

# PONTIFICIA UNIVERSIDAD CATÓLICA DEL PERU

ESCUELA DE POSGRADO



# Determinación de la topografía superficial de películas delgadas de TiO<sub>2</sub> y SiC mediante interferometría tipo Michelson

Tesis para optar el Grado de Magister en Física Aplicada, presentado por:

### Jovanetty Ivan Choque Aquino

Asesor:

Mg. Miguel Augusto Asmad Vergara

Jurado:

M.C. Guillermo Edmundo Baldwin Olguín

M. Sc. Miguel Angel Cataño Sanchez

Lima – Perú

2016



A mis padres, Mario y Domitila;

y a mis hermanos Diego y Dayber





#### AGRADECIMIENTOS

Este trabajo de tesis de maestría no hubiese sido posible sin la colaboración de grandes personas en diferentes áreas.

En primer lugar, deseo agradecer a mi Profesor Guía, Mag. Miguel Asmad, por permitirme plantear mi tema de investigación y apoyar incondicionalmente durante todo el desarrollo de mi tesis.

Al Prof. Guillermo Baldwin, Coordinador de la Maestría en Física Aplicada – PUCP, por permitirme utilizar el laboratorio de Óptica – PUCP con sus materiales y equipos, con los que fue posible desarrollar mi trabajo de investigación.

Al Vicerrectorado de Investigación – PUCP, por el apoyo financiero al proyecto de investigación: "Caracterización y medida morfológica de películas delgadas mediante microscopia interferencial y técnicas de obtención digital de la fase óptica" (Proyecto DGI No. 2012-0159), lo cual permitió la compra de materiales y equipos para instrumentar un microscopio interferencial.

Al Fondo Marco Polo – PUCP y al CONCYTEC, por el apoyo financiero para participar como ponente en el evento RIAO/OPTILAS 2013 llevado a cabo en Porto, Portugal, en donde presente los avances de mi tesis de maestría.

A mis profesores de la maestría en Física Aplicada de la PUCP por sus enseñanzas y colaboración, en especial al Dr. Martin Sarango y Mgr. Richard Rivera.

Al Dr. Andrés Guerra del Laboratorio de Ciencias de los Materiales de la PUCP por su ayuda en la medición del espesor de películas delgadas de  $TiO_2$  y SiC con el método de la transmitancia.

Finalmente, a todos mis amigos y compañeros de Física de la PUCP, porque cada uno con sus valiosos aportes hicieron posible este trabajo y por la gran calidad humana que me han demostrado con su amistad.



# TABLA DE CONTENIDO

RESUMEN x
ABSTRACT xi
PUBLICACIONES xii
INTRODUCCIÓN 1
CAPÍTULO I. PROBLEMA DE INVESTIGACIÓN 1
1.1 Planteamiento del problema1
1.2 Objetivos
1.2.1 Objetivo general
1.2.2 Objetivos específicos
1.3 Hipótesis
CAPÍTULO II. MARCO TEÓRICO
2.1 Antecedentes de la Investigación
2.2 Interferencia de doble Haz
2.2.1 Interferómetro de Michelson
2.3 Métodos de medición de fase
2.3.1 Algoritmo de cuatro pasos de fase ( <i>four Step</i> )
2.3.2 Algoritmo de Schwider – Hariharan ( <i>five step</i> )
2.4 Desenvolvimiento de fase
2.5 Del frente de onda a la superficie
2.6 Parámetros de rugosidad 19
CAPÍTULO III. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL 22
3.1 Etapa I: Configuración de arreglo interferométrico tipo Michelson 22
3.1.1 Determinación de la longitud de coherencia de fuentes de luz LED
23
3.2 Etapa II: Control de PZT y adquisición de interferogramas

# **TESIS PUCP**



3.3 Eta	apa III: Medición del desplazamiento de fase
3.3.1	Cambio de fase vs. Voltaje suministrado al PZT 25
3.3.2	Selección de interferogramas con paso de fase de $\pi/2$
3.4 Eta	apa IV: Determinación de la topografía de películas delgadas 27
3.4.1	Resolución lateral del interferómetro
3.4.2	Resolución vertical del interferómetro
3.4.3	Determinación de la topografía superficial de películas delgadas 29
3.5 Eta	apa V: Evaluación de los resultados obtenidos
3.5.1	Medición del espesor de una película delgada
3.5.2	Comparación con otras técnicas
3.5.3	Idea de negocio
CAPÍTULC	IV. RESULTADOS Y DISCUSIÓN
4.1 Mi	croscopio interferencial tipo Michelson
4.1.1	Longitud de coherencia de fuentes de luz LED
4.2 Ad	quisición de interferogramas con paso de fase
4.3 Int	erferogramas con paso de fase de $\pi/2$
4.3.1	Cambio de fase vs. Voltaje suministrado al PZT 48
4.3.2	Interferogram s con paso de fase $\pi/2$
4.4 To	pografía superficial de películas de TiO <sub>2</sub> y SiC 55
4.4.1	Resolución lateral del interferómetro 55
4.4.2	Resolución vertical del interferómetro 57
4.4.3	Topografía superficial de películas delgadas 58
4.5 Es	pesor de películas delgadas 66
CONCLUS	IONES 69
REFERENC	CIAS BIBLIOGRÁFICAS
ANEXOS	



Anexo A. Programas desarrollados en MATLAB®	75
Anexo B. Programa desarrollados en LabVIEW™	83
Anexo C. Idea de negocio	85





# TABLA DE ILUSTRACIONES

Figura 1. Esquema óptico de un objetivo interferencial tipo Michelson. De "A				
new three-dimensional non-contact digital optical profiler" Bharat Brushan et al.				
1988. Wear, 102, p. 303				
Figura 2. Perfilómetro NewView <sup>TM</sup> 7300, producido por Zygo. De Zygo				
Corporation – Home Page. 2014. Recuperado de				
http://www.zygo.com/?/met/profilers/newview7000/				
Figura 3. Perfil de dos frentes de onda: (a) uno plano y (b) y otro de una película				
delgada depositada sobre un substrato de vidrio7				
Figura 4. Simulación de la interferencia de dos frentes de onda: a) uno plano con				
inclinación alrededor del eje X y b) uno que representa a la superficie de una				
película delgada (zona clara) depositada sobre un substrato de vidrio (zona oscura)				
para producir un c) patrón de franjas de interferencia				
Figura 5. Perfiles de: a) un frente de onda plano inclinado, b) un frente de onda				
W(x,y) y de c) un patrón de franjas unidimensional				
Figura 6. Interferómetro de Michelson. Nikon MicroscopyU – Home Page. 2013.				
Recuperado de				
http://www.microscopyu.com/articles/interferometry/twobeam.html 11				
Figura 7. Objetivo interferencial Nikon de baja amplificación (amplificación de				
5X). (a) Diseño <sup>*</sup> . (b) Dimensiones y especificaciones. <sup>*</sup> Nikon MicroscopyU -				
Home Page. 2013. Recuperado de				
http://www.microscopyu.com/articles/interferometry/twobeam.html12				
Figura 8. (A) Distribución de fase discontinua $\varphi_d(x,y)$ , (B) Distribución de fase				
compensación $\varphi_o(x,y)$ , (C) Distribución de fase continua y/o fase desenvuelta				
$\varphi_c(x,y)$ . Adaptado de "Fourier-transform method of fringe-pattern analysis for				
computer-based topography and interferometry" de Takeda, Ina and Kobayashi				
1982, JOSA, Vol 72, p. 157				
Figura 9. Detección de defectos para estudiar la rugosidad de una superficie.				
Tomado de "Digital Holographic Microscopy" de Tristan Colomb & Jonas Kühn,				
2011, Optical Measurement of Surface Topography, p. 226				
Figura 10. Extracción del perfil de rugosidad. (a) Perfil topográfico; (b) Perfil de				
ondulación; (c) Perfil de rugosidad producto de la sustracción de (a) menos (b).				



Adaptado de "Digital Holographic Microscopy" de Tristan Colomb & Jonas
Kühn, 2011, Optical Measurement of Surface Topography, p. 228
Figura 11. Esquema de la metodología desarrollada en la investigación
Figura 12. Perfil de intensidad de un interferograma con una sola franja orientada
verticalmente
Figura 13. Fotografía de muestras de películas delgadas de $TiO_2$ (a), y SiC (b) y
(c). Muestras utilizadas para determinar su topografía superficial en las zonas
marcadas con un círculo
Figura 14. Espesor de una película delgada con relieve superficial no uniforme. 32
Figura 15. Transmisión espectral de una película delgada transparente
Figura 16. Diagrama del trazo de rayos del sistema de iluminación y de visión en
el microscopio interferencial tipo Michelson
Figura 17. Diagrama de superficies que atraviesa el rayo de luz desde la posición
del objeto $(S_{obj})$ hasta el plano imagen en el sistema interferométrico37
Figura 18. Diagrama de superficies que atraviesa el rayo de luz desde la superficie
de muestra hasta el plano imagen en el sistema interferométrico 39
Figura 19. Microscopio interferencial tipo Michelson implementado en el
Figura 19. Microscopio interferencial tipo Michelson implementado en el Laboratorio de Óptica – PUCP
Figura 19. Microscopio interferencial tipo Michelson implementado en el Laboratorio de Óptica – PUCP
Figura 19. Microscopio interferencial tipo Michelson implementado en el Laboratorio de Óptica – PUCP
Figura 19. Microscopio interferencial tipo Michelson implementado en elLaboratorio de Óptica – PUCP.40Figura 20. Diagrama del arreglo experimental utilizado para registrar cambios defase producidos por la deformación de un dispositivo PZT.42Figura 21. Vista del panel frontal del programa uc480 Get Image.43
Figura 19. Microscopio interferencial tipo Michelson implementado en elLaboratorio de Óptica – PUCP.40Figura 20. Diagrama del arreglo experimental utilizado para registrar cambios defase producidos por la deformación de un dispositivo PZT.42Figura 21. Vista del panel frontal del programa uc480 Get Image.43Figura 22. Vista del panel frontal del programa Fringe Pattern App.45
Figura 19. Microscopio interferencial tipo Michelson implementado en el Laboratorio de Óptica – PUCP
Figura 19. Microscopio interferencial tipo Michelson implementado en elLaboratorio de Óptica – PUCP.40Figura 20. Diagrama del arreglo experimental utilizado para registrar cambios defase producidos por la deformación de un dispositivo PZT.42Figura 21. Vista del panel frontal del programa uc480 Get Image.43Figura 22. Vista del panel frontal del programa Fringe Pattern App.45Figura 23. Diagrama de bloques del proceso de adquisición de interferogramas46
Figura 19. Microscopio interferencial tipo Michelson implementado en el Laboratorio de Óptica – PUCP
Figura 19. Microscopio interferencial tipo Michelson implementado en elLaboratorio de Óptica – PUCP.40Figura 20. Diagrama del arreglo experimental utilizado para registrar cambios defase producidos por la deformación de un dispositivo PZT.42Figura 21. Vista del panel frontal del programa <i>uc480 Get Image</i> .43Figura 22. Vista del panel frontal del programa <i>Fringe Pattern App</i> .45Figura 23. Diagrama de bloques del proceso de adquisición de interferogramas46Figura 24. El dispositivo PZT ubicado dentro de un carril, el cual restringe su47
Figura 19. Microscopio interferencial tipo Michelson implementado en elLaboratorio de Óptica – PUCP.40Figura 20. Diagrama del arreglo experimental utilizado para registrar cambios defase producidos por la deformación de un dispositivo PZT.42Figura 21. Vista del panel frontal del programa <i>uc480 Get Image</i> .43Figura 22. Vista del panel frontal del programa <i>Fringe Pattern App</i> .45Figura 23. Diagrama de bloques del proceso de adquisición de interferogramas46Figura 24. El dispositivo PZT ubicado dentro de un carril, el cual restringe su47Figura 25. Cambio de fase introducido sobre un interferograma cuando el voltaje
Figura 19. Microscopio interferencial tipo Michelson implementado en elLaboratorio de Óptica – PUCP.40Figura 20. Diagrama del arreglo experimental utilizado para registrar cambios defase producidos por la deformación de un dispositivo PZT.42Figura 21. Vista del panel frontal del programa <i>uc480 Get Image</i> .43Figura 22. Vista del panel frontal del programa <i>Fringe Pattern App</i> .45Figura 23. Diagrama de bloques del proceso de adquisición de interferogramas46Figura 24. El dispositivo PZT ubicado dentro de un carril, el cual restringe su47Figura 25. Cambio de fase introducido sobre un interferograma cuando el voltaje48
Figura 19. Microscopio interferencial tipo Michelson implementado en elLaboratorio de Óptica – PUCP.40Figura 20. Diagrama del arreglo experimental utilizado para registrar cambios defase producidos por la deformación de un dispositivo PZT.42Figura 21. Vista del panel frontal del programa uc480 Get Image.43Figura 22. Vista del panel frontal del programa Fringe Pattern App.45Figura 23. Diagrama de bloques del proceso de adquisición de interferogramas46Figura 24. El dispositivo PZT ubicado dentro de un carril, el cual restringe su47Figura 25. Cambio de fase introducido sobre un interferograma cuando el voltaje48Figura 26. Cambio de fase introducido sobre un interferograma cuando el voltaje48
Figura 19. Microscopio interferencial tipo Michelson implementado en elLaboratorio de Óptica – PUCP.40Figura 20. Diagrama del arreglo experimental utilizado para registrar cambios defase producidos por la deformación de un dispositivo PZT.42Figura 21. Vista del panel frontal del programa uc480 Get Image.43Figura 22. Vista del panel frontal del programa Fringe Pattern App.45Figura 23. Diagrama de bloques del proceso de adquisición de interferogramascon cambios de fase introducido por un dispositivo PZT.46Figura 24. El dispositivo PZT ubicado dentro de un carril, el cual restringe sudeformación en una sola dirección.47Figura 25. Cambio de fase introducido sobre un interferograma cuando el voltajesuministrado al piezoeléctrico aumenta en pasos de 0,1 V.48Figura 26. Cambio de fase introducido sobre un interferograma cuando el voltajesuministrado al piezoeléctrico aumenta en pasos de 0,2 V.49
Figura 19. Microscopio interferencial tipo Michelson implementado en elLaboratorio de Óptica – PUCP.40Figura 20. Diagrama del arreglo experimental utilizado para registrar cambios defase producidos por la deformación de un dispositivo PZT.42Figura 21. Vista del panel frontal del programa uc480 Get Image.43Figura 22. Vista del panel frontal del programa Fringe Pattern App.45Figura 23. Diagrama de bloques del proceso de adquisición de interferogramascon cambios de fase introducido por un dispositivo PZT.46Figura 24. El dispositivo PZT ubicado dentro de un carril, el cual restringe sudeformación en una sola dirección.47Figura 25. Cambio de fase introducido sobre un interferograma cuando el voltajesuministrado al piezoeléctrico aumenta en pasos de 0,1 V.48Figura 26. Cambio de fase introducido sobre un interferograma cuando el voltajesuministrado al piezoeléctrico aumenta en pasos de 0,2 V.49Figura 27. Cambio de fase introducido sobre un interferograma cuando el voltaje

