comienzos del campo de los recubrimientos ópticos en los primeros recubrimientos metálicos para espejos, pero fue hasta el siglo XX, donde se empezó a implementar el depósito de películas delgadas, usando procesos de vacío, particularmente la evaporación térmica permitió la enorme y necesaria expansión de los recubrimientos ópticos. A partir de evaporación térmica, se han unido una serie de técnicas diferentes todas las cuales aportan sus diferentes ventajas que las hacen aptas para necesidades particulares en el área del recubrimiento óptico. Aunque no se puede seleccionar una sola técnica de síntesis para el crecimiento de películas delgadas como la mejor, ya que esto depende de las exigencias de la aplicación particular, esto hace que sea el principal impulsor de la elección del método (Piegari, A., & Flory, F., 2018).

El trabajo de Pohl y Pringsheim en 1912 se basó en el estudio sobre el depósito de espejos metálicos a través de un proceso que denominaron destilación al vacío. Esto estableció los principios de lo que se conoce como evaporación térmica. Esta técnica consiste en calentar el material que se quiere depositar sobre un sustrato, en un sistema de vacío, hasta que hierve, y el vapor resultante se condensa en los sustratos que se van a recubrir, que se mantienen a temperaturas muy por debajo de la temperatura de congelación del material evaporado. El material evaporado forma inmediatamente una fina película sólida. Aunque el trabajo de Pohl y Pringsheim se enfocaba en los metales, estaba claro que los dieléctricos y los semiconductores podían ser igualmente bien depositados por esta técnica. La técnica se generalizó en la década de 1930 y sigue siendo de gran importancia para los recubrimientos ópticos. Los primeros recubrimientos dieléctricos producidos por la técnica de evaporación térmica presentaron problemas, estos materiales no eran particularmente resistentes a la abrasión, y sus características espectrales tendían a ser ligeramente inestables. Este comportamiento se atribuía a la poca uniformidad del recubrimiento (Pohl, R. & Pringsheim, P., 1992).

Otra de las técnicas de síntesis es la *erosión iónica* o *sputtering*. Esta técnica ha evolucionado con el paso del tiempo con el fin de aumentar la eficiencia y ampliar las opciones respecto a los tipos de materiales que se pueden depositar, en la sección 3.6 se describe a detalle el proceso. La erosión iónica tiene muchas ventajas sobre otros métodos como la evaporación térmica o el depósito químico de vapor (CVD). Históricamente, la evaporación térmica y la erosión iónica se

han agrupado bajo el término "*depósito físico de vapor*" (PVD). La erosión iónica se distingue de la evaporación térmica en que produce un flujo de alta energía que tiene una alta movilidad superficial y por lo tanto puede condensarse en películas planas, densas, conformes y continuas más fácilmente que las películas evaporadas. Así, a diferencia de la evaporación, la erosión iónica preserva la estequiometría de la fuente objetivo ya que el mecanismo de bombardeo físico de la eyección de partículas resulta en una estequiometría consistente en la superficie de la muestra (Simon, 2018). Además, no es necesario calentar el material para efectuar el depósito, la técnica es apta para incluso materiales con elevado punto de fusión, también se puede utilizar muy eficientemente no solamente en la preparación de películas metálicas, sino en una gran variedad de compuestos como óxidos, nitruros, caburos, etc., dependiendo del gas reactivo. Para finalizar, las películas por erosión iónica, al ser un proceso más energético, poseen una mejor adherencia, en contraste con la evaporación. Debido a esta versatilidad, actualmente se utiliza ampliamente en la industria al ser también escalable para depositar en grandes áreas de superficie con una alta tasa de crecimiento y relativamente barato en comparación a otros métodos de fabricación de películas delgadas (Vázquez, A., & Damboreza, J. , 2001).

Las propiedades particulares de las películas delgadas vienen dadas por su método de fabricación (deposición), es decir las condiciones impuestas para el crecimiento, lo cual permite que los átomos del material se acomoden de cierta manera debido a las fuerzas de enlace proveniente de los átomos próximos, obteniéndose resultados muy diferentes en comparación a los métodos ordinarios de síntesis para el material masivo, por ejemplo, en propiedades ópticas y electrónicas (Piegari, A., & Flory, F., 2018).

Las películas delgadas tienen diversas aplicaciones, por ejemplo en el área de óptica, como filtros pasabanda que sólo dejan pasar una región de longitud de onda, filtros reflejantes por lo general realizados con alguna capa metálica o los filtros antirreflejantes, el cual se enfocará este trabajo. Los recubrimientos antirreflejantes fueron el objetivo principal de gran parte de los primeros trabajos en la óptica de películas delgadas. La idea de los recubrimientos antirreflejantes fue interpretada por John Strutt también conocido como Lord Rayleigh el siglo XIX, cuando observó que el deslustre de un vidrio aumentaba su transmitancia en lugar de reducirla. Esto condujo a la estrategia de lograr la antirreflectividad mediante la variación gradual del índice de refracción. Sin embargo, los recubrimientos antirreflejantes reales fueron producidos por Fraunhofer en 1817

cuando se dio cuenta de que la reflexión se reducía como resultado del grabado de una superficie en una atmósfera de vapores de azufre y ácido nítrico.

De todas las aplicaciones posibles, los recubrimientos antirreflejantes han tenido el mayor impacto en la óptica técnica, y aún hoy, en términos de volumen de producción, siguen superando a todos los demás tipos de recubrimientos. En algunas aplicaciones, los recubrimientos antirreflejantes son simplemente necesarios para reducir la reflexión superficial. En otros, no sólo se debe reducir la reflexión superficial, sino que también se debe aumentar la transmitancia (Macleod, 2010), en la sección 3.4 se detalla el funcionamiento de los filtros antirreflejantes.

Los recubrimientos antirreflejantes pueden variar desde una simple capa única, con una reflectancia muy baja prácticamente en una sola longitud de onda, hasta un sistema multicapa de más de una docena de capas, con una reflectancia reducida en un rango más amplio de longitud de onda. El tipo de filtro dependerá de una variedad de factores, incluyendo el material del sustrato, la región de longitud de onda, el rendimiento requerido y el costo de fabricación (Kaiser, N., & Pulker, H. K., 2013). Priyadarshini y colaboradores (Priyadarshini, B. G., & Sharma, A. K., 2016) compararon el funcionamiento del diseño de 2 filtros antirreflejantes de 3 capas, el orden del filtro es vidrio BK7, óxido de zinc (ZnO), óxido de titanio (TiO₂) y óxido de silicio (SiO₂). En el primer filtro utilizaron grosores de $\frac{1}{4}$, $\frac{1}{2}$ y $\frac{1}{4}$ de onda y en el otro filtro las 3 capas fueron de $\frac{1}{4}$ de longitud de onda (ver Figura 1). Ellos encontraron que variando el espesor de la capa central, es decir cambiándola de $\frac{1}{2}$ a $\frac{1}{4}$, aumenta la transmitancia de un 98.5% a 100%.

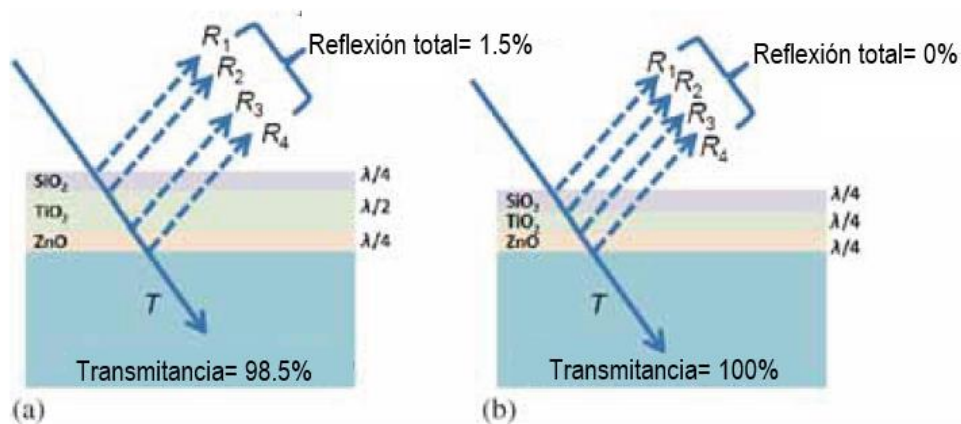


Figura 1. Representación esquemática de la reflexión y transmitancia que ocurre en los diseños de filtros antirreflejantes tipo (a) $\frac{\lambda}{4}, \frac{\lambda}{2}, \frac{\lambda}{4}$ y (b) $\frac{\lambda}{4}, \frac{\lambda}{4}, \frac{\lambda}{4}$ compuestos de SiO₂ (capa superior) - TiO₂ (capa intermedia) - ZnO (capa inferior). (Priyadarshini, B. G., & Sharma, A. K., 2016)

En la Figura 2 se muestra el resultado de la simulación realizada en *Open Filters* (ver sección 5.1). Se observa que la reflectancia en el rango del espectro visible (400-700nm) es menor en el caso donde las tres capas son de $\frac{1}{4}$ de onda (línea roja) en comparación con la línea magenta que es: vidrio BK7, capa de $\frac{1}{4}$ de onda, capa de $\frac{1}{2}$ de onda y capa de $\frac{1}{4}$ de onda.

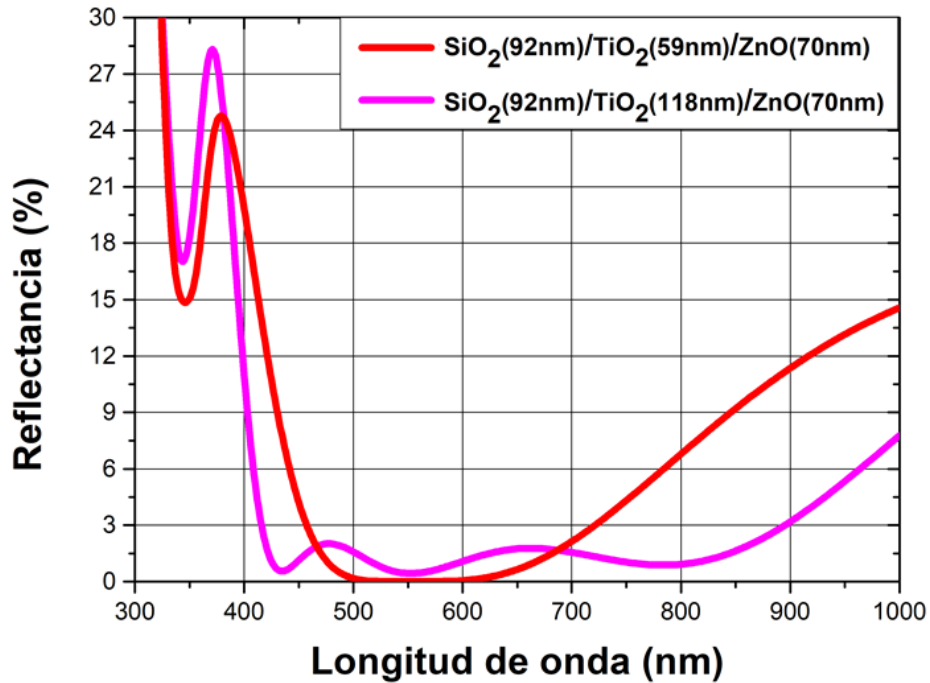


Figura 2. Comparación entre el filtro $\text{SiO}_2/\text{TiO}_2/\text{ZnO}$ de $\frac{1}{4}, \frac{1}{4}, \frac{1}{4}$ (línea roja) y $\frac{1}{4}, \frac{1}{2}, \frac{1}{4}$ (línea magenta).

Los resultados reportados en este artículo se refieren al rendimiento del diseño obtenido por medio de simulaciones en un software. Estas características de los materiales no siempre se conservan en su totalidad cuando se realiza la síntesis, ya que depende de las limitaciones de cada técnica de fabricación.

2. Marco teórico

En este capítulo se describen los elementos básicos involucrados en el presente trabajo de tesis. Iniciando con la definición de películas delgadas y descripción de sus propiedades particulares, enfocando el trabajo en filtros ópticos, en específico, filtros antirreflejantes.

Posteriormente se explica la interferencia de ondas, que es la base para realizar el diseño de un recubrimiento antirreflejante, así como los coeficientes de Fresnel. Después se continúa con las técnicas utilizadas para el crecimiento de las películas delgadas. Para finalizar, se explican los métodos de caracterización empleados para obtener las propiedades de las películas delgadas.

2.1. Películas delgadas

Las películas delgadas son capas con espesores que van desde uno a cientos de nanómetros, estas son usadas para múltiples aplicaciones en diferentes áreas. Un ejemplo de película delgada se muestra en la Figura 3, donde se observa una película delgada de óxido de aluminio (Al_2O_3), sobre un sustrato (de color azul) de $\text{Ni}_{65}\text{Co}_{20}\text{Fe}_{15}$. Uno de los objetivos del uso de películas delgadas es la modificación de las propiedades de la superficie de un material, dirigido a obtener una mejora en las propiedades del conjunto película-sustrato o, en otros casos, para realizar una función específica.

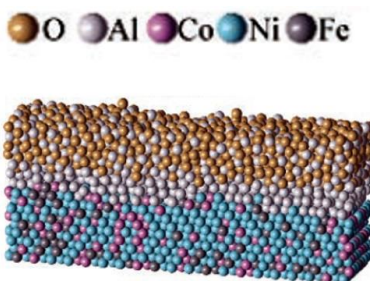


Figura 3. Estructura atómica de una película delgada de Al_2O_3 sobre un sustrato de $\text{Ni}_{65}\text{Co}_{20}\text{Fe}_{15}$. (Depla, D., & Mahieu, S., 2008).

Con frecuencia, las películas delgadas son utilizadas para crear recubrimientos ópticos, donde interesa la interacción de luz con la materia, este tipo de recubrimientos pueden ser utilizados para trabajar en distintas regiones del espectro electromagnético. Estas propiedades emergen de la reflexión y la interferencia, fenómenos naturales de las ondas de luz incidentes en una superficie.

La importancia del espesor del material, en el caso de la construcción de filtros ópticos, se debe al principio de interferencia. Para que dos ondas causen un patrón de interferencia estable, deben

ser coherentes, con una relación de fase definida y constante. En la sección 3.2.1 se habla sobre este fenómeno.

Este trabajo está enfocado en el diseño y síntesis de filtros ópticos, utilizando películas delgadas de distintos materiales. Aunque existen distintas técnicas para sintetizar este tipo de películas, como sol-gel, depósito por descomposición química de vapores (CVD), ablación láser (PLD), depósito por capa atómica (ALD), electrodeposición entre otras, nos basaremos en la técnica de erosión iónica. La técnica de erosión iónica reactiva con magnetrón es la que se utiliza en este trabajo y se describirá en detalle en la sección 3.5.

2.2. Definición de filtro óptico

Hoy en día los filtros ópticos son considerados importantes, para el desarrollo de la tecnología aeroespacial y solar. Ha habido una creciente demanda de recubrimientos de reflexión infrarroja aplicados a telescopios infrarrojos, recubrimientos de absorción selectiva solar aplicados a celdas solares y recubrimientos transparentes de regulación de calor aplicados a ventanas de ahorro de energía, por lo que se dedican esfuerzos significativos a mejorar su rendimiento. Las aplicaciones se pueden encontrar en muchas áreas: láseres, ventanas inteligentes, energía limpia, monitoreo ambiental, telecomunicaciones, astronomía, aeroespacial, pantallas e iluminación, son sólo algunos ejemplos de una larga lista. Debido a la creciente demanda de la óptica en muchos campos, la gama de aplicaciones de las películas delgadas ópticas y de los recubrimientos se amplía cada vez más (Piegari, A., & Flory, F., 2018).

Un filtro óptico es un dispositivo, que tiene la propiedad de seleccionar un intervalo del espectro electromagnético (Figura 4), es decir, obstruye determinadas longitudes de onda (λ) y permite el paso de otras, a partir de un proceso de interferencia que varía de acuerdo con una longitud de onda en específico, el ángulo de incidencia y la polarización (Kaiser, N., & Pulker, H. K., 2013). Además, se describen completamente por su respuesta de frecuencia, que especifica cómo el filtro modifica la magnitud y la fase de cada componente de frecuencia de una señal entrante (Madsen, C. K., & Zhao, J. H., 1999).

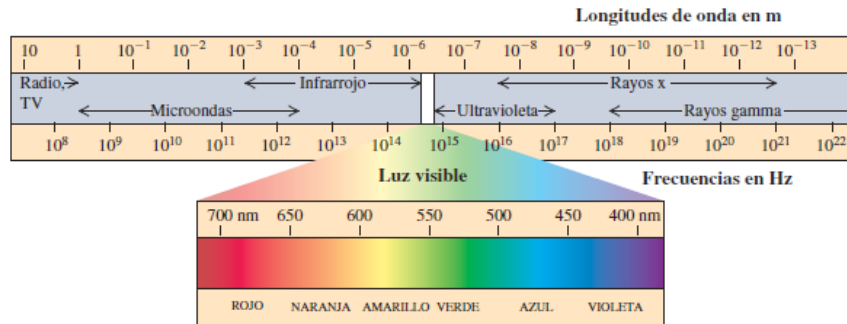


Figura 4 Espectro electromagnético. (García J. R. & Rovira J. M. , 1998).

La luz incidente sobre un medio puede ser transmitida (T), reflejada (R) y/o absorbida (A) y la suma de estos tres parámetros debe de dar uno, por la Ley de la Conservación de la Energía; la ecuación 1 muestra esta relación, donde λ corresponde a la longitud de onda. (Martín, 2003).

$$T(\lambda) + R(\lambda) + A(\lambda) = 1(\lambda) \tag{1}$$

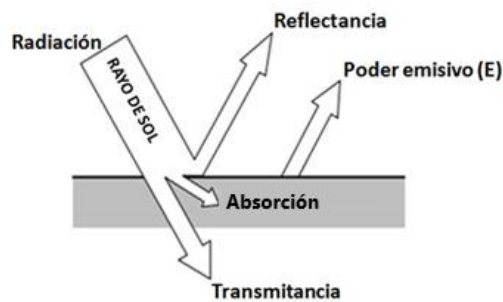


Figura 5. Representación de la conservación de la energía. (Martín, 2003)

Cada vez que la luz se transmite, se produce un desplazamiento de fase en el campo de luz que genera un cambio en la velocidad de fase aparente del haz de luz transmitido con respecto a su valor nominal c (3×10^8 m/s) Esto corresponde a un índice de refracción (n) para el medio:

$$n = \frac{c}{v} \tag{2}$$

Donde c es la velocidad de la luz en el vacío y v la velocidad de la luz en el medio, n es un valor adimensional y distinto de uno.

El índice de refracción es una propiedad muy importante debido a que la fabricación de los filtros ópticos se realiza a partir de un diseño donde se seleccionan materiales ya sean dieléctricos o metálicos con cierto espesor e índice de refracción. Generalmente el software que permite realizar simulaciones para el diseño utiliza los coeficientes de Fresnel y el principio de la conservación de la energía.

2.2.1. Interferencia de ondas

Como se mencionó anteriormente, en los filtros ópticos sucede un fenómeno físico muy importante, la interferencia de ondas. La base conceptual del proceso de interferencia es el principio de superposición. Es decir, la interferencia de ondas estudia lo que sucede cuando dos o más ondas luminosas se traslapan en la misma región del espacio. Las circunstancias exactas (es decir, amplitud, fase, frecuencia, etc.) a las que está sujeta dicha superposición determinan la perturbación óptica final (Hecht, 2002).

El principio de superposición de ondas sugiere que la perturbación resultante en cualquier punto de un medio es la suma algebraica de sus ondas constitutivas separadas. Matemáticamente establece que si una $f(x) = 0$ es una función lineal, y $x_1, x_2, x_3 \dots x_n$, son soluciones, entonces $ax_1 + bx_2 + cx_3 + \dots nx_n$, es también una solución lineal (donde a, b, c y n son constantes). La interferencia óptica obedece este principio, por lo tanto, equivale a la interacción de dos o más ondas de luz que producen una irradiancia resultante. Existen dos tipos de interferencia constructiva y destructiva, en la primera las ondas se encuentran en fase y al sumarse, se obtiene una onda resultante y se dice que la onda es destructiva cuando al sumar las ondas estas se encuentran desfasadas y al sumarse la suma resultante es cero (Hecht, 2002).

2.2.2. Interferencia constructiva y destructiva

Para observar mejor el efecto, se puede plantear un ejemplo de ondas sinusoidales con una sola frecuencia f y longitud de onda λ . En la Figura 6 se muestran dos fuentes idénticas de ondas monocromáticas, S_1 y S_2 . Ambas producen ondas de la misma amplitud y longitud de onda λ . Las dos fuentes son coherentes, lo cual significa que conservan una relación de fase constante definida.

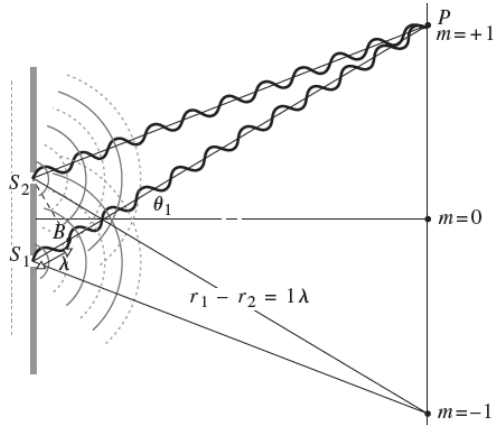


Figura 6. Interferencia constructiva (Hecht, 2002).

Como se mencionó antes, el principio de superposición de ondas dice que cuando las ondas de dos o más fuentes llegan en fase a un punto, la amplitud de la onda resultante es la suma de las amplitudes de las ondas individuales; éstas se refuerzan una a la otra. Cuando esto sucede se le llama interferencia constructiva. Sea r_1 la distancia que hay entre la fuente S_1 y cualquier punto P , y r_2 la distancia que hay entre la fuente S_2 y P . Para que en P ocurra la interferencia constructiva, la diferencia de las trayectorias $r_1 - r_2$ para las dos fuentes debe ser un múltiplo entero de la longitud de onda λ :

$$r_1 - r_2 = m\lambda \quad (m = 0, \pm 1, \pm 2, \pm 3 \dots) \quad (3)$$

En la Figura 6, se satisface la ecuación 3.

