

Proceso de evaporación, caracterización y cálculo del FC de SiO₂ Evaporation process, characterization and calculation of the FC of SiO₂

B. Canales-Pacheco ^{a,b}, B. Reyes-Ramírez ^{a,*}, M. A. González-Galicia ^c, C. Carballo-Manuel ^a

^a Coordinación de Óptica, Instituto Nacional de Astrofísica, Óptica y Electrónica, 72840, San Andrés Cholula, Puebla, México.

^b Cuerpo Académico de Tecnología de Información y Telecomunicaciones, Universidad Tecnológica de la Sierra Hidalguense, 43200, Zacualtípán de Angeles, Hidalgo, México.

^c Centro de Investigaciones en Óptica, 37150, León, Guanajuato, México.

Resumen

En este trabajo se describe de manera general las condiciones de uso de una máquina evaporadora de la marca Balzers, modelo BA510A y un cañón de electrones de la marca Island e-Beam, modelo HVCEB-8. Se explica el proceso para realizar depósitos de dióxido de silicio sobre sustrato de vidrio F2, utilizando una razón de depósito de 3.0 Å/s. Se presentan los resultados de medición en transmitancia realizados en un Espectrofotómetro de la marca Perkin Elmer, modelo Lambda 3B correspondiente a las películas depositadas de 200 nm, 250 nm, 300 nm, 350 nm y 400 nm de espesor. Se describe el procedimiento para diseñar películas delgadas con las características similares a las experimentales utilizando el software FilmStar en su versión gratuita. Posteriormente se describe una forma de calcular el factor de corrección para futuros depósitos de dióxido de silicio. Finalmente, se agrega una parte de discusiones donde se expone las limitaciones de nuestro estudio y la manera de minimizarlas.

Palabras Clave: Evaporación por haz de electrones, Dióxido de silicio, Espectrofotómetro, Películas delgadas, Factor de corrección.

Abstract

This work describes in a general the conditions of use of a Balzers evaporator machine, model BA510A, and an electron gun of the Island e-Beam brand, model HVCEB-8. The process to deposit silicon dioxide on F2 glass substrate, using a deposition rate of 3.0 Å/s, is explained. The transmittance measurement results carried out in a Perkin Elmer Spectrophotometer, Lambda 3B model corresponding to the deposited films of 200 nm, 250 nm, 300 nm, 350 nm and 400 nm thick are presented. The procedure to design thin films with characteristics similar to the experimental ones is described using the free version of FilmStar software. Subsequently, a way to calculate the correction factor for future silicon dioxide deposits is described. Subsequently, a way to calculate the correction factor for future silicon dioxide deposits is described.

Keywords: Electron beam evaporation, Silicon dioxide, Spectrophotometer, Thin films, Correction factor.

1. Introducción

El método de evaporación física es una técnica de deposición de películas delgadas que se clasifica de acuerdo a la forma en que el material es calentado para luego condensarse sobre un sustrato. Las técnicas más conocidas son: evaporación térmica, evaporación de láser pulsado, evaporación por arco catódico y evaporación por haz de electrones.

La técnica de haz de electrones para la deposición de materiales es un método que utiliza una corriente de electrones para calentar y evaporar el material objetivo. La ventaja de usar

la evaporación por haz de electrones se debe a que el haz que incide sobre el material objetivo contenido en un crisol está enfocado, por lo que es posible utilizar un sistema que contenga diferentes crisoles con distintos materiales. Esto es una ventaja significativa porque es posible depositar películas multicapas sin perder vacío.

Esta técnica se ha hecho popular porque se puede utilizar una gran variedad de materiales para evaporarse y depositarse de forma rápida (Wang & Zhang, 2016). Se han reportado trabajos que muestran que el uso de la técnica de haz de electrones presenta excelentes resultados en materiales óxidos

*Autor para la correspondencia: breyes@inaoep.mx

Correo electrónico: bcanales321@gmail.com (Benito Canales-Pacheco), breyes@inaoep.mx (Bartolome Reyes-Ramírez), oxyoxigenius@gmail.com (Miguel Ángel González-Galicia), clau@inaoep.mx (Claudia Carballo-Manuel).

Historial del manuscrito: recibido el 20/06/2024, última versión-revisada recibida el 27/07/2024, aceptado el 22/07/2024, publicado el 30/11/2024. DOI: <https://doi.org/10.29057/icbi.v12iEspecial4.12785>



metálicos como; pentóxido de tántalo (Todorova *et al.*, 2006), dióxido de titanio (Pyun *et al.*, 2010), (Mohanty *et al.*, 2014), dióxido de cerio (Sakamoto *et al.*, 2003), óxido de indio y estaño (Anopchenko *et al.*, 2018), dióxido de hafnio (Xing *et al.*, 2003), trióxido de dihierro (Basnet *et al.*, 2013), trióxido de wolframio (Tsfamichael, 2010), óxido de zinc (Sahu *et al.*, 2008). En particular para este trabajo nos interesa estudiar el comportamiento del dióxido de silicio (SiO_2) debido a sus propiedades específicas, incluyendo alta pureza, buena adherencia, control del espesor de la película y uniformidad. Estas características lo hacen esencial en una variedad de aplicaciones tecnológicas y científicas. El SiO_2 tiene una calificación de *excelente* para la evaporación del haz de electrones, su índice de refracción está entre $n = 1.44$ y $n = 1.55$ (Lesker, 1996). Diversos estudios han explorado las propiedades y el rendimiento de las películas de SiO_2 producidas mediante evaporación por haz de electrones. En particular se ha estudiado ampliamente la estabilidad de la película, el control de la composición y las propiedades ópticas (Xiao, 2001), (Thompson *et al.*, 1983), (Haque *et al.*, 2021), (Ramanery *et al.*, 2003).

1.1. Sistema de evaporación por haz de electrones

La evaporación por haz de electrones, es una técnica primordial en la ciencia de materiales, se basa en la utilización de haces de electrones de alta energía para la evaporación de materiales objetivo ubicados en un crisol refrigerado. Los átomos vaporizados se desplazan a través de un vacío elevado hasta un sustrato, donde se condensan y forman una película delgada. La monitorización precisa del espesor de la película se logra mediante un sensor de cristal de cuarzo, que permite un control riguroso sobre la velocidad de deposición. Esta velocidad, a su vez, se ajusta meticulosamente mediante la modulación de la corriente de emisión y la posición del haz de electrones. Para garantizar un funcionamiento óptimo y una deposición precisa, se requiere una calibración rigurosa del sistema, que se facilita mediante interfaces electrónicas especializadas que permiten la monitorización en tiempo real de los parámetros críticos del proceso.

La Figura 1 muestra un diagrama general de la cámara de vacío, generalmente contiene un crisol enfriado por agua que contiene el material objetivo, a un costado del crisol hay un filamento que produce electrones cuando se induce corriente. Los electrones son acelerados y doblados por un arreglo de imanes, adquiriendo una forma de haz que viaja y golpea el centro del crisol que contiene el material objetivo. La alta energía funde el material y se evapora del crisol hacia los sustratos colocados en la parte superior de la cámara, estos están sujetos en una estructura de acero inoxidable con la posibilidad de girar sobre un riel, de modo que los sustratos se desplacen de manera circular.