# **TESIS PUCP**



Figura 28. Captura de una ventana del programa PSI 90Degree, donde se muestra
el perfil del interferograma <i>image0.bmp</i> (a) y la transformada de Fourier del perfil
(b) para el cálculo de la frecuencia espacial y periodo espacial
Figura 29. Captura de una ventana del programa PSI 90Degree, donde se muestra
los perfiles de los interferogramas image0.bmp e image6.bmp (Parte superior) y la
correlación cruzada de los perfiles (Parte inferior) para medir el desfase entre
ambos
Figura 30. Diagrama de bloques del programa PSI90Degree para encontrar cuatro
interferograma con paso constante de fase de $\pi/2$
Figura 31. Interferogramas de películas delgadas de $TiO_2$ y SiC depositadas en
substratos de vidrio con pasos de fase de aproximadamente 90°, obtenidos con el
programa PSI 90Degree
Figura 32. Imagen del target de 40 líneas/mm digitalizada por la cámara CMOS.
Figura 33. Análisis de Fourier en MATLAB® para calcular la resolución lateral56
Figura 34. Resolución vertical vs. Cantidad de franjas presentes en un
interferograma
Figura 35. Diagrama de bloques del programa WavefrontToSurface para
determinar la topografía superficial de una muestra de película delgada 61
Figura 36. Topografía superficial 3D sobre dos regiones de una muestra de
película delgada de TiO2. Sobre las zonas 1 (a) y zona 2 (b) de la Figura 13a 62
Figura 37. Topografía superficial 3D sobre un sub región de una muestra de
película delgada de SiC (Zona 1 de la Figura 13b)
Figura 38. Topografía superficial de una película delgada de SiC (Zona mostrada
en la Figura 13c)
Figura 39. Topografía superficial de una película delgada de AlN (a) y Au (b) 66
Figura 40. a) Perfil vertical y perfil suavizado de la superficie de una muestra de
película delgada SiC (Figura 37b). b) Perfil de rugosidad producto de la diferencia
entre el perfil vertical y perfil suavizado

ix



#### RESUMEN

El presente trabajo de tesis propone un método para determinar la topografía superficial de muestras de películas delgadas de TiO<sub>2</sub> y SiC, mediante el análisis de interferogramas con técnicas de interferometría de desplazamiento de fase. Los interferogramas son obtenidos desde un microscopio interferencial tipo Michelson con amplificación 5X, tales interferogramas son producto de la interferencia entre dos frentes de onda, uno que se refleja desde la superficie de una película delgada y otro desde un espejo plano de referencia. Parte del proceso incluye el desarrollo de dos programas: *Fringe Pattern App* y *PSI 90Degree*, el primero para el control del desplazador de fase y adquisición de interferogramas con cambios de fase de  $\pi/2$ . Algoritmos tales como *four step* y de *Schwider-Hariharan* fueron utilizados en la medición la fase óptica. Finalmente se ha determinado la topografía superficial de películas delgadas sobre un área de 1024 µm x 1280 µm, con resolución lateral y vertical de 1,00 µm y 0,25 nm, respectivamente. A través de este resultado es posible analizar parámetros de rugosidad, espesor y singularidades de la muestra.

*Palabras clave:* Interferometría de desplazamiento de fase, microscopio interferencial, medición de fase, topografía superficial.



#### ABSTRACT

This work proposes a method to determine the surface topography of TiO<sub>2</sub> and SiC thin films, by analyzing fringe patterns with phase-shifting interferometry techniques. The fringe patterns are obtained from a Michelson interferential microscope, with 5x magnification, such fringe patterns are the result of interference between two wavefronts, one of these being reflected from the thin film surface and the other from a reference mirror. So too, we development two programs: *Fringe Pattern App* and *PSI 90Degree*, the first one is used to control the phase shifter and fringe patterns acquisition from the interferential microscope, and the second one is used for selecting fringe patterns with phase step of  $\pi/2$ . Algorithms such as *four-step* and *Schwider-Hariharan* were used to measure the optical phase. Finally, we have determined thin films surface topography over an area of 1024 µm x 1280 µm, with lateral resolution of 1.00 µm and lateral resolution of 0.25 nm. Surface topography permits us to analyze roughness parameters, thickness and singularities of the test surface.

*Keywords:* Phase-shifting interferometry, interferential microscope, phase measurement, surface topography.



#### PUBLICACIONES

Los resultados parciales y finales contenidos en el presente trabajo de tesis han sido publicados en los siguientes *Proceedings*:

- J. Choque A, M. Asmad, V. Sarmiento, G. Baldwin: "Control of a piezoelectric device and image system acquisition for introducing phase steps in interferential microscopy", Proc. of SPIE Vol. 8785 878535 (2013).
- Valentin Sarmiento, Miguel Asmad, J. Ivan Choque, Guillermo Baldwin: "Morphologic evaluation of thin films by algorithms of optical phase stepping applied to images obtained by interferential microscopy", Proc. of SPIE Vol. 8785 87856U





### **INTRODUCCIÓN**

La presente tesis desarrolla el tema de Interferometría de Paso de Fase (PSI) empleado para determinar en un espacio tridimensional (3D) la topografía superficial de películas delgadas de  $TiO_2$  y SiC. Para examinar la forma de la superficie de películas delgadas se ha implementado un microscopio interferencial tipo Michelson, en el que la característica principal es que se pueden obtener patrones de franjas de interferencia sin tener contacto con la muestra. De esta forma, se pueden hacer ensayos no destructivos sobre muestras de películas delgadas depositadas sobre substratos de vidrio.

La presente investigación se ha realizado por el interés académico de indagar en el área de metrología óptica a escalas sub milimétricas y suplir, en parte, la necesidad del Laboratorio de Ciencias de los Materiales – PUCP, quienes están interesados en determinar las propiedades fundamentales de películas delgadas de SiC a través de su topografía superficial. Así mismo, instrumentar un microscopio interferencial tipo Michelson en el Laboratorio de Óptica – PUCP, y además, aportar aplicaciones útiles para el control en tiempo real del microscopio interferencial, los que en conjunto podrán ser utilizados en futuros trabajos de investigación.

En el marco de la teoría de PSI para la reconstrucción de forma de superficies de películas delgadas, la investigación se realizó con la recopilación bibliográfica, revisión de trabajos previos, trabajos en laboratorio y desarrollo de rutinas en LabVIEW y Matlab. Durante la investigación, uno de los obstáculos fue la reconstrucción de la forma de superficie de películas de SiC, debido a que dichas superficies presentan variaciones de alturas estrepitosas respecto al substrato, lo que se traduce, en un interferograma, como ruido.

Los objetivos de la presente tesis de maestría son controlar vía software de forma sincronizada la deformación de un transductor piezoeléctrico y la adquisición de interferogramas desde el sistema interferométrico, medir el desplazamiento de fase entre dos interferogramas introducido por un transductor piezoeléctrico, reconstruir la topografía superficial de películas delgadas de TiO2 y SiC en un



espacio tridimensional para medir su espesor y analizar su rugosidad, y evaluar los resultados obtenidos de espesor mediante la comparación de medidas con el Microscopio Electrónico de Barrido (SEM). Dichas acciones encierran actividades tanto experimentales como teóricas.

El trabajo de tesis consta de los capítulos que se describen a continuación:

- En el Capítulo 1 se plantea la justificación de la investigación, los objetivos y la hipótesis.
- En el Capítulo 2 se precisa el fundamento teórico de interferometría de doble haz, interferometría de paso de fase y la relación entre frente de onda y forma de superficie.
- En el Capítulo 3 se describe la metodología utilizada para el desarrollo de la tesis.
- En el Capítulo 4 se muestra y analiza los resultados obtenidos al término del trabajo de investigación.
- Y finalmente, se dan a conocer las conclusiones, el listado de referencias bibliográficas y anexos.



### CAPÍTULO I. PROBLEMA DE INVESTIGACIÓN

#### 1.1 Planteamiento del problema

En nuestro país, investigadores dedicados a la fabricación y estudio de las propiedades fundamentales de películas delgadas tienen interés en determinar tanto el espesor como la topografía superficial de diferentes películas delgadas, entre estas, las de Carburo de Silicio (SiC) y Dióxido de Titanio (TiO<sub>2</sub>).

Pero ¿Por qué medir el espesor de películas delgadas de TiO<sub>2</sub> y SiC? Estudios ópticos revelan que la transmitancia y *band gap* (directa e indirectamente) disminuyen y a la vez la intensidad de la banda de emisión incrementa con el aumento del espesor de la película (Malliga, Pandiarajan, Prithivikumaran, & Neyvasagam, 2014). El *band gap* es un factor importante que determina la conductividad eléctrica de un sólido, sustancias con gran band gap son generalmente aisladores, aquellos con band gap más cortos son semiconductores, mientras que los conductores tienen un band gap muy corto o casi nada, debido a que la banda de valencia y de conducción se superponen. Una de las múltiples aplicaciones de películas delgadas de SiC amorfo es producir Hidrogeno a partir del agua usando luz del sol, para lo cual es necesario determinar su band gap (Zhu, y otros, 2010).

En el caso de muestras tales como semiconductores, que son extremadamente susceptibles a la contaminación; o muestras blandas que fácilmente pueden ser deformadas, es deseable emplear un método de medida sin hacer contacto con la muestra. En tales casos el método interferométrico es una excelente alternativa de medición, con la que se pueden hacer estudios topográficos no destructivos de estructuras sub milimétricas, mediante patrones de interferencia. Por tal motivo se ha implementado en el Laboratorio de Óptica – PUCP un microscopio interferencial basado en el principio de funcionamiento del famoso interferómetro de Michelson.

En la actualidad existe el Microscopio Electrónico de Barrido (SEM, por sus siglas en ingles) para determinar rugosidad y el método de la transmitancia para



medir el espesor de películas delgadas. El método interferométrico desarrollado en la presente tesis nace como una alternativa de medición para el medio local.

#### 1.2 Objetivos

#### 1.2.1 Objetivo general

Reconstruir la topografía superficial de películas delgadas de  $TiO_2$  y SiC mediante interferometría tipo Michelson.

#### 1.2.2 Objetivos específicos

- Configurar un interferómetro tipo Michelson con un objetivo interferencial y una fuente de luz LED superluminiscente para obtener patrones de franjas de interferencia desde películas delgadas depositadas sobre substratos de vidrio.
- ii. Controlar vía software de forma sincronizada la deformación de un transductor piezoeléctrico y la adquisición de interferogramas desde el arreglo interferométrico.
- iii. Medir el desplazamiento de fase entre dos interferogramas para seleccionar interferogramas con cambios de fase de  $\pi/2$ .
- iv. Determinar la topografía superficial de películas delgadas de TiO<sub>2</sub> y SiC en un espacio tridimensional para medir su espesor y analizar parámetros de rugosidad.
- v. Evaluar los resultados obtenidos de espesor mediante la comparación de medidas con el Microscopio Electrónico de Barrido (SEM).



## 1.3 Hipótesis

"Utilizando Interferometría tipo Michelson es posible determinar la topografía superficial de películas delgadas de TiO<sub>2</sub> y SiC y medir su espesor."





### CAPÍTULO II. MARCO TEÓRICO

#### 2.1 Antecedentes de la Investigación

La interferometría con luz blanca ha sido utilizada para examinar la calidad superficial de componentes y sistemas ópticos, así como en la metrología de otros componentes, tales como la planitud y rugosidad de discos duros de almacenamiento, la forma de cabezales de grabación magnéticos y piezas mecanizadas (Wyant J., 2007). Una fuente de luz blanca utilizada en un perfilómetro óptico interferencial tiene un ancho de banda en el espectro visible con longitudes de onda desde 380 nm hasta 750 nm (del violeta al rojo profundo). Las fuentes de luz blanca tienen baja coherencia temporal debido al amplio ancho de banda de longitudes de onda, lo cual constituye una baja coherencia espacial.

En palabras de Bharat Brushan, un microscopio interferencial (perfilómetro óptico) consiste de un objetivo interferencial (microscopio e interferómetro), un arreglo de detectores, una interfaz electrónica y un computador (Brushan, Wyant, & Meiling, 1988). El interferómetro utilizado en perfilómetros ópticos depende de la amplificación que se desea utilizar, existen los de amplificación baja (Interferómetro de Michelson, 1882), amplificación media (Interferómetro de Mirau, 1953) y de amplificación alta (Interferómetro de Linnik, 1933).

El objetivo interferencial tipo Michelson mostrado en la Figura 1, es uno de los primeros modelos empleados en microscopios interferenciales con amplificaciones de 1.5x, 2.5x, y 5x. Una ventaja de utilizar este dispositivo es que solo se necesita un objetivo. La desventaja es que un divisor de haz debe ser ubicado entre el objetivo y la muestra, entonces solo objetivos con distancias de trabajo grandes pueden ser utilizados.

La desventaja radica en que el objetivo interferencial debe formar una imagen virtual debe formar una imagen virtual, es decir que la longitud focal (*f*) debe ser mayor a la distancia objeto (*s*) f > s, y como la amplificación (*M*) es inversamente proporcional a la longitud focal ( $M \propto 1/f$ ) no se puede tener grandes amplificaciones.



Un microscopio interferencial con fuente de luz extendida (luz blanca, LED de colores, etc.) es adecuado, entre otras aplicaciones, para analizar muestras de películas delgadas. Cuando el espesor de la película es más corto que la longitud de coherencia de la fuente, típicamente menor que 3 µm, múltiples reflexiones introducen un término no lineal adicional en la fase espectral que causa cambios en el patrón de franjas y en la frecuencia de las franjas (Malacara, Optical shop testing, 2007). En general, cuando se utiliza interferometría con fuentes de luz extendida para analizar películas delgadas, no solo su espesor puede ser determinado, sino también la topografía de la superficie superior e inferior de la película.