Algo diferente ocurre cuando la diferencia de trayectorias $r_1 - r_2$ es la mitad de un número entero de longitudes de onda. Las ondas provenientes de las dos fuentes llegan a un punto exactamente medio ciclo fuera de fase. La cresta de una onda arriba al mismo tiempo que la cresta de una onda en sentido opuesto, es decir un valle. La amplitud resultante es la diferencia entre las dos amplitudes individuales. Si éstas son iguales, entonces la amplitud total es igual a cero. Esta cancelación o anulación parcial de las ondas individuales recibe el nombre de interferencia destructiva. La ecuación 4 describe la condición para que haya interferencia destructiva (Hecht, 2002; Freedman, 2009).

$$r_1 - r_2 = \left(m + \frac{1}{2}\right)\lambda \quad (m = 0, \pm 1, \pm 2, \pm 3 \dots) \quad (4)$$

En la Figura 7 se observa un esquema sencillo de lo que sucede en los dos tipos de interferencia.

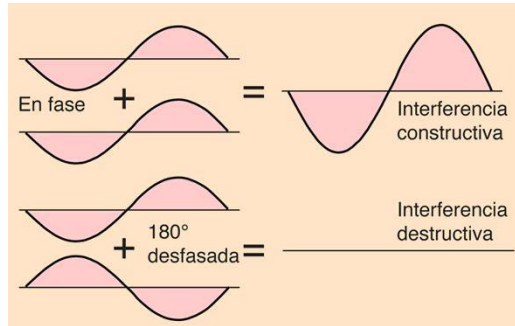


Figura 7. Interferencia de ondas constructiva y destructiva. Recuperado de <http://hyperphysics.phy-astr.gsu.edu/hbasees/Sound/interf.html>

2.3. Reflectancia y Transmitancia

Algunas de las respuestas estudiadas en un filtro óptico son la reflectancia y la transmitancia. Estos fenómenos tienen diferente comportamiento dependiendo de las propiedades ópticas, que depende del medio donde viaja la luz y el resultado final se obtiene a partir de la interferencia. Los coeficientes de Fresnel describen la reflexión y transmisión de las ondas paralelas y perpendiculares al plano de incidencia. Estos coeficientes son fracciones de amplitud, y se deben elevar al cuadrado para obtener las fracciones de intensidad de reflectancia y transmitancia.

Se describen dos casos de la transmitancia y reflectancia, con el campo eléctrico paralelo y perpendicular al plano de incidencia.

Caso 1. Campo eléctrico perpendicular al plano de incidencia.

Supongamos que \vec{E} sea perpendicular al plano de incidencia y que \vec{B} es paralela a él, como se observa en la Figura 8.

Los coeficientes de reflexión (r_{\perp}) y transmisión (t_{\perp}) para la amplitud son:

$$r_{\perp} = \left(\frac{E_{0r}}{E_{0i}} \right)_{\perp} = \frac{n_i \cos \theta_i - n_t \cos \theta_t}{n_i \cos \theta_i + n_t \cos \theta_t} \quad (5)$$

$$t_{\perp} = \left(\frac{E_{0t}}{E_{0i}} \right)_{\perp} = \frac{2n_i \cos \theta_i}{n_i \cos \theta_i + n_t \cos \theta_t} \quad (6)$$

Donde θ_i es el ángulo de incidencia, θ_t el ángulo de transmisión, n_i es el índice de refracción del medio de incidencia y n_t es el índice de refracción del medio donde se transmite. El subíndice \perp nos indica que el campo eléctrico (\vec{E}) es perpendicular al plano de incidencia. Estas dos

expresiones son afirmaciones absolutamente generales que se aplican a cualquier medio homogéneo, isotrópico y lineal. Para una onda electromagnética, un medio homogéneo tiene las constantes del campo eléctrico, magnético y de conducción constantes, El medio isotrópico se refiere a que sus propiedades no dependen de la dirección en el espacio. Finalmente, un medio lineal se refiere a que mantiene la proporcionalidad entre dos magnitudes relacionadas por una característica física) (Hecht, 2002).

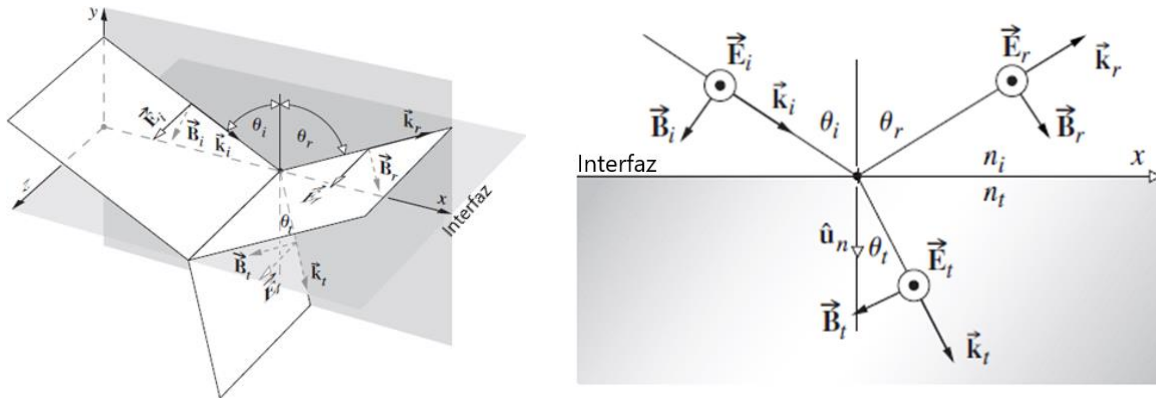


Figura 8. Onda incidente cuyo campo \vec{E} es normal al plano de incidencia. (Hecht, 2002)

Cuando el campo incidente E está en el plano de incidencia, tal y como se muestra en la Figura 9, es posible deducir un par de ecuaciones similares:

$$r_{\parallel} = \left(\frac{E_{0r}}{E_{0i}} \right)_{\parallel} = \frac{n_t \cos \theta_i - n_i \cos \theta_t}{n_i \cos \theta_t + n_t \cos \theta_i} \quad (7)$$

$$t_{\parallel} = \left(\frac{E_{0t}}{E_{0i}} \right)_{\parallel} = \frac{2n_i \cos \theta_i}{n_i \cos \theta_t + n_t \cos \theta_i} \quad (8)$$

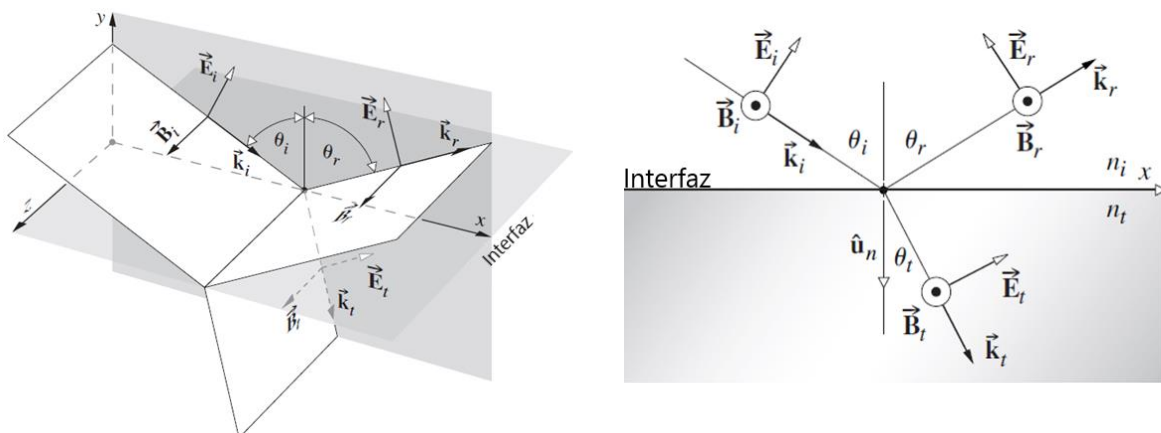


Figura 9. Onda incidente cuyo campo \vec{E} se halla en el plano de incidencia. (Hecht, 2002).

Ahora para relacionar los coeficientes de Fresnel con la reflectancia (R) y transmitancia (T) se considera que un haz de luz circular incide en una superficie, tal y como se muestra en la Figura 10, de tal modo que se produce una zona iluminada cuya área sea A.

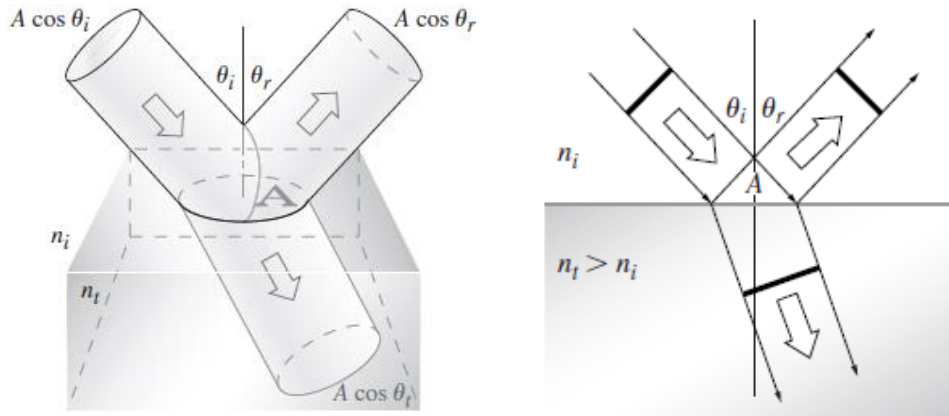


Figura 10. Reflexión y transmisión de un haz incidente. (Hecht, 2002).

Sean I_i, I_r e I_t las densidades de flujo (irradiancia) incidente, reflejado y transmitido respectivamente, por lo que las áreas transversales de los rayos incidentes, reflejados y transmitidos serán, respectivamente, $A \cos \theta_i, A \cos \theta_r$ y $A \cos \theta_t$. De acuerdo con esto, la potencia incidente es $I_i A \cos \theta_i$. Esta es la energía por unidad de tiempo que fluye en el rayo incidente y, por consiguiente, la potencia que llega a la superficie de A. Del mismo modo $I_r A \cos \theta_r$ es la potencia en el rayo reflejado, e $I_t A \cos \theta_t$ es la potencia que se transmite a través de A (Hecht, 2002). La reflectancia R definida como el cociente entre potencia (o flujo) reflejada y la potencia incidente, se encuentra descrito en la ecuación 9.

$$R \equiv \frac{I_r A \cos \theta_r}{I_i A \cos \theta_i} = r^2 \quad (9)$$

Del mismo modo, la transmitancia T se define como el cociente entre el flujo transmitido y el flujo incidente.

$$T \equiv \frac{I_t A \cos \theta_t}{I_i A \cos \theta_i} = \left(\frac{n_t \cos \theta_t}{n_i \cos \theta_i} \right)^2 t^2 \quad (10)$$

La ecuación 11 cumple con el principio de la conservación de energía para la configuración que se muestra en la Figura 10. Dicho de otro modo, la energía total que llega al área A por unidad de tiempo debe ser igual a la energía que fluye hacia afuera por unidad de tiempo:

$$R + T = 1 \quad (11)$$

Esta ecuación se cumple sólo para medios donde no hay absorción.

2.4. Recubrimientos antirreflejantes

Los recubrimientos antirreflejantes se pueden fabricar a partir de una hasta 3 o más capas delgadas apiladas. En el caso de ser de una sola película es necesario cumplir dos criterios esenciales para la antirreflexión de acuerdo con (Macleod, H. A., 2010; Raut, 2011)

- Las ondas reflejadas están fuera de fase por π radianes o la diferencia de fases es $n\pi/2$.
- El segundo criterio es que el espesor óptico de la película debe ser un múltiplo impar de $\lambda/4$, donde λ es la longitud de onda del haz incidente.

Se desea obtener la reflectancia más baja posible, para esto es necesario analizar la siguiente ecuación, la cual nos dice que la reflectancia a incidencia normal está dada por

$$R = \left[\frac{n_{aire}n_s - n^2}{n_{aire}n_s + n^2} \right]^2 \quad (12)$$

Donde:

n_{aire} =índice de refracción del aire

n_s =índice de refracción del sustrato

n =índice de refracción de la película

Como el objetivo es lograr una reflectancia de cero, de acuerdo con la ecuación 12 el índice de refracción de la película debería de ser $\sqrt{n_{aire}n_s} = 1.23$ No existe ningún material en la naturaleza que satisfaga este requisito de índice y que sea estable en un entorno típico. El material de índice más cercano que es duradero es el fluoruro de magnesio. Otros materiales, como la criolita (Na_3AlF_6) y la quiolita ($Na_5Al_3F_{14}$) tienen índices más bajos, pero son hasta cierto punto

solubles en agua, y las películas de estos materiales no sobreviven en ambientes húmedos (Rancourt, 1996).

Para un filtro antirreflejante de una sola capa se considera una superficie, en este caso el vidrio, sobre el cual se deposita una película delgada de material duro transparente con índice de refracción menor que el del vidrio (ver Figura 11). La luz se refleja en ambas superficies de la capa. En ambas reflexiones la luz se refleja en un medio de índice de refracción mayor que el del medio en el que se propaga, por lo que ocurre el mismo cambio de fase en ambas reflexiones. El espesor de la película es la cuarta parte de la longitud de onda elegida como mínimo de reflexión, por lo que la diferencia total de las trayectorias es de media longitud de onda. De esta forma, la luz reflejada en la primera superficie está medio ciclo fuera de fase con respecto a la luz reflejada en la segunda, y hay interferencia destructiva (Freedman, 2009).

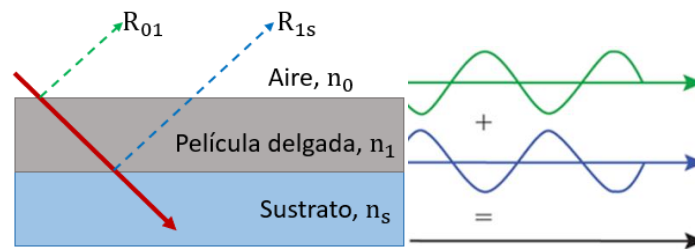


Figura 11. Interferencia de los haces R_{01} y R_{1s} en un recubrimiento antirreflejante de una capa.

Por lo general, la longitud de onda que se elige pertenece a la parte central amarillo verdosa del espectro ($\lambda=550$ nm), en esta región el ojo tiene una mayor sensibilidad. Este filtro tendría un espesor de 137.5 nm, teniendo en estas condiciones una mayor reflexión en las longitudes de onda más largas (rojo) y en longitudes de onda cortas (azul), la luz reflejada tendría una tonalidad morada.

Angus Macleod (Macleod, H. A., 2010), ilustra el funcionamiento de una película antirreflejante (Figura 12), donde al depositar sobre la superficie de un vidrio una película de fluoruro de magnesio de aproximadamente 127.5 nm, disminuye la reflexión del 4% a menos del 2% (ver Figura 12).

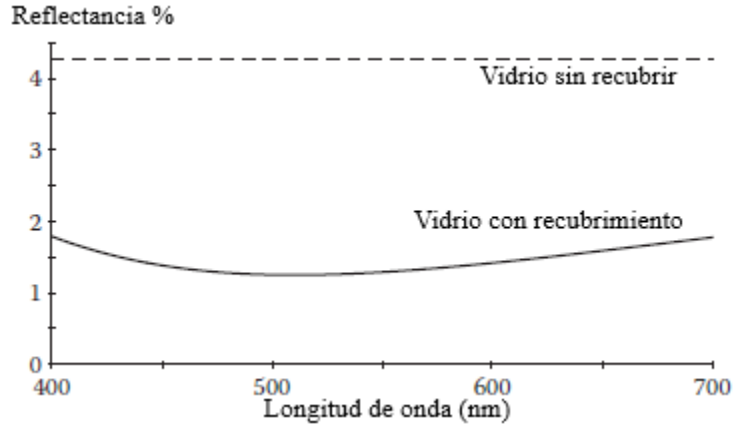


Figura 12. Reflectancia en la superficie de un vidrio ($n=1.52$) recubierto con un cuarto de onda de MgF_2 ($n=1.38$). El medio incidente es el aire ($n=1$) y la longitud de onda de referencia es 510 nm . (Macleod, 2010).

Aunque el recubrimiento de una sola capa no da como resultado reflectancia igual a cero, existe una mejora en el rendimiento. Los diseños más complejos, en forma de multicapa, ofrecen un mayor rendimiento y permiten el funcionamiento en una gama más amplia de longitudes de onda y ángulos de incidencia, así como el uso de los materiales más prácticos y fácilmente disponibles.

Cada vez es más difícil mantener un alto rendimiento en un recubrimiento antirreflejante a medida que aumenta el ancho de banda espectral o el alcance angular. Por esta razón, es importante definir un rango de longitud de onda y un valor máximo de reflectancia. Además de que no existe un material con un índice de refracción igual a la raíz cuadrada del índice de refracción del vidrio ($n=1.52$). Para mejorar, se necesitan más parámetros ajustables para el diseño, y eso implica más capas.

Así como en el caso de una capa, para el caso de un recubrimiento antirreflejante de dos capas también existen condiciones ideales para el índice de refracción. Manteniendo el espesor óptico de un cuarto de onda entonces:

$$n_1 d_1 = n_2 d_2 = \frac{\lambda}{4} \quad (13)$$

Donde $n_1 d_1$ es el espesor óptico de la primera capa y $n_2 d_2$ el espesor óptico de la segunda capa.

$$\frac{n_1}{n_2} = \sqrt{\frac{n_0}{n_s}} \quad (14)$$

Para que se cumpla esto, el cociente de n_1 entre n_2 , depende de los índices de refracción del índice de refracción del sustrato (n_s) y el índice de refracción del aire (n_0). Esto hace que los materiales disponibles en la región del espectro visible deban de tener índices de refracción que van desde alrededor de 1.35, para la criolita (Na_3AlF_6) hasta alrededor de 2.4 para el dióxido de titanio (TiO_2). Los recubrimientos antirreflejantes de este tipo, en los que sólo hay un mínimo, se denominan a menudo recubrimientos en V porque la forma característica de la reflexión puede percibirse similar a la letra V. Figura 13 se aprecia el comportamiento de dos filtros de este tipo.

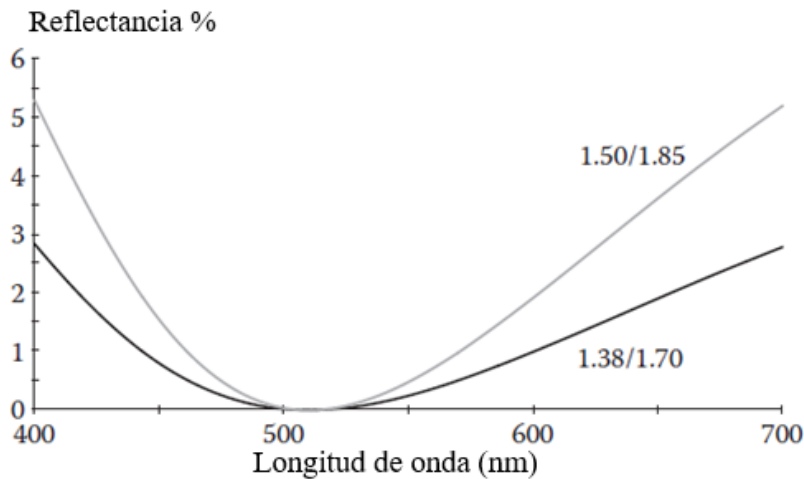


Figura 13. Funcionamiento de un recubrimiento antirreflejante de un cuarto/un cuarto en vidrio. La curva más baja y ancha es el comportamiento de la combinación de los índices 1.38 y 1.70. La curva más alta y estrecha tiene los índices 1.50 y 1.85 (Macleod, 2010).

Otro tipo de diseño de dos capas es el recubrimiento en W. Consiste en una capa de media onda sobre el sustrato seguido de una capa de cuarto de onda. Este tiene una reflectancia máxima en el centro del ancho espectral de trabajo. Este pico corresponde a la reflectancia mínima de un recubrimiento de una sola capa porque la capa interna, al ser de media onda, a esa longitud, es ausente. En este caso se obtienen 2 mínimos a diferentes longitudes de onda (ver Figura 14).

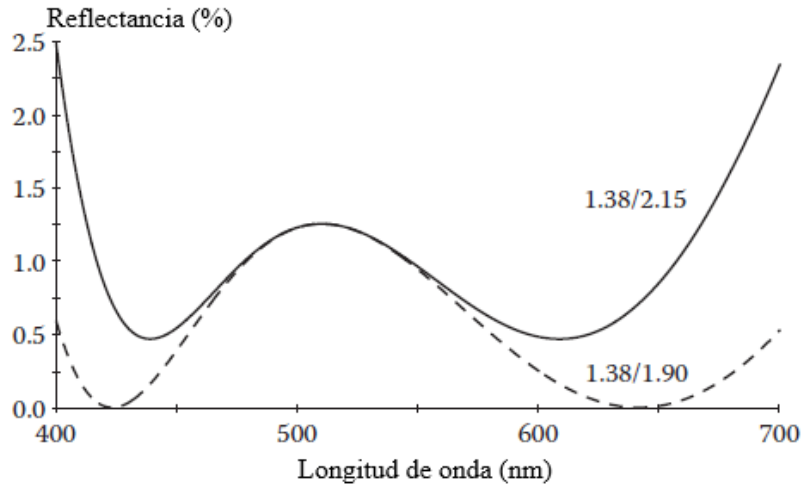


Figura 14. Funcionamiento de 2 recubrimientos en W de un medio/un cuarto en vidrio (Macleod, 2010).