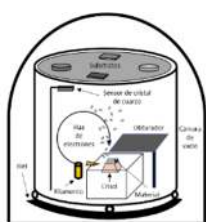


Figura 1: Diagrama de la cámara de vacío.

Es necesario que la evaporación se lleve a cabo en alto vacío para producir películas uniformes. Para ello se tiene un sistema que consta de una *bomba mecánica*, una *bomba difusora* y válvulas de paso como se observan en la Figura 2. Para conseguir el alto vacío se realiza en dos fases. La primera se conoce como vacío medio de aproximadamente 2.5×10^{-2} Torr. Para alcanzar este valor la bomba mecánica y difusora deben estar encendidas, posteriormente se abre la válvula *rough* y se cierra hasta alcanzar la presión deseada. Mediante una interfaz electrónica se monitorea en tiempo real los valores arrojados por el sensor de presión Pirani.

Una vez alcanzado los valores de vacío medio, se procede a realizar el alto vacío logrando un valor aproximado de 1.1×10^{-6} Torr. Para ello se debe considerar que la *bomba difusora* debe registrar una temperatura de 300°C , en seguida se abre las válvulas *plate*, *vacuum*. Para el monitoreo del alto vacío se tiene un sensor de cátodo en frío. En la Figura 2 se representa el sistema de vacío de la máquina evaporadora. La línea roja corresponde al ducto de sistema de vacío medio y la negra al ducto de vacío alto.

Durante el proceso de preparación de los materiales óxidos metálicos se recomienda insertar oxígeno a la cámara de vacío para garantizar que se forme la fase de óxido correcta durante la deposición. Sin oxígeno, en materiales óxidos metálicos podrían depositarse en su forma metálica o en una forma de óxido subestequiométrico. La línea verde de la Figura 2, representa el ducto de sistema de oxígeno.

Cuando ha finalizado el proceso de evaporación y se requiera sacar los sustratos de la cámara de vacío, se debe cerrar válvulas *plate*, *vacuum* y realizar la ventilación (abrir válvula *venting*) para perder vacío y llegar a una presión ambiental de 4×10^2 Torr.

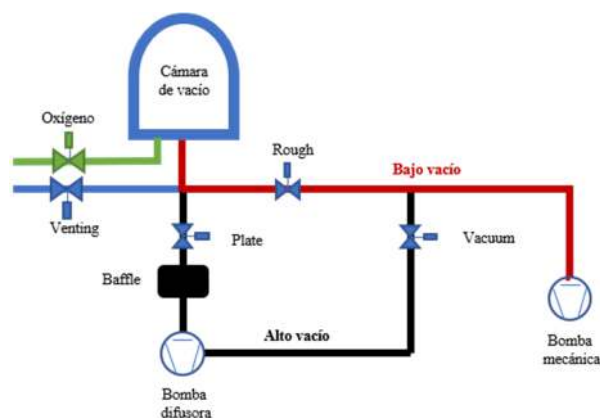


Figura 2: Diagrama del sistema de vacío.

La máquina evaporadora utilizada se muestra en la Figura 3, en ella se observan los sistemas de monitoreo de cada parte de la máquina evaporadora Balzers, modelo BA510A y el cañón de electrones modelo HVCEB-8, que de acuerdo a las recomendaciones del fabricante se debe operar con un voltaje mínimo de 7 kV , si el voltaje disminuye se tiene el riesgo de romper el filamento que emite el haz de electrones, así mismo se recomienda que la corriente inicial para operación sea de 5 mA .

Los sistemas que la conforman son: a) monitor de sensores de vacío, b) monitor del sensor de cuarzo, c) panel de control del cañón de electrones, d) indicador de temperatura de la campana, e) panel de control del sistema de bajo y alto vacío, f) controlador de riel, g) válvula de oxígeno, h) controlador de movimiento y ajuste de crisoles, i) controlador del patrón de barrido.



Figura 3: Evaporadora de haz de electrones Balzers, modelo BA510A.

2. Condiciones de uso de la Evaporadora Balzers

La máquina evaporadora, está ubicada en el Laboratorio de Películas Delgadas del Instituto Nacional de Astrofísica, Óptica y Electrónica. Para el funcionamiento correcto de la evaporadora se deben cumplir ciertos parámetros físicos como es el flujo de la presión de aire para manipular la campana y válvulas de vacío, igualmente el agua que circula dentro de la máquina evaporadora para evitar sobre calentamiento del sistema. Estos parámetros deben estar en el rango de 80 psi a 100 psi y que la temperatura del agua este de 15°C a 18°C.

2.1. Carga de material de SiO_2

La evaporadora Balzers tiene 6 crisoles que permite almacenar los materiales objetivos. Para el control y manipulación mecánica se realiza a través del *controlador de movimiento y ajuste de crisoles*, donde se selecciona el número de crisol y se realiza los ajustes de posición. Igualmente tiene el funcionamiento de carrusel permitiendo desplazarse hacia los demás. Para la carga de material se debe realizar de manera uniforme, cuidando que no supere el volumen del crisol. En general, se recomienda llenar a 3/4 de material objetivo para evitar errores secundarios que pudiera contaminar materiales contenidos en los otros crisoles. Para las pruebas se utilizó un volumen de 19.96 cm³ equivalente a 29.5 g de SiO_2 .

2.2. Limpieza de sustratos

La limpieza es un tema importante en un sistema de evaporación, primeramente, se debe cuidar que la cámara de vacío esté libre de cualquier suciedad para evitar que exista contaminación y altere los parámetros de vacío. En segunda se debe tener una estricta limpieza en los sustratos para eliminar cualquier tipo de mancha o suciedad, de lo contrario se procede a lavar con agua destilada y jabón líquido cuya composición es gua, alquil sulfonato de sodio 10%, C12-14 alcohol E0 10%,

alquil sulfonato de magnesio 10%, alquil sulfonato de trietanolamina 10%, etanol, EDTA tetrasódico, colorantes, preservante, perfume. No contiene fosforo. Posteriormente se enjuaga con alcohol isopropílico y se finaliza con el secado utilizando papel higiénico de alta calidad o algodón. Con una bombilla de aire manual se quitan los residuos de fibras que se quedan en la superficie del sustrato. Finalmente se realiza la inspección de limpieza usando una lámpara de mano haciendo un barrido en el sustrato para garantizar que visualmente no contiene manchas ni fibras de papel o algodón.

Los sustratos son colocados con cinta adherible de vacío en un plato de acero inoxidable para después situarlos sobre una montura plana en la parte superior de la campana de vacío (ver Figura 4). Para el estudio realizado se utiliza sustratos de vidrio F2 del fabricante ohara, con índice de refracción en el visible de 400 – 700 nm de 1.62405, un porcentaje de transmisión del 98.54, densidad de 3.60 g/cm³ y conductividad térmica 0.780 W/m-K.



Figura 4: Colocación de sustratos.

3. Evaporación de SiO_2

Antes de iniciar con el proceso de evaporación se prepara el material objetivo, es decir se alcanza el punto de fusión del SiO_2 . El proceso consiste en encender el filamento y cañón de electrones presionando el botón FIL ON y HV ON. Se induce una corriente de aproximadamente 80 mA sobre el filamento de manera que se calienta el material hasta obtener el punto de fusión. Cuando el calor es suficiente los electrones en el filamento superan la barrera de potencial y forman una nube electrónica cerca del emisor de electrones. Con el sistema de electroimanes se manipula los electrones de manera que es posible formar un haz que incide sobre el crisol (ver Figura 5).