**Figura 1.** Esquema óptico de un objetivo interferencial tipo Michelson. De "A new threedimensional non-contact digital optical profiler" Bharat Brushan et al. 1988. Wear, 102, p. 303.

El Microscopio *NewView*<sup>TM</sup>, introducido en el mercado en 1993 por Zygo, fue el primer microscopio interferencial comercial en utilizar información de fase obtenido de patrones de interferencia para reconstruir superficies sub milimétricas (de Groot, Colonna de Lega, Kramer, & Turzhitsky, 2002). La Figura 2 muestra la última versión del microscopio *NewView* (Zygo Corporation, 2010), este equipo de última generación es capaz de reconstruir superficies en 3D con un perfil de alturas que van desde menos de 1 nm hasta 20000 μm, independiente de la textura



de la superficie. Actualmente, diferentes compañías tales como: Leica, Nikon, Olympus, Seiwa Optical, Veeco, Zeiss and Zygo se dedican a la fabricación de objetivos interferenciales.



**Figura 2.** Perfilómetro *NewView*<sup>™</sup> 7300, producido por Zygo. De Zygo Corporation – Home Page. 2014. Recuperado de http://www.zygo.com/?/met/profilers/newview7000/

#### 2.2 Interferencia de doble Haz

Un interferómetro de dos haces produce un interferograma debido a la superposición coherente de dos frentes de onda, uno de los cuales es típicamente un frente de onda de referencia plano y otro un frente de onda distorsionado cuya forma se ha de medir.

Un interferómetro puede medir pequeñas deformaciones del frente de onda con una alta precisión, del orden de una fracción de la longitud de onda. La precisión en un interferómetro depende de muchos factores, tales como la calidad óptica de los componentes, los métodos de medición, las propiedades de la fuente de luz, y factores externos de perturbación, tales como turbulencia atmosférica y vibraciones mecánicas. Sin embargo, la precisión de cualquier interferómetro es limitada; si todo lo demás es perfecto, una longitud de coherencia corta y un tiempo de muestreo largo puede mejorar la precisión, pero desafortunadamente este escenario hace que el instrumento sea más sensible a las vibraciones mecánicas. En conclusión, el principio de incertidumbre impone un límite



fundamental para la precisión que depende de varios parámetros y que es del orden de 1/1000 de la longitud de onda de la luz (Malacara, Servin, & Malacara, Interferogram analisys for optical testing, 2005).

Para estudiar los principios fundamentales de los interferómetros, se considera un interferograma de dos frentes de onda: un frente de onda plano que tiene una inclinación positiva sobre el eje X (Figura 3a) y un frente de onda bajo análisis (Figura 3a), para el cual las deformaciones con respecto al frente de onda plano sin inclinación están dadas por W(x, y). Esta inclinación es positiva cuando el frente de onda plano es como se muestra en la Figura 3a. La amplitud compleja en el plano de observación, donde los dos frentes de onda interfieren, es la suma de las amplitudes complejas de las dos ondas, como sigue:

$$E_1(x, y) = A_1(x, y)e^{ikW(x, y)} + A_2(x, y)e^{i(kx\sin\theta)}$$
(1)

Donde  $A_1$  es la amplitud del haz de luz del frente de onda bajo análisis,  $A_2$  es la amplitud del haz de luz con el frente de onda de referencia, y  $k = 2\pi/\lambda$ .



**Figura 3.** Perfil de dos frentes de onda: (a) uno plano y (b) y otro de una película delgada depositada sobre un substrato de vidrio.

Resulta mejor plantear el estudio de la interferencia recurriendo a la Irradiancia, debido a que puede medirse directamente utilizando una gran variedad de detectores, por lo tanto la Irradiancia es:

$$E_1(x, y). E_1^*(x, y) = A_1^2(x, y) + A_2^2(x, y) +$$



$$2A_1(x, y)A_2(x, y)\cos k[x\sin\theta - W(x, y)] \qquad (2)$$

donde el símbolo \* denota el conjugado complejo del campo eléctrico. Aquí se ha introducido opcionalmente una inclinación  $\theta$  alrededor del eje Y (inclinación que también podría ser alrededor del eje X o alrededor de ambos ejes a la vez). La función de Irradiancia, I(x, y), puede ser escrita como:

$$I(x,y) = I_1(x,y) + I_2(x,y) + 2\sqrt{I_1(x,y)I_2(x,y)}\cos k[x\sin\theta - W(x,y)]$$
(3)

Donde  $I_1(x, y)$  y  $I_2(x, y)$  son las irradiancias de los dos haces, y la diferencia de fase entre ellos está dado por  $\varphi = k(x \sin \theta - W(x, y))$ .

Por comodidad, la ecuación 3 es frecuentemente escrita como (Malacara, Servin, & Malacara, Interferogram analisys for optical testing, 2005):

$$I(x, y) = a(x, y) + b(x, y) \cos[\varphi(x, y)]$$
(4)

Utilizando la visibilidad de las franjas, la ecuación 4 puede también ser escrita como:

$$I(x, y) = a(x, y)(1 + v(x, y)\cos[\varphi(x, y)])$$
(5)

Donde a(x, y) es la irradiancia para un campo libre de franjas, cuando los dos haces son incoherentes el uno con el otro; y v(x, y) es la visibilidad de las franjas, definida por:

$$v(x,y) = \frac{I_{max}(x,y) - I_{min}(x,y)}{I_{max}(x,y) + I_{min}(x,y)} = \frac{b(x,y)}{a(x,y)}$$
(6)

El rango de visibilidad va de 0 a 1, donde interferogramas con visibilidad mayor a 0,2 son usualmente discernibles (Goodwin & Wyant, 2006), es decir se pueden distinguir los máximos de los mínimos.

En la Figura 4 se muestra el resultado de una simulación realizada en Matlab, que reproduce la interferencia entre un frente de onda plano con una inclinación de  $0,1513^{\circ}$  alrededor del eje x (Figura 4a), y un frente de onda W(x, y) (Figura 4b).



W(x, y) representa un frente de onda reflejado desde una superficie de película delgada (zona clara) depositada sobre un substrato de vidrio (zona oscura). La transición de niveles de gris de oscuro a claro, a lo ancho de la Figura 4b, representa un escalón de una altura de 0,33 µm, valor que corresponde a espesor de la película. Considerando la interferencia en un interferómetro por división de amplitud, con una fuente de luz LED de  $\lambda = 0,66 \,\mu m$  y debido al escalón que presenta W(x, y), se produce un corrimiento en el patrón de franjas de interferencia, tal como se observa en la Figura 4c. En el proceso de simulación se ha añadido ruido aleatorio sobre el frente de onda W(x, y), para hacer más real la simulación.



**Figura 4.** Simulación de la interferencia de dos frentes de onda: a) uno plano con inclinación alrededor del eje X y b) uno que representa a la superficie de una película delgada (zona clara) depositada sobre un substrato de vidrio (zona oscura) para producir un c) patrón de franjas de interferencia.

La Figura 5 muestra el perfil a lo largo de la columna  $y_c = 200$ , de ambos frentes que interfieren, ver Figura 4a y 4b, así como el perfil vertical del patrón de franjas de interferencia (Figura 4c). El código completo del programa de simulación denominado *Fringe pattern 2D*, se muestra en el Anexo A1.





**Figura 5.** Perfiles de: a) un frente de onda plano inclinado, b) un frente de onda W(x,y) y de c) un patrón de franjas unidimensional.

#### 2.2.1 Interferómetro de Michelson

Un patrón de interferencia I(x, y), descrito por las ecuaciones 4 y 5, es producido por un método basado en el Interferómetro de Michelson. El principio del interferómetro de Michelson, mostrado en la Figura 6, es bastante sencillo y es como sigue: Un haz emitido por una fuente de luz es dividido en dos haces de casi igual intensidad por un divisor de haz, uno de esos haces es dirigido hacia un espejo plano de referencia y el otro hacia la superficie de la muestra, los haces de luz producido por reflexión se combinan e interfieren. Puesto que las ondas de luz reflejadas por la superficie de la muestra y el espejo de referencia son emitidas por



la misma fuente de luz, estas ondas son mutuamente coherentes y consecuentemente se obtiene un patrón de interferencia de doble haz, sin tener contacto con la muestra.

En el interferómetro de Michelson clásico (Figura 6), la placa de vidrio insertada dentro del camino óptico entre el divisor de haz y el espejo de referencia, es de la misma composición y espesor del divisor de haz. Debido a la presencia de esta placa los haces de luz recorren distancias ópticas equivalentes.



**Figura 6.** Interferómetro de Michelson. Nikon MicroscopyU – Home Page. 2013. Recuperado de http://www.microscopyu.com/articles/interferometry/twobeam.html

Es importante notar que, una fuente de luz producirá franjas siempre y cuando la diferencia de camino óptico (DCO) entre los dos haces sea menor que la longitud de coherencia. Si la magnitud de la DCO entre los dos haces es mayor que la longitud de coherencia no se observaran franjas. Cuando la DCO tiende a cero, la visibilidad de las franjas alcanza un máximo (Goodwin & Wyant, 2006).

Basado en el principio de funcionamiento del interferómetro de Michelson se tiene un objetivo interferencial, como se muestra en la Figura 7. Un objetivo interferencial de baja amplificación (amplificación de 5X) es un nuevo tipo de objetivo desarrollado por la compañía Nikon. El uso de objetivos de baja amplificación tiene dos ventajas importantes. Primero, la distancia de trabajo es comparativamente grande (9 mm para un objetivo de 5x). Segundo, un amplio campo de visión puede ser observado con el beneficio de una gran profundidad de campo. La característica sobresaliente de este objetivo interferencial es el



hecho de que el centro del espejo de referencia se encuentra sobre el eje óptico de la lente objetivo. Para darse cuenta de esta característica, el espejo de referencia está ubicado sobre la superficie plana de un hemisferio. El ángulo de inclinación del espejo de referencia es ajustado por medio de dos tornillos que están detrás del hemisferio. Este objetivo interferencial, además, presenta un obturador para bloquear la luz procedente mediante reflexión del espejo de referencia con el propósito de identificar la procedencia de los haces que interfieren (Komatsu, Hiroshi; Fellers, Thomas; Davidson, Michael;, 2011).



Figura 7. Objetivo interferencial Nikon de baja amplificación (amplificación de 5X). (a) Diseño<sup>\*</sup>.
(b) Dimensiones y especificaciones. <sup>\*</sup> Nikon MicroscopyU – Home Page. 2013. Recuperado de <a href="http://www.microscopyu.com/articles/interferometry/twobeam.html">http://www.microscopyu.com/articles/interferometry/twobeam.html</a>.



#### 2.3 Métodos de medición de fase

La medición de fase en interferometría (PMI, por sus siglas en inglés) puede ser usado para medir directamente la fase de un frente onda en un interferómetro correspondiente a la diferencia relativa de camino óptico entre un haz bajo análisis y un haz de referencia. PMI es la técnica más utilizada para la medición de fase de un frente de onda en interferómetros, y las técnicas básicas han sido conocidas por varios años desde 1966 (Carré, 1966).

Las técnicas de PMI pueden ser divididas en dos categorías: aquellos que obtienen la información de fase secuencialmente, y aquellos que la obtienen simultáneamente. Los del primer grupo son conocidos como PMI temporal, y los del segundo grupo como PMI espaciales (Creath, 1993).

La técnica de medición de fase temporal desplaza la fase de un haz en el interferómetro con respecto al otro haz, y miden la intensidad de un interferograma en muchos cambios de fase relativos diferentes. Los interferogramas deben ser muestreados correctamente para obtener suficiente información para la reconstrucción del frente de onda.

Dos métodos comúnmente utilizados para el desplazamiento de fase en interferometría (PSI, por sus siglas en inglés) son: *stepping* y *ramping*. *Stepping* implica mover el espejo de referencia en varios pasos discretos y luego capturar y almacenar los interferogramas en un computador antes de desplazar el espejo de referencia a la siguiente posición. *Ramping* supone mover la superficie de muestra a una velocidad lineal con el tiempo (Cheng & Wyant, 1985).

Un cambio de fase es introducido moviendo el espejo de referencia o la superficie de muestra, que son empujados por un desplazador de fase. Un desplazador de fase (comúnmente un PZT) es usado para modificar el camino óptico entre los dos haces que interfieren. La técnica más común es el desplazamiento del espejo de referencia, pero en algunos casos es más conveniente y práctico desplazar la superficie de muestra. Tal es el caso, de un sistema interferométrico que utiliza un objetivo interferencial, como el mostrado en la Figura 7, en donde no es posible



desplazar el espejo de referencia, debido a que está encerrado por el encapsulado del objetivo interferencial.

Un interferograma que presenta un perfil sinusoidal (típico de interferometría de doble haz), sobre el cual se introduce un cambio de fase temporal. En tal caso, la ecuación (4) sería escrita como

$$I(x, y) = a(x, y) + b(x, y) \cos[\varphi(x, y) + \alpha(t)]$$

$$\tag{7}$$

donde  $\varphi(x, y)$  es la fase óptica y  $\alpha(t)$  es el cambio de fase introducido.

En el presente trabajo de tesis se ha convenido utilizar interferogramas con cambios de fase de  $\pi/2$  (90°), tal que, para un conjunto de cuatro interferogramas se tendrá

$$I_{1}(x, y) = a(x, y) + b(x, y) \cos[\varphi(x, y)]; \quad si \quad \alpha(t) = 0 \quad (0^{\circ})$$

$$I_{2}(x, y) = a(x, y) - b(x, y) \sin[\varphi(x, y)]; \quad si \quad \alpha(t) = \pi/2 \quad (90^{\circ}) \quad (8)$$

$$I_{3}(x, y) = a(x, y) - b(x, y) \cos[\varphi(x, y)]; \quad si \quad \alpha(t) = \pi \quad (180^{\circ})$$

$$I_{4}(x, y) = a(x, y) + b(x, y) \sin[\varphi(x, y)]; \quad si \quad \alpha(t) = 3\pi/2 \quad (270^{\circ})$$

Por otro lado, debido a la necesidad de obtener diferentes patrones separados en el tiempo, las técnicas de *PMI temporal* no pueden ser aplicados a procesos dinámicos o aplicado bajo condiciones adversas, debido a que es necesario que las magnitudes de a(x, y), b(x, y), y especialmente la fase  $\varphi(x, y)$  sean estacionarias (Dorrío & Fernández, 1999).