Se puede mejorar el rendimiento de los recubrimientos al incrementar el número de capas, siendo este el caso cuando se utilizan 3. Las condiciones que se deben mantener en un filtro de 3 capas respecto al índice de refracción son las siguientes:

$$\frac{n_1}{n_0} = \frac{n_2}{n_1} = \frac{n_3}{n_2} = \frac{n_m}{n_3} \quad (15)$$

Donde n_m es el índice de refracción del medio y n_0 del sustrato.

El diseño puede ser a partir de modificaciones de recubrimientos de dos capas ya considerados. Por ejemplo, al basarse en el recubrimiento en W podemos reducir el pico de alta reflectancia, pero mantener hasta cierto punto el efecto de aplanamiento (ver Figura 15). Esto puede ser posible al dividir la capa de media onda en dos capas de cuartos de onda (Macleod, 2010).

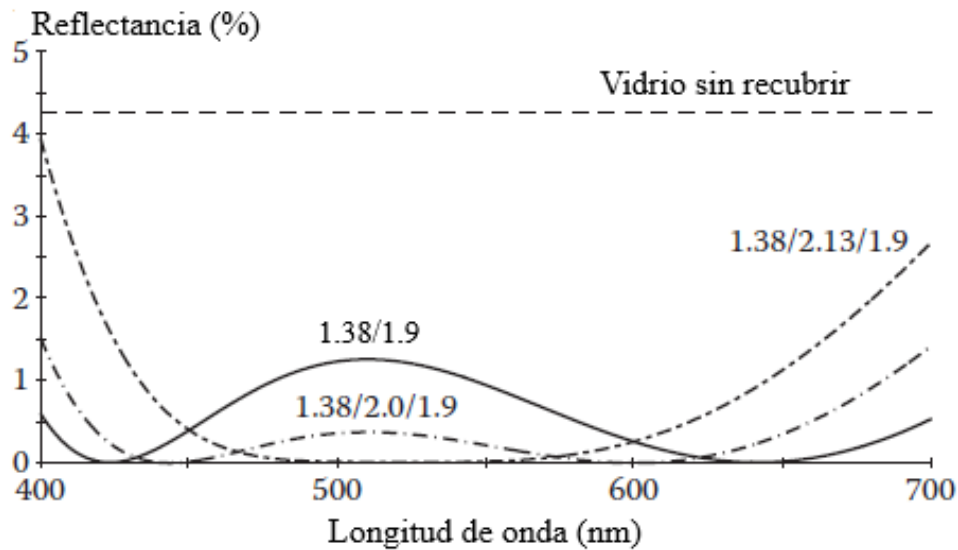


Figura 15. Cambios progresivos en un recubrimiento antirreflejante formado por 3 capas de un cuarto de onda. El recubrimiento original es el recubrimiento en W (Macleod, 2010).

Encontramos una reducción en la reflectancia a $\lambda_0=510$ nm de 1.26% del recubrimiento en W a 0.38% utilizando índices de 1.38/2.0/1.9. Aumentando el índice de la capa central hasta 2.13, se reduce la reflectancia en λ_0 a prácticamente cero, pero el ancho espectral de trabajo se reduce significativamente. Este es el tipo de diseño elegido en el presente trabajo de tesis, en la sección de resultados se presentarán las distintas simulaciones realizadas con el software Open Filters. (Larouche, S., & Martinu, L., 2008)

2.5. Propiedades ópticas de materiales dieléctricos

A pesar de ser utilizados ampliamente en óptica, los términos "dieléctrico" y "metales" se toman actualmente de la electrónica, donde se clasifican diferentes tipos de materiales en función de su resistividad (Kittel C., 2004).

En un dieléctrico, también llamado aislante, las bandas de energía permitidas están completamente llenas, o completamente vacías. Por consiguiente, ningún electrón puede moverse en un campo eléctrico, y el flujo de corriente eléctrica está prohibido. Los dieléctricos se caracterizan por una amplia banda de energía, generalmente mayor de 5 eV. Como resultado, se necesita una energía relativamente alta para promover un electrón de la banda de valencia a la banda de conducción (Kittel C., 2004).

Por el contrario, un conductor contiene cargas eléctricas libres que fluirán cuando se aplique una diferencia de potencial eléctrico al material. Los metales son los conductores más utilizados debido al hecho de que son ricos en electrones libres, ya que una o más de sus bandas de energía

están parcialmente llenas. En conductores como los metales, la banda de valencia y la banda de conducción se superponen sin una banda prohibida en el medio. Consecuentemente, cualquier energía que se agregue a los electrones es suficiente para impulsarlos hacia la banda de conducción, y siempre hay suficientes electrones libres moviéndose en un conductor para formar un flujo de corriente si se aplica un campo eléctrico. (Kittel C., 2004)

Otra categoría importante en el sistema de clasificación de materiales electrónicos es la de los "semiconductores", que son materiales que tienen todas sus bandas de energía completamente llenas, excepto una o dos bandas que están ligeramente llenas o vacías. En los semiconductores, existe una separación de la banda prohibida, esto hace posible que los electrones de la banda de valencia sean elevados a la banda de conducción con una pequeña energía de excitación y queden libres para conducir la corriente (Kittel C., 2004).

Una manera clásica de visualizar la diferencia entre estos diferentes tipos de materiales electrónicos es utilizar la teoría del nivel de Fermi y de la energía de bandas. Estos niveles de energía permitidos se agrupan en dos bandas de energía, la banda de conducción y la banda de valencia. La banda de valencia consiste en numerosos niveles estrechamente espaciados que en su mayoría están llenos de electrones, mientras que la banda de conducción representa niveles electrónicos a energías más elevadas que en su mayoría están desocupados. Las dos bandas están separadas por una región de energía donde no se permiten estados de electrones. El ancho de esta región de energía vacía, llamada "band gap" o banda prohibida, determina si un material es un dieléctrico, semiconductor o conductor. El ancho de la banda prohibida representa la barrera energética que debe ser superada por un electrón ligado en la banda de valencia para poder participar en el proceso de conducción eléctrica. Los diagramas de bandas de energía para dieléctricos, semiconductores y metales típicos se ilustran en la Figura 16 (Kittel C., 2004).

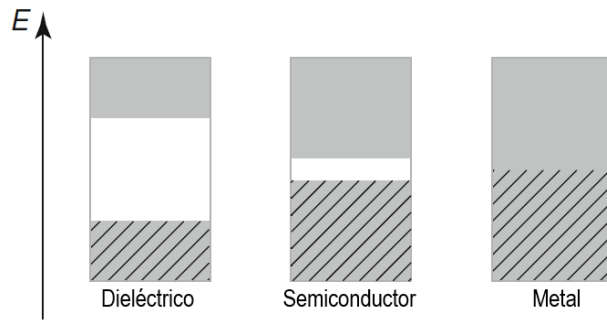


Figura 16. Diagrama simplificado de la energía de bandas para un dieléctrico, semiconductor y metal típico. Las regiones sombreadas en gris y gris claro representan la banda de valencia y la banda de conducción, respectivamente, y la región vacía entre ellas indica la banda prohibida.

Cuando se trata de las propiedades ópticas de los materiales, muchos dieléctricos tienen tales propiedades estrechamente correlacionadas con su estructura electrónica. Por ejemplo, la energía fotónica de la luz visible, que oscila entre 1.5 eV y 3 eV, no es suficiente para saltar la brecha entre la banda de valencia y la banda de conducción en aislantes comunes. Por lo tanto, tales materiales son típicamente transparentes en el espectro visible. Los dieléctricos son el tipo de material dominante utilizado para los componentes y dispositivos ópticos. En los sistemas ópticos convencionales, casi todas las piezas funcionales, excepto algunas superficies de reflexión, están hechas de materiales cristalinos. La razón es simple: la luz es manipulada efectivamente sólo cuando puede pasar eficientemente a través de un medio, lo que significa que el medio es, al menos hasta cierto punto, un dieléctrico. (Cai, W., & Shalaev, V. M. , 2010)

Los rangos aproximados de transparencia espectral para un número importante de materiales dieléctricos se muestran en la Figura 17. Al diseñar un recubrimiento óptico, es importante asegurarse de que el componente dieléctrico seleccionado sea transparente dentro del rango de longitud de onda de interés. De lo contrario, pueden producirse pérdidas sustanciales por resonancias de electrones o fotones en el dieléctrico, que en la mayoría de los casos son perjudiciales para el rendimiento del recubrimiento. (Cai, W., & Shalaev, V. M. , 2010)

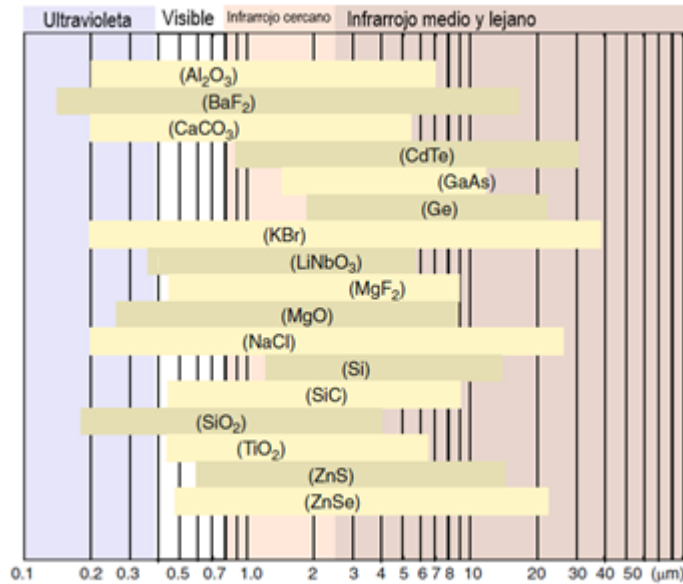


Figura 17. Rango espectral de transparencia para varios materiales dieléctricos importantes.

2.6. Técnica de erosión iónica reactiva con magnetrón

Como se mencionó anteriormente, el espesor del material es muy importante en la fabricación de filtros ópticos, las películas deben estar en orden de longitudes de onda de la luz, es decir en nanómetros. La técnica de erosión iónica o pulverización catódica (mejor conocida en inglés como sputtering) es ampliamente utilizada para la síntesis de películas delgadas en diversos campos de investigación y de la industria.

La técnica de erosión iónica es definida como la transferencia de momento entre iones energéticos provenientes de un plasma y átomos en un sólido (el blanco, material a depositar), donde el plasma es generado por una descarga eléctrica sobre un gas a presión baja. Para producir este plasma se introduce una diferencia de potencial negativa, aplicada entre el blanco que sirve como cátodo y la cámara de vacío, provocando que los iones generados en el plasma sean acelerados hacia el blanco. Cuando un ion golpea el blanco transfiere energía y momento a los átomos que lo componen lo cual produce una serie de colisiones consecutivas. Esta cascada de colisiones provoca la emisión de átomos, éstos viajan a través de la fase gaseosa hasta el sustrato (Depla, D., & Mahieu, S., 2008).

Un sistema típico de erosión iónica es presentado en la Figura 18. Para iniciar este proceso generalmente la presión dentro de la cámara se encuentra típicamente a 10^{-4} Pa¹, después se introduce el gas de trabajo a presiones entre 0.2 y 2 Pa, usualmente Ar. La descarga comienza

¹ Pa= Unidad de presión (N/m²)= 0.00750062 Torr

aplicando un voltaje negativo entre el cátodo y ánodo, los electrones primarios que se encuentran dentro de la cámara debido a la radiación de fondo son acelerados alejándose del blanco y cuando el voltaje es lo suficientemente grande, los electrones tendrán energía suficiente para ionizar a los átomos de Ar neutros. Los iones generados de Ar serán atraídos por el blanco. En esta etapa es cuando sucede el intercambio de momentos, aquí se producen dos tipos de colisiones: las colisiones elásticas e inelásticas. En las colisiones elásticas, las partículas reflejadas pueden encontrarse como partículas neutras, iones del blanco y del gas. En las colisiones inelásticas, se pueden presentar electrones secundarios, fotones con energía en el rango del ultravioleta-visible, rayos x y partículas implantadas (Alfonso, 2012). La forma que tomaría la colisión de ionización es:



Donde e^{-} es el electrón que colisiona con el átomo de argón Ar neutro, libera uno de sus electrones y por lo tanto se ioniza (Ar^{+}). El resultado son 2 electrones y un átomo de argón ionizado Ar^{+} .

Si la generación de electrones por colisión más la generación de electrones por el bombardeo del cátodo (blanco), los cuales se conocen como “electrones secundarios”, es mayor que la pérdida de electrones del plasma, entonces la descarga será autosustentable. Si las pérdidas se vuelven mayores, entonces la descarga decaerá y se extinguirá. Es típico en un plasma de erosión iónica con magnetrón que menos del 1% del gas esté ionizado (Bishop, 2011). Los electrones secundarios son muy importantes en la técnica de erosión iónica ya que son los responsables de que la descarga sea auto sustentable.

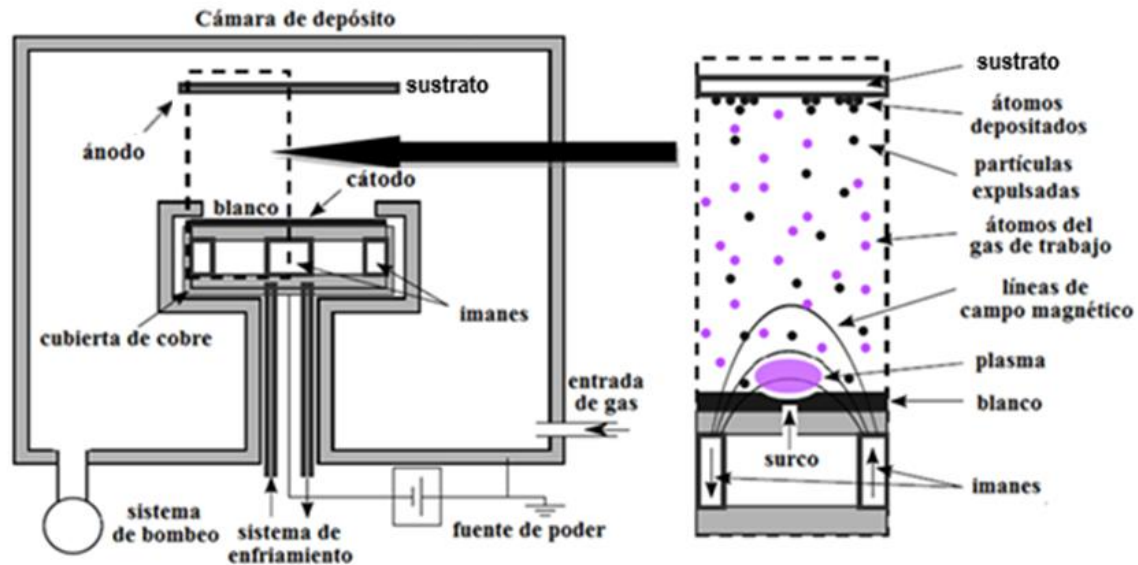


Figura 18. Esquema de un sistema convencional de una cámara de erosión iónica. A la izquierda se muestra el sistema con blanco y el sustrato cara a cara, así como las posiciones de los imanes, sistemas de bombeo y de enfriamiento, entrada de gases y conexión a la fuente de poder. La imagen de la derecha es un corte de una sección del blanco y sustrato que muestra las líneas de campo magnético, el campo eléctrico apunta en dirección del blanco, la posición en la que se forma el plasma que da origen al surco, además de los átomos involucrados en el proceso de formación de una película delgada. (Boydens., 2013; Cárdenas, 2017).

Los procesos colisionales en el plasma excitan a las especies (átomos, iones, moléculas), cuando un electrón de un estado excitado regresa a un nivel de energía menor o estado base emite un fotón. El espectro de emisión generado es característico de las especies dentro del sistema. Este fenómeno es el responsable del brillo principal observado en el plasma. Lo que en realidad se observa es un promedio de muchos fenómenos que suceden dentro del plasma. Esto nos ayuda a caracterizar el plasma y por lo tanto brinda información sobre lo que sucede durante la técnica de erosión iónica (Rodríguez, 2018). La espectroscopía de plasma se discutirá en la sección 3.8.

Debido a que los electrones son partículas cargadas, es posible implementar campos magnéticos para controlar su confinamiento en una región. A John S. Chapin se le atribuye el mérito de haber inventado la primera fuente de erosión iónica con magnetron planar con una patente presentada en 1974 (US4166018A). Esta variación de la técnica utiliza imanes detrás del cátodo para atrapar electrones sobre el blanco. Los electrones están confinados principalmente donde las líneas de campo magnético son paralelas a la superficie. Por lo tanto, el campo electromagnético los obligará a seguir trayectorias helicoidales ionizando más átomos de Ar en esta zona, esto provoca la erosión de material en esta área del blanco. Los beneficios que ofrece respecto a la técnica convencional (sin el magneto) son: incremento de la probabilidad de ionización del gas de trabajo, operar a más bajas presiones, una mayor tasa de deposición.

Al añadir un gas reactivo al proceso de erosión iónica, es posible formar un compuesto entre los átomos del blanco y las moléculas de gas reactivo. De esta manera, es posible formar óxidos, nitruros, boruros, carburos, etc. A este proceso se le conoce como erosión iónica reactiva. En esta variación de la técnica, se presenta una competencia entre la formación del compuesto y la erosión del blanco. El rendimiento de la erosión iónica normalmente disminuye al introducir gas reactivo, esto se debe al proceso de envenenamiento del blanco, es decir, se crea material compuesto en la superficie metálica del blanco. Debido a que los enlaces químicos de los compuestos son más fuertes que los enlaces metálicos la tasa de erosión iónica comúnmente decae. Es muy conveniente utilizar gases reactivos debido a que se pueden depositar películas de compuestos que no serían aptos para formar un blanco, por ejemplo, los materiales dieléctricos impiden la formación de la diferencia de potencial entre el ánodo y cátodo (Depla, D., & Mahieu, S., 2008). Este trabajo de tesis se basa en las propiedades ópticas de las películas dieléctricas para la construcción de filtros antirreflejantes, por lo tanto, la técnica de síntesis que se utiliza es la de erosión iónica reactiva con magnetrón.

Existen diferentes parámetros que afectan el crecimiento del material, como la potencia, la presión y el flujo de gases. Debido a esto, es necesario contar con técnicas especializadas de fabricación y caracterización, con la capacidad de controlar dichas variables. Se pueden utilizar técnicas no invasivas como elipsometría espectroscópica o espectroscopía de plasmas que permitan obtener propiedades como el grosor de la capa y observar en tiempo real si hay una perturbación en el plasma que modifique la estequiometría. Las siguientes secciones hablan sobre estos métodos de caracterización.

2.7. Espectroscopía elipsométrica

Esta caracterización se enfoca en el control del grosor de la capa depositada, lo ideal es llevar un registro en tiempo real del proceso de crecimiento. La espectroscopía por elipsometría se utiliza debido a su alta sensibilidad en películas del orden de Angstroms, excelente precisión y otorga información de la muestra como: índice de refracción, grosor de la película, coeficiente de extinción, transmitancia, función dieléctrica, banda prohibida y tasa de crecimiento (Hilfiker, 2011).

La espectroscopía elipsométrica mide el cambio en la polarización de un haz de luz cuando es reflejado o transmitido en la muestra. Generalmente se incide luz blanca linealmente polarizada y se obtienen en respuesta varios fenómenos como: cambios de dirección, velocidad de fase,

amplitud, interferencia, pérdida de energía, y al salir de la muestra (ya sea por reflexión o transmisión), se obtiene una luz elípticamente polarizada, que corresponde a dichos cambios entre las componentes del plano de incidencia (onda perpendicular S y onda paralela P) (Abundiz N. , 2013). La Figura 19 muestra el esquema de su funcionamiento ilustrado por Hilfiker.

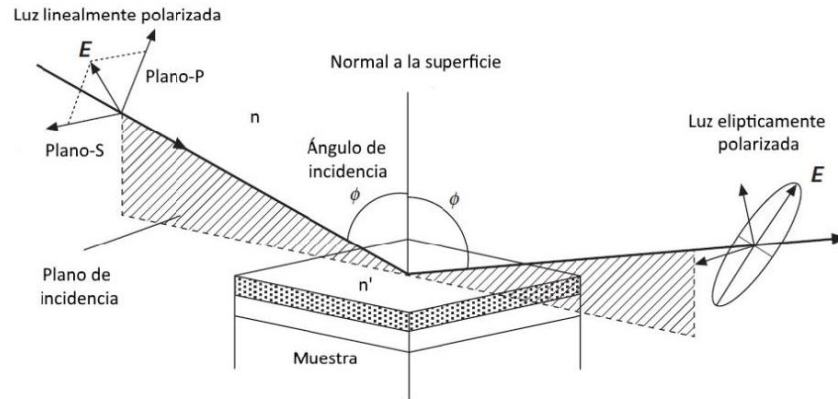


Figura 19. Funcionamiento de elipsometría. Una luz polarizada linealmente incide sobre la muestra, ocurre un cambio a polarización elíptica debido a la reflexión, con diferentes índices de refracción n y n' . (Hilfiker, 2011).

El elipsómetro con el que se cuenta es el modelo M-2000 (J.A. Woollam) de analizador rotante. Cuando la propagación de dos ondas planas perpendiculares en medio continuo inciden (E_s^i y E_p^i) sobre una película delgada son reflejadas, tienen un cambio de fase diferente de 90° y las amplitudes son diferentes (E_s^r y E_p^r), el campo resultante es llamado una luz elípticamente polarizada, y es posible medir el cambio de los parámetros Ψ y Δ (Figura 20), donde:

$$\Delta = \delta_1 - \delta_2 \quad (17)$$

Con δ_1 y δ_2 como la diferencia de fases entre la onda P y S. Donde Ψ se refiere a razón de amplitudes de las ondas S y P, y se define como el ángulo cuya tangente es la razón del coeficiente de reflexión total r_p y r_s , las cuales son análogos a los coeficientes de Fresnel.

$$\tan\Psi = \frac{|r_p|}{|r_s|} \quad (18)$$

En una medición por elipsometría se comparan los datos experimentales obtenidos de Psi y delta y se correlaciona con un modelo teórico generado que se ajuste a cada longitud de onda. Es posible generar modelos teóricos que se ajusten a la medición para obtener sus propiedades ópticas, en este trabajo se utilizaron los modelos de aproximación de medio efectivo (EMA por sus siglas en inglés). Este tema se discute en la sección 2.7.1.