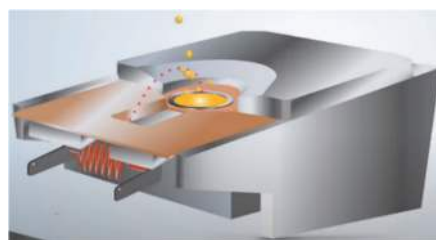


Figura 5: Incidencia del haz (Jokerst, 2019).

Una vez que se tiene el punto de fusión de SiO_2 se inserta oxígeno para garantizar que se forme la fase de óxido correcta durante la deposición.

3.1. Ajustes de incidencia del haz

Cuando el haz incide en el material objetivo no lleva una forma ni comportamiento definido, sin embargo, debido a que diferentes materiales reaccionan de manera distinta al impacto del haz de electrones, es crucial tener el control de su comportamiento, para ello se utiliza una interfaz denominada *controlador del patrón de barrido*, donde es posible guardar la configuración deseada.

El haz de electrones puede ser configurado para tener una forma puntual, circular y forma de “8” (ver Figura 6). Además, es posible hacer girar el patrón sobre su mismo eje y controlar la velocidad de 0 a 1. Igualmente se puede modificar el tamaño del patrón, configurando la amplitud de haz que va de 0 a 10 niveles. Finalmente se puede desplazar el patrón de manera vertical y horizontal.

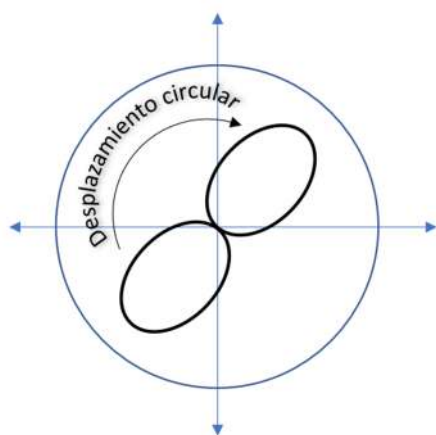


Figura 6: Patrón de haz de electrones.

Para los depósitos de SiO_2 , se consideró que el haz tuviera un patrón en forma de 8, velocidad (1), amplitud (8), desplazamiento en $X(-0.3)$ y $Y(-0.2)$. Para la elección de estos parámetros previamente se realizó un estudio del comportamiento del haz, de manera que la incidencia y la quema de material fuera uniforme.

3.2. Sensor de espesores y razón de depósito

Durante el proceso de evaporación es crucial visualizar en tiempo real el espesor depositado. Sin embargo, la razón de depósito está en función de la densidad del material, en este sentido se registra en el *sistema de monitoreo del sensor de cuarzo*, la densidad de (2.53 g/cm^3) y Z-factor (1), proporcionado por la empresa proveedora del material. Debido a la naturaleza de los materiales la razón de depósito tiene un comportamiento diferente a una misma potencia del haz. Por lo que se recomienda realizar pruebas preliminares para establecer la tasa de depósito.

En el caso SiO_2 se estableció que fuera de 3.0 Å/s . A pesar de los estudios previos de la razón de depósito durante un

proceso de evaporación, pueden existir alteraciones que afecten la velocidad depósito. Por lo anterior es crucial ajustar la corriente dependiendo de la variación, de forma que se pueda controlar la razón de depósito para que tenga un comportamiento estable durante la evaporación.

3.3. Proceso de evaporación

Antes de iniciar con el proceso de evaporación se recomienda verificar que el *obturador del crisol* este cerrado y que la información guardada en el *sistema de monitoreo del sensor de cuarzo y controlador de patrón de barrido*, correspondan al material objetivo. La Figura 7 representa el proceso de evaporación de SiO_2 con una inserción de 20 L/min de oxígeno de ultra alta pureza del 99.9999%. Para iniciar se enciende el filamento del cañón de electrones con el botón *FIL ON* ubicado el *panel de control del cañón de electrones*. En seguida se activa el sistema de rotación de riel desde el *panel de control del sistema de bajo y alto vacío*. Para las pruebas realizadas la velocidad de rotación fue de 16 rpm.

En seguida se enciende la corriente del cañón de electrones (*HV ON*) y se comienza a calentar el material objetivo hasta su *punto de fusión*. Posteriormente se abre la válvula de oxígeno para que fluya en la cámara de vacío.

Para iniciar con el depósito se abre el obturador para permitir trasladar libremente el vapor SiO_2 hacia los sustratos. Una vez cumplido el espesor objetivo se cierra el obturador y al mismo tiempo se apaga el cañón de electrones (*OFF/RESET*). Después de ello se regresan a los valores iniciales de corriente y voltaje, se desactiva las funciones del patrón de barrido y se apaga la rotación del riel.

El proceso antes mencionado se realizó para cada depósito de 200 nm, 250 nm, 300 nm, 350 nm y 400 nm de espesor.

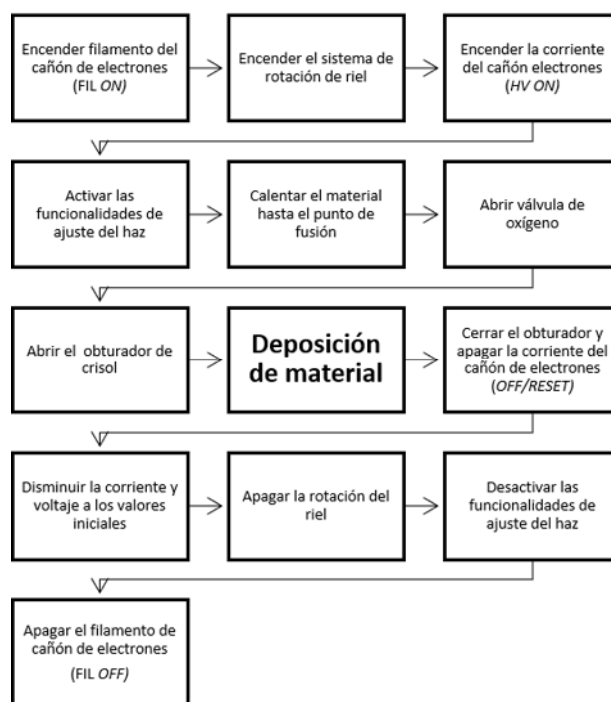


Figura 7: Proceso de evaporación.

4. Análisis de espesor de las películas de SiO_2

Debido a que la máquina evaporadora utilizada no está automatizada completamente, implica que exista irregularidades en el proceso que son difíciles de controlar, por ejemplo: la temperatura del sustrato, alteraciones en la razón de depósito, la corriente y el sistema de vacío. Estos factores no garantizan que el espesor detectado en la máquina corresponde al espesor físico depositado. Por lo anterior se propone medir en transmitancia las películas depositadas utilizando un espectrofotómetro y el resultado tomarlo como referencia para realizar un diseño óptico de la película, para asociar un espesor resultante. A continuación, se describe el proceso con más detalle.