#### 2.3.1 Algoritmo de cuatro pasos de fase (four Step)

El conjunto de cuatro interferogramas descritos en las ecuaciones (8), son operados para obtener la fase en cada pixel de la imagen, mediante la siguiente ecuación

$$\varphi(x, y) = \tan^{-1} \left( \frac{I_4 - I_2}{I_1 - I_3} \right) \tag{9}$$



Esta expresión es el popular algoritmo, denominado *Four Step*, ya que para obtener la fase requiere de una secuencia de cuatro interferogramas con pasos de fase de  $\pi/2$ , fue desarrollado por Wyant en 1975 (Wyant J., Use of an ac heterodyne lateral shear interferometer with real-time wavefront correction systems, 1975). A pesar de ser una ecuación sencilla, es muy potente y es una forma simple de medir el mapa de fase de interferogramas. Así mismo, los efectos de ruido del patrón fijo y variaciones de ganancia a través del detector son cancelados como resultado de la sustracción y división, y del desarrollo de los cálculos sobre cada punto del detector, siempre que dichos efectos no sean tan grandes, que el rango dinámico del detector llegue a ser demasiado pequeño para ser utilizado.

#### 2.3.2 Algoritmo de Schwider – Hariharan (five step)

Este algoritmo fue desarrollado por Hariharan basado en el trabajo de Schwider (Hariharan, Oreb, & Eiju, 1987). Este algoritmo utiliza 5 interferogramas con cambios de fase relativos de  $\pi/2$ . El algoritmo de Schwider – Hariharan, es mucho menos sensible al error de calibración del desplazador de fase (Goodwin & Wyant, 2006).

El algoritmo *five step* (también conocido como *five-bucket*) es el algoritmo más utilizado en interferómetros comerciales. Este es una extensión del algoritmo *four step*, en el sentido que, el primer interferograma es sustituido por el promedio del primer y quinto interferograma (Surrel, 1993). El quinto interferograma es nominalmente igual al primero ya que corresponden a cambios de fase de  $2\pi$  y 0, respectivamente. Tal que, la expresión para la fase  $\varphi(x, y)$  queda definida de la siguiente forma

$$\varphi(x,y) = \tan^{-1} \left[ \frac{2(I_2 - I_4)}{2I_3 - I_5 - I_1} \right]$$
(10)



De forma similar, más interferogramas con cambios de fase  $\pi/2$ , pueden ser agregados para obtener algoritmos con mejoras adicionales en errores debido a cambios de fase incorrectos (Goodwin & Wyant, 2006).

#### 2.4 Desenvolvimiento de fase

Un problema principal en interferometría de doble haz es que los valores de fase obtenidos, por algoritmos de interferometría de paso de fase (Ecu. 9 y 10), solo están definidos en el módulo de  $2\pi$ . Notar que la función  $tan^{-1}$  está definido sin ambigüedad entre  $-\pi/2$  y  $+\pi/2$ . Sin embargo, mediante la evaluación de los signos del numerador (sin  $\varphi$ ) y denominador (cos  $\varphi$ ) de la tan  $\varphi$ , la fase puede ser calculada sin ambigüedad en el rango de  $-\pi$  y  $+\pi$ , como se muestra en la Figura 8A.

La discontinuidad mencionada en el párrafo anterior, pueden ser corregidas por el algoritmo explicado por Mitsuo Takeda (Takeda, Inn, & Kobayashi, 1982), para lo cual sigo aquí su trabajo desarrollado:

Se determina una distribución de *fase de compensación*  $\varphi_o(x, y)$ , que sumado a la distribución de fase discontinua  $\varphi_d(x, y)$  da como resultado una distribución de fase continua  $\varphi_c(x, y)$ :

$$\varphi_c(x, y) = \varphi_d(x, y) + \varphi_o(x, y) \tag{11}$$

El primer paso en la toma de esta determinación es calcular la diferencia de fase entre el *i*-esimo punto de muestreo y el punto que le precede, con el subíndice *i* que va desde 1 hasta N para cubrir todos los puntos de muestreo.

$$\Delta \varphi_d(x, y) = \varphi_d(x_i, y) - \varphi_d(x_{i-1}, y) \tag{12}$$

La variación de la fase es pequeño comparada con el intervalo de muestreo, la diferencia en valor absoluto  $|\Delta \varphi_d(x, y)|$  es mucho menor que  $2\pi$  donde la distribución de fase es continua. Pero se hace casi  $2\pi$  en los puntos donde ocurren saltos de fase de  $2\pi$ . De aquí, estableciendo un criterio apropiado para la



diferencia de fase absoluta, digamos  $0,9 * 2\pi$ , podemos especificar todos los puntos en los cuales toma lugar los saltos de fase de  $2\pi$  y también el sentido de cada salto de fase, positivo o negativo, que se define como correspondiente al signo de  $\Delta \varphi_d(x_i, y)$ .

El segundo paso es determinar secuencialmente la fase de compensación en cada punto de muestreo, empezando desde el punto  $x_0 = 0$ . Donde solo una distribución de fase relativa necesita ser determinada, inicialmente fijamos  $\varphi_0^x(x_0, y) = 0$ . Entonces establecemos  $\varphi_0^x(x_i, y) = \varphi_0^x(x_0, y)$  para i =1, 2, 3, ..., k - 1 hasta que el primer salto de fase es detectado en el k-esimo punto de muestreo. Si el sentido del salto de fase es positivo (denotado por ↑ en la Figura 8A), establecemos  $\varphi_0^x(x_k, y) = \varphi_0^x(x_{k-1}, y) - 2\pi$ , y si es negativa (denotado por  $\downarrow$ ), fijamos  $\varphi_0^x(x_k, y) = \varphi_0^x(x_{k-1}, y) + 2\pi$ . De nuevo empezamos a fijar  $\varphi_0^{x}(x_i, y) = \varphi_0^{x}(x_k, y)$  para i = k + 1, i = k + 2, i = m - 1hasta que ocurre el siguiente salto de fase en el m-esimo punto muestreado, donde desarrollamos la misma adición o sustracción de  $2\pi$ , como en el k-esimo punto de muestreo, con k ahora siendo reemplazado por m. Refrendando este procedimiento de adición o sustracción de fase de  $2\pi$  en los puntos de salto de fase, podemos determinar la distribución de fase compensación como se muestra en la Figura 8B, la adición del cual a  $\varphi_d(x, y)$  resulta una distribución de fase continua  $\varphi_c(x, y)$ como es mostrado en la Figura 8C.





**Figura 8.** (A) Distribución de fase discontinua  $\varphi_d(x,y)$ , (B) Distribución de fase compensación  $\varphi_o(x,y)$ , (C) Distribución de fase continua y/o fase desenvuelta  $\varphi_c(x,y)$ . Adaptado de "Fourier-transform method of fringe-pattern analysis for computer-based topography and interferometry" de Takeda, Ina and Kobayashi 1982, JOSA, Vol 72, p. 157.

Mientras el proceso de desenvolvimiento de fase en una dimensión deja poco variaciones. el problema dos dimensiones espacio para las en es significativamente más complejo. En una dimensión, si no hay información valida a lo largo de la trayectoria, no es posible desenvolver sin conocimiento adicional. En dos dimensiones, hay múltiples trayectorias para desenvolver la información, y el resultado alcanzado puede depender de la trayectoria tomada. Cuando tratamos con información ruidosa o degradada, el problema de desenvolvimiento llega a ser claramente significativo.



En dos dimensiones, hay múltiples trayectorias para desenvolver la data, y los resultados alcanzados pueden depender de la trayectoria elegida. Cuando se trata de datos con ruido y corrompido, el problema de desenvolvimiento llega a ser completamente significante y muchas publicaciones tratan con soluciones a aplicaciones específicas.

#### 2.5 Del frente de onda a la superficie

Una vez que la fase del frente de onda W(x, y) es conocida, la forma de la superficie puede ser determinada a partir de la fase óptica  $\varphi(x, y)$ , mediante relación:

$$W(x,y) = \frac{\lambda}{4\pi}\varphi(x,y)$$
(13)

donde  $\lambda$ , es la longitud de onda de la fuente de iluminación del sistema interferométrico. La ecuación 11 produce la distribución de alturas de la superficie *W* en una posición (*x*, *y*).

#### 2.6 Parámetros de rugosidad

Existe una amplia gama de opciones disponibles cuando se trata de sistemas de medición 3D, pero sistemas basados en microscopios probablemente son la mejor opción para mediciones de objetos con pequeños detalles. Y un método interferométrico de medición es mucho más conveniente por su incomparable precisión vertical y velocidad de medición. Dicho de otro modo, un microscopio 3D con interferometría de luz blanca (y/o LED) será la mejor elección cuando la medición de rugosidad es un parámetro importante (Harding, 2013). La tabla 1, lista los parámetros de rugosidad utilizados para cuantificar la rugosidad de una superficie óptica, tal como se muestra en la Figura 9.



Parámetro	Definición	Uso	
Ra	Rugosidad media (Altura media)	Da la rugosidad de la superficie de muestra	
Rt	Altura máxima de la superficie	Da la rugosidad global de la superficie.	
Rpv	Valor pico-valle	Da la diferencia entre la máxima profundidad de valles y la altura máxima de	
		picos del perfil de rugosidad.	

Tabla 1. Parámetros d	de rugosidad, o	definición y uso.
-----------------------	-----------------	-------------------



**Figura 9.** Detección de defectos para estudiar la rugosidad de una superficie. Tomado de "Digital Holographic Microscopy" de Tristan Colomb & Jonas Kühn, 2011, Optical Measurement of Surface Topography, p. 226.

Superficies ópticamente rugosas y suaves: Una superficie es ópticamente lisa si las variaciones de altura de la superficie son menores a  $\lambda/4$ . Por otra parte, una superficie es ópticamente rugosa si las variaciones de altura de la superficie son mayores a  $\lambda/4$  (Leach, 2011). Una prueba de rugosidad superficial absoluta (Goodwin & Wyant, 2006) asume que:

- La altura de la superficie es aleatoria
- Las estadísticas no varían sobre la superficie
- Las superficies de referencia y de prueba no están correlacionados

La Figura 10, muestra una simulación del proceso de obtención de un perfil de rugosidad (Figura 10c), a lo largo de una columna de una superficie muy similar a la mostrada en la Figura 4a. En donde, la Figura 10a muestra el perfil topográfico vertical de la superficie y la Figura 10b es el perfil de ondulación obtenido aplicando un filtro pasa banda al perfil topográfico (Figura 10a).





**Figura 10.** Extracción del perfil de rugosidad. (a) Perfil topográfico; (b) Perfil de ondulación; (c) Perfil de rugosidad producto de la sustracción de (a) menos (b). Adaptado de "Digital Holographic Microscopy" de Tristan Colomb & Jonas Kühn, 2011, Optical Measurement of Surface Topography, p. 228.

La resolución de la altura de medición, además del alcance de detección de la longitud de onda, también depende de la rugosidad del objeto probado y la distancia desde el punto de mejor enfoque (Yamaguchi , Yamamoto, & Kuwamura, 1998). Cualquier rugosidad superficial sobre la superficie de referencia provocara errores en la medición de rugosidad de la superficie de prueba.



### CAPÍTULO III. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

En el presente capítulo se muestra la metodología aplicada para el desarrollo de la investigación, así como también los detalles experimentales de los diferentes procedimientos y técnicas empleadas y descripción de los equipos y/o instrumentos utilizados. En la Figura 11 se ha esquematizado la propuesta metodológica abordada para el desarrollo de la presente tesis.



Figura 11. Esquema de la metodología desarrollada en la investigación.

#### 3.1 Etapa I: Configuración de arreglo interferométrico tipo Michelson

En esta etapa, se ha configurado un microscopio interferencial tipo Michelson para generar patrones de franjas de interferencia, los cuales se dan producto de la interferencia entre dos frentes de onda, uno que se refleja desde la superficie de una muestra de película delgada, y otro desde un espejo plano de referencia. El sistema interferencial tipo Michelson está compuesto principalmente de los siguientes componentes:

- 01 Objetivo interferencial, CF IC EPI Plan TI 5XA, f = 40 mm
- 01 Lente objetivo, f = 200 mm
- 01 Un divisor de haz tipo prisma
- 01 Tablero anti vibratorio de 29,5 cm x 29,5 cm

El arreglo interferométrico fue instrumentado por el Prof. Miguel Asmad (Asesor de tesis) y la compra de los componentes fue financiado con recursos provenientes del proyecto DGI 2012-0159 (Asmad, 2014). Se reporta un diagrama del arreglo


interferométrico tipo Michelson y las distancias de separación entre uno y otro elemento óptico dispuesto sobre el tablero anti vibratorio. Los diagramas y las distancias resumidas en tablas se muestran en la sección 4.1, las cuales van de forma consecutiva desde la posición de la fuente de luz hasta el plano imagen, posición donde se ubica una cámara CMOS que registra los patrones de interferencia. La distribución de los componentes ópticos y de la fuente luz tipo LED sobre el tablero anti vibratorio, es decir la posición de cada componente óptico respecto a la fuente de luz, ha sido modelado mediante la simulación de trazo de rayos en el software OSLO®.

## 3.1.1 Determinación de la longitud de coherencia de fuentes de luz LED

El tipo de luz utilizado en el Microscopio Interferencial para generar interferogramas fueron dos LEDs de alta potencia, con las especificaciones siguientes:

- 01 LED M530L3 que emite en el verde visible con una longitud de onda nominal de 530 nm, BW = 30 nm y potencia de salida de 370 mW (Thorlabs, Inc., 2015).
- 01 LED M660L3 que emite en el rojo oscuro visible con una longitud de onda nominal de 660 nm, BW = 25 nm y potencia de salida de 700 mW (Thorlabs, Inc., 2015).

Con las especificaciones del fabricante y la relación (Goodwin & Wyant, 2006) siguiente

$$L_c = \frac{\lambda_c^2}{\Delta \lambda} \tag{14}$$

se ha realizado el cálculo de la longitud de coherencia temporal para las dos fuentes de luz tipo LED, las que se han resumido en una tabla.



## 3.2 Etapa II: Control de PZT y adquisición de interferogramas

El desarrollo del sistema de automatización del microscopio interferencial tipo Michelson consiste en controlar vía software de forma sincronizada la deformación de un dispositivo piezoeléctrico (PZT) y la adquisición de interferogramas mediante una cámara CMOS. Esta etapa implica mover un soporte que sostiene el substrato con la película delgada a pasos discretos y luego capturar y almacenar un interferograma en un computador antes de mover el soporte a la siguiente posición. Tanto el control del piezoeléctrico, como la adquisición de interferogramas desde el sistema interferométrico se han realizado a través de un programa denominado *Fringe Pattern Acq*, que ha sido implementado en LabVIEW<sup>TM</sup>.