Las constantes ópticas varían con la longitud de onda, por lo que el modelo debe incorporar valores para cada longitud de onda medida. La manera más directa de introducir constantes ópticas en un modelo es asignar sus valores en cada longitud de onda medida. Se pueden obtener constantes ópticas representativas a partir de referencias bibliográficas y libros como las compilaciones de Palik y Adachi. Para encontrar la mejor combinación entre el modelo y el experimento se usa generalmente una regresión. Un estimador, como el Error Cuadrático Medio (MSE), se utiliza para cuantificar la diferencia entre las curvas. Los parámetros desconocidos pueden variar hasta que se alcanza el MSE mínimo. La mejor respuesta se corresponde con el MSE más bajo.

$$MSE = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n [(\Psi_t - \Psi_e)^2 + (\Delta_t - \Delta_e)^2] \quad (19)$$

Donde Ψ_t y Δ_t son los parámetros psi y delta teóricos del modelo, Ψ_e y Δ_e son los parámetros experimentales obtenidos a partir de la medición de la muestra. La letra n se refiere al número de datos que se están comparando.

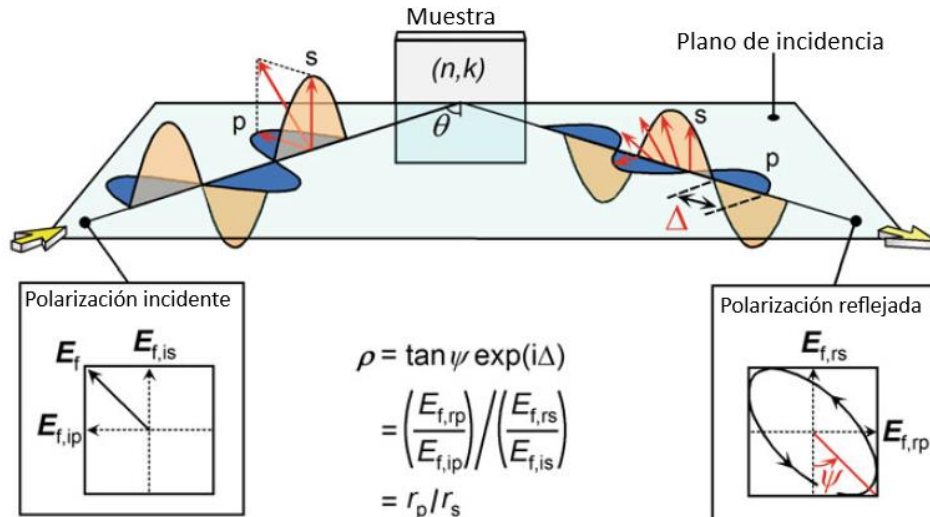


Figura 20. Cambio de estado de polarización debido a la reflectancia de una capa. (Fujiwara, H., & Collins, R. W., 2018)

2.7.1. Modelo de EMA

Las películas compuestas de más de un material se describen a menudo mediante un tipo de funcional, llamado Aproximación de Medio Efectivo (effective medium approximation) EMA. La propuesta de EMA es que se puede sustituir un material heterogéneo por uno homogéneo. Es

decir, el modelo propone que un material compuesto de distintas permitividades ($\epsilon_1, \epsilon_2, \dots$) donde cada una corresponde a un material distinto, se comporta como un material con una permitividad efectiva (ϵ_{eff}) y se representa como una función de las funciones dieléctricas $\epsilon_{eff} = f(\epsilon_1, \epsilon_2, \dots)$ del material.

Los cálculos de EMA son útiles dentro de ciertas limitaciones. Si la escala de longitud de los materiales individuales es grande en comparación con la longitud de onda de medición, puede haber una dispersión de luz que no es considerada por la EMA. La escala de longitud debe ser mucho más pequeña que la longitud de onda de la luz; sin embargo, tampoco debe ser demasiado pequeña. Cada material debe mantener su propia identidad dieléctrica para que la EMA siga siendo válida. Además, las partículas que constituyen al material deben estar distribuidas sin tener una zona preferencial, es decir debe ser de forma aleatoria (M. Losurdo, K. Hingerl, 2013).

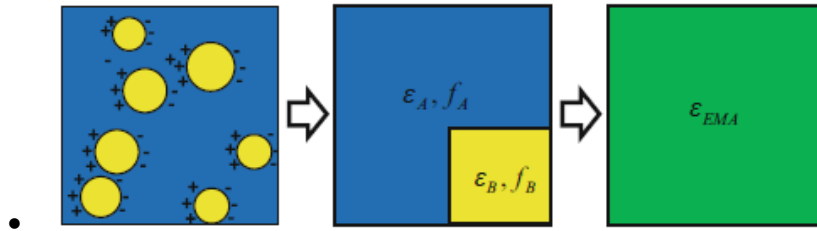


Figura 21. La aproximación del medio efectivo (EMA) considera la mezcla de materiales basada en las funciones dieléctricas (ϵ_a y ϵ_b) y las fracciones de volumen (f_a y f_b) de cada constituyente, para ser aproximados por una sola función dieléctrica (ϵ_{EMA}). (M. Losurdo, K. Hingerl, 2013)

En el caso de EMA, se maneja la función dieléctrica (ϵ) en lugar del índice de refracción. La relación entre la función dieléctrica compleja ($\epsilon = \epsilon_1 - i\epsilon_2$) y el índice de refracción complejo ($N = n - ik$) es la siguiente:

$$\epsilon = \epsilon_1 - i\epsilon_2 = N^2 = (n - ik)^2 \quad (20)$$

Donde $\epsilon_1 = n^2 - k^2$ y $\epsilon_2 = 2nk$

n representa la parte real del índice de refracción, el significado físico es la variación de la velocidad de la luz en el medio respecto a la velocidad en el vacío (3×10^8 m/s). Mientras k es parte imaginaria del índice de refracción, también llamado coeficiente de extinción y para comprender su significado es necesario agregar otras ecuaciones.

Cuando el coeficiente de extinción es distinto de cero, la intensidad de la luz disminuye exponencialmente con la distancia recorrida (z) desde la intensidad inicial (I_0):

$$I(z) = I_0 e^{-\alpha z} \quad (21)$$

Aquí α es el coeficiente de absorción y está relacionado con el coeficiente de extinción (k) de la siguiente manera:

$$\alpha = \frac{4\pi k}{\lambda} \quad (22)$$

Por lo tanto, el coeficiente de extinción dice que tanto es absorbida la luz a medida que viaja a través de un material. (Fujiwara, H., & Collins, R. W., 2018)

Regresando al modelo de EMA, la función dieléctrica efectiva (ϵ_{EMA}) se calcula considerando la fracción de volumen (f_a y f_b) y las funciones dieléctricas (ϵ_a y ϵ_b). Como se observa en la *Figura 21*, cuando se mezclan dos materiales, las fracciones de volumen deben sumar al total de tal manera que $f_b = 1 - f_a$. Por lo tanto, la función ϵ_{EMA} es simplemente el promedio de volumen de los constituyentes:

$$\epsilon_{EMA} = f_a \epsilon_a + (1 - f_a) \epsilon_b \quad (23)$$

La cual se puede extender fácilmente para más de dos componentes. Una simplificación adicional sería el caso propuesto Bruggeman, que tiene un uso común al describir superficies con rugosidad y mezclas de interfaces. Aquí, los dos constituyentes se mezclan sin distinción de anfitrión e inclusiones y la ecuación de EMA se convierte en:

$$f_a \frac{\epsilon_a - \epsilon_{EMA}}{\epsilon_a + 2\epsilon_{EMA}} + (1 - f_a) \frac{\epsilon_b - \epsilon_{EMA}}{\epsilon_b + 2\epsilon_{EMA}} = 0 \quad (24)$$

En general, las teorías EMA se utilizan cuando la función dieléctrica de cada material ya es conocida y puede ser fijada en el modelo. La fracción de volumen y el espesor de la capa son a menudo los parámetros de ajuste. Este modelo nos puede decir, por ejemplo, si las condiciones de depósito para el crecimiento de la película son adecuadas, dependiendo de los porcentajes de los materiales constituyentes. (M. Losurdo, K. Hingerl, 2013)

En el software Complete EASE J. A. Woollam 2011, utilizado en este trabajo, al seleccionar el modelo de EMA se pueden ajustar hasta tres materiales a la vez. Analizando el caso para el óxido

de estaño, se elige el compuesto SnO_2 , Sn metálico y huecos. Lo que se busca es que el compuesto SnO_2 resulte con el porcentaje más alto, de no ser así significa que se deben cambiar las condiciones de depósito. Si el Sn metálico resulta alto, significa que el gas reactivo no está reaccionando lo suficiente, por lo tanto, se puede aumentar la cantidad. Los huecos se refieren a la porosidad de la película, dado que las técnicas de crecimiento no son perfectas, dan lugar a columnas de material, dejando espacios entre ellas, estos espacios se llenan de aire. Los huecos pueden ser consecuencia de la presión y potencia de trabajo.

2.8. Espectroscopía óptica de Emisión (OES)

El propósito de la espectroscopía es canalizar la luz emitida o absorbida del plasma a la entrada del espectrómetro, el cual entrega a la salida la descomposición espectral de la luz incidente. Por medio de la intensidad de las líneas espectrales, se observan los cambios en el plasma que asiste el depósito que pudiese afectar la calidad de las películas (Hernandez Utrera, 2018). Esta técnica permite estimar los parámetros del plasma como la densidad electrónica, composición química, densidad de las especies, etc. (Chen, 2016). La espectroscopia de emisión óptica es no invasiva, es decir, tiene la ventaja de no alterar la estructura interna del plasma, ni dañar físicamente la muestra, se puede adquirir información en tiempo real del plasma, es fácil de implementar y relativamente económica, por lo que es uno de los métodos más convenientes para el diagnóstico de plasma.

2.8.1. La luz emitida por el plasma

El espectro de líneas de emisión de un plasma, es causado por la emisión de fotones con energías específicas, desde los átomos de ese elemento. Durante la emisión de un fotón, la energía interna del átomo cambia una cantidad igual a la energía del fotón. Por consiguiente, cada átomo debe ser capaz de existir sólo con ciertos valores específicos de energía interna, donde cada átomo tiene un conjunto de niveles de energía posibles. Un átomo puede tener una cantidad de energía interna igual a cualquiera de esos niveles, pero no puede tener una energía intermedia entre dos niveles. Además, tiene un nivel mínimo de energía, que incluye al estado de energía interna mínima que puede tener el átomo. A éste se le llama nivel de estado fundamental y todos los niveles más altos se llaman niveles excitados. Un fotón que corresponde a determinada línea del espectro se emite cuando un átomo hace una transición de un estado de un nivel excitado, a otro con un nivel menos excitado, o al nivel fundamental. Según Bohr, un átomo puede hacer una transición de un nivel de energía a uno de menor energía, al emitir un fotón cuya energía es igual a la diferencia de

energía entre los niveles inicial y final (Figura 22). Si E_i es la energía inicial del átomo antes de esa transición, E_f es su nivel final de energía después de la transición y, si la energía del fotón es $hf = hc/\lambda$, entonces, de acuerdo con la conservación de la energía:

$$E_{\text{fotón}} = E_i - E_f = \frac{hc}{\lambda} \quad (25)$$

Donde h es la constante de Planck, λ la longitud de onda y c la velocidad de la luz (Freedman, 2009).

El recíproco del espectro de emisión es el espectro de absorción, el espectro observado contiene bandas o líneas oscuras que son debidas a la ausencia de la radiación correspondiente y que ha sido absorbida por la sustancia en estudio. Esta ley de reciprocidad es muy importante, pues permite estudiar el espectro de un átomo o molécula tanto por emisión como por absorción (Ferrer, J. F., & Carrera, M. P., 1981).

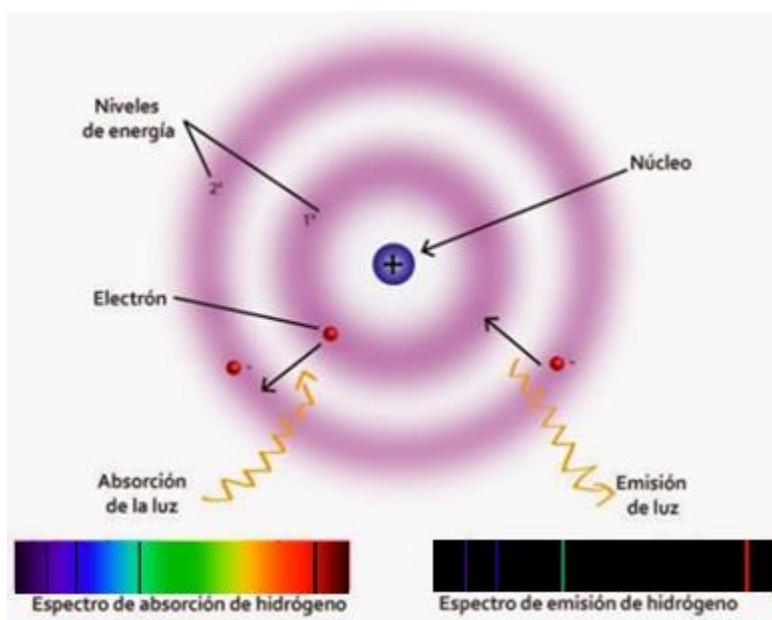


Figura 22. Esquema de absorción y emisión de energía de un átomo. Recuperado de https://cdn.educ.ar/dinamico/UnidadHtml__get__e8928534-4b51-11e1-81a2-ed15e3c494af/index.html

Se puede usar un prisma o una rejilla de difracción para separar las diversas longitudes de onda de un rayo de luz, y formar un espectro. Si la fuente luminosa es un sólido caliente, como el filamento de una lámpara, el espectro es continuo; hay en él luz de todas las longitudes de onda. Pero si la fuente es un gas que conduce una descarga eléctrica, como en un letrero de neón, sólo aparecen algunos colores en forma de líneas paralelas nítidas y aisladas (Figura 23). Cada "línea" es una imagen de la rendija del espectrógrafo, desviada un ángulo que depende de la longitud de onda de la luz que forma esa imagen. Un espectro de esta clase se llama espectro de líneas. Cada línea

corresponde a una longitud de onda definida. A principios del siglo XIX se descubrió que cada elemento en estado gaseoso tiene un conjunto único de longitudes de onda en su espectro de líneas. El espectro del hidrógeno contiene siempre cierto conjunto de longitudes de onda; el sodio produce un conjunto distinto, el hierro otro más, etcétera. Las primeras aplicaciones fueron en el área de la astronomía, para la identificación y estudio del espacio interestelar, hasta el momento llevan más de 100 moléculas distintas identificadas, incluyendo algunas que no existen naturalmente en la Tierra (Freedman, 2009).

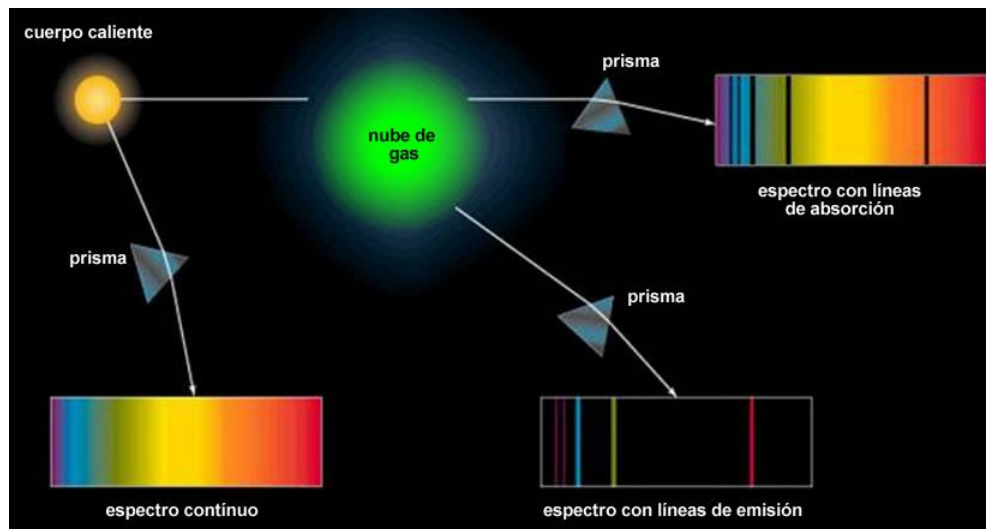


Figura 23. Espectro de emisión continuo y de líneas.

2.8.2. Descripción de la técnica

El proceso del análisis de líneas espectrales, comienza con la recolección la luz por medio de una fibra óptica la cual está alineada cerca del blanco. Debido a que la emisión del plasma es policromática, es decir, emite radiación en diversas longitudes de onda, debe ser separada en longitudes de onda particulares para su identificación, esto sucede a través de un espectrómetro, en él se encuentra un monocromador generalmente basado en rejillas de difracción que se encargan de dispersar la luz. Enseguida la radiación es detectada y amplificada por un sistema de adquisición fotoelectrónica tipo CCD (charged coupled device) convirtiéndose en señales electrónicas. Finalmente, es posible analizar la información en una computadora con un software particular (Peralta, 2017). Una vez que se cuenta con el espectro de emisión, se realiza la identificación de líneas, los materiales utilizados como blanco y los gases ya sea el inerte o el gas reactivo emiten a una longitud de onda específica, por lo tanto, se utiliza una base de datos para su identificación.

2.8.3. Espectroscopía de emisión óptica en erosión iónica

La demanda de fabricar películas delgadas con características específicas aumenta con el paso del tiempo. Por consiguiente, los métodos de síntesis existentes hasta el momento buscan mejorar y optimizar el crecimiento de películas. Por ejemplo, implementar métodos de caracterización *in situ* para obtener información de las películas en tiempo real. El monitoreo del plasma que asiste en la técnica de erosión iónica permite obtener características del plasma y por lo tanto de la película, es por esto por lo que el diagnóstico óptico de plasma es esencial. En los trabajos de (Peralta, 2017; Rodríguez, 2018) utilizaron la relación de intensidad de líneas espectrales, que proporciona una respuesta muy sensible a las variaciones de las condiciones del plasma. Cuando se producen nuevos compuestos, esta relación permite monitorear la evolución temporal de las películas, incluso en el caso de ligeras variaciones en el flujo de gases, que están directamente relacionados con las especies presentes en la cámara.

En este trabajo de tesis se desarrolla el crecimiento de películas antirreflejantes y se implementa el monitoreo por espectroscopía de emisión óptica para observar su estabilidad a través del tiempo con el objetivo de tener un mayor control de crecimiento, mejor reproducibilidad de las películas y detección de impurezas.

2.9. Espectrofotometría

La espectrofotometría Uv-Vis se basa en el análisis de la cantidad de radiación electromagnética que puede absorber, transmitir o reflejar una muestra en el rango de longitudes de onda del ultravioleta (200 a 400 nm) al visible (400 a 700 nm), el rango de estudio depende de las limitaciones del equipo a utilizar, esta técnica puede ser aplicada para caracterizar gases, líquidos y sólidos. En este trabajo se ha utilizado este método específicamente para medir la transmitancia de los filtros antirreflejantes sintetizados, donde la región de interés es en el espectro visible.

Cuando el haz incidente interactúa con la materia da lugar a diferentes fenómenos como el esparcimiento, interferencia, absorción y la reflexión. Como consecuencia de estas interacciones la intensidad del haz que pasa a través de la muestra es atenuada. La transmitancia se define entonces como:

$$T = \frac{I}{I_0} \quad (26)$$

En donde I representa la intensidad de la radiación transmitida a través de la muestra y I_0 representa la intensidad de la radiación incidente a la muestra. En la Figura 24 se muestra el funcionamiento de un espectrofotómetro, cuenta con una fuente, monocromador, detector y la muestra.

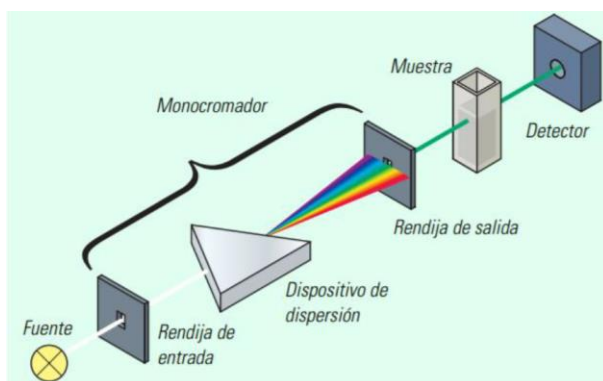


Figura 24. Esquema de funcionamiento de espectrofotometría UV/Vis.

Esta fracción de radiación que logra traspasar es usualmente expresada como porcentaje:

$$T(\%) = \frac{I}{I_0} \times 100\% \quad (27)$$

A partir de la transmitancia el espectrómetro calcula la absorción $A = -\log T$, utilizando la Ley de Beer-Lambert, que describe cómo a partir de la absorbancia, es posible encontrar la concentración de las muestras, mayormente utilizada en muestras líquidas (Hecht, 2002). El espectrofotómetro consiste básicamente en una fuente de luz, normalmente una lámpara de deuterio para el ultravioleta y una de tungsteno para el visible; un monocromador, un portamuestras, un detector de luz y un amplificador convertidor de la radiación (usualmente se utiliza un CCD o fotodiodo), y, por último, un ordenador con un software especializado para leer estos datos.

3. Hipótesis y objetivos

3.1. Hipótesis

La técnica de erosión iónica reactiva de doble cañón, permite la construcción de tres capas apiladas sobre un vidrio BK7, utilizando óxido de estaño (SnO_2), óxido de silicio (SiO_2) y óxido de aluminio (Al_2O_3) con el fin de obtener un filtro antirreflejante similar a los ya reportados en la literatura, donde el crecimiento de cada capa es posible monitorizarlo en tiempo real, por la técnica de espectroscopía óptica de emisión y espectroscopía elipsométrica, para garantizar su reproducibilidad y propiedades ópticas adecuadas.