4.1. Análisis en transmitancia con el espectrofotómetro

El análisis de transmitancia de una película permite conocer la cantidad de luz que pasa a través de ella y se expresa generalmente como un porcentaje del total de luz incidente. Para nuestro análisis utilizamos un espectrofotómetro de la marca Perkin Elmer, modelo Lambda 3B. En la Figura 8 se muestra el comportamiento de la transmitancia en función de la longitud de onda de cada uno de los depósitos objetivos. Se puede interpretar que la película que presenta mayor transmitancia alrededor de 90 al 93% en el rango visible (400 - 700 nm) corresponde a la de 350 nm.

La de menor transmitancia la presenta la película de 300 nm en una longitud de 500 nm. Sin embargo, tiende a ser transparente en el ultravioleta e infrarrojo cercano, superando el 90 % de transmitancia. Por el contrario, la película de 200 nm, se vuelve opaca en el ultravioleta e infrarrojo cercano. La película con menor transmitancia alrededor del 88% y 90.8% es la de 250 nm.



Figura 8: Transmitancia de películas de SiO_2 de 200 nm, 250 nm, 300 nm, 350 nm, y 400 nm de espesor.

Es importante mencionar que los resultados mostrados en la Figura 8, servirán como base en el diseño de las películas correspondientes. En la siguiente sección se explica el procedimiento para obtener un espesor de diseño para determinar el espesor físico.

4.2. Análisis de transmitancia con el Software comercial FilmStar

Para el diseño de las películas utilizamos el software FilmStar en su versión gratuita (FilmStar, 2023). Primeramente, se configuran los parámetros de simulación como; longitud de onda de operación en el rango de 400 - 800 nm, el índice de refracción del vidrio F2: $n = 1.62$ y del material SiO_2 : 1.46. Se establece los parámetros de la gráfica, en nuestro estudio existe el interés de conocer el porcentaje de transmitancia en función de la longitud de onda.

Posteriormente se procede a simular la curva de transmitancia. El espesor objetivo se puede usar como valor inicial. A manera de ejemplo se diseña una película delgada de 350 nm tomado como referencia el depósito realizado. El resultado se observa en la Figura 9, es notable que el comportamiento es diferente al obtenido con el espectrofotómetro (ver Figura 10). De manera particular el espesor de diseño presenta dos picos en su curva de transmitancia, el primero se observa en una longitud de onda de 410 nm y el segundo en 675 nm, mientras que el espesor objetivo obtenido de la máquina evaporadora presenta un primer pico de transmitancia en 400 nm y el segundo en 550 nm.

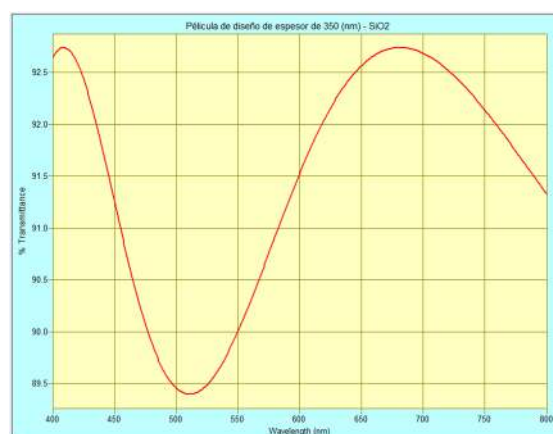


Figura 9: Transmitancia de diseño de película de SiO_2 de 350 nm de espesor.

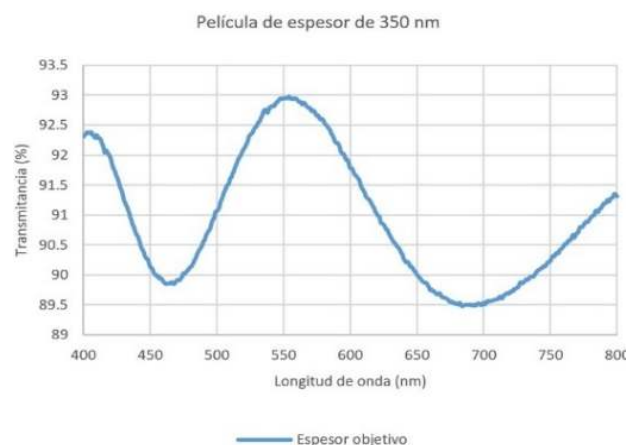


Figura 10: Transmitancia experimental de una película de SiO_2 de 350 nm de espesor.

Al comparar las curvas de transmitancia es notable el espesor de diseño de 350 nm tiene un comportamiento diferente al espesor objetivo de 350 nm. Con este resultado queda comprobado que existe una variación entre espesores. Para determinar el espesor físico de la película depositada, se realiza un desplazamiento hacia la izquierda la curva de diseño, con el objetivo de encontrar un comportamiento similar. Para ello se utiliza la función de *variación del espesor* que proporciona el software.

Los valores del nuevo espesor de diseño (*espesor de ajuste*) se visualizan en una Tabla como se observa en la Figura 11, la primera columna corresponde a la longitud de onda, la segunda a la reflectancia, tercera a la transmitancia y la cuarta al porcentaje de absorción.

	Wave (nm)	% Refl	% Trns	% Abs
1	400.000	7.32766	92.67233	0.00000
2	401.000	7.35625	92.64375	0.00000
3	402.000	7.38944	92.61057	0.00000
4	403.000	7.42704	92.57296	0.00000
5	404.000	7.46887	92.53113	0.00000
6	405.000	7.51475	92.48525	0.00000
7	406.000	7.56446	92.43554	0.00000
8	407.000	7.61780	92.38220	0.00000
9	408.000	7.67456	92.32544	0.00000
10	409.000	7.73451	92.26550	0.00000
11	410.000	7.79743	92.20257	0.00000
12	411.000	7.86310	92.13690	0.00000
13	412.000	7.93129	92.06871	0.00000
14	413.000	8.00177	91.99824	0.00000
15	414.000	8.07430	91.92570	0.00000
16	415.000	8.14867	91.85133	0.00000
17	416.000	8.22465	91.77536	0.00000
18	417.000	8.30200	91.69801	0.00000
19	418.000	8.38050	91.61950	0.00000
20	419.000	8.45994	91.54006	0.00000
21	420.000	8.54010	91.45991	0.00000
22	421.000	8.62076	91.37924	0.00000
23	422.000	8.70172	91.29828	0.00000
24	423.000	8.78277	91.21722	0.00000
25	424.000	8.86373	91.13627	0.00000
26	425.000	8.94439	91.05561	0.00000
27	426.000	9.02458	90.97542	0.00000
28	427.000	9.10411	90.89589	0.00000
29	428.000	9.18281	90.81719	0.00000

Figura 11: Valores de transmitancia del espesor de ajuste a 473 nm.

En la Figura 12 se muestra el comportamiento de la transmitancia del *espesor de ajuste* (473 nm) con el *espesor objetivo* de (350 nm). Es notable que, en el rango de 475 nm a 800 nm, se presentan un comportamiento similar. Se puede identificar que ambas películas presentan mayor transmitancia en la longitud de onda de 550 nm, mientras que la menor transmitancia se presenta en la longitud de onda de 690 nm. La alta absorción sucede en el infrarrojo cercano alrededor de 800 nm. De manera general se observa que en el rango de 470 – 650 nm, la película supera el 91 % de transmitancia. Con el resultado mostrado en la Figura 12, se asocia que el espesor objetivo de 350 nm que fue considerado para ser depositado físicamente corresponde a un espesor de 473 nm. De esta manera podemos asignar el espesor de la película.