LabVIEW es un lenguaje de programación grafico que utiliza iconos en vez de líneas de texto para crear aplicaciones. En contraste con lenguajes de programación basados en texto, donde las instrucciones determinan la ejecución del programa, LabVIEW utiliza programación de flujo de datos, donde el flujo de datos determina la ejecución (National Instruments, 2013). En LabVIEW es posible construir una aplicación que interactúa con datos del mundo real a través de una interfaz de usuario con un conjunto de herramientas y objetos.

Se ha utilizado un controlador TPZ001 ( Thorlabs, Inc., 2015) de la marca Thorlabs con un rango seleccionable de salida de alto voltaje de 75 V, 100 V y 150 V; un PZT de la marca NEC TOKIN, modelo AE0203D08F (NEC/TOKIN, 2011), de dimensiones de  $3.5 \times 4.5 \times 10$  mm y con un desplazamiento máximo de 9.1 µm; una Cámara CMOS de la marca Thorlabs, modelo DCC1545M (Thorlabs Inc., 2015), monocromática, resolución de 1280x1024 pixels, una velocidad de adquisición de 25 cuadros por segundo (25 fps).

Se reporta el diagrama de control y automatización del microscopio interferencial tipo Michelson en el que muestra la disposición de los dispositivos y/o equipos contenidos en el arreglo interferométrico. Así también se describen los sub programas que conforman el programa *Fringe Pattern App* que incluye sus



respectivos diagramas de bloques desarrollados en LabVIEW<sup>TM</sup>, los cuales se muestran en el Anexo B.

## 3.3 Etapa III: Medición del desplazamiento de fase

Se ha utilizado el transductor piezoeléctrico (PZT), descrito en la sección 3.2, el cual está instalado en el sistema interferométrico para introducir pasos de fase mediante la modificación del camino óptico de la luz que se refleja desde la superficie a analizar. Teniendo en cuenta que los resultados de medición de fase han de ser obtenidos utilizando Interferometría de paso de fase (PSI) y que el PZT está asociado a dos problemas fundamentales: sensibilidad desconocida y no linealidad (Cheng & Wyant, 1985). Se ha analizado el cambio de fase introducido cuando el voltaje aplicado sobre el PZT varía en diferentes pasos discretos de voltaje con el objetivo de determinar el voltaje necesario que produce un cambio de fase aproximado de  $2\pi$ , así mismo se ha diseñado una rutina en MATLAB® para la búsqueda de interferogramas con pasos aproximados de  $\pi/2$ , es tal como se describe a continuación.

### 3.3.1 Cambio de fase vs. Voltaje suministrado al PZT

Se han capturado y almacenado interferogramas cuando el voltaje suministrado al transductor piezoeléctrico (PZT) cambia en pasos constantes de 0.1V, 0.2V y 0.3V comprendidos dentro de un intervalo de 0 - 8.4V. Cuando el paso de voltaje es de:

- 0.1V se almacenaron 85 interferogramas, donde el primer y último interferograma corresponde a 0.0V y 8.4V respectivamente.
- 0.2V se almacenaron 43 interferogramas, donde el primer y último interferograma corresponde a 0.0V y 8.4V respectivamente.
- 0.3V se almacenaron 29 interferogramas, donde el primer y último interferograma corresponde a 0.0V y 8.4V respectivamente.



En el presente trabajo de tesis se ha adquirido interferogramas que poseen de 3 a 6 franjas, así mismo los interferogramas almacenados por cada paso de voltaje fueron recopilados 3 veces de forma consecutiva con el objetivo de verificar que el cambio de fase introducido en un interferograma siempre es el mismo para un determinado voltaje. En todo el proceso de adquisición de interferogramas la carga que desplaza el PZT es la misma (una película delgada de SiC).

Con el propósito de medir el cambio de fase entre dos interferogramas se ha desarrollado en Matlab® el programa *Phase-vs-Volt.m.* Este programa correlaciona los perfiles de dos interferogramas  $I_0(x, y)$  y  $I_i(x, y)$ , donde i = 1, 2, 3, ..., n - 1 y n es el número total de interferogramas. La correlación cruzada (XCORR) mide la similitud (desfase) entre dos perfiles, para esto los perfiles de interferogramas deben tener cierta periodicidad, es decir los interferogramas deben poseer necesariamente franjas. El desfase representa el cambio de fase provocado por la variación de voltaje suministrado sobre PZT. Los cambios de fase entre  $I_0(x, y)$  y  $I_i(x, y)$  son registrados y se reportan gráficos de Cambio de fase vs. Voltaje suministrado al PZT por cada paso de voltaje en la sección 4.3.1.

## 3.3.2 Selección de interferogramas con paso de fase de $\pi/2$

Se ha desarrollado en Matlab® el programa *PSI 90Degree* para obtener interferogramas con paso de fase constante de  $\pi/2$ . Con el desarrollo de este programa ya no es necesaria la calibración del desplazador de fase (Transductor piezoeléctrico). *PSI 90Degree* comprende la secuencia detallada a continuación:

- Carga la primera imagen (*image0.bmp*) de una colección de interferogramas adquirido a un determinado paso de voltaje.
- El usuario ingresa el número de fila del interferograma que se ha de utilizar, el cual será el mismo para todo los demás interferogramas a analizar.
- Mediante la aplicación del algoritmo de la transformada rápida de Fourier (FFT) sobre el perfil seleccionado se determina su periodo espacial (Λ).



El periodo espacial de un patrón de franjas de interferencia es la distancia de separación en pixeles entre dos máximos y/o mínimos consecutivos.

El programa inicia la correlación entre los perfiles de los interferogramas I<sub>0</sub>(x, y) y I<sub>i</sub>(x, y), i = 1, 2, 3, ... k − 1, hasta que la diferencia de fase entre I<sub>0</sub>(x, y) y I<sub>k</sub>(x, y) sea de 90°, donde se detiene y prosigue con la correlación de I<sub>k</sub>(x, y) y I<sub>i</sub>(x, y), i = k + 1, ..., m − 1, hasta que nuevamente la diferencia de fase entre I<sub>k</sub>(x, y) y I<sub>m</sub>(x, y) también sea de 90°. Repitiendo una vez más este procedimiento se llega a encontrar el cuarto interferograma que cumple con la condición de desfase de 90° respecto a I<sub>m</sub>(x, y).

Se reporta interferogramas obtenidos de películas delgadas de TiO<sub>2</sub> y SiC con paso de fase de  $\pi/2$  con su respectivo error de fase en la sección 4.3.2. El código completo del programa *PSI 90Degree*, se muestra en el Anexo A3.

# 3.4 Etapa IV: Determinación de la topografía de películas delgadas

Esta etapa comprende la determinación de la topografía superficial de películas delgadas depositadas sobre substratos de vidrío. La reconstrucción topográfica en un espacio tridimensional busca determinar la rugosidad y singularidades que presenta la superficie de la película. En forma paralela, también se ha calculado la resolución lateral y vertical del arreglo interferométrico.

## 3.4.1 Resolución lateral del interferómetro

La *resolución lateral* es la máxima definición del espacio mínimo entre dos puntos localizados a la misma profundidad (Harding, 2013). En un interferograma (imagen bidimensional), la unidad de representación es el pixel y corresponde a pequeños cuadros que codifican un valor de intensidad. El cálculo de la resolución lateral del interferómetro se ha realizado mediante la formación de imagen de un target (rejilla de difracción) con frecuencia espacial de 40



líneas/mm, el cálculo comprende determinar la fracción de superficie contenida en un pixel. Así también considerando la resolución lateral y la resolución de la cámara CMOS (1024x1280 pixeles), se ha calculado el tamaño del área medida denominado *tamaño lateral*. Se reportan la resolución lateral y tamaño lateral en unidades de micrómetros en la sección 4.4.1.

# 3.4.2 Resolución vertical del interferómetro

Sea I(x, y), un interferograma con una sola franja orientada verticalmente, cuyo perfil de intensidad a lo largo de la fila  $x_i$  es representado por la Figura 12. En dicho interferograma la fase  $\varphi(x, y)$ , abarca valores de  $\pi$  a  $-\pi$  en forma lineal. De donde podemos afirmar lo siguiente: En un interferograma de ancho *a* y con una sola franja existirá un cambio de fase de  $2\pi$ . Utilizando esta relación se puede calcular el cambio de fase producido en un pixel (px), dado por la relación siguiente

$$\Delta \varphi = \frac{2\pi * px}{a} \tag{15}$$

donde px y a tienen unidades de pixel; y  $\Delta \phi$  representa el mínimo cambio de fase posible.

Así mismo, dada la relación existente entre la fase  $\varphi(x, y)$  y la DCO, expresada mediante la ecuación (13), se puede determinar la menor variación posible en distribución de alturas, tal que

$$dh = \frac{\lambda px}{2 a} (\# fringes) \tag{16}$$

donde *dh* representa la resolución vertical.





Figura 12. Perfil de intensidad de un interferograma con una sola franja orientada verticalmente.

La *resolución vertical* es la máxima definición en la distribución de alturas de una superficie, la cual está representada por la DCO. Se reporta un gráfico de Resolución vertical vs. Numero de interferogramas en la sección 4.4.2.

# 3.4.3 Determinación de la topografía superficial de películas delgadas

En el presente trabajo de tesis se ha determinado la topografía superficial de las siguientes muestras:

- O1 Película delgada de TiO<sub>2</sub>, fabricada mediante técnicas de evaporación en alto vacío, por el Laboratorio de Películas delgadas – PUCP (Figura 13a).
- 02 Películas delgadas de SiC, fabricadas mediante técnicas de sputering en el Laboratorio de Ciencias de los Materiales – PUCP (Figura 13b y 13c).





(b)





**Figura 13.** Fotografía de muestras de películas delgadas de  $TiO_2$  (a), y SiC (b) y (c). Muestras utilizadas para determinar su topografía superficial en las zonas marcadas con un círculo.

La morfología de películas delgadas de  $TiO_2$  y SiC fue medida a partir de la fase óptica codificada en patrones de franjas de interferencia. El proceso de evaluación de fase y posterior transformación a relieve superficial se ha llevado a cabo mediante un programa denominado *WavefrontToSurface.m*, desarrollado en MATLAB®. El programa comprende los siguientes pasos:

**Paso 1.** El programa carga el archivo *PhaseData.txt*, que contiene la fase  $\varphi(x, y)$ , previamente medida y almacenada en un directorio especifico por el programa *PSI 90Degree*.

**Paso 2.** Desenvolvimiento de la fase  $\varphi(x, y)$ , mediante el uso de la sub rutina *unwrap.m.* Esta sub rutina está disponible en MATLAB® y desenvuelve la fase únicamente en una dimensión. En el caso de un mapa de fase bidimensional, el algoritmo de desenvolvimiento debe ser operado sobre cada una de las filas y luego sobre cada columna del mapa de fase.

**Paso 3.** Aplicación de un *filtro mediana* sobre las zonas ruidosas de  $\varphi(x, y)$ . Zonas, que debido a la abrupta variación de fase, no pueden ser desenvueltas con el algoritmo utilizado en el paso 2. Este paso es opcional, el filtro será útil siempre y cuando, la fase no pueda ser desenvuelta, en caso de utilizar el filtro se debe regresar al paso 1, y repetir el proceso.

**Paso 4.** Extracción de la portadora mediante la sustracción del plano inclinado  $kx \sin \theta$ , descrito en la ec. 2. A fin de obtener, solo, la información del frente de onda W(x, y).



*Paso 5.* Conversión de fase a relieve superficial mediante la ecuación 13. Visualización en un espacio tridimensional de la superficie reconstruida con el objetivo de observar sus características, tales como: rugosidad, singularidades de la superficie y estimar su espesor.

La película de TiO<sub>2</sub> fue analizada con la fuente de luz LED M530L3 mientras que las de SiC fueron analizadas con luz LED M660L3. Se reportan gráficos tridimensionales con escalas de color para la distinción de alturas en la sección 4.4.3, así mismo el código completo del programa *WavefrontToSurface.m* se muestra en el Anexo A4.

#### 3.5 Etapa V: Evaluación de los resultados obtenidos

Esta etapa comprende el proceso de estimación del espesor de una película delgada utilizando un gráfico tridimensional de topografía superficial; así también la evaluación de este parámetro mediante la comparación de medidas con otras técnicas disponibles en el medio local. A partir de la validación de resultados se ha estructurado una idea de negocios capaz de competir dentro del mercado local.

# 3.5.1 Medición del espesor de una película delgada

El espesor de una película delgada se ha determinado mediante la diferencia entre dos planos ubicados convenientemente sobre un gráfico tridimensional de película delgada (Garzón Reyes, 2005), tal que: Un plano  $(x, y, z_p)$  está conformado por el promedio de alturas correspondiente a una zona representativa de superficie de película delgada y otro plano  $(x, y, z_s)$  está conformado por el promedio de alturas correspondiente a una zona representativa de la superficie de substrato de vidrio, como se muestra en la Figura 13a, donde *t* representa el espesor de la película delgada. Donde los sub indices *p* y *s* hacen referencia a las topografías de pelicula delgada y substrato de vidrio respectivamente.





Figura 14. Espesor de una película delgada con relieve superficial no uniforme.

Los cálculos estadísticos de promedio y desviación estándar para obtener los planos  $(x, y, z_p)$  y  $(x, y, z_s)$  sobre una topografía superficial 3D han sido determinados mediante el uso de MATLAB®. Para cada película delgada se reporta su espesor (t) e incertidumbre de medición respectiva  $(\sigma_t)$  resumida en una tabla. El parametro  $\sigma_t$  es la medición de la rugosidad que presenta la superficie de pelicula delgada.