3.2. Objetivos generales

- Diseñar filtros antirreflejantes, utilizando el software Open Filters con los siguientes materiales: óxido de estaño (SnO_2), óxido de silicio (SiO_2), óxido de aluminio (Al_2O_3) y oxinitruro de silicio (SiN_xO_y).
- Fabricar filtros antirreflejantes con películas delgadas por medio de la técnica de erosión iónica reactiva con magnetrón.

3.3. Objetivos específicos

- Encontrar las condiciones óptimas de depósito para cada película delgada.
- Caracterizar y controlar el crecimiento de las películas *in-situ*, para garantizar que sean reproducibles manteniendo sus propiedades ópticas.
- Caracterizar el filtro por espectrofotometría, para hacer una comparación con el diseño.

4. Metodología

4.1. Diseño de los filtros antirreflejantes.

Los filtros antirreflejantes fueron diseñados por el software de código abierto OpenFilters (Larouche, S., & Martinu, L., 2008), que permite modelar filtros ópticos y cuenta con herramientas para calcular reflexión, transmisión, absorción, ángulo de incidencia etc. OpenFilters permite la combinación de capas a partir de una base de materiales ya integrada previamente al software, aunque también permite añadir otros materiales, por ejemplo, los caracterizados por la técnica de elipsometría. Las capas pueden ser desde unos pocos ángstroms (Å) a miles de nanómetros, recordando que el principio detrás del programa es el fenómeno de interferencia descrito en la sección 3.2.1, si el espesor de la capa es mayor que la longitud de coherencia de la luz incidente no habrá interferencia. Se usaron materiales ya reportados como uso común en capas antirreflejantes, utilizadas tanto por sus propiedades ópticas (n y k) como sus propiedades mecánicas.

El sustrato de vidrio utilizado fue BK7 al tener las mismas propiedades ópticas de un vidrio de ventana común, que es donde se depositaría el filtro antirreflejante, en la sección de resultados se muestra el análisis de los datos obtenidos.

4.2. Síntesis de las películas por medio de la técnica de erosión iónica reactiva con magnetrón

Para la síntesis de las películas de dióxido de silicio (SiO_2), dióxido de estaño (SnO_2), óxido de aluminio (Al_2O_3) y oxinitruro de silicio (SiN_xO_y) se implementó la técnica de erosión iónica reactiva, en esta sección se describe el arreglo experimental y los pasos previos a la síntesis de las películas delgadas.

4.2.1. Descripción del sistema de vacío

Como se mencionó anteriormente en la sección 3.6, la técnica de erosión iónica se lleva a cabo en condiciones de vacío. A continuación, se describe el sistema de vacío utilizado en este trabajo de tesis.

Los componentes del sistema de vacío utilizados son una bomba mecánica marca LEYBOLD TRIVAC D-16 B, que alcanza un vacío de 3×10^{-3} Torr en 20 min, una bomba turbo molecular marca TURBOTRONIK NT 151/361 auxiliado por un sistema de enfriamiento Thermo Scientific TF-900, que alcanza un vacío de 4×10^{-6} torr en seis horas aproximadamente.

La cámara cuenta con dos cañones con magnetrón para sputtering marca Kurt Lesker Torus) ubicados a 45° con respecto al porta muestras, los cuáles también están conectados al sistema de enfriamiento. La presión del sistema fue determinada con un sensor de cátodo frío para presión baja y alta marca Leybold PENNINGVAC PTR 237 N.

Se montó el sistema de espectroscopía de plasmas en una de las ventanas de cuarzo alineándolo en la región más cercana y céntrica del blanco (aproximadamente a 1.7 cm de la superficie del blanco). El elipsómetro se colocó de manera tal que el haz de incidencia tenga un ángulo de 58° respecto a la normal del sustrato y apuntando hacia el centro del portamuestra. En la Figura 25 y Figura 26 se muestra un esquema del sistema de vacío, en vista frontal y lateral.

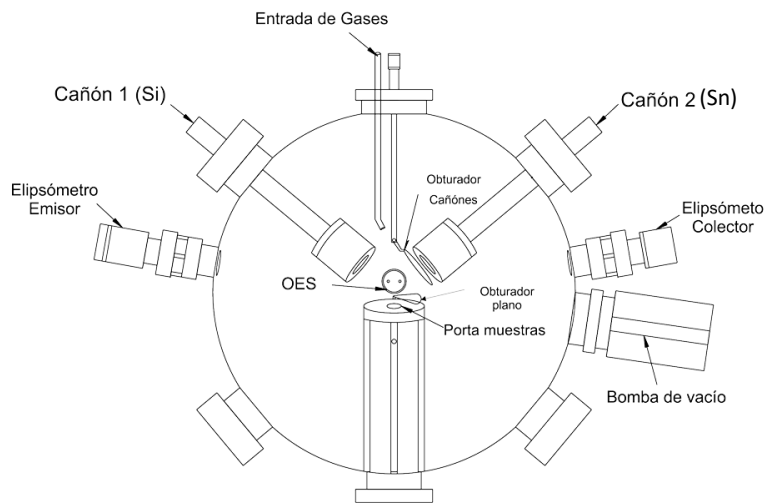


Figura 25. Diagrama en vista frontal de la cámara de erosión iónica (Rodríguez, 2018).

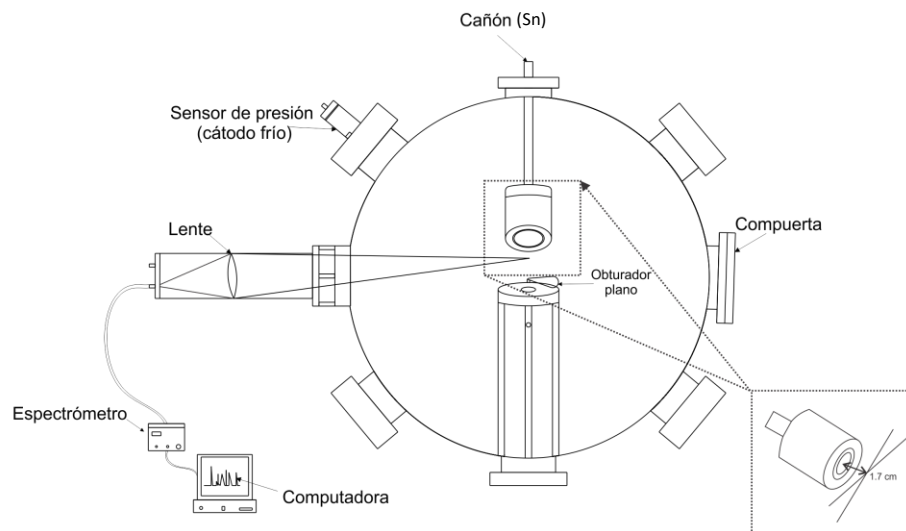


Figura 26. Vista lateral de la cámara de erosión iónica, donde se observa la posición del sistema espectroscópico y la distancia de enfoque. (Rodríguez, 2018)

Se utilizaron tres controladores de flujos de gases marca Aalborg, GFC17, para el gas inerte se utilizó un controlador de Ar de 0-50 sccm con - 3% de error y para los gases reactivos se utilizaron dos controladores de flujo el primero de N₂ de 0-20 sccm con 3% de error y otro de O₂ de 0-20 sccm con 3% error. Los gases de Ar, N₂ y O₂ eran de un grado de ultra alta pureza del 99.999%. Todos los blancos utilizados fueron marca Kurt Lesker de dos pulgadas de diámetro y 0.25 pulgadas de espesor: silicio (pureza 99.999%), aluminio (pureza 99.99%) y estaño (pureza 99.999%). Se utilizó una fuente de poder DC marca Advanced Energy, MDX-500, para generar el plasma.

4.2.2. Preparación del sustrato

Cada sustrato (vidrio BK7) fue cortado a la misma medida (2.5 cm x 2.5 cm) con espesor de 1 mm, los cuales, previo al depósito, fueron limpiados en baño ultrasónico en tres fases: solución con micro-jabón (Micro-90), seguido de acetona industrial, después con alcohol isopropílico al 99%. Por último, se secan con paños para limpieza de componentes ópticas de calidad.

Con el fin de mejorar la captura de datos con el elipsómetro es necesario poner cinta adhesiva opaca en la superficie inferior del sustrato para generar un efecto de esparcimiento y evitar la última reflexión en la segunda superficie del portamuestra, si no se coloca la cinta adhesiva el haz se refleja en la segunda superficie, capturando la respuesta del segundo medio, modificando la respuesta global. El sustrato se alineó sobre el portamuestra, el cual posee dos topes de referencia con el objetivo de colocar los sustratos en la misma posición centrado en el portamuestra y obtener las mediciones por elipsometría en la misma zona (ver Figura 27).



Figura 27. Posicionamiento del sustrato en el portamuestra.

4.2.3. Preparación de la cámara para realizar el depósito

Después de preparar el sustrato se sigue el procedimiento mostrado en el diagrama de flujo de la Figura 28.

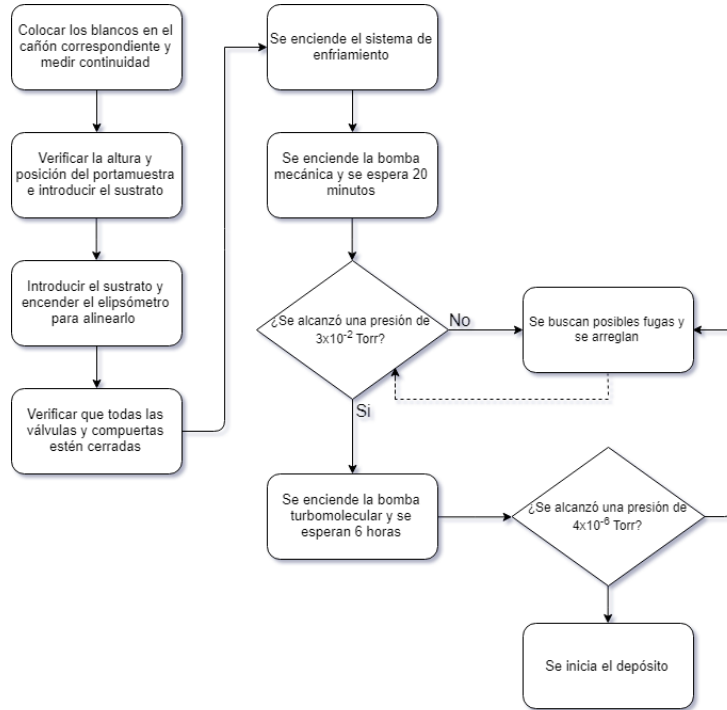


Figura 28. Diagrama de flujo de la preparación de la cámara para realizar el depósito.

En la sección de 5.3.1 se detallarán las etapas del depósito enfocándose en el monitoreo de la estabilidad del plasma.

4.2.4. Condiciones de depósito de las películas delgadas

Antes de iniciar el proceso de depósito para el apilamiento de las capas, cada uno de los materiales fueron previamente analizados individualmente, con el objetivo de encontrar los valores de presión base, presión de trabajo, relación de flujo de gases y potencia requeridas. En la sección 6.2 se muestran las condiciones óptimas de depósito para cada una de las capas.

4.3. Caracterizaciones

La espectroscopía óptica de emisión y la elipsometría se llevaron a cabo durante el depósito (*in-situ*). La espectrofotometría Uv-Vis se realizó una vez que se obtuvo el apilamiento de las capas que conforman el filtro para medir su respuesta óptica y comparar con el diseño.

4.3.1. Espectroscopía óptica de emisión

El proceso de crecimiento de las capas sintetizadas, fue analizado por espectroscopía óptica de emisión (OES en inglés) para capturar la información del plasma con el espectrómetro de campo marca Thorlabs CCS-200, con un rango espectral 200 nm a 1000 nm auxiliado por el programa “Plasmonitor”, desarrollado en lenguaje Python en las instalaciones del laboratorio de Síntesis de Materiales y Análisis Óptico (SAOM-Lab) de CNYN-UNAM. Este software se encarga de monitorear la limpieza del blanco usando una fibra óptica de 200 μm . El espectrómetro captura las líneas de emisión, previamente identificadas dependiendo del material a depositar.

Al capturar las líneas espectrales adquiridas por el espectrómetro, se identifican las líneas críticas más representativas del material bajo crecimiento, que al modificar las condiciones de depósito sufren alguna variación. Los espectros de emisión permiten establecer una relación entre las razones de intensidad de líneas espectrales y la estequiometría de la película (Abundiz N. , 2013).

La línea 696.54 nm pertenece al argón, esta fue monitoreada en todos los experimentos ya que se trata del gas inerte que fue utilizado para cada una de las películas. Para monitorear los gases reactivos se utilizaron las longitudes de onda 777.4 nm y 380.5 nm para el oxígeno y nitrógeno molecular, respectivamente. El uso de estas transiciones para el análisis del plasma ya ha sido reportado (Abundiz N. P., 2013). Es importante seleccionar líneas que no se empalmen ni desaparezcan a lo largo del proceso del depósito.

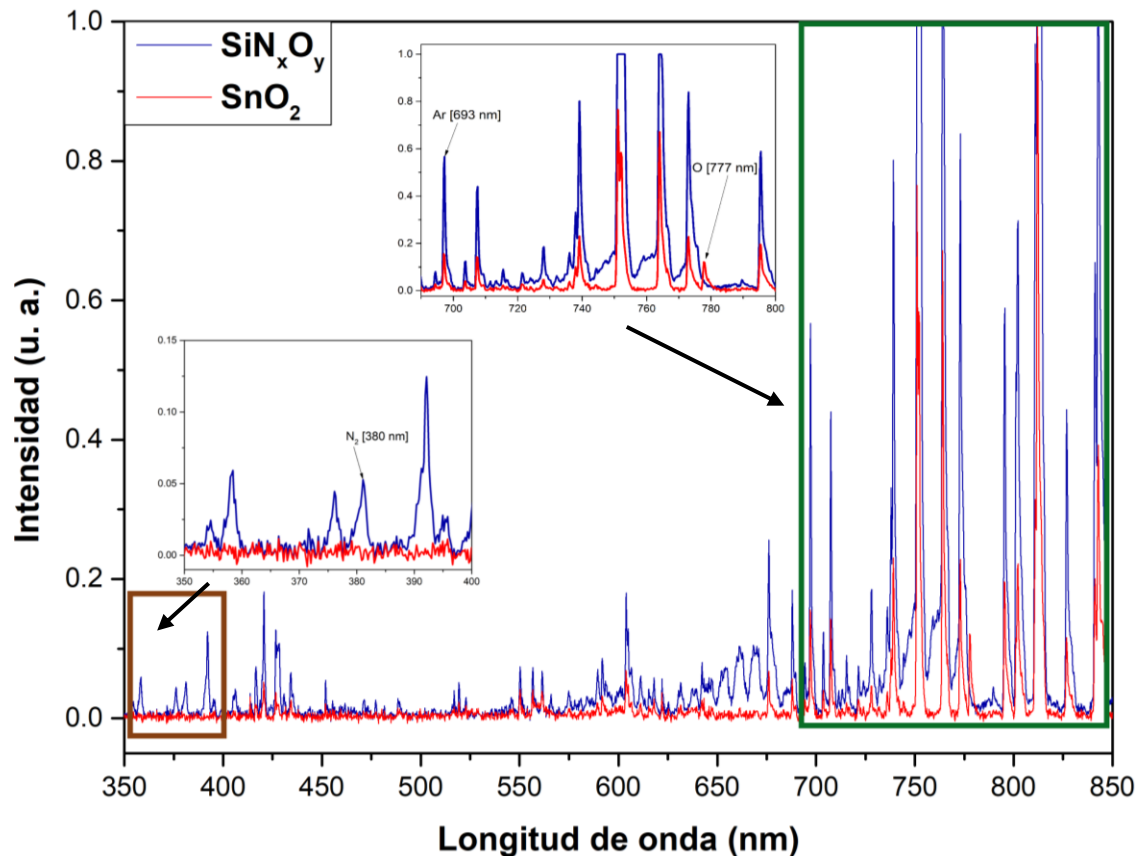


Figura 29. Espectro de emisión generado durante el depósito de SiN_xO_y (línea azul) y SnO_2 (línea roja).

El programa “Plasmonitor” (ver Figura 30) toma los archivos generados por el espectrómetro para cuantificar el área bajo la curva las líneas de emisión monitorizadas y también para calcular el cociente entre la línea del gas reactivo (N_2 u O_2) con respecto a la de Ar. El análisis del cociente se realiza cada segundo en tiempo real y se utiliza para determinar la estabilidad del plasma. Para esto se calcula la derivada a partir del ajuste lineal de los valores procesados (para la línea de argón y del cociente) cada 25 (línea azul Figura 30) o 75 espectros (línea negra Figura 30). Se escogieron estos valores para poder observar cambios en el plasma a corto y mediano plazo. Se obtiene el valor de la pendiente que está cambiando con el tiempo (ejemplo: inicia en 0-25, después 1-26, 2-27... espectros) y se grafica. Cuando se llega a una estabilización del plasma donde la variación de sus líneas de emisión es mínima, la pendiente se aproximará a cero, relacionándolo a procesos como la limpieza del blanco y estabilidad al introducir gas reactivo. En la Figura 30 se muestra la gráfica del proceso típico de un depósito asistido con OES.

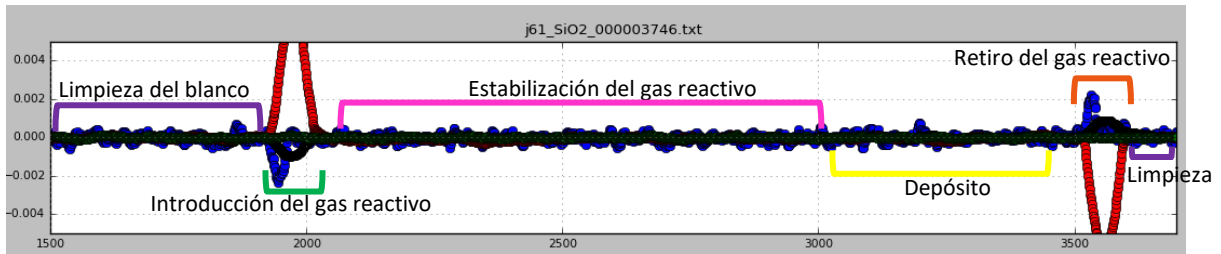


Figura 30. Espectro de emisión de los gases monitoreado por el software plasmonitor donde la línea roja es el simboliza el cociente nitrógeno/Ar, la línea negra y azul simbolizan señales de Argón.

Una vez que se prepara el sistema de vacío (diagrama de flujo Figura 28) se asegura que el obturador esté cubriendo totalmente la muestra, se introduce el argón se ajusta la potencia y la presión de trabajo. Después se inician los programas de control del espectrómetro y de monitoreo de líneas, finalmente se enciende la fuente y se genera el plasma. A continuación, se describen las etapas del depósito que se observan con el monitoreo del plasma.

- **Limpieza del blanco:** Cuando el blanco metálico está expuesto al ambiente se forma una pequeña capa de óxido u otras impurezas, por lo tanto cuando inicia la erosión del blanco (Figura 30, color morado) se muestra una variación en las líneas de emisión del plasma debido a la remoción de dichas impurezas, cuando se llega a una estabilización de las líneas de emisión (la pendiente de la línea negra se aproxima a cero) significa que la limpieza del blanco ha terminado. Este paso es de suma importancia debido a que la calidad de los depósitos depende de la limpieza del blanco, es decir, se debe eliminar completamente cualquier otro tipo de material que se encuentre en la superficie. Esta limpieza permite garantizar que las películas delgadas sean reproducibles.
- **Introducción del gas reactivo:** después de la limpieza del blanco se introduce el gas reactivo ya sea oxígeno o nitrógeno (Figura 30, color verde) y la línea de emisión correspondiente (línea roja) incrementa y con ello el valor de la pendiente, hasta llegar a la estabilización del plasma para realizar el depósito (pendiente cercana a cero) como se muestra en la sección lila de Figura 30.
- **Depósito:** Se retira el obturador del sustrato (Figura 30, color amarillo), debido a que el obturador es plano y se encuentra muy cerca del sustrato, se observa que no ocurre un cambio drástico en las líneas, se sabe que el segmento señalado corresponde al depósito por que se toma archivo al abrir y cerrar el obturador. La importancia de este paso permite que el depósito se desarrolle con un plasma estable, lo cual garantiza que la composición de la película va ser la misma (Hernandez Utrera, 2018).

- **Retiro del gas reactivo:** una vez terminada la fase de depósito se suspende el flujo del gas reactivo y esto provoca una caída en su línea de emisión (Figura 30, color naranja), como lo que se grafica es la pendiente calculada con respecto a los espectros anteriores, se obtiene una pendiente negativa. Para concluir el experimento, se procede a repetir el proceso de limpieza del blanco hasta llegar a la estabilización.

Así mismo también se monitoreó la variación de voltaje y corriente a través del tiempo para verificar la estabilidad del plasma.

4.3.2. Elipsometría

Los parámetros elipsométricos (amplitud ψ , fase Δ) fueron obtenidos utilizando el elipsómetro M-2000 J.A. Woollam. El rango de medición fue 192.1 nm-1688.4 nm a un ángulo de incidencia de 58° , los datos se obtuvieron *in situ*, se midió primero el sustrato y después el crecimiento de la película delgada en la fase de depósito. Se ajustó el modelo propuesto con los valores experimentales de ψ y Δ hasta llegar al menor error cuadrático medio (MSE) utilizando el programa "CompleteEASE" de J.A. Woollam Co. Se utilizó el modelo de EMA para caracterizar las propiedades ópticas del material sintetizado, así como su grosor.

4.3.3. Espectrofotometría UV-Vis-NIR

La caracterización de transmitancia se realizó con el espectrofotómetro (UV-Vis-NIR) Thermo Scientific GENESYS 10S con rango de 190 a 1100 nm. Las mediciones se realizaron en el centro de la muestra, posicionada como se muestra en la Figura 31.



Figura 31. Medición de transmitancia por espectrofotometría de las muestras.