En un caso ideal no debería existir ajuste en el diseño de la película delgada. Es por ello que es necesario calcular un factor de corrección, que permita conocer de manera oportuna el espesor objetivo deseado, que relaciona el espesor programado en la máquina evaporadora con el espesor de diseño.

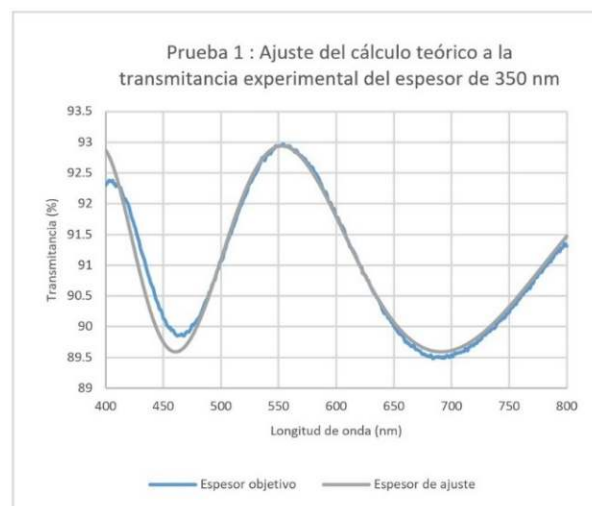


Figura 12: Comparación del cálculo del espesor objetivo de 350 nm con el espesor de ajuste de 473 nm.

5. Factor de corrección

El factor de corrección (F_c) es un parámetro que sirve para conocer la relación del espesor objetivo con el espesor de ajuste o diseño. Es necesario calcularlo debido a varios factores que pueden afectar la eficiencia de la deposición, como la distribución de la energía del haz de electrones, la geometría del sistema de deposición, la distancia entre la fuente de evaporación y el sustrato, y la naturaleza del material al ser evaporado.

Para encontrar el factor de corrección correspondiente a cada depósito se utiliza (1), donde se relaciona el *espesor objetivo* que fue considerado para el análisis de transmitancia en el espectrofotómetro y el *espesor de ajuste* obtenido de FilmStar. El *factor de corrección del SiO₂* es el promedio de los valores individuales correspondiente a los depósitos de 200 nm, 250 nm, 300 nm, 350 nm y 400 nm, ver (2).

$$F_{c1} = \frac{E_o}{E_a} \quad (1)$$

donde:

E_o es el espesor objetivo,
 E_a es el espesor de ajuste.

$$F_c = \frac{\sum_{i=1}^n f_{c_i}}{n} \quad (2)$$

donde:

F_c es el factor de corrección,
 f_{c_i} es el factor de corrección de cada depósito,
 n es la cantidad de depósitos.

Para conocer el comportamiento del F_c calculado, se recomienda realizar por lo menos un depósito para encontrar la similitud entre el *espesor objetivo* y el *espesor de ajuste*. Para ello primeramente se diseña la película en FilmStar tratando de que exista por lo menos un pico o valle en la curva de transmitancia, esto servirá como punto de referencia para realizar los ajustes necesarios. Para conocer el espesor objetivo máquina se utiliza (3).

$$\text{Espesor objetivo máquina} = (Ed * Fc), \quad (3)$$

donde:

Ed es el espesor de diseño,
Fc es el factor de corrección.

6. Resultados

Siguiendo el proceso de depósito descrito en la sección 3.3 se fabricaron películas de SiO_2 sobre vidrio F2 de 200 nm, 250 nm, 300 nm, 350 nm y 400 nm de espesor. Los resultados del procedimiento para ajustar el espesor de diseño mediante el Software FilmStar descrito en el apartado 5, se muestran en las Figuras 13 a 16. Esto revela cómo la película de SiO_2 sobre vidrio F2 interactúa con la longitud de onda correspondiente al espectro de 400 nm a 800 nm. Se logra visualizar que existen regiones donde la transmitancia es alta superando el 93.2%, y bajas alrededor del 87.5%.

La Figura 13 corresponde a la *Prueba 2*, donde el espesor objetivo de 200 nm se ajusta a un espesor de diseño de 270.43 nm. El comportamiento de la transmitancia de ambas películas muestra una similitud en el rango de 500 nm a 800 nm. La máxima transmitancia sucede en 525 nm y la mínima en 400 nm.



Figura 13: Comparación del cálculo del espesor objetivo de 200 nm con el espesor de ajuste de 270.43 nm.

El resultado de la *Prueba 3* se observa en la Figura 14, donde la transmitancia del espesor objetivo de 250 nm es ajustada a un espesor de 329.95 nm. Se puede interpretar que para las longitudes de 575 nm a 800 nm el comportamiento es similar superando el 89.5% de transmitancia. De manera particular se puede visualizar que en la longitud de onda de 475 nm existe alta absorción en la película.

En la Figura 15 se muestra el comportamiento de la *Prueba 4*, donde el espesor objetivo fue 300 nm y su correspondiente ajuste de 346.78 nm, mostrando una similitud en el rango de 400 nm a 525 nm. La mayor transmitancia de la película experimental sucede en la longitud de onda de 690 nm.

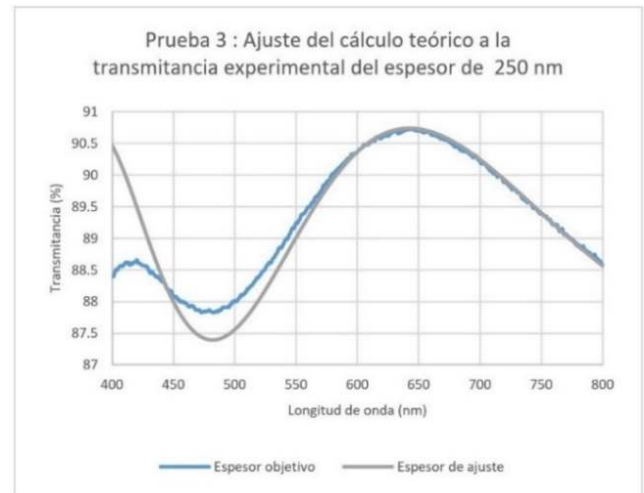


Figura 14: Comparación del cálculo del espesor objetivo de 250 nm con el espesor de ajuste de 329.95 nm.

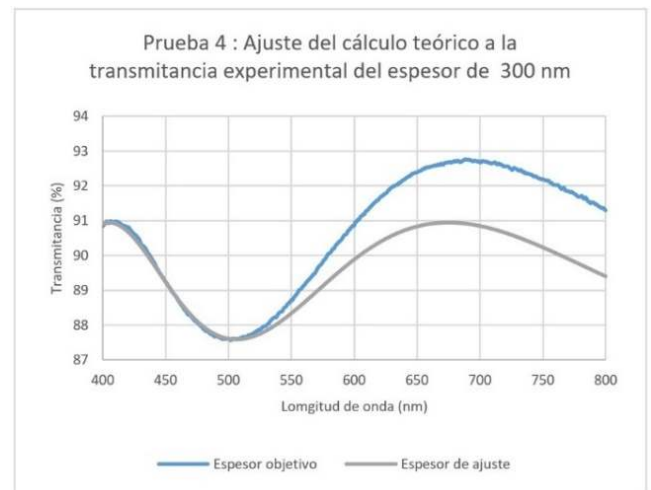


Figura 15: Comparación del cálculo del espesor objetivo de 300 nm con el espesor de ajuste de 346.78 nm.