#### 3.5.2 Comparación con otras técnicas

Además de medir el espesor de películas delgadas de  $TiO_2$  y SiC mediante el procedimiento descrito en la sección anterior, se ha mandado a analizar las muestras con otras dos técnicas de medición disponibles con los que se cuenta en los Laboratorios PUCP. La medición del espesor se ha realizado sobre la misma zona en que fue medida con el método interferométrico. Las técnicas utilizadas fueron las siguientes:

## 3.5.2.1 Microscopía electrónica de barrido (SEM)

La medición del espesor de películas se realizó en el Laboratorio de Materiales, Sección de Ingeniería Mecánica – PUCP, utilizando un microscopio Fei, modelo Quanta – 650. Para medir el espesor, las muestras de películas delgadas de TiO<sub>2</sub>



y SiC han sido cortadas en porciones de  $1,00 \text{ cm}^2$  y posteriormente han sido ubicadas sobre un porta muestra tal que la sección transversal película – substrato quede expuesta hacia el visor del SEM. Finalmente, mediante la lectura directa sobre una imagen a escala obtenida con el SEM de la sección transversal película – substrato, se tiene la magnitud del espesor para cada película delgada.

## 3.5.2.2 Método de la envolvente

La medición del espesor de películas delgadas se ha llevado a cabo en el Laboratorio de Ciencias de los Materiales, Sección Física – PUCP. Se ha utilizado el método de la envolvente aplicado sobre una gráfica de transmisión espectral (Figura 15), con tal propósito se ha medido la transmitancia de la muestra de película delgada depositado sobre substrato de vidrio sobre tres zonas diferentes. Es relativamente fácil calcular la reflectancia (R) y transmitancia (T) conociendo el espesor d y el índice de refracción n de la película. Sin embargo, es mucho más complicado determinar d y n a partir de R y T. (Flory & Escoubas, 2004)



Figura 15. Transmisión espectral de una película delgada transparente.

El método de la envolvente es una forma inteligente de interpretar espectros de transmisión óptica para la obtención del índice de refracción  $n(\lambda)$ . Este método fue desarrollado por Swanepoel (Swanepoel, 1983). A partir del espectro de



transmisión se construyen envolventes alrededor de la transmisión máxima y mínima. Luego, las envolventes alrededor de los máximos y mínimos son consideradas como espectros continuos vs longitud de onda,  $T_{max}(\lambda)$  y  $T_{min}(\lambda)$ , respectivamente. n y k (coeficiente de extinción) pueden ser calculados desde  $T_{max}$  y  $T_{min}$  en cada longitud de onda. El método de la envolvente es muy útil y puede ser aplicado a cualquier espectro de transmisión que muestre franjas de interferencia considerables (Poelman & Smet, 2003).

Si  $n_1$  y  $n_2$  son los índices de refracción en dos máximos (o minimos) adyacentes en  $\lambda_1$  y  $\lambda_2$ , el espesor de una película delgada está dado por (Swanepoel, 1983):

$$d = \frac{\lambda_1 \lambda_2}{2(\lambda_1 n_2 - \lambda_2 n_1)} \tag{17}$$

Los resultados del proceso de medición del espesor de películas delgadas con las diferentes técnicas y/o métodos utilizados en la presente tesis fueron cuidadosamente realizados sobre la misma zona y/o porción de película. Es decir, la zona que fue medida con el método interferométrico, fue la misma zona donde se realizó la medición con las otras dos técnicas. Se reporta las medidas de espesor resumido en una tabla a fin de hacer la comparación de resultados entre el método interferométrico y el método de la envolvente y SEM a fin de verificar la validez de nuestras medidas.

#### 3.5.3 Idea de negocio

Considerando el alcance del presente trabajo de tesis de maestría, se ha elaborado una idea de negocio con proyección y aplicación en un futuro próximo. Se propone implementar el servicio determinación de micro-topografía superficial de películas delgadas mediante microscopía interferencial, este servicio será una alternativa al SEM. El servicio permitirá aprovechar el arreglo interferométrico y las aplicaciones desarrolladas mediante una aplicación directa y/o indirecta. El prototipo del plan de negocio comprende:

• El modelo de negocio y sus acciones estratégicas.



- La viabilidad económica financiera del proyecto empresarial.
- La imagen general de la empresa ante terceras personas.

El documento completo de Idea de Negocios se detalla en el Anexo C.





# CAPÍTULO IV. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

#### 4.1 Microscopio interferencial tipo Michelson

Un esquema del microscopio interferencial usado, tipo Michelson, se muestra en la Figura 16. El diagrama de trazo de rayos muestra el sistema de iluminación de la muestra y el proceso de interferencia, así como el sistema de visión microscópica. La luz, procedente de una fuente LED, pasa a través de un primer divisor de haz (DH<sub>1</sub>), enseguida a través de un objetivo interferencial (enmarcado con líneas punteadas), en donde se da la interferencia por división de amplitud mediante un divisor de haz interno (DH<sub>2</sub>), los dos frentes de onda divididos se reflejan, uno desde un espejo plano de referencia interno ( $E_R$ ) y otro desde una superficie de muestra (Objeto).



**Figura 16.** Diagrama del trazo de rayos del sistema de iluminación y de visión en el microscopio interferencial tipo Michelson.

El objeto es amplificado 5 veces (5x) por la combinación del objetivo interferencial ( $f_1$ ) y la lente objetivo ( $f_2$ ). La imagen del objeto, superpuesto con



franjas de interferencia es desviada hacia una lente imagen  $(L_2)$  por el divisor de haz externo  $(DH_1)$  y forma su imagen en un plano, en donde se ubica una cámara CMOS.

La Figura 17 muestra un esquema del sistema de iluminación, considerando las superficies y espacios desde la posición del LED, tomado como objeto, hasta el plano imagen CMOS. El esquema muestra dos trayectos del mismo rayo de luz: En la parte superior, el trayecto desde la fuente de luz hasta una *superficie reflectante plana* y en la parte inferior, el trayecto de retorno desde esta superficie hasta el divisor de haz y luego hasta el plano imagen. El espesor, radio de apertura y material de cada una de las superficies, tal como podrían simularse en el programa OSLO®, están resumidas en la Tabla 2. Un trazo de rayos aproximado se muestra en la Figura 16, asumiendo que todas las lentes son *lentes perfectas*, debido a que no se tiene información sobre los radios de curvatura y espesor de dichas lentes. Así mismo se desconoce las distancias de separación entre superficies en el interior del objetivo interferencial, dichas distancias se han asumido considerando la geometría del dispositivo.



**Figura 17.** Diagrama de superficies que atraviesa el rayo de luz desde la posición del objeto  $(S_{obj})$  hasta el plano imagen en el sistema interferométrico.



ſ	SPF	Grosor TH	Radio de apertura	Material
Ī	OBJ	150	0.01	AIRE
-	1	25	25	BK7
	2	0	20	AIRE
-	3	60	20	AIRE
Ī	4	0	10	LENTE PERF
Ī	5	20	10	AIRE*
Ī	6	0	5	AIRE(AST)*
Ī	7	10	5	BK7*
Ī	8	20	8	AIRE*
ľ	9	0	10	AIRE
Ī	10	0	10	REFLECT
Ī	11	-20	10	AIRE
	12	-10	5	BK7*
_	13	-20	5	AIRE*
	14	0	10	LENTE PERF
	15	-60	20	AIRE
	16	-12.5	20	BK7
	17	0	$20\sqrt{2}$	REFLECT (45°)
-	18	12.5	20	BK7
	19	40	10	AIRE
ľ	20	0	0	LENTE PERF
ľ	21	160	20	AIRE
	22		SOL(ALT)	PLANO IMAG

 Tabla 2. Espesor, radio de apertura y material de las superficies desde objeto hasta el plano

 imagen en el sistema interferométrico.

\*Superficies que se encuentran en el interior del objetivo interferencial.

En la Figura 18 se muestra la distribución de superficies desde la superficie de muestra hasta el plano imagen. En dicha figura se muestra el trayecto del rayo de luz desde que se refleja en la superficie de muestra hasta el plano imagen. En la Tabla 3 se ha resumido el espesor, radio de apertura y material de cada una de las superficies tal como podrían simularse en el programa OSLO®. Esta distribución de superficies corresponde al segundo brazo del interferómetro, el primer brazo se muestra en la parte inferior de la Figura 17.





**Figura 18.** Diagrama de superficies que atraviesa el rayo de luz desde la superficie de muestra hasta el plano imagen en el sistema interferométrico.

 Tabla 3. Espesor, radio de curvatura y material de las superficies desde la superficie de muestra hasta el plano imagen dentro en el sistema interferométrico.

SPF	Grosor TH	Radio de apertura	Material
OBJ	16	2	AIRE
1	10	10	BK7*
2	33	5	AIRE*
3	0	4	GLASS1
		200	(L_PERF)
4	40.1	12.5	AIRE
5	12.5	12.5	BK7
6	0	$12.5\sqrt{2}$	REFLECT
7	-12.5	12.5	BK7
8	-60	12.5	AIRE
9	0	25	LENTE
10	160	10	AIRE
11	-	SOL(ALT)	PLANO IMAG

\* Superficies que se encuentran en el interior del objetivo interferencial.

La Figura 19 muestra, el arreglo implementado del microscopio interferencial tipo Michelson en el laboratorio de Óptica – PUCP, el cual fue instrumentado siguiendo los diagramas de las Figura 17 – 18, y respetando las distancias de separación entre las superficies listadas en las tablas 2 y 3. Sobre dicha figura



están rotulados los nombres de los principales componentes ópticos y de los que son visibles al exterior. Por otra parte, un tubo oscuro se ha instalado como accesorio de la cámara CMOS, el propósito de este tubo es impedir que luz proveniente directamente del LED y de fuentes externas ingresen a la cámara CMOS, de esta forma, evitar la saturación de la cámara y trabajar sin la necesidad de tener las luces del laboratorio apagadas.



**Figura 19.** Microscopio interferencial tipo Michelson implementado en el Laboratorio de Óptica – PUCP.

#### 4.1.1 Longitud de coherencia de fuentes de luz LED

La longitud de coherencia  $(L_c)$  representa la coherencia temporal de una fuente de luz. En la Tabla 4 se lista los valores de  $L_c$  calculado para las dos fuentes de luz LED utilizados para iluminar el Microscopio Interferencial.



Fuente	$\lambda_c \ (nm)^*$	$\Delta\lambda$ (nm)**	<i>L<sub>c</sub></i> (μm)
LED M530L3	530	30	9,4
LED M660L3	660	25	17

**Tabla 4.** Longitud de coherencia de las fuentes de luz utilizada para iluminar el sistema interferométrico.

\* Longitud de onda nominal. \*\* Ancho de banda espectral.

Además de la  $L_c$ , la distancia de separación entre el extremo del objetivo interferencial y la superficie de la muestra (S<sub>obj</sub> – S<sub>1</sub>, Figura 18) debe ser un valor próximo a 9 mm, esta es la distancia de trabajo del objetivo interferencial tipo Michelson de amplificación 5X (ver sección 2.2.1).

# 4.2 Adquisición de interferogramas con paso de fase

La Figura 20 muestra el diagrama de la distribución de componentes y/o dispositivos que se han utilizado para producir y registrar cambios de fase en interferogramas obtenidos desde un microscopio interferencial tipo Michelson. Este arreglo experimental se ha empleado para determinar la topografía superficial de películas delgadas. Tanto la cámara CMOS como el controlador TPZ001 están conectados a un computador a través de puertos USB.

El proceso de adquisición de interferogramas desde el sistema interferencial (Figura 20) se realiza con el programa *Fringe Pattern App*. Previo al proceso de implementación del programa *Fringe Pattern App*, se ha instalado los controladores de la cámara CMOS (uc480 Viewer) y el controlador TPZ001 (Thorlabs APT User), los que se han utilizado para la adquisición de interferogramas con cambio de fase de forma controlada. Es conveniente verificar el correcto funcionamiento de ambos dispositivos conectados a un computador mediante conexión USB, debido a que si por algún motivo no marcha correctamente (falla de software y/o hardware), el programa *Fringe Pattern App* no funcionara.





**Figura 20.** Diagrama del arreglo experimental utilizado para registrar cambios de fase producidos por la deformación de un dispositivo PZT.

El programa *Fringe Pattern App* está conformado por un sub programa: *uc480 Get Image* para la adquisición de interferogramas. Este programa se ha diseñado para controlar la cámara CMOS, con esta aplicación se ha adquirido y almacenado interferogramas con una resolución de 1280x1024 pixeles. Los interferogramas han sido almacenadas en un computador, en un directorio especificado por el usuario, en formato de mapa de bits (.BMP) y digitalizadas en 8 bits es decir imágenes con variaciones en intensidad de 256 niveles de gris, en donde 0 y 255 representan los niveles de intensidad mínima y máxima respectivamente. La Figura 21 muestra el panel frontal del sub programa *uc480 Get Image* y en la Tablas 4 y 5 se describen los parámetros de entrada y salida respectivamente.





Figura 21. Vista del panel frontal del programa uc480 Get Image.

Parámetro de entrada	Descripción
Session In	Especifica el nombre de la cámara que se desea utilizar, el valor por
	defecto es cam0. Cuando más de una cámara están conectadas al
	computador, se debe seleccionar el dispositivo correcto y para
	identificarlo se utiliza la herramienta Measurement & Automation
	Explorer de National Instruments (NI), mediante esta herramienta es
	posible visualizar todos los dispositivos de adquisición de imágenes
	conectados a la PC y que pueden ser controlados desde LabVIEW.
error in	Describe las fuentes de error que ocurren antes de inicializar el
	programa. De existir algún error (Falla de software y/o hardware), el
	programa no ha de iniciar.

Tabla 5. Parámetros	s de entrada de	uc480 Get Image.
---------------------	-----------------	------------------



Parámetro de entrada	Descripción
Image	Visualización del estado de la cámara.
error out	Contiene información de errores. Si error in indica que un error ocurrió
	antes de correr el programa uc480 Get Image, error out contiene la
	misma información de error. De otra manera, error out describe el
	estado de error que produce el programa en ejecución.

Tabla 6. Parámetros de salida de uc480 Get Image.

El programa *Fringe Pattern App* contiene las secuencias idóneas para el control del controlador TPZ001, mediante el cual se provoca la deformación del dispositivo PZT. El controlador TPZ001 cuenta con interfaz de programación ActiveX®, un conjunto de técnicas y herramientas de programación orientada a objetos, mediante el cual se logra establecer comunicación con el controlador TPZ001 para el control del mismo.

Especificando el número de serie del controlador TPZ001 (S/N 81857565) en las herramientas de programación ActiveX, dentro de LabVIEW, se efectúa llamadas a funciones de código, propiedades y eventos que han sido utilizados para exponer la funcionalidad de variación de voltaje en pasos discretos y en tiempos programados por el usuario.