5. Resultados y discusiones

En este capítulo se reportan los resultados obtenidos del diseño y síntesis del filtro antirreflejante, así como los resultados de técnicas de caracterización como elipsometría espectroscópica *in-situ*, para el control del grosor de la película delgada, así como la obtención de las propiedades ópticas. Además de pruebas térmicas, para verificar si el filtro resiste el calor, se muestran imágenes con un vidrio común y un vidrio con filtro antirreflejante.

5.1. Diseño del filtro antirreflejante

Los filtros antirreflejantes se diseñaron por tres capas: índice bajo/índice alto/índice medio. Para iniciar el proceso del diseño se tomó como base uno de los modelos teóricos que incluye el software Open Filters (Larouche, S., & Martinu, L., 2008), de un antirreflejante de tres capas con índices de refracción : 1.5/2.1/1.8, para cada una de capas, estos índices no corresponden a materiales reales, por lo tanto, se realizó una búsqueda de materiales que tuvieran un índice de refracción parecido. Se buscó una transmitancia mayor que la del vidrio BK7 en el visible, resultando una baja reflexión, siendo el objetivo principal del filtro antirreflejante.

Los grosores fueron seleccionados de acuerdo con el modelo de tres capas donde cada una de ellas corresponde a $\frac{1}{4}$ de onda, tomando como referencia la longitud a 550 nm. Se eligió esta longitud de onda que corresponde a la parte central amarillo verdosa del espectro y debido a que el ojo humano tiene una mayor sensibilidad en esta longitud de onda (Freedman, 2009).

El programa Open Filters (OF) contiene una sub-rutina que permite obtener el grosor a partir de la longitud de onda, en este caso se quieren tres capas donde cada capa va a tener un grosor de $\frac{1}{4}$ o $\frac{1}{2}$ de longitud de onda. Dependiendo la región del espectro visible que se desee donde su reflectancia sea cero, se anexa al programa de OF los materiales que se van a utilizar. En este caso los materiales seleccionados son dieléctricos como el óxido de silicio ($n_{550\text{nm}}=1.48$), el óxido de estaño ($n_{550\text{nm}}=2.00$), el óxido de aluminio ($n_{550\text{nm}}=1.77$), óxido de zinc ($n_{550\text{nm}}=1.95$) y nitruro de silicio ($n_{550\text{nm}}=2.03$). Todos estos materiales tienen la peculiaridad de ser transparentes en la región de visible (400 nm a 700 nm), no absorbentes y cuentan con una cierta dureza. Se hace una breve descripción de estos materiales:

- **El dióxido de silicio (SiO₂)** es un dieléctrico que posee bajos índices de refracción y baja absorción, los valores de la dureza del SiO₂ publicados en la literatura puede variar de 1.42 a 10.0 GPa. Siendo este intervalo un valor alto para una capa delgada (Šimurka, 2018).
- **El óxido de aluminio (Al₂O₃)** es un dieléctrico tecnológicamente importante debido a su amplia ventana de transparencia en el rango de ultravioleta a infrarrojo cercano, buena estabilidad química y térmica. Los valores de la dureza y el módulo de elasticidad se encuentran entre 8.16 a 8.54 GPa y de 111.2 a 127.6 GPa, respectivamente (Avci, 2011).
- **El óxido de zinc (ZnO)** es un semiconductor con band gap de 3.4 eV. Ha atraído un intenso esfuerzo de investigación por sus propiedades únicas como la estabilidad térmica y química, la transparencia óptica y la piezoelectricidad. También es un material relativamente blando con una dureza aproximada de 0.04413 GPa (Sahal, 2008).
- **El nitruro de silicio (Si₃N₄)** es un material de una alta dureza (26 GPa), alta resistencia a la corrosión, a la temperatura, es buen aislante, es químicamente estable e inerte debido a sus enlaces covalentes altamente orientados, alto índice de refracción, es una película muy densa, previene la difusión de agua, oxígeno e incluso iones pequeños como Na⁺, es comúnmente utilizada como una película protectora, tiene una alta transmitancia, bajo coeficiente de expansión (Signore, 2012).

Una vez establecidos los materiales a usar y con el fin de observar la diferencia entre distintos diseños, se realizaron las simulaciones utilizando tres capas con espesores ópticos de $\frac{1}{4}$ de onda. En la Figura 32a) se muestra la transmitancia y en la Figura 32b) la reflectancia de los modelos simulados con los diferentes materiales y grosores.

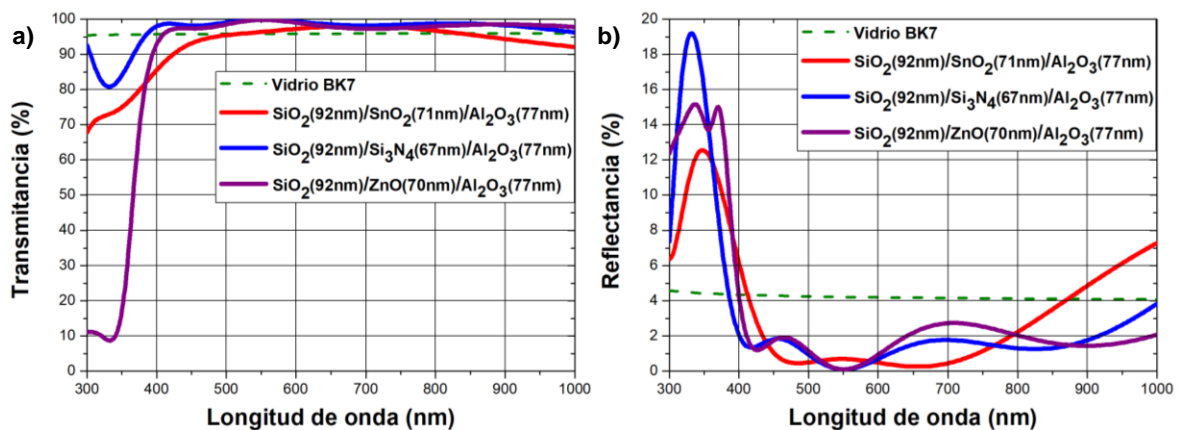


Figura 32. A) Transmittancia y b) Reflectancia de los modelos creados.

Debido a que se trata de un filtro antirreflejante, es necesario estimar la disminución de reflectancia, ver Figura 32b), para ello se utilizó como parámetro de comparación el área bajo la curva de reflectancia correspondiente a la región visible del espectro (400-700 nm). Se tomó el área del vidrio BK7 como 100% para calcular los porcentajes mostrados en la Tabla 1.

Tabla 1. Eficiencia de los modelos creados.

Nombre	Filtro	Disminución de reflectancia
AR1	SiO ₂ (92 nm)/SnO ₂ (71 nm)/Al ₂ O ₃ (77 nm)	78.12%
AR2	SiO ₂ (92 nm)/Si ₃ N ₄ (71 nm)/Al ₂ O ₃ (77 nm)	73.82%
AR3	SiO ₂ (92 nm)/ZnO (71 nm)/Al ₂ O ₃ (77 nm)	67.14%

Se eligió el filtro AR1 debido a que tuvo la mayor disminución de reflectancia. También se hizo una comparación entre el diseño SiO₂(92 nm)/SnO₂(71 nm)/Al₂O₃(77 nm) al que llamaremos AR 1/4 y el de SiO₂(92 nm)/SnO₂(142 nm)/Al₂O₃(77 nm) al que llamaremos AR 1/2 (ver Figura 33). Ambos filtros tienen una reflectancia más baja que el vidrio, por lo tanto, se decidió fabricar ambos diseños.

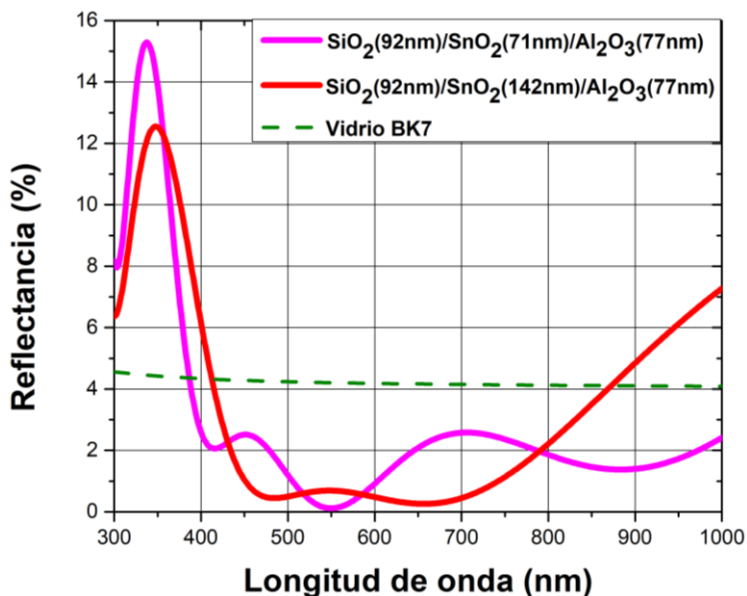


Figura 33. Comparación entre el filtro SiO₂/SnO₂/Al₂O₃ de $\frac{1}{4}, \frac{1}{4}, \frac{1}{4}$ (línea roja) y $\frac{1}{4}, \frac{1}{2}, \frac{1}{4}$ (línea magenta).

Se realizó un análisis de cromaticidad (Figura 34) usando el estándar de CIE 1931 (referencia) para determinar el color de los filtros antirreflejantes por transmitancia y reflexión. Consiste en usar coordenadas matemáticas para representar la cantidad de rojo, verde y azul captados por un “observador estándar”. Este sistema está representado en dos dimensiones para dar un color, se determina la longitud de onda dominante y se calcula el porcentaje de transmitancia y reflectancia

a ciertas longitudes de onda (por ejemplo, cada 10 nm entre 400 y 700 nm) para después multiplicarla por el factor de ordenadas ponderadas (“x” y “y”).

CIE 1931

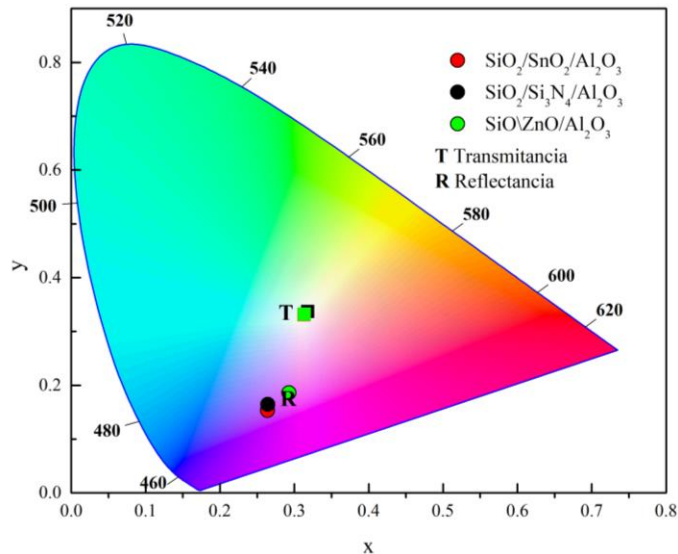


Figura 34. Diagrama CIE-1931. Se muestra el color de la reflectancia y transmitancia de los modelos creados.

En la gráfica del CIE se observa que, en los tres casos simulados, la transmitancia está cercana al color blanco, lo que indicaría que el filtro antirreflejante debería ser transparente sin ninguna tonalidad y en cuanto reflectancia es un color cercano al azul, o cercano a los 460 nm.

Una vez realizados las simulaciones con diversos materiales, se eligieron los materiales a utilizar y los grosores específicos para la obtención del filtro antirreflejante deseado, dando como resultado un filtro de $\text{SiO}_2(92\text{nm})/\text{SnO}_2(71\text{nm})/\text{Al}_2\text{O}_3(77\text{nm})$ y otro de $\text{SiO}_2(92\text{ nm})/\text{SnO}_2(142\text{ nm})/\text{Al}_2\text{O}_3(77\text{ nm})$. En la siguiente sección se mostrarán los resultados de las condiciones óptimas de cada material, con sus propiedades elipsométricas, sus transmitancias y pruebas térmicas.

5.2. Condiciones óptimas de cada capa

En esta sección se presentan las condiciones óptimas de depósito para cada una de las capas de óxido de silicio (SiO_2), óxido de estaño (SnO_2) y óxido de aluminio (Al_2O_3). Los tres materiales se sintetizaron por medio de la técnica de erosión iónica reactiva con magnetrón, durante los depósitos se realizó el monitoreo del plasma y la película con espectroscopía óptica de emisión (OES) y espectroscopía elipsométrica *in-situ*, respectivamente. Por lo tanto, se presentan las propiedades como: grosor, rugosidad, porcentajes de materiales constituyentes, índice de refracción y coeficiente de extinción correspondientes para cada capa. En la comparación de las

constantes ópticas experimentales respecto a los valores ideales reportados, se utilizó la base de datos que proporciona el software de análisis del elipsómetro, Complete EASE.

5.2.1. Condiciones óptimas del óxido de silicio

Las condiciones óptimas para la síntesis de la capa de óxido de silicio (SiO_2) fueron: presión base de 4.6×10^{-6} Torr, potencia de 50 Watts, presión de trabajo de 1.4×10^{-3} Torr, el flujo de gas inerte (argón) fue de 15 sccm, y de flujo de gas reactivo (oxígeno) 1.8 sccm.

La capa se caracterizó por elipsometría y se obtuvieron los parámetros elipsométricos Psi y Delta mostrados en la Figura 35. El modelo utilizado para caracterizar la capa de óxido de silicio (SiO_2) fue el modelo de aproximación de medio efectivo (EMA), donde se consideró que la capa estuviera constituida por SiO_2 , Si y huecos (porosidad).

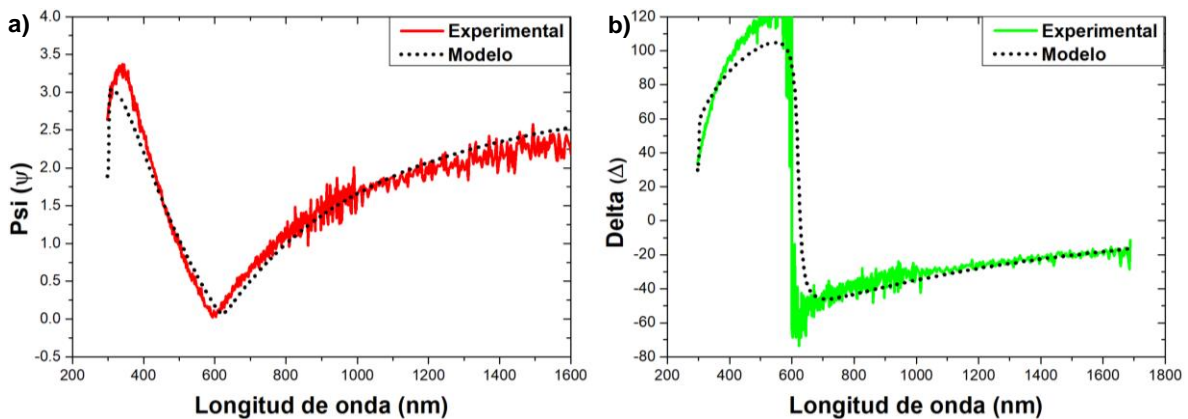


Figura 35. Parámetros elipsométricos a) psi y b) delta de la capa de SiO_2 .

Se observa que las mediciones experimentales mantienen la forma del modelo de EMA. A partir de estos parámetros se encontró porcentualmente la contribución de cada uno de los materiales, como se muestra en la Tabla 2 y se construyeron las constantes ópticas de la Figura 36.

Tabla 2. Características de la capa de SiO_2 obtenidas a partir de elipsometría.

MSE	Grosor	Rugosidad	SiO_2 (%)	Si(%)	Porosidad(%)	Tasa de depósito (nm/seg)
6.069	94 nm	5 nm	96.7	3.3	0	0.3

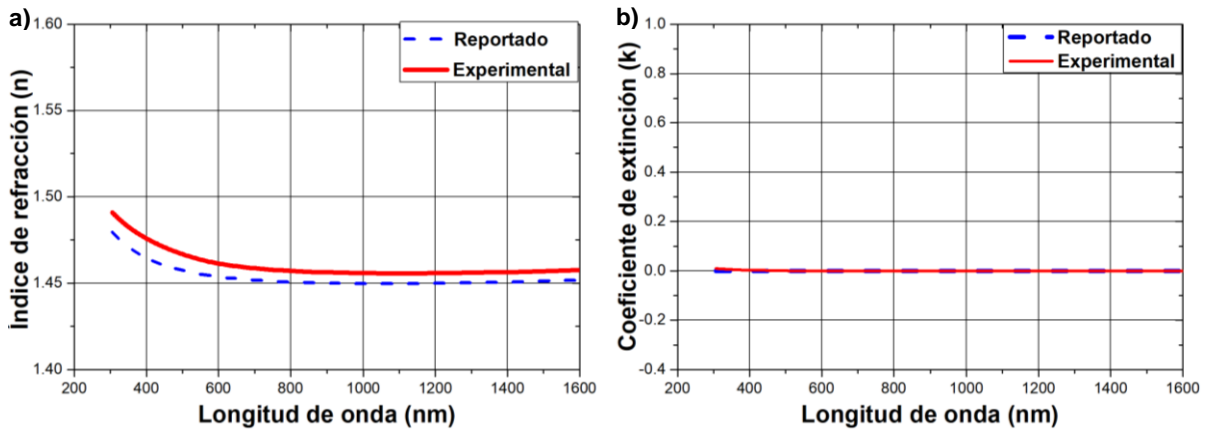


Figura 36. Constantes ópticas de capa de SiO₂. a) índice de refracción y b) coeficiente de extinción.

En la figura 35a) se observa que el índice de refracción real (n) tiene la forma típica de un material dieléctrico y transparente, ya que en la figura 35b) el coeficiente de extinción es cero, y está relacionado al coeficiente de absorción, el cual confirma que corresponde a un material dieléctrico.

5.2.2. Condiciones óptimas del óxido de estaño

Las condiciones óptimas para la síntesis de la capa de óxido de estaño (SnO₂) fueron: presión base de 4.8×10^{-6} Torr, potencia de 20 Watts, presión de trabajo de 3×10^{-3} Torr, el flujo de gas inerte (argón) fue de 10 sccm, y de flujo de gas reactivo (oxígeno) 9.8 sccm.

La capa se caracterizó por elipsometría y se obtuvieron los parámetros elipsométricos Psi y Delta mostrados en la Figura 37. El modelo utilizado para caracterizar la capa de óxido de estaño (SnO₂) fue el modelo de aproximación de medio efectivo (EMA), donde se consideró que la capa estuviera constituida por SnO₂, Sn metálico y huecos (porosidad).

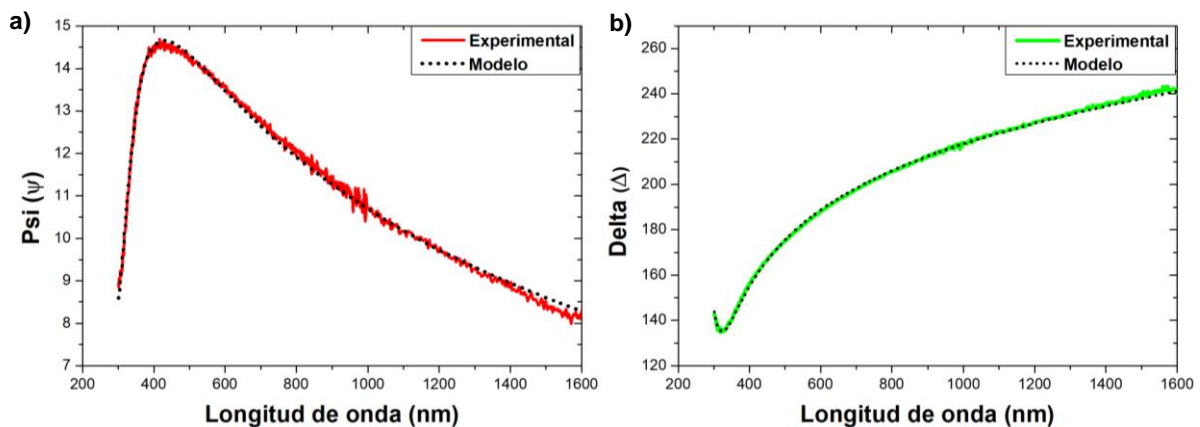


Figura 37. Parámetros elipsométricos a) psi y b) delta de la capa de SnO₂.

A partir de estos parámetros se encontraron los datos mostrados en la Tabla 3 y se construyeron las constantes ópticas de la Figura 38.

A partir de estos parámetros elipsométricos (Psi y Delta) y con el modelo de EMA aplicado, se encontró porcentualmente la contribución de cada uno de los materiales, los datos se muestran en la Tabla 3 y a partir de las propiedades ópticas de cada material, se encontró el índice de refracción efectivo, ver Figura 38.

Tabla 3. Características de la capa de SnO₂ obtenidas a partir de elipsometría.