La Figura 16 corresponde a la *Prueba 5* donde el espesor objetivo de 400 nm es ajustado a un espesor de 534.1 nm. El mejor comportamiento de transmitancia corresponde a la experimental mostrado un valor mayor en 450 nm y 325 nm. La absorción alta la presenta ambas películas diseñadas en la longitud de onda de 525 nm, mientras que en valor 775 nm, la película de diseño tiene mayor absorción. Por otro lado, existe un comportamiento similar entre ambas en el rango de 475 nm a 550 nm.

El resultado del análisis de la medición de transmitancia de ambos métodos se muestra en la Tabla 1, donde la primera columna corresponde al espesor objetivo, la segunda al espesor de ajuste y la tercera al Factor de corrección de cada prueba.

Se puede observar que el Factor de corrección (*Fc*) correspondiente a los espesores de 200 nm y 400 nm son parecidos, mientras que el de 250 nm y 400 nm están cercanos. Para tener una referencia del *Fc* más objetiva, es recomendable no considerar el *Fc* del espesor objetivo de 300 nm, debido a que presenta un valor mayor en comparación con los demás.

De acuerdo con los comentarios anteriores, se decidió calcular el factor de corrección del promedio de los espesores

de 200 nm, 250 nm, 300 nm, 350 nm y 400 nm, dando como resultado un valor de 0.749.

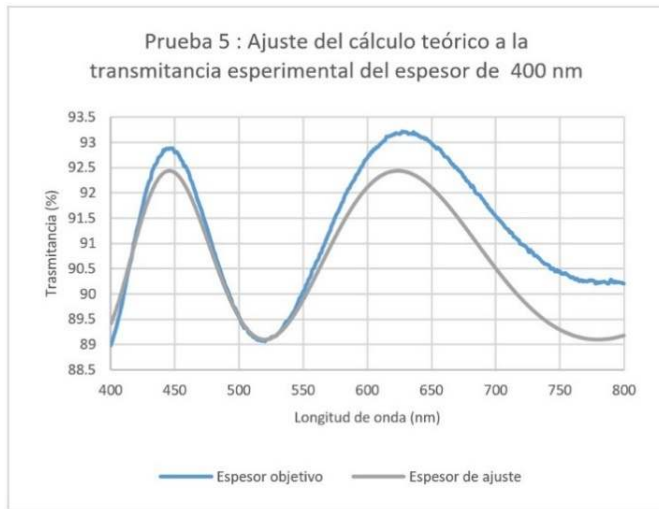


Figura 16: Comparación del cálculo del espesor objetivo de 400 nm con el espesor de ajuste de 534.1 nm.

Tabla 1: Factor de corrección para SiO_2 en vidrio F2.

Prueba	Espesor objetivo (nm)	Espesor de ajuste (nm)	Factor de corrección
1	350	473.29	0.740
2	200	270.43	0.740
3	250	329.95	0.758
5	400	534.1	0.749
Promedio			0.749

Para conocer el comportamiento del *Factor de corrección* se realizó un diseño de película con un máximo de transmitancia en la longitud de onda de 550 nm como se observa en la Figura 17. Dicha película corresponde a un espesor de diseño de 283.09 nm. Para conocer la equivalencia a espesor objetivo se utiliza (3), donde el *Espesor objetivo máquina* = $(283.09 * 0.749)$, por lo tanto, se considera depositar en la máquina evaporadora una película de espesor de 212.03 nm.

El proceso de optimización del *Factor de corrección* consiste en ajustar el espesor de diseño de 283.09 nm a 269 nm, de manera que las curvas de transmitancia se comporten de manera similar, cómo se observa en la Figura 19. Con el ajuste es posible encontrar un segundo Factor de corrección utilizando (1), donde el espesor objetivo corresponde al valor de 209.1 nm y el espesor de ajuste a 269 nm. Por lo tanto, el *segundo Factor de corrección* es 0.77.

Parte del proceso de optimización del Factor de corrección consiste en un análisis empírico que se basa en elegir un valor medio entre el *primer Factor de corrección* (0.749) y el *segundo Factor de corrección* (0.77). Para este caso se decide nuevamente utilizar un diseño de película de 283.09 y un *tercer Factor de corrección* de 0.76 nm. El resultado se observa en la Figura 20, donde existe un comportamiento similar entre la película experimental con la teórica.

El resultado del espesor experimental fue de 209.10 nm,

teniendo una diferencia de 2.93 nm respecto al espesor objetivo. El análisis se observa en la Figura 18, donde su máxima transmitancia de la película experimental sucede en 525 nm, mientras que la película teórica en 550 nm. Por lo que se concluye que existe un desplazamiento entre ambos comportamientos y es necesario optimizar el *Factor de corrección*.

Con el resultado mostrado en la Figura 20 se puede asociar que el espesor objetivo de 215 nm que se programa en la máquina evaporadora corresponde a un espesor físico de 283.09 nm. Para mejorar los resultados se realizarán diferentes depósitos de SiO_2 en diferentes longitudes de onda y realizar un análisis correspondiente para refinar el factor de corrección.

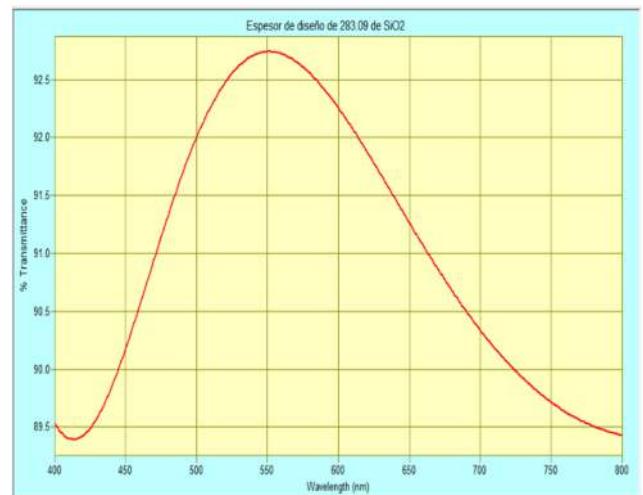


Figura 17: Transmitancia de diseño de película de SiO_2 de 283.09 nm de espesor.

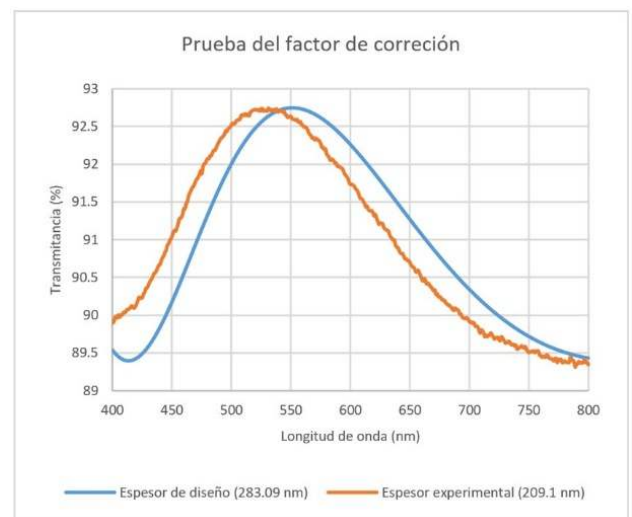


Figura 18: Comparación del cálculo del espesor experimental de 209.10 nm con el espesor de diseño de 283.09 nm.