Otro sub programa utilizado es *Return Code Insertation*, el cual está desarrollado en el documento User Guide to LabVIEW & APT (Thorlabs, Inc., 2015). Este sub programa indica el tipo problema que impide ejecutar con éxito el programa *Fringe Pattern App*, mediante un código de error que hace referencia a la documentación del controlador. El método de código retorno necesita ser insertado dentro del grupo de errores (cluster errors) de LabVIEW para ser admitido por otros programas desarrollados por el mismo software.

Ambos sub programas (*uc480 Get Image* y *Return Code Insertation*) se han integrado dentro del programa que hemos denominado *Fringe Pattern App*, con el cual se ha realizado la adquisición de interferogramas con cambio de fase desde el arreglo interferométrico tipo Michelson y controlado desde un computador. La Figura 22 muestra el panel frontal del programa *Fringe Pattern App*. Por el lado



izquierdo está la interfaz de usuario de control del controlador TPZ001 y por el lado derecho está la pantalla de visualización de la imagen adquirida por la cámara CMOS. Dicha imagen corresponde a un patrón de franjas de interferencia obtenido cuando la superficie de muestra es una película delgada de TiO<sub>2</sub>.

Ta Fringe Pattern App.vi				
Eile Edit View Project Operate Tools Window Help				
Image quantity Step Size (V) \$5 0.1 MG17Piezo Stc 81857565: V2.4.0(2.0.4)	File path D:\Users\laboptl\OneDrive\Workspace\Image IIM\Test Film 5 CMOS camera			
Image: Construction       Output       Voltage Range         Volts       Volts       Image: Construction         Jog       Open Loop       Closed Loop         Driver: TPZ001: Plezo Drive       Image: Construction       Image: Construction         Jog Stars: 0.10 (V)       Image: Construction       Image: Construction         Image: Construction       Image: Construction       Image: Construction				
Current condition	1280x1024 0.24X 32-bit RGB image 63,63,63 (1065,20)			
Espera 1 seg	-			
٠ III				

Figura 22. Vista del panel frontal del programa Fringe Pattern App.

Parámetro de entrada	Descripción	
Image quantity	Número de interferogramas	
fStepSize	Tamaño del paso de voltaje	
File Path	Directorio donde se guardarán los interferogramas	
Error in	Describe las fuentes de error que ocurren antes de inicializar el	
	programa. De existir algún error (Falla de software y/o hardware), el	
	programa no ha de iniciar	

Tabla 7. Los parámetros de entrada de Fringe Pattern App.

Tabla 8. Los parámetros de salida de Fringe Pattern App.

Parámetros de salida	Descripción
MG17Piezo	Interfaz gráfica del controlador TPZ001
CMOS camera	Visualización del estado de la cámara
pfVoltaje	Lectura del voltaje de salida del controlador TPZ001



Current condition	Estado actual del proceso
error out	Contiene información de errores. Si error in indica que un error ocurrió
	antes de correr el programa uc480 Get Image, error out contiene la
	misma información de error. De otra manera, error out describe el estado
	de error que produce el programa en ejecución.

El funcionamiento del programa *Fringe Pattern App* es de la siguiente forma: La rutina depende del número de interferogramas que se desea adquirir y del paso de voltaje con el que se incrementara el voltaje suministrado al dispositivo PZT. Por ejemplo, se desean adquirir 85 interferogramas en pasos de 0,1 V; previamente ya iniciado los controladores de la cámara CMOS y del controlador TPZ001, el programa comienza con la captura y almacenamiento de una imagen para el valor inicial del voltaje (por defecto 0,0 V), luego de un retraso temporal de 0,5 s, el programa, mediante el controlador TPZ001, incrementa el voltaje en un paso de 0,1 V para deformar el dispositivo PZT, espera 1,0 s, tiempo necesario para estabilizar la base que contiene la muestra y finalmente otro retraso temporal de 0,5 s. Este proceso se ha de repetir 85 veces siguiendo un while loop.

El diagrama de bloques de los tiempos del proceso de adquisición de interferogramas se muestra en la Figura 23. El tiempo total de adquisición de un interferograma es 2,0 s. Los tiempos han sido programados de acuerdo a la velocidad de respuesta de los equipos controlados a través de ensayos de prueba - error. Si bien la cámara utilizada puede captar hasta 25 imágenes por segundo, el computador no puede adquirir y guardar imágenes a tal velocidad. El tiempo que tarda el programa en obtener un interferograma es adecuado para determinar la topografía superficial de películas delgadas.



**Figura 23.** Diagrama de bloques del proceso de adquisición de interferogramas con cambios de fase introducido por un dispositivo PZT.



Al aplicar un voltaje sobre el dispositivo PZT, este se deformara en cualquier dirección, por tal motivo este ha sido instalado dentro de un carril para restringir su deformación en una sola dirección. Dicho carril ha sido diseñado tal que: cuando el controlador TPZ001 genere un cambio de voltaje sobre los terminales del PZT, la deformación de este último, logre mover (alejar o acercar) el soporte que contiene la muestra hacia o desde el objetivo interferencial. Así mismo, el PZT está ajustado de un lado por la base del soporte que contiene la muestra y por otro lado a un tornillo micrométrico, tal como se muestra en la Figura 24.



**Figura 24.** El dispositivo PZT ubicado dentro de un carril, el cual restringe su deformación en una sola dirección.

La función del tornillo micrométrico es hacer el ajuste correcto para visualizar franjas de interferencia. En la posición mostrada en la Figura 24 se podrá ver franjas para  $\lambda = 660 nm$ . Mientras dure el proceso de adquisición de interferogramas, tanto el tornillo micrométrico como todo el sistema interferométrico no deben ser manipulados, ya que estaríamos introduciendo errores en los cambios de fase. Esto se puede observar en el estado de la cámara del programa *Fringes Pattern App*.

En todos los procesos de adquisición de imágenes se ha realizado el análisis de visibilidad de interferogramas V(x, y). Este análisis consiste en determinar la magnitud de la visibilidad mediante la ecuación (6). Se encontrado que, en todos los casos analizados, la magnitud de la visibilidad es mayor igual a 0,5. Este es un



requisito importante para que el procesador de imágenes de Matlab pueda discernir los interferogramas capturados para procesarlos y evaluar su fase.

## 4.3 Interferogramas con paso de fase de $\pi/2$

## 4.3.1 Cambio de fase vs. Voltaje suministrado al PZT

Los cambios de fase introducidos en un patrón de franjas de interferencia producto de la variación del voltaje aplicado sobre un PZT, se muestran en las Figuras 25 - 27. La variación de voltaje se ha dado en pasos de 0,1 V; 0,2 V y 0,3 V. La variación de voltaje por cada paso se ha realizado en 3 mediciones diferentes.



**Figura 25.** Cambio de fase introducido sobre un interferograma cuando el voltaje suministrado al piezoeléctrico aumenta en pasos de 0,1 V.





**Figura 26.** Cambio de fase introducido sobre un interferograma cuando el voltaje suministrado al piezoeléctrico aumenta en pasos de 0,2 V.



**Figura 27.** Cambio de fase introducido sobre un interferograma cuando el voltaje suministrado al piezoeléctrico aumenta en pasos de 0,3 V.

Analizando la gráfica de la Figura 25 se tiene que: en un primer test se produce un cambio de fase de 86° cuando el voltaje suministrado sobre el PZT es de 1.7 V, en un segundo test se produce un cambio de fase de 89° cuando el voltaje suministrado sobre el PZT es de 0.6 V y en un tercer y último test se produce un



cambio de fase de 91° cuando el voltaje suministrado sobre el PZT es de 1.4 V. Esta observación revela que para un mismo voltaje aplicado sobre el PZT el cambio de fase producido no es el mismo, en algunos casos los valores obtenidos difieren bastante, como sucede con los cambios de fase representados por la curva del segundo test respecto al primer y tercer test, cuando el paso de voltaje es 0,1 V.

En la gráfica de la Figura 26 se observa un comportamiento similar a la gráfica de la Figura 25, en este caso los cambios de fase representados por la curva del primer test son menores respecto al segundo y tercer test. No obstante, en la gráfica de la Figura 27, los valores de cambios de fase son muy próximos entre sí para las 3 mediciones, en un intervalo de voltaje de 0 V – 4,5 V, de ahí en adelante los cambios de fase comienzan a diferir entre sí en mayor magnitud. Sin embargo, las tres gráficas revelan que un cambio de fase de 270° ( $3\pi/2$ ) se produce cuando el voltaje aplicado sobre el PZT es menor o igual a 7.0 V.

## 4.3.2 Interferogramas con paso de fase $\pi/2$

Un interferograma digitalizado es una matriz bidimensional compuesta de filas y columnas, donde una fila de dicha matriz representa un perfil horizontal. Como se ha mencionado en la sección 3.3.2, el perfil debe ser periódico y además tener cruce por cero, puesto que estas son condiciones necesarias para utilizar la *Correlación Cruzada*. Todos los interferogramas utilizados en la presente tesis poseen intensidad de fondo a(x, y), es decir sus perfiles no tienen cruce por cero.

La eliminación de la intensidad de fondo a(x, y), se efectúa mediante la sustracción del promedio de intensidades del perfil. La Figura 28a muestra el perfil de un interferograma con cruce por cero. En la Figura 28b se muestra la transformada de Fourier (TF) del perfil del interferograma anterior. La TF nos da información de la frecuencia espacial y periodo espacial para un perfil horizontal. En el caso del perfil mostrado en la Figura 28a, se tiene una frecuencia espacial es 5 franjas/interferograma y su periodo es de 256 pixeles, es decir que este



interferograma, representado por su perfil, tiene 5 franjas claras y/o oscuras y que la separación entre las franjas claras y/o oscuras es de 256 pixeles.



**Figura 28.** Captura de una ventana del programa *PSI 90Degree*, donde se muestra el perfil del interferograma *image0.bmp* (a) y la transformada de Fourier del perfil (b) para el cálculo de la frecuencia espacial y periodo espacial.

El objetivo de utilizar la TF es determinar la frecuencia espacial  $(f_0)$  de un interferograma con perfil sinusoidal y con esto calcular el periodo ( $\Lambda$ ) mediante la relación inversa que existe entre ambas variables ( $f_0 = 1/\Lambda$ ). El periodo es calculado en pixeles y luego es convertido a grados tal que el cambio de fase pueda ser expresado en grados y no en pixeles. No obstante, la frecuencia se ha de utilizar para extraer la portadora de fase, como veremos más adelante en la sección 4.4.3.

Con el propósito de obtener mejores resultados del programa *PSI 90Degree* se ha utilizado perfiles de interferogramas donde los cambios de intensidad no son excesivamente abruptos y se pueda discernir visualmente una sinusoide. Esto es posible en una zona del interferograma donde las franjas de interferencia tienden a ser rectas y están libres de deformación.



El programa *PSI 90Degree* ha seleccionado dentro de un conjunto de interferogramas a 4 o más de ellas, con un paso de fase de 90°. La selección de tales interferogramas se ha realizado mediante la medición del desfase entre los perfiles de un interferograma y otro consecutivo, utilizando la correlación cruzada. La Figura 29 muestra el proceso de medición de desfase entre los interferogramas *image0.bmp* e *image6.bmp*; en la parte superior de la Figura se muestra los perfiles que corresponden a la misma fila de ambos interferogramas, en la parte inferior de la imagen se muestra el grafico de la correlación cruzada de ambos perfiles, el pico máximo expresa el desfase existente entre ambos perfiles, en este caso el desfase es de 90°, cuando esto sucede el programa se detiene, no sin antes seleccionar y guardar ambos interferogramas.



**Figura 29.** Captura de una ventana del programa *PSI 90Degree*, donde se muestra los perfiles de los interferogramas *image0.bmp* e *image6.bmp* (Parte superior) y la correlación cruzada de los perfiles (Parte inferior) para medir el desfase entre ambos.

La Figura 30 muestra el diagrama de bloques del programa *PSI 90Degree*, el cual explica en forma secuencial el proceso de selección de 4 o más interferogramas con cambios de fase de 90°. El diagrama de bloques resume, los párrafos anteriores, sobre la rutina del programa *PSI 90Degree* en el proceso de selección



de interferogramas con cambios de fase de 90° hasta la medición final de la fase. El programa almacena la fase  $\varphi(x, y)$  en un directorio específico con el nombre *PhaseData.txt* (Nombre por defecto), además de otro archivo denominado *Interferogram Info.txt*, que contiene información referente a frecuencia espacial del primer interferograma e interferogramas seleccionados con su respectivo cambio de fase de uno respecto a otro.



**Figura 30.** Diagrama de bloques del programa *PSI90Degree* para encontrar cuatro interferograma con paso constante de fase de  $\pi/2$ .

En la Figura 31 se exhiben los interferogramas seleccionados con el programa *PSI* 90Degree, los cuales cumplen con el requisito de poseer un desfase aproximado de 90° entre un interferograma  $I_i$  y otro  $I_k$ . El proceso de selección mostrado en la Figura 29 corresponde a una película de carburo de silicio (Zona 1), donde los interferogramas *image0.bmp e image6.bmp* son los primeros seleccionados de un



conjunto de interferogramas que cumple con el requisito de poseer entre si un cambio de fase de  $90^{\circ}$ .



**Figura 31.** Interferogramas de películas delgadas de  $TiO_2$  y SiC depositadas en substratos de vidrio con pasos de fase de aproximadamente 90°, obtenidos con el programa *PSI 90Degree*.

El programa *PSI 90Degree* mide el desfase entre dos perfiles de interferogramas con una incertidumbre de hasta  $\pm 3^{\circ}$ , dicha incertidumbre es perfectible y puede ser mejorada optimizando el programa *PSI 90Degree*. Es así que, en las primeras versiones del programa la incertidumbre fue de  $\pm 10^{\circ}$ . La Tabla 9 específica el valor real de cambio de fase entre los interferogramas mostrados en la Figura 30, se observa que el cambio de fase no es exactamente 90° más bien un valor aproximado.



Ítem	Película	Interferogramas	α (°)
1	$TiO_2$ (Zona 1)	image0	0
		image1	-78.65
		image2	-95.63
		image3	-90.00
2	TiO <sub>2</sub> (Zona 2)	image0	0
		image7	-85.50
		image12	-94.50
		image17	-83.25
		image22	-87.75
3	SiC (Zona 1)	image0	0
		image6	90.00
		image12	95.63
	1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1 1	image17	91.41
		image23	94.21
4	SiC (Zona 2)	image0	0
		image19	92.81
		image36	90.00
		image54	91.41
14.1	1	image71	88.59

Tabla 9. Cambio de fase entre interferogramas seleccionados por el programa PSI 90Degree.