MSE	Grosor	Rugosidad	SnO ₂ (%)	Sn (%)	Porosidad (%)	Tasa de depósito (nm/seg)
4.054	70	0.5 nm	93.9	0	6.1	0.657

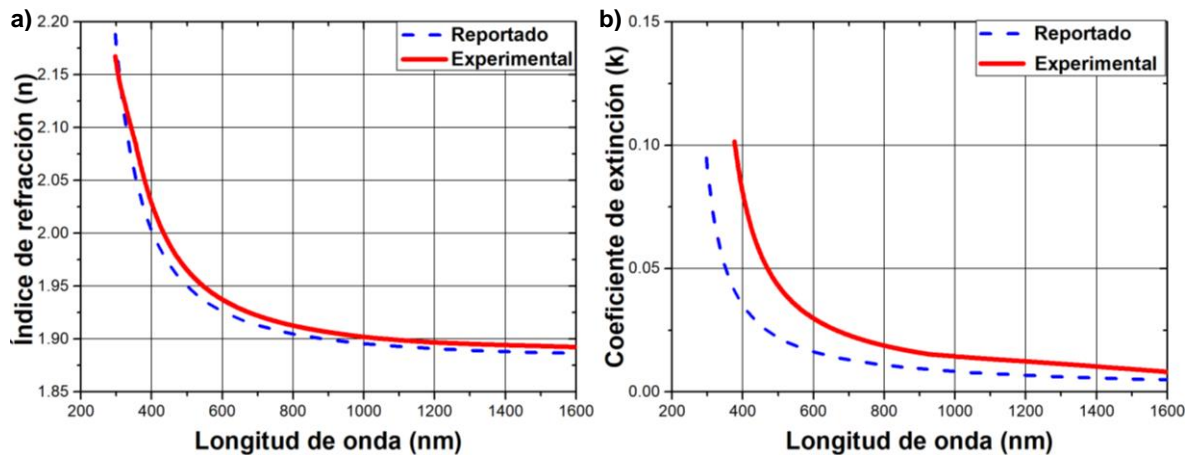


Figura 38. Constantes ópticas de la capa de SnO₂. a) índice de refracción y b) coeficiente de extinción.

En la Figura 38a), se muestra que en la gráfica el índice de refracción real (n), obtuvo un valor semejante al del reportado previamente en la literatura (ref), en la Figura 38b) se observa una ligera separación de la parte experimental (línea roja) a la reportada (línea azul), esto se debe al ~6% de porosidad, pero nuevamente se comporta con un material transparente y dieléctrico ya que el coeficiente de extinción tienen valores de 0.05 a 0.10 que a diferencia de los metales estos pueden alcanzar valores de arriba de 10.

5.2.3. Condiciones óptimas de Al₂O₃

Las condiciones óptimas para la síntesis de la capa de óxido de aluminio (Al₂O₃) fueron: presión base de 4.8x10⁻⁶ Torr, potencia de 70 Watts, presión de trabajo de 1.8x10⁻³ Torr, el flujo de gas inerte (argón) fue de 20 sccm, y de flujo de gas reactivo (oxígeno) 1.8 sccm.

La capa se caracterizó por elipsometría y se obtuvieron los parámetros elipsométricos Psi y Delta mostrados en la Figura 39. El modelo utilizado para caracterizar la capa de óxido de aluminio (Al₂O₃) fue el modelo de aproximación de medio efectivo (EMA), donde se consideró que la capa estuviera constituida por Al₂O₃, Al metálico y huecos (porosidad).

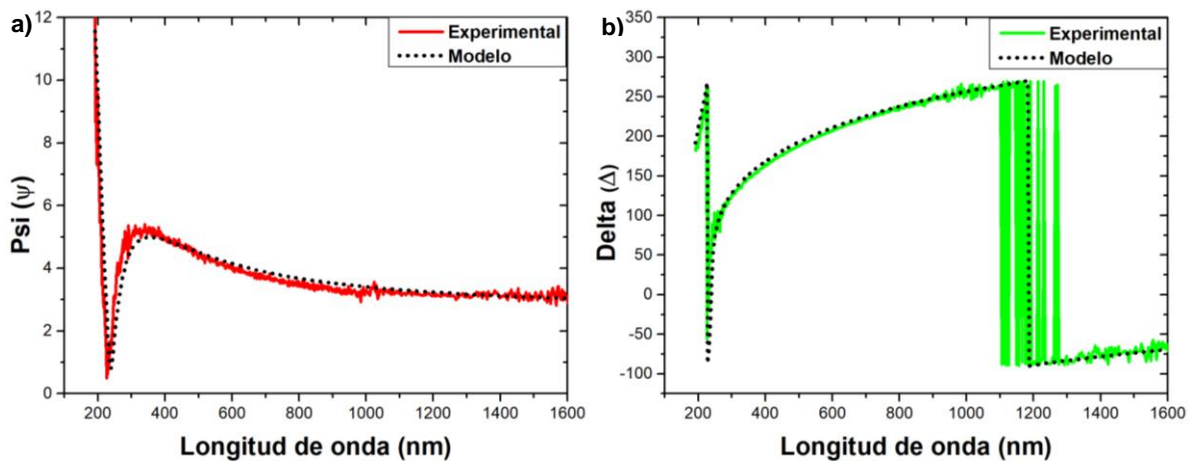


Figura 39. Parámetros elipsométricos a)psi y b)delta de la capa de Al₂O₃.

Se observa que las mediciones experimentales mantienen la forma del modelo de EMA. A partir de estos parámetros se encontró porcentualmente la contribución de cada uno de los materiales, como se muestra en la Tabla 4 y se construyeron las constantes ópticas de la Figura 40.

Tabla 4. Características de la capa de Al₂O₃ obtenidas a partir de elipsometría.

MSE	Grosor	Rugosidad	Al ₂ O ₃ (%)	Al (%)	Porosidad(%)	Tasa de depósito (nm/seg)
7.738	76 nm	2.7 nm	97.7	2.3	0	0.35

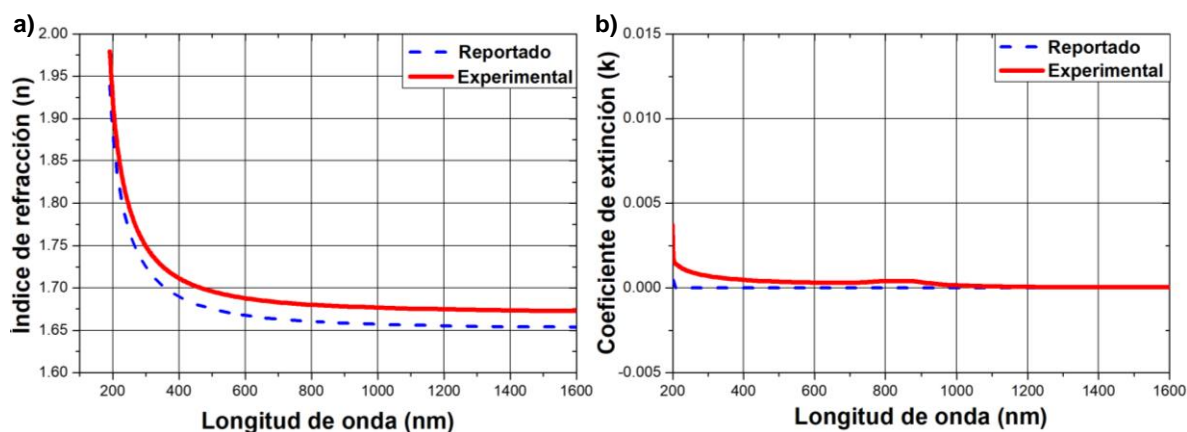


Figura 40. Constantes ópticas de capa de Al₂O₃. a) índice de refracción y b) coeficiente de extinción.

En la Figura 40a) se observa que el índice de refracción real (n) tiene la forma típica de un material dieléctrico y transparente, ya que en la Figura 40b) el coeficiente de extinción es cero, y está relacionado al coeficiente de absorción, el cual confirma que corresponde a un material dieléctrico.

De las figuras 34, 37 y 39 se muestra el índice de refracción real (n) de cada material depositado individualmente, las cuales mantienen la forma del modelo con un MSE bajo, lo cual indica un buen ajuste. Esto es muy importante, debido a que la elipsometría realiza una comparación entre los valores de Psi y Delta del modelo y la medición experimental, cuanto más parecidos sean, más bajo será el grado de error (MSE) y como consecuencia el valor de las propiedades adquiridas resultan confiables. Respecto a la composición de las capas se observa que en los tres casos se obtiene un porcentaje muy cercano a 100% del material que se desea depositar: SiO₂(96.7%), SnO₂ (93.9%), Al₂O₃ (97.7%).

Más que la composición de la capa, el principal interés está en las constantes ópticas, el funcionamiento del filtro antirreflejante viene dado a partir de la interacción de la luz con los fenómenos de interferencia que suceden en las capas dado su grosor, índice de refracción y coeficiente de extinción. Se observa que en las gráficas de las tres capas existe un alto grado de similitud entre los resultados experimentales y los reportados en la literatura, esto significa que estamos obteniendo buenos valores y por lo tanto nos garantiza que cuando las capas sean apiladas tendrán una respuesta muy cercana a la del diseño. A continuación, se presenta el comportamiento de las capas una vez apiladas.

5.3. Apilamiento del filtro antirreflejante

En esta sección se muestran los resultados del filtro antirreflejante final, se obtiene una respuesta óptica de reflectancia a partir de la medición de su transmitancia, también se realizaron pruebas térmicas y por último se muestra su funcionamiento al probarse en el exterior.

5.3.1. Propiedades ópticas de capa 1 y capa 2 apiladas

Se depositó la capa de óxido de silicio y sobre esta la capa de óxido de estaño de forma continua. Se capturaron las constantes ópticas y grosores cada material medio de elipsometría. Esta información se introdujo a Open Filters y se realizó la comparación del diseño de las dos primeras capas contra el filtro sintetizado. (ver Figura 41).

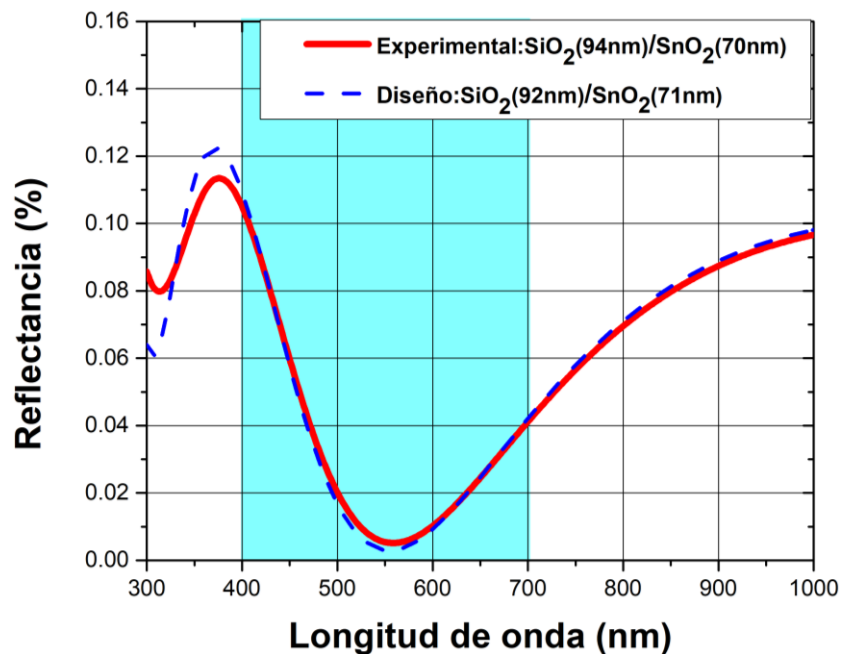


Figura 41. Comparación de reflectancia entre el filtro de dos capas diseñado y sintetizado.

Se observa que la reflectancia del filtro diseñado y el sintetizado es muy similar, principalmente en la región del espectro visible, que es la de mayor interés. Esto nos indica que las dos capas fueron depositadas correctamente con el grosor deseado.

5.3.2. Propiedades ópticas de la 3er capa

Una vez que se depositaron las dos capas previas, se prosiguió a apilar la última capa, teniendo dificultades con el óxido de aluminio. Al analizar esta capa por medio de elipsometría se encontró que no poseía las propiedades deseadas. En la Figura 42 se muestran las constantes ópticas de la capa.

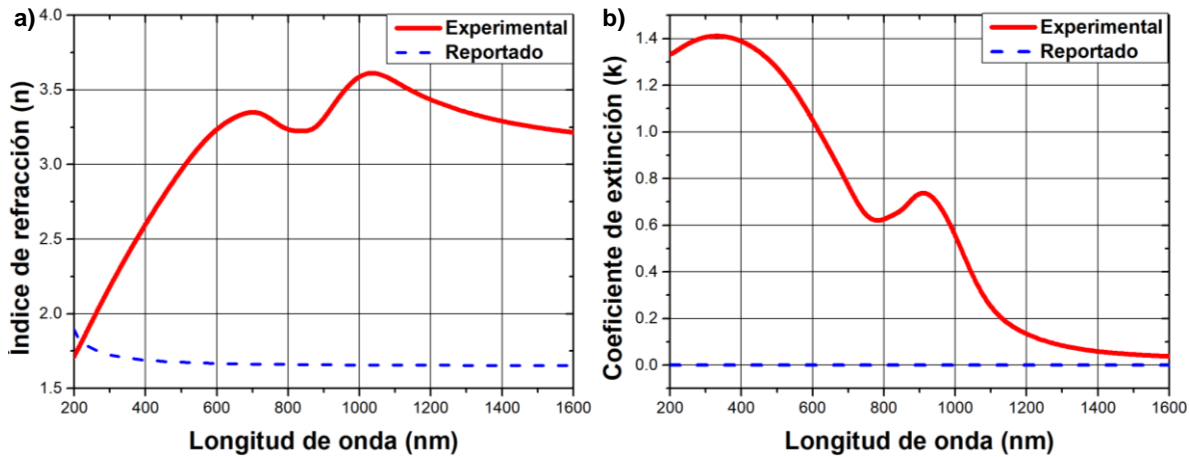


Figura 42. Constantes ópticas del Al₂O₃ con problemas. a) índice de refracción y b) coeficiente de extinción.

En la Figura 42 se observa que las constantes ópticas de la capa sintetizada no siguen el comportamiento de los valores reportados en la literatura.

Para realizar el depósito de Al₂O₃, se tuvo que abrir la cámara y cambiar el blanco en uno de los cañones, esto pudo haber generado interfases indeseadas entre la capa de óxido de aluminio y óxido de estaño. Al ajustar la curva experimental por el modelo de EMA se obtuvo un índice de refracción mucho mayor al reportado a la literatura y con una alta absorción, como se observa en la Figura 41b), donde su k es mayor a uno, lo que indica un comportamiento metálico. Esto coincide con el EMA resultante que muestra un porcentaje de aluminio metálico de 41% y 15% de huecos (porosidad) que se pueden deber al proceso de limpieza con gas de argón, donde se pudo haber depositado aluminio sobre el sustrato con el obturador cerrado. Esto sucedió igual con el óxido de estaño, al tener cerrado el obturador, aún así se obtenía una contribución grande de estaño, se corrigió limpiando el blanco con el obturador superior cerrado, para evitar que llegara el plasma hasta el sustrato.

Por lo tanto, se optó por cambiar de material, se sustituyó el óxido de aluminio por un oxinitruro de silicio (SiN_xO_y) que posee unas constantes ópticas bastantes parecidas y es un material dieléctrico transparente. En la Figura 43 se observa una gráfica donde se compara la reflectancia del modelo del filtro original, contra la del filtro con oxinitruro de silicio (SiN_xO_y), este material se forma con un 70% de Si₃N₄ y 30% de SiO₂, ambos materiales se anexaron a la base de datos de Open Filters, para realizar las simulaciones.

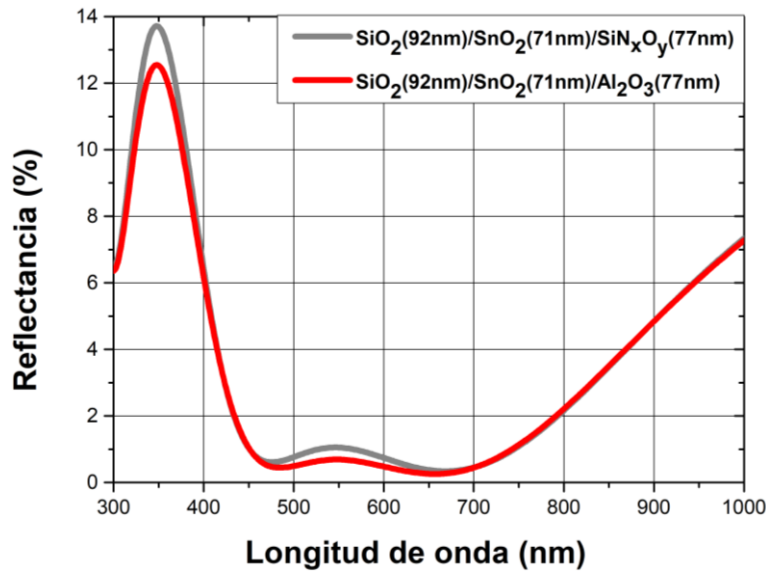


Figura 43. Comparación entre la película de Al_2O_3 y SiN_xO_y .

Además, el oxinitruro de silicio (SiN_xO_y) también posee buenas propiedades mecánicas, alcanzando una dureza de hasta 13 GPa (Tang, C.-J., Jaing, C.-C., Tien, C.-L., Sun, W.-C., & Lin, S.-C., 2016).

Las condiciones óptimas para la síntesis de la capa de oxinitruro de silicio (SiN_xO_y) fueron: presión base de 4.5×10^{-6} Torr, potencia de 50 Watts, presión de trabajo de 2.7×10^{-3} Torr, el flujo de gas inerte (argón) fue de 20 sccm. Este material necesita la inyección de dos gases reactivos, por lo tanto, el flujo de oxígeno fue de 0.2 sccm y el de nitrógeno 9.8 sccm.

La capa se caracterizó por elipsometría y se obtuvieron los parámetros elipsométricos Psi y Delta mostrados en la Figura 44. Se utilizó el modelo de aproximación de medio efectivo (EMA), donde se consideró que la capa estuviera constituida por Si_3N_4 , SiO_2 , Si y huecos (porosidad).

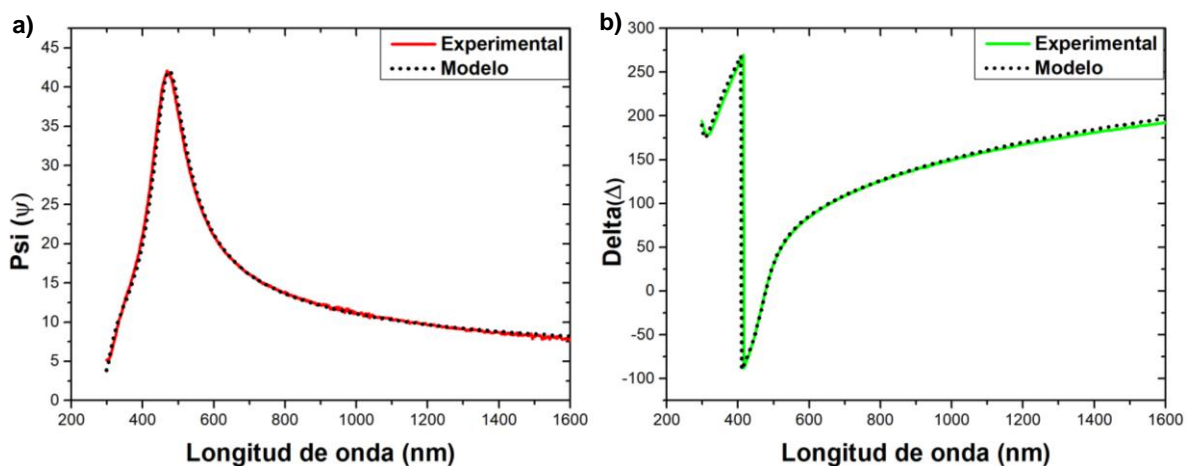


Figura 44. Parámetros elipsométricos a)psi y b)delta de la capa de SiN_xO_y .

Se observa que las mediciones experimentales mantienen la forma del modelo de EMA. A partir de estos parámetros se encontró porcentualmente la contribución de cada uno de los materiales, como se muestra en la Tabla 5 y se construyeron las constantes ópticas de la Figura 45.

Tabla 5. Características de la capa de SiN_xO_y obtenidas a partir de elipsometría.

MSE	Grosor	Rugosidad	SiO_2 (%)	SiN_3O_4 (%)	Porosidad(%)	Tasa de depósito (nm/seg)
8.276	80	3.2 nm	72 %	28 %	0	0.21

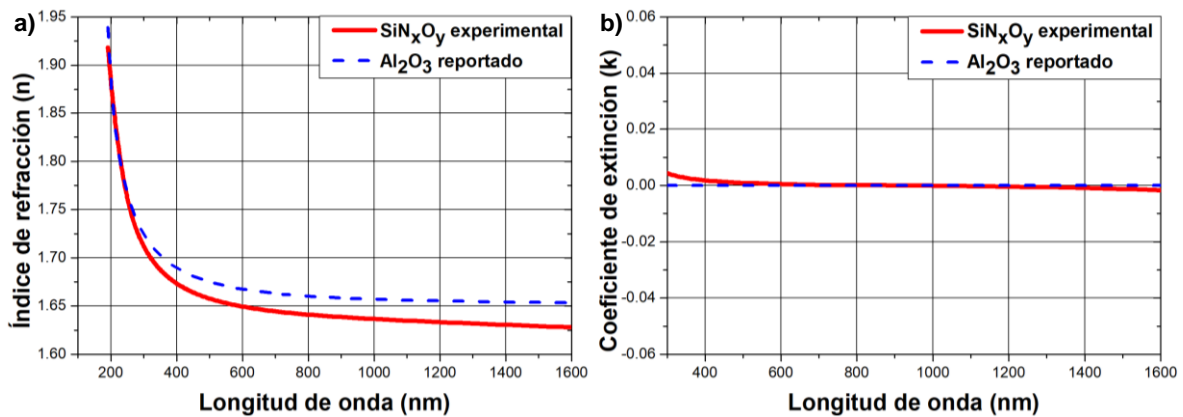


Figura 45. Constantes ópticas del SiN_xO_y . a) índice de refracción y b) coeficiente de extinción.

Se observa que en la gráfica de la Figura 45 son muy similares las constantes ópticas entre los resultados experimentales de la capa de SiN_xO_y y los reportados en la literatura para el Al_2O_3 , por lo tanto se cumplió lo propuesto por el diseño de la Figura 43.

El cambio del tercer material del apilamiento también brindó otra ventaja, debido a que capas de óxido de silicio y oxinitruro de silicio se sintetizan a partir del mismo blanco, fue posible aprovechar el sistema de doble cañón para apilar las tres capas sin necesidad de abrir la cámara de vacío y de esta forma eliminar el crecimiento de un interfaz no deseada.