7. Discusiones

En este trabajo se describe el procedimiento para realizar depósitos de SiO_2 en vidrio F2, utilizando una evaporadora tipo Balzers, modelo BA510A y un Cañón de electrones modelo HVCEB-8. Nuestros resultados muestran que es conveniente

realizar evaporaciones con dióxido de silicio porque presenta estabilidad en los depósitos, garantizando la calidad en la película para alcanzar niveles de transmitancia significativa en campos de la óptica, fotónica, química de materiales y ciencia de los materiales.

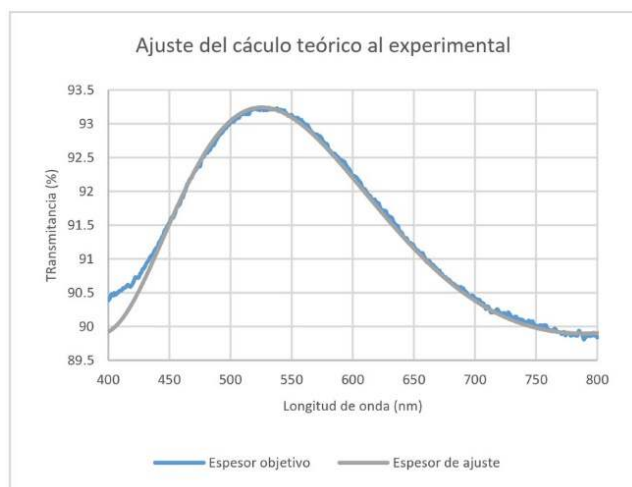


Figura 19: Comparación del cálculo del espesor objetivo de 209.1 nm con el espesor de ajuste de 269 nm.

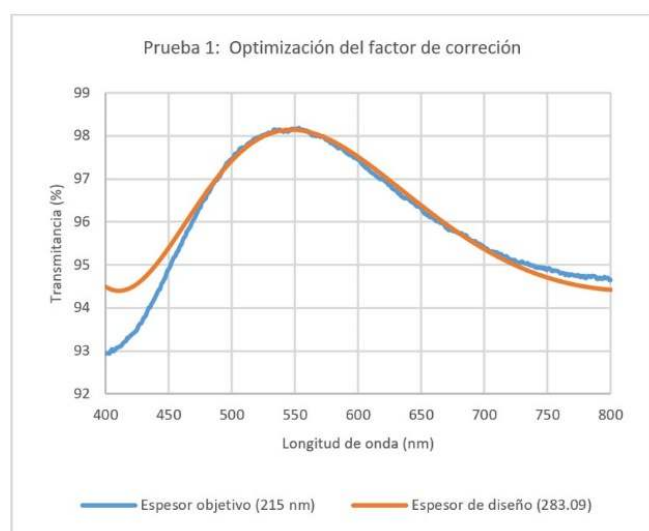


Figura 20: Comparación del cálculo del espesor objetivo de 215 nm con el espesor de diseño de 283.09 nm.

Sin embargo, también es importante reconocer las limitaciones de nuestro estudio. Por ejemplo, la evaporadora utilizada tiene sistemas mecánicos que se activan manualmente como lo es; el flujo de aire y agua, el sistema de vacío y la inserción de oxígeno. Parte del buen funcionamiento depende de la experiencia y precauciones que tiene el usuario. Los sensores de bajo vacío y alto vacío no están automatizados, se debe poner atención en su comportamiento para identificar de manera oportuna una alteración en el sistema. Mismo caso sucede con el sensor de espesores conocido como sensor de cristal de cuarzo se debe revisar frecuentemente el tiempo de vida, de lo contrario posiblemente el valor que arroje pudiera estar alterado afectando directamente el espesor objetivo.

La razón de depósito que se utilizó fue de 3 Å/s, para lograrlo se debe tener el control de varios parámetros del proceso, por ejemplo, la estabilidad de la corriente, la presión

en la cámara de vacío, la temperatura del sustrato. El control debe ser preciso para mantener la razón de depósito constante y reproducible durante todo el proceso de deposición. Si varía la razón de depósito cambia las propiedades de la película, si es alto puede resultar películas gruesas e irregulares, mientras que si es bajo puede dar como resultado películas delgadas e inadecuadas para su propósito previsto.

Referente a la limpieza de los sustratos es un tema muy importante para garantizar la adherencia, la uniformidad, la calidad y la reproducibilidad del recubrimiento depositado. También es recomendable que por cada depósito se realice limpieza a la cámara de vacío, esto permite mejorar los tiempos de vacío.

Para el análisis de transmitancia de las películas de SiO_2 se utilizó un espectrofotómetro y los resultados fueron comparados y ajustados mediante un diseño correspondiente de cada película mediante a través del Software FilmStar, con la intención de comparar los datos y obtener un factor de corrección por cada muestra.

De manera particular la película correspondiente al espesor de 300 nm, presento un factor de corrección por encima del promedio de los demás valores (0.75) alcanzando un F_c de 0.865, por esta razón se decide omitirlo.

Para complementar el trabajo se realiza un análisis de la rugosidad de las películas depositadas de SiO_2 utilizando un Microscopio de Fuerza Atómica (AFM). El área de escaneo para las pruebas es de $5 \mu\text{m} \times 5 \mu\text{m}$. Las imágenes de la Figura 21, muestran una distribución uniforme de picos afilados. En la imagen a) se presenta un pico máximo de 15 nm correspondiente al depósito de 270.43 nm, en la b) se obtuvo un pico máximo de 12.9 nm y corresponde al depósito de 329.95 nm, mientras que en la c) se tiene un pico máximo es de 10.3 nm y corresponde al depósito 346.78 nm, en la imagen d) se representa un pico máximo de 12.5 nm y corresponde 473.29 nm, finalmente en e) se presenta un pico de 13.9 nm correspondiente al depósito de 534.1 nm. En general la rugosidad es moderada, indicando una superficie con variaciones topográficas significativas. Esta morfología es típica de superficies de SiO_2 obtenidas mediante procesos de deposición controlados, lo que sugiere que la muestra ha sido preparada adecuadamente para aplicaciones en las que se requiere una superficie estructurada a nano escala.

Los resultados generales de rugosidad se muestran en la Tabla 2.

8. Conclusiones

El uso de la evaporadora tipo Balzers, modelo BA510A y un Cañón de electrones modelo HVCEB-8, resulto ser importante, interesante y conveniente para realizar evaporaciones con dióxido de silicio, debido a que presenta estabilidad en los depósitos, garantizando la calidad en la película. Esto abre la posibilidad de explorar otros materiales como metales, óxidos, semiconductores y polímeros.

Debido a que el proceso se lleva a cabo en un ambiente de vacío, se minimiza la contaminación del recubrimiento, lo que

resulta recubrimientos de alta pureza y calidad. Así mismo este método proporciona una excelente adherencia del recubrimiento al sustrato y una alta uniformidad en la distribución del material depositado, lo que garantiza la calidad y la durabilidad del recubrimiento final.

A pesar de estas ventajas, la máquina evaporadora utilizada tiene algunas limitaciones, como la automatización de sistemas que involucra la necesidad de tener equipos especializados y costosos. Sin embargo, en general sigue siendo una máquina que puede ser ampliamente utilizada y valorada en temas de investigación para explorar nuevos materiales y fabricar películas delgadas con aplicaciones potenciales en las necesidades tecnológicas a las que nos enfrentamos.

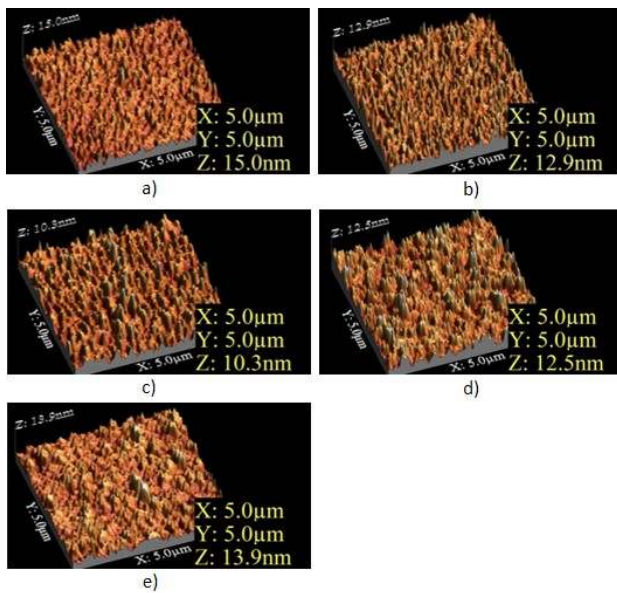


Figura 21: Análisis de rugosidad de las películas de SiO_2 , a) 270.43 nm, b) 329.95 nm, c) 346.78 nm, d) 473.29 nm, e) 534.1 nm.

Tabla 2: Valores de rugosidad de las películas depositadas de SiO_2 .

Espesor (nm)	270.43	329.95	346.78	473.29	534.1
Rugosidad RMS	1.36	1.525	1.25	1.68	1.52
Pico a pico	15.00	12.92	10.32	12.50	13.90
Promedio de rugosidad	1.05	1.19	0.97	1.32	1.18
Altura media	4.24	5.00	3.61	4.58	4.30

Agradecimientos

Agradecemos al Consejo de Ciencia, Tecnología e Innovación de Hidalgo (CITNOVA), por la Beca de Apoyo

para la Estancia de Posdoctorado de B. Canales-Pacheco y al Instituto Nacional de Astrofísica, Óptica y Electrónica por las facilidades otorgadas para utilizar el Laboratorio de Películas Delgadas.

Referencias

- Anopchenko, A., Tao, L., Arndt, C., Lee, H. W. H., (2018). Field-effect tunable and broadband epsilon-near-zero perfect absorbers with deep subwavelength thickness. *ACS Photonics*, 5(7), 2631-2637. <https://doi.org/10.1021/acsp Photonics.7b01373>.
- Basnet, P., Larsen, G. K., Jadeja, R. P., Hung, Y. C., Zhao, Y., (2013). α -Fe 2O_3 nanocolumns and nanorods fabricated by electron beam evaporation for visible light photocatalytic and antimicrobial applications. *ACS applied materials & interfaces*, 5(6), 2085-2095. <https://doi.org/10.1021/am303017c>.
- FilmStart. (19 de February de 2023). (FTG Software AssociatesFilmStar) Recuperado el 12 de 03 de 2024, de <https://www.ftgsoftware.com/updates.htm>
- Haque, S. M., De, R., Prathap, C., Srivastava, S. K., Rao, K. D., (2021). E-Beam Evaporation of Silicon: Native Oxidation and Quasicontinuous Tailoring of Optical Properties. *physica status solidi (a)*, 218(22), 2100299. <https://doi.org/10.1002/pssa.202100299>
- Jokerst, Nan. Duke University. 8 de diciembre de 2019. <https://www.youtube.com/watch?v=xIU1DDbDEDQ>
- Lesker, K. J. (1996). Lesker. Obtenido de https://www.lesker.com/newweb/deposition_materials/depositionmaterial_s_evaporationmaterials_1.cfm?pgid=si2
- Mohanty, P., Kabiraj, D., Mandal, R. K., Kulriya, P. K., Sinha, A. S. K., Rath, C., (2014). Evidence of room temperature ferromagnetism in argon/oxygen annealed TiO $_2$ thin films deposited by electron beam evaporation technique. *Journal of Magnetism and Magnetic Materials*, 355, 240-245. <https://doi.org/10.1016/j.jmmm.2013.12.025>
- Pyun, M. W., Kim, E. J., Yoo, D. H., & Hahn, S. H., (2010). Oblique angle deposition of TiO $_2$ thin films prepared by electron-beam evaporation. *Applied Surface Science*, 257(4), 1149-1153. <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2010.08.038>.
- Sahu, D. R., Lin, S. Y., Huang, J. L., (2008). Investigation of conductive and transparent Al-doped ZnO/Ag/Al-doped ZnO multilayer coatings by electron beam evaporation. *Thin solid films*, 516(15), 4728-4732. <https://doi.org/10.1016/j.tsf.2007.08.089>
- Sakamoto, N., Inoue, T., Kato, K., (2003). Growth of CeO $_2$ films on glass substrates using electron-beam-assisted evaporation. *Crystal growth & design*, 3(2), 115-116. <https://doi.org/10.1021/cg025604o>
- Tesfamichael, T., (2010). Electron beam evaporation of tungsten oxide films for gas sensors. *IEEE Sensors Journal*, 10(11), 1796-1802. <https://doi.org/10.1109/JSEN.2010.2048427>.
- Thompson, L. R., Rocca, J. J., Emery, K., Boyer, P. K., Collins, G. J., (1983). Electron beam assisted chemical vapor deposition of SiO $_2$. *Applied physics letters*, 43(8), 777-779. <https://doi.org/10.1063/1.94502>.
- Todorova, Z., Donkov, N., Ristić, Z., Bundaleski, N., Petrović, S., Petkov, M., (2006). Electrical and Optical Characteristics of Ta 2O_5 Thin Films Deposited by Electron-Beam Vapor Deposition. *Plasma processes and polymers*, 3(2), 174-178. <https://doi.org/10.1002/ppap.200500110>.
- Wang, Z., & Zhang, Z. (2016). *Electron Beam Evaporation Deposition. Advanced Nano Deposition Methods* (pp. 33-58). Wiley. <https://doi.org/10.1002/9783527696406>.
- Xiao, M. (2001). Investigation on thick silicon dioxide films evaporation by electron beam evaporation. *Journal of Optoelectronics Laser*, 12(6), 569-571.
- Xing, S., Zhang, N., Song, Z., Shen, Q., Lin, C., (2003). Preparation of hafnium oxide thin film by electron beam evaporation of hafnium incorporating a post thermal process. *Microelectronic engineering*, 66(1-4), 451-456. [https://doi.org/10.1016/S0167-9317\(02\)00911-5](https://doi.org/10.1016/S0167-9317(02)00911-5).