5.4. Apilamiento final

Se sintetizaron dos tipos de apilamientos por medio de la técnica de erosión iónica reactiva con magnetrón, los cuales fueron AR1 $\frac{1}{4}$: SiO_2 (94 nm)/ SnO_2 (70 nm)/ SiN_xO_y (80 nm) y AR1 $\frac{1}{2}$: SiO_2 (93 nm)/ SnO_2 (142 nm)/ SiN_xO_y (82 nm) . En la Figura 46a) se observan los resultados obtenidos por

medio de espectrofotometría (Uv-Vis-NIR). Recordando la ecuación $T+R=1$ podemos calcular la reflectancia, porque los materiales del filtro no presentan absorción debido a que tienen un coeficiente de extinción de 0 en todo el espectro. En Figura 46b) se muestra la gráfica de reflectancia.

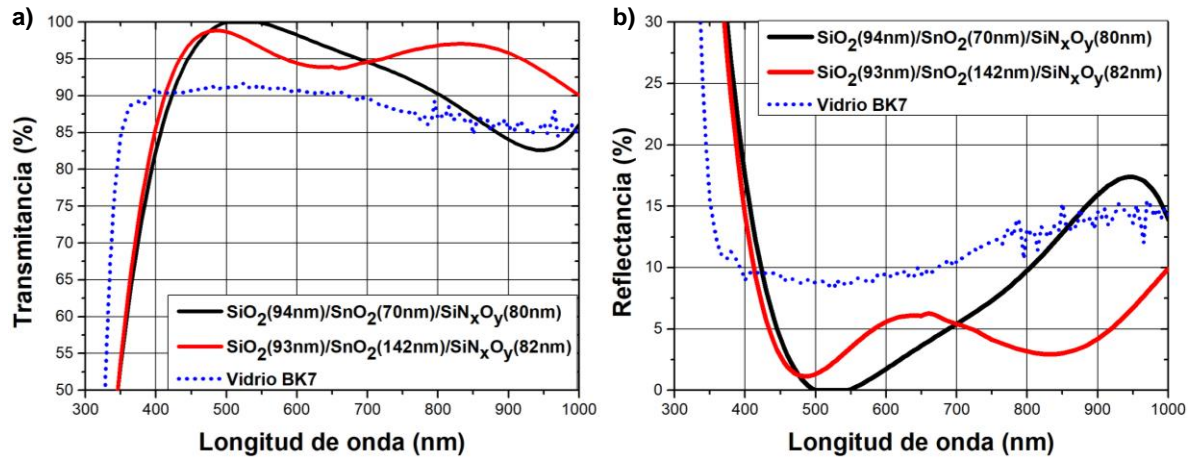


Figura 46. a) Transmittancia y b) reflectancia de los filtros AR $\frac{1}{4}$ y AR $\frac{1}{2}$ medida por espectrofotometría (Uv-Vis-NIR).

En la Figura 45 a) y b), se observan que la transmittancia del vidrio es de 92% en los 550, mientras que la transmittancia de los filtros resultantes dan $\sim 100\%$. En cuanto a la reflectancia del filtro se observa que la reflexión en los 550nm es cercana al 8%, mientras que la reflexión de ambos filtros es cercano a 0. Al calcular el área bajo la curva de reflectancia correspondiente a la región visible del espectro (400-700 nm) se obtiene que la reflectancia en el filtro AR $\frac{1}{2}$ disminuyó un 51% y en el filtro AR $\frac{1}{4}$ disminuyó un 66%.

En la Figura 47 se muestra la comparación entre el diseño del filtro de las tres capas de un cuarto de onda y el filtro sintetizado.

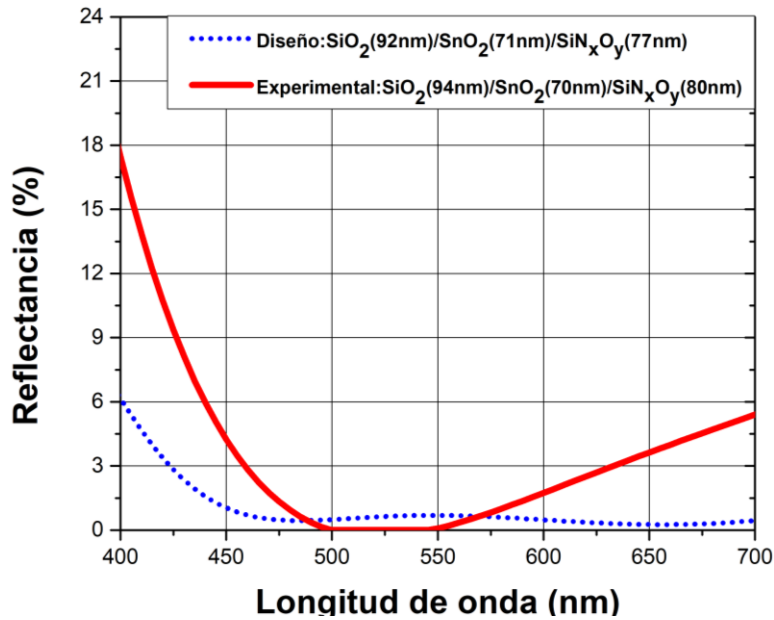


Figura 47. Comparación entre el filtro AR ¼ diseñado y el filtro fabricado.

La forma de la curva de ambos filtros no es exactamente la misma, a pesar de esto se observa que el filtro fabricado llegó al 0% en la parte donde el ojo humano es más sensible (500 a 550 nm). Las diferencias se pueden deber a que no se obtuvo exactamente las mismas propiedades ópticas como las pequeñas variaciones en el índice de refracción efectivo de cada capa en todo el espectro visible, ni el mismo grosor en las capas sintetizadas en comparación al diseño, pero si alcanzó una gran similitud.

Además, los materiales utilizados en las simulaciones poseen las constantes ópticas que se reportan en la literatura, es decir materiales sintetizados bajo condiciones ideales y no son los materiales fabricados en el sistema de erosión iónica que se utilizó en este trabajo de tesis, por eso la curva resultante difiere a la simulada en OF.

A pesar de estas diferencias, se observa que en la gráfica de espectrofotometría UV-Vis-NIR (Figura 46) la reflexión disminuye considerablemente a comparación del vidrio. En la Figura 48 se muestra la fotografía de los filtros AR ¼ y AR ½.

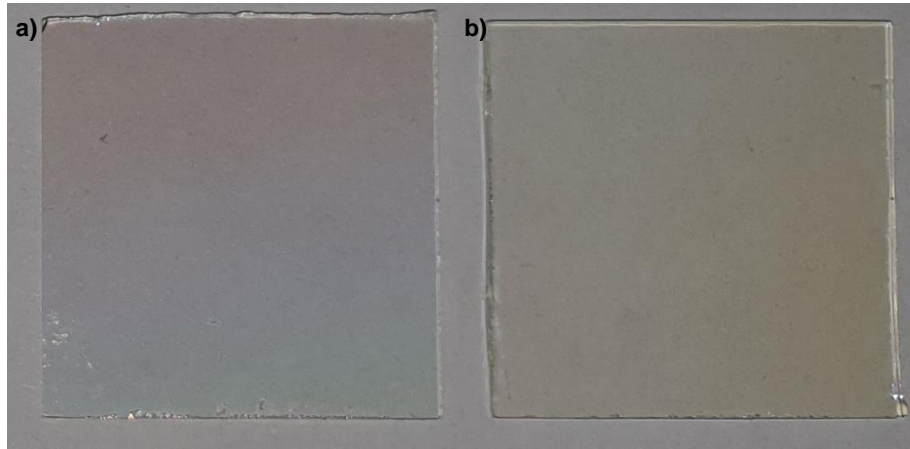


Figura 48. Fotografía de los filtros antirreflejantes a)AR $\frac{1}{4}$ y b)AR $\frac{1}{2}$.



Figura 49. Fotografía del filtro AR $\frac{1}{4}$.

Ambos filtros son transparentes a simple vista, en la fotografía de la flor se observa que el color se mantiene igual a través del filtro y las partes no cubiertas por el filtro (ver Figura 49) en el filtro AR1 $\frac{1}{4}$ se observa un subtono azul-lila y en el filtro AR1 $\frac{1}{2}$ un subtono amarillo (ver Figura 48). Este cambio se debe a la diferencia de grosor en su capa intermedia.

5.5. Pruebas térmicas

Se realizaron pruebas de comportamiento del filtro antirreflejante con la variación de la temperatura, evaluando su resistencia a la temperatura y medir su respuesta óptica, para determinar si existía un cambio. Se midió la transmitancia después de variar la temperatura, comenzando en 50 °C, hasta 70 °C.

La muestra se colocó dentro del equipo Thermo Scientific Thermo Heratherm IGS100 Incubator y se llevó a la temperatura de prueba manteniéndola por 10 minutos. Se retiró la muestra para su enfriamiento a temperatura ambiente y posteriormente se realizó la medición de transmitancia por espectrofotometría UV-Vis-NIR. La transmitancia con la primera temperatura de 50 grados centígrados no mostró variación, la de 60°C y 70°C mantuvieron un comportamiento casi idéntico disminuyendo la transmitancia solamente un 0.5%. Por lo que muestra buena resistencia a la temperatura y conserva su respuesta óptica (ver Figura 50).

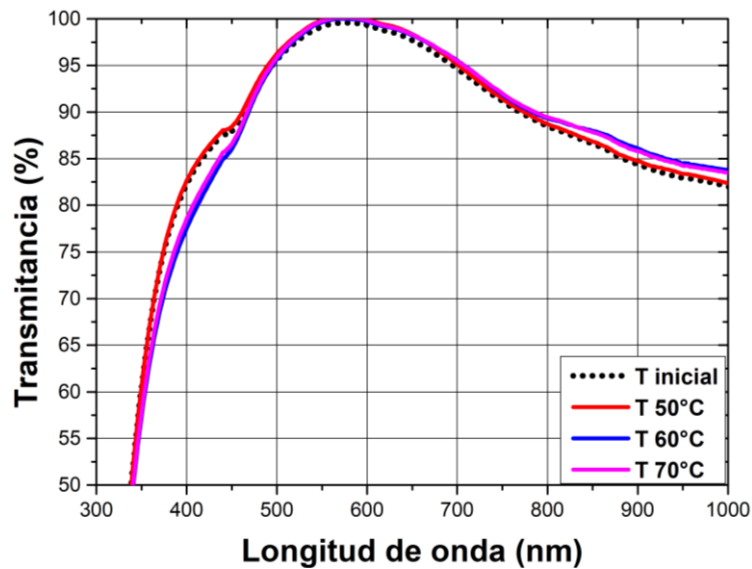


Figura 50. Transmitancia del filtro antirreflejante AR 1/4 expuesto a diferentes temperaturas.

5.6. Funcionamiento de filtro antirreflejante en el exterior

Para observar el funcionamiento de la aplicación principal del filtro en el medio ambiente, la cual es disminuir la reflexión en el espectro visible, se realizó la comparación de las luces de los carros en la noche. En la Figura 51a) y en la Figura 52b) se tomó una fotografía a las luces a través de un vidrio BK7. En la Figura 51b) se observa el efecto del filtro AR1 ¼ y en la Figura 48b) el efecto del filtro AR1 ½.



Figura 51. Comparación entre a) Vidrio BK7 y b) filtro antirreflejante AR ¼.



Figura 52. Comparación entre el a) vidrio BK7 y el b) filtro antirreflejante AR ½.

En ambos filtros el cambio es muy notorio, en el filtro AR1 ¼ el cambio es mayor que en el filtro AR1 ½, por lo tanto, se comprueba los resultados adquiridos por medio de espectrofotometría mostrados en la Figura 46, donde la reflectancia es menor en el filtro AR1 ¼.

En esta sección se demostró que fue posible mantener las propiedades de las capas sintetizadas de forma individual y al apilarlas. Esto significa que las condiciones de depósito por medio de la técnica de erosión iónica reactiva con magnetron fueron reproducibles, lo cual se atribuye a las técnicas de caracterización *in-situ*: Espectroscopía óptica de emisión y la elipsometría espectroscópica. Los dos filtros antirreflejantes cumplieron su función, el filtro AR1 ¼ disminuyó la reflectancia en un 66% y el filtro AR1 ½ la disminuyó un 51%. Debido al alto grado de dureza de las capas y su resistencia a temperaturas de hasta 70°, los filtros son candidatos aptos para estar expuestos al exterior sin sufrir daños en su composición ni afectar su funcionamiento. Al probar el funcionamiento de los filtros antirreflejantes en el exterior se observa que los reflejos de las luces de los carros disminuyen considerablemente.

6. Conclusiones

En este trabajo de tesis se diseñaron distintos tipos de filtros antirreflejantes, encontrando dos filtros con una respuesta óptima. Al sintetizar los 2 filtros antirreflejantes previamente diseñados de $\frac{1}{4}$ y $\frac{1}{2}$ de onda: $\text{SiO}_2(94 \text{ nm})/\text{SnO}_2(70 \text{ nm})/\text{SiN}_x\text{O}_y(80 \text{ nm})$ y $\text{SiO}_2(93 \text{ nm})/\text{SnO}_2(142 \text{ nm})/\text{SiN}_x\text{O}_y(82 \text{ nm})$, por medio de la técnica de erosión iónica reactiva con magnetrón, se obtuvo una buena respuesta en transmitancia llegando aproximadamente a 100% y en reflectancia de 0% en los 550 nm.

No fue posible utilizar la película de óxido de aluminio (Al_2O_3) en el apilamiento, pero al utilizar el oxinitruro de silicio (SiN_xO_y) se tuvo un comportamiento similar en el diseño y la síntesis del filtro. El cambio de material permitió apilar las capas sin abrir la cámara, eliminando las interfases indeseadas gracias a la configuración del equipo con doble cañón.

Se consiguió una reproducibilidad de las películas delgadas de óxido de silicio, óxido de estaño y oxinitruro de silicio, la cual fue asistida por espectroscopía óptica de emisión monitoreando la fase de limpieza del blanco y estabilización del plasma antes del depósito. Por medio de elipsometría espectroscópica se controlaron los grosores y se obtuvieron las propiedades ópticas del material con el modelo EMA, obteniendo resultados similares a los reportados en la literatura y se comprobó por medio de la espectrofotometría (UV-Vis-NIR) una transmitancia similar a las diseñadas en Open Filters.

Al realizar las pruebas en el exterior, se obtuvo un excelente comportamiento disminuyendo los reflejos considerablemente y en las pruebas térmicas el filtro resistió hasta 70 °C, por lo cual puede ser utilizado en el exterior, ya que no presentó pérdidas o desprendimiento del material.

7. Referencias

- Abundiz, N. (2013). *Diagnóstico óptico de plasmas aplicado al crecimiento de películas delgadas*. Ensenada, B.C.: Centro de Investigación Científica y Educación Superior de Ensenada.
- Abundiz, N. P. (2013). *Optical spectroscopy as a monitor of thin film growth in sputtering*. R. Rodríguez-Vera & R. Díaz-Urbe. doi:10.1117/12.902029
- Alfonso, E. O. (2012). *Thin film growth through sputtering technique and its applications*.
- Avci, N. S. (2011). *Optical and structural properties of aluminium oxide thin films prepared by a non-aqueous sol-gel technique*. Journal of sol-gel science and technology, 59(2), 327-333.
- Bishop, C. (2011). *Vacuum deposition onto webs, films and foils*. . William Andrew.
- Boydens., F. (2013). *Key aspects of sputtering illustrated by the use of multi-element powder mixtures*. Belgium: PhD thesis, Gent University.
- Bräuer, G. S. (2010). *Milestones of 30 years*.
- Cai, W., & Shalaev, V. M. . (2010). *Optical metamaterials*. (Vol. 10, No. 6011). New York: Springer.
- Cárdenas, J. C. (2017). *ESTUDIO DE LA VARIACIÓN DEL RENDIMIENTO DE LA PULVERIZACIÓN CATÓDICA PARA LA FORMACIÓN DE PELÍCULAS DELGADAS METÁLICAS Y BIMETÁLICAS*. Universidad Nacional Autónoma de México.
- Chen. (2016). *Chen, Introduction to Plasma Physics and Controlled Fusion*. Cham: Springer International Publishing.
- Coaters, Society of Vacuum. (1991). *34th annual technical conference proceedings / Society of Vacuum Coaters: March 17 - 22, 1991*. Philadelphia. Albuquerque, NM: Soc.
- Depla, D., & Mahieu, S. (2008). *Reactive sputter deposition*. Springer.
- Espinós, J. P. (2010). *Aplicaciones tecnológicas de películas delgadas*.
- Ferrer, J. F., & Carrera, M. P. . (1981). *Iniciación a la física*. . Reverté.
- Freedman, R. A. (2009). *Física universitaria: con física moderna/Física universitaria*.
- Freund, L. B. (2004). *Freund, L. B., & Thin film materials: stress, defect formation and surface evolution*. Cambridge University Press.
- Fujiwara, H., & Collins, R. W. (2018). *Spectroscopic Ellipsometry for Photovoltaics: Volume 1: Fundamental Principles and Solar Cell Characterization (Vol. 1)*. Springer.
- García J. R. & Rovira J. M. . (1998). *Fundamentos de óptica ondulatoria*. Universidad de Oviedo.
- Hecht, E. (2002). *Optics*. Addison-Wesley .
- Hernandez Utrera, O. A.-C.-G. (2018). Cleaning level of the target before deposition by reactive direct current magnetron sputtering. *Thin Solid Films*.

- Hilfiker, J. N. (2011). *In Situ Characterization of Thin Film Growth*. (W. Publishing, Ed.)
- Hinczewski, D. S., Hinczewski, M., Tepehan, F. Z., & Tepehan, G. G. (2005). *Optical filters from SiO₂ and TiO₂ multi-layers using sol–gel spin coating method*. *Solar Energy Materials and Solar Cells*, 87(1-4), 181-196.
- Kaiser, N., & Pulker, H. K. (2013). *Optical interference coatings*. Springer.
- Kittel C. (2004). *Introduction to solid state physics*. 8th edn. Wiley, New York.
- Larouche, S., & Martinu, L. (2008). *OpenFilters: open-source software for the design, optimization, and synthesis of optical filters*. *Applied Optics*, 47(13), C219.
- M. Losurdo, K. Hingerl. (2013). *Ellipsometry at the Nanoscale*. Berlin: Springer.
- Macleod, H. A. (2010). *Thin-film optical filters*. CRC press.
- Macleod, H. A. (2010). *Thin-film optical filters*.
- Madsen, C. K. (2001). *Optical filter design and analysis: a signal processing approach*. Wiley-Interscience.
- Madsen, C. K., & Zhao, J. H. (1999). *Optical filter design and analysis: A signal processing approach*. John Wiley & Sons. Inc. US, New York.
- Martín, J. M. (2003). *Láminas delgadas y recubrimientos: preparación, propiedades y aplicaciones*. CSIC-CSIC Press.
- Martinu, L. &. (2000). *Plasma deposition of optical films and coatings: A review*. *Journal of Vacuum Science & Technology A: Vacuum, Surfaces, and Films*.
- Nave, M. O. (s.f.). *Hyperphysics Interferencia y fase*. Obtenido de <http://hyperphysics.phy-astr.gsu.edu/hbasees/Sound/interf.html>
- Oh, B.-Y. J.-C.-M. (2005). *Properties of transparent conductive ZnO:Al films prepared by co-sputtering*. *Journal of Crystal Growth*.
- Peralta, M. (2017). *Crecimiento de películas delgadas de baja emisividad térmica sobre vidrio plano*. Universidad Autónoma de Baja California (UABC).
- Piegari, A. &. (2018). *Optical thin films and coatings: From materials to applications*. Woodhead Publishing.
- Piegari, A., & Flory, F. (2018). *Optical thin films and coatings: From materials to applications*. Woodhead Publishing.
- Pohl, R. & Pringsheim, P. (1992). *Über der Herstellung von Metallspiegeln durch Destillation im Vakuum*. *Verh. Dtsch. Phys. Ges.* 14, 506–507.
- Priyadarshini, B. G., & Sharma, A. K. . (2016). *Design of multi-layer anti-reflection coating for terrestrial solar panel glass*. *Bulletin of Materials Science*, 39(3), 683-689.
- Rancourt, J. D. (1996). *Optical thin films: user handbook*. SPIE Press.

- Raut, H. K. (2011). *Anti-reflective coatings: A critical, in-depth review*. Energy & Environmental Science.
- Rodríguez, R. (2018). *Diseño y desarrollo de filtros ópticos por erosión iónica con doble cañón*.
- Sahal, M. H. (2008). *Structural, electrical and optical properties of ZnO thin films deposited by sol-gel method*. Microelectronics Journal, 39(12), 1425-1428.
- Seshan, K. (2002). *Handbook of thin-film deposition processes and techniques: principles, methods, equipment, and applications (2nd ed)*. Norwich, N.Y: Noyes Publications.
- Signore, M. A. (2012). Deposition of silicon nitride thin films by RF magnetron sputtering: a material and growth process study. *Optical Materials*.
- Simon, A. H. (2018). *Sputter processing*. In *Handbook of Thin Film Deposition*. . William Andrew Publishing.
- Šimurka, L. Č. (2018). *Mechanical and optical properties of SiO₂ thin films deposited on glass*. Chemical Papers, 72(9), 2143-2151.
- Tang, C.-J., Jaing, C.-C., Tien, C.-L., Sun, W.-C., & Lin, S.-C. (2016). Optical, structural, and mechanical properties of silicon oxynitride films prepared by pulsed magnetron sputtering. *Applied Optics*.
- Vázquez, A., & Damborena, J. . (2001). *Ciencia e ingeniería de la superficie de los materiales metálicos*. Consejo Superior de la Investigación Científica–CENIM (Eds.).
- Wasa, K. &. (1992). *Handbook of sputter deposition technology: principles, technology, and applications*. Park Ridge, N.J., U.S.A: Noyes Publications.
- Yen, B. K., White, R. L., Waltman, R. J., & Dai, Q. (2003). Microstructure and properties of ultrathin amorphous silicon nitride protective coating. *Journal of Vacuum Science y Technology*.