\* El desfase se mide respecto a interferograma anterior.

De la Tabla 9, se tiene que los cambios de fase entre interferogramas correspondientes a la película delgada de SiC (Zona 1) es exactamente 90°, sin embargo, el cambio de fase entre el segundo y tercer interferograma es 95.63°, en donde existe un error en el cambio de fase de 5.63°. Nótese que en ningún grupo de interferogramas existe un paso de fase constante de 90°, esto se podría mejorar mediante la adquisición de interferogramas con un paso de voltaje menor (0.05 V y/o 0.1 V).

# 4.4 Topografía superficial de películas de TiO<sub>2</sub> y SiC

## 4.4.1 Resolución lateral del interferómetro

La Figura 32 muestra la imagen de un target de 40 líneas/mm (líneas verticales) obtenida desde el sistema interferométrico. Se observa que la periodicidad de las líneas se encuentra sobre el eje X, las franjas de color oscuro representan las líneas grabadas en el target y donde a = 1280 *pixeles* y b = 1024 *pixeles*.





Figura 32. Imagen del target de 40 líneas/mm digitalizada por la cámara CMOS.

Se ha utilizado el análisis de Fourier para determinar con exactitud el número total de líneas contenidas en el ancho de la imagen de 1280 pixeles. Para el presente trabajo se ha considerado una señal  $x_n$  que representa el perfil de intensidades en escalas de grises de la fila 29 de la imagen del target como se muestra en la Figura 33 (parte superior) y  $F(\kappa)$  es la transformada de Fourier de  $x_n$ . Utilizando el algoritmo de la FFT se ha calculado  $F(\kappa)$  y su grafico Potencia vs. Frecuencia se muestra en la Figura 33 (parte inferior).



Figura 33. Análisis de Fourier en MATLAB® para calcular la resolución lateral



Analizando el grafico Potencia vs. Frecuencia, se determina que la frecuencia predominante es  $f_x = 53 Hz$ , esto quiere decir que en un ancho de 1280 pixeles existen 53 líneas. Mediante el uso de una regla de proporcionalidad, utilizando  $f_x$  y la información del target de 40 líneas/mm, se ha calculado que el tamaño que representa un pixel sobre la muestra es de 1,0352  $\mu m$ . Este valor representa la *resolución lateral del interferómetro*.

Teniendo en cuenta la fracción de superficie contenida en un pixel, se ha calculado, también, la porción de área determinada de la muestra. Considerando que todas las imágenes han sido adquiridas con una cámara CMOS, con resolución de 1024x1280 pixeles, se tiene el área determinada sobre la muestra es de aproximadamente 1024  $\mu m$  de ancho y 1280  $\mu m$  de largo.

El proceso del análisis de Fourier, descrito anteriormente, fue implementado en una subrutina de MATLAB® denominada *LateralRes.m*, el código completo del programa se muestra en el Anexo A2.

### 4.4.2 Resolución vertical del interferómetro

La cantidad de franjas presentes en un interferograma está limitado por el tamaño de del pixel del sensor CMOS. Es decir, el número máximo de franjas que es posible discernir con un CMOS, se dará cuando el ancho del pixel y de una franja sean iguales. Si el ancho de la franja es menor a la del pixel, entonces dos o más franjas serán detectadas como una sola.

Considerando un interferograma con franjas verticales y un sensor CMOS con  $a = 1280 \ pixeles$ , se tiene que el máximo número de franjas detectadas será de 640. Por otro lado, cuando la inclinación del espejo de referencia sea nula, decimos que el interferograma tiene 0 franjas, lo cual se observa como una imagen en un solo tono de gris.

Considerando el rango de valores permitidos para #*fringes* de la ecuación (15), se tiene el grafico Resolución vertical vs. Cantidad del interferogramas, tal como se muestra en la Figura 34. La resolución vertical esta expresada en función de  $\lambda$ .





Figura 34. Resolución vertical vs. Cantidad de franjas presentes en un interferograma.

En un interferograma que posee cuatro franjas de interferencia (cuatro bandas oscuras y brillantes), como es el caso de interferogramas adquiridos para una muestra de película delgada de  $TiO_2$ . La superficie determinada tiene una resolución vertical de  $0,0016 \lambda$ , que en magnitud representa 1,0 nm para  $\lambda = 660 nm$ . Este valor confirma una de las ventajas de utilizar un microscopio interferencial, su óptima resolución.

## 4.4.3 Topografía superficial de películas delgadas

Producto de los cambios abruptos de intensidad en los interferogramas la fase obtenida  $\varphi(x, y)$  presenta ruido. En tal caso desenvolver la fase es mucho más complicado utilizando algoritmos convencionales tal como el *unwrap* de MATLAB®. Si la fase no es desenvuelta correctamente no es posible reconstruir la topografía superficial de la película delgada y para superar este inconveniente se ha utilizado un filtro de fase.

En si la fase no es una señal, es más bien una propiedad de una señal. Por lo tanto es la señal en sí la que debería ser filtrada y no la fase. El promedio de dos valores


de fase  $\pi/4$  y  $7\pi/4$  no es  $\pi$ , sino 0. El filtro más simple es el filtro promedio sin embargo, el filtro mediana es más efectivo que el filtro promedio para atenuar el ruido. Una aproximación del filtro mediana para la fase  $\varphi(x, y)$  puede ser definida por la ecuación

$$\bar{\varphi}_{m,n} = \tan^{-1} \left( \overline{\sin \varphi_{l,l}} , \overline{\cos \varphi_{l,l}} \right)$$
(18)

donde las medianas son evaluadas en la vecindad  $k \times k$  del pixel (m, n) (Ghiglia & Pritt, 1998).

La vecindad  $k \times k$  del pixel (m, n), no debe ser muy grande, de serlo, no solo se ha de filtrar el ruido sino también información de la superficie. En la presente tesis se ha utilizado una vecindad máxima de  $15 \times 15$  para filtrar la fase, especialmente para los mapas de fase de películas de SiC. Se ha observado que para una vecindad mayor a  $15 \times 15$ , la rugosidad en la superficie determinada decrece y aparenta ser una superficie lisa. Por tal motivo se ha decidido establecer el límite mencionado anteriormente, en el caso de mapas de fase tal que el ruido supere este límite, su superficie no ha sido determinada.

El cambio de fase en los interferogramas adquiridos con el programa *PSI* 90Degree se visualiza como un corrimiento de las franjas de interferencia, este corrimiento puede ser visto de dos formas: de izquierda a derecha y de derecha a izquierda, es decir  $\alpha(t)$  puede ser positivo o negativo. Los interferogramas obtenidos desde el arreglo interferométrico evidencian corrimiento de franjas en ambos sentidos.

Un interferograma con información del número de franjas, tal como los interferogramas mostrados en la sección 4.3.2, pueden también, además de la ecuación 7, ser descritos por la siguiente ecuación (Takeda, Inn, & Kobayashi, 1982):

$$I(x, y) = a(x, y) + b(x, y) \cos[2\pi f_0 x - \varphi_w(x, y) \pm \alpha(t)]$$
(19)

donde  $f_0$  representa el número de franjas presentes en el interferograma, el signo  $\pm$  de  $\alpha(t)$  indica el sentido del corrimiento de franjas: menos (-) cuando es de izquierda – derecha y más (+) cuando es de derecha – izquierda.



Considerando el signo de  $\alpha(t)$  en interferogramas con  $f_0$  número franjas se tiene que: la fase obtenida con la ecuación 9, tendrá la siguiente forma:

$$\varphi_P(x,y) - \varphi_w(x,y) = \tan^{-1}\left(\pm \frac{I_4 - I_2}{I_1 - I_3}\right)$$
 (20)

donde  $\varphi_P(x, y)$  y  $\varphi_W(x, y)$  son las fases correspondientes al frente de onda del plano inclinado y del frente de onda W(x, y) respectivamente.

Haciendo una comparación entre la ecuación 9 y 19, observamos que difieren entre sí por el signo del argumente del  $\tan^{-1}$ . Por lo tanto, cuando el desplazamiento de franjas es de izquierda – derecha se ha de utilizar el signo menos (-) y cuando el desplazamiento es de derecha – izquierda utilizaremos el signo más (+). El procedimiento para obtener la expresión de la ecuación 19 fue similar al que se utilizó para obtener el algoritmo *Four – Frames* expresado en la ecuación 9.

La fase medida mediante los algoritmos four – Frames y five – frames corresponde a  $\varphi_P(x, y) - \varphi_w(x, y)$ , de donde solo es de nuestro interés  $\varphi_w(x, y)$ y no el factor  $\varphi_P(x, y)$ . Este último factor es igual a  $2\pi f_0 x$  y puede ser determinado, ya que  $f_0$  es la frecuencia espacial del interferograma y es calculado utilizando la FFT. Si consideramos que, la orientación de las franjas, que se observan en todos los interferogramas adquiridos, son cuasi verticales. Entonces la periodicidad de las franjas se da sobre el eje  $f_X$  del espectro de frecuencias. Por lo tanto, si el factor  $2\pi f_0 x$  es conocido entonces la fase  $\varphi_w(x, y)$  puede ser determinada.

La Figura 35, muestra el diagrama de bloques del programa *WavefrontToSurface*, el cual comprende los pasos descritos en la sección 3.4.3. El dato de entrada del programa es el mapa de fase (archivo *PhaseData.txt*), el cual previamente ha sido medido con el programa *PSI 90Degree*, y el dato de salida es una imagen en 3D, que muestra la distribución de alturas de una superficie de muestra (película delgada depositada sobre un substrato de vidrio), el cual fue determinada sobre un área de 1024  $\mu m x$  1280  $\mu m$ .





**Figura 35.** Diagrama de bloques del programa *WavefrontToSurface* para determinar la topografía superficial de una muestra de película delgada.

La Figura 36 muestra los resultados obtenidos al determinar la topografía superficial de una película delgada de  $TiO_2$  depositada sobre un substrato de vidrio. Las imágenes tridimensionales en escala de colores representan la distribución de alturas sobre cada punto (x, y) de la superficie, calculada mediante la ecuación 13.

Sobre una muestra de película de  $TiO_2$ , se ha determinado la topografía superficial en dos diferentes zonas (Figura 13a): las Figuras 36a y 36b corresponden a las



Zona 1 y Zona 2, respectivamente. Las dos zonas tienen presencia de escalón de película delgada respecto al substrato de vidrio, denotadas por las zonas de color azul. La variación de alturas respecto al substrato de vidrio puede ser cuantificado con la ayuda de la barra de colores.



**Figura 36.** Topografía superficial 3D sobre dos regiones de una muestra de película delgada de TiO<sub>2</sub>. Sobre las zonas 1 (a) y zona 2 (b) de la Figura 13a.



En el caso de la muestra de película delgada de SiC (Zona 1), no se ha logrado determinar su topografía superficial en su totalidad sobre zona analizada. La explicación a este problema se ha inferido analizando los interferogramas que corresponden a la película de SiC (Figura 30). En tales interferogramas el corrimiento de franjas, debido a la presencia de película delgada, es mucho mayor a un periodo espacial de las franjas ( $\Lambda$ ) y además en esta zona (interfaz película – substrato) las franjas se encuentran muy próximas entre sí, lo que produce una ambigüedad en la medición de fase, dando como resultado un mapa de fase  $\varphi(x, y)$  con mucho ruido, sobre el cual, desenvolver la fase es una tarea muy complicada. El desenvolvimiento de mapas de fase de este tipo, se logra mediante la aplicación de algoritmos de desenvolvimiento de fase mucho más complejos que el desarrollado en el ítem 2.4. Uno de ellos es la implementación del método de Path-following (Ghiglia & Pritt, 1998), el cual debe ser diseñado exclusivamente para desenvolver la fase obtenida por métodos interferometricos. El desarrollo de algoritmos de este tipo no es parte de los objetivos de la presente tesis.

No obstante, se ha logrado determinar la topografía superficial de la película de SiC (Zona 1) sobre una pequeña porción de la muestra comprendida entre las columnas 457 y 697. Sobre esta porción de muestra se ha podido filtrar adecuadamente la fase y desenvolverla. En esta porción existe el escalón de película delgada respecto al substrato de vidrio y es posible medir la distribución de alturas. El resultado se esta superficie se muestra en la Figura 37.

63





**Figura 37.** Topografía superficial 3D sobre un sub región de una muestra de película delgada de SiC (Zona 1 de la Figura 13b).

Así también se ha determinado la topografía superficial en una zona correspondiente a una región donde solo existe presencia de película delgada (Figura 13c), el resultado es el que se muestra en la Figura 38. En la Figura 38a se muestra el resultado de la topografía superficial al medir la fase utilizando el algoritmo *Four frames*, y en la Figura 38b, al utilizar el algoritmo de *Schwider – Hariharan (Five – Frames)*.

Si el cambio de fase entre interferogramas no es exactamente 90°, tal como los cambios de fase entre los interferogramas seleccionados con el programa *PSI* 90Degree, aparece un error en la fase y este se traslada a la topografía superficial. Este error se observa como una superficie con perfil sinusoidal montada sobre la topografía superficial de la muestra, tal como se observa en la Figura 38a. El perfil sinusoidal es el doble de la frecuencia de las franjas de interferencia presentes en el interferograma (Goodwin & Wyant, 2006). El quinto interferograma reduce en gran medida este tipo de ruido en la fase  $\varphi(x, y)$ , como se observa en la topografía superficial de la Figura 38b.





Figura 38. Topografía superficial de una película delgada de SiC (Zona mostrada en la Figura 13c).

Además de las muestras de películas de TiO<sub>2</sub> y SiC, también se ha determinado la topografía superficial de películas de Nitruro de Aluminio (AlN) y Oro (Au). Estas dos últimas superficies han sido determinadas utilizando el algoritmo *five* – *step* para medir la fase y una fuente de luz con  $\lambda = 660 nm$ . Los resultados obtenidos se muestran en las Figura 39a (Película de AlN) y 39b (Película de Au).





Figura 39. Topografía superficial de una película delgada de AlN (a) y Au (b).

# 4.5 Espesor de películas delgadas

A partir de los resultados obtenidos de topografías superficiales, se ha analizado los parámetros de rugosidad, ondulación, e imperfecciones de las muestras de



película delgada de TiO<sub>2</sub> y SiC. La Figura 40a muestra el perfil vertical, Col = 724, de la superficie mostrada en la Figura 38b (Curva de color azul), y también, el perfil suavizado y/o ondulación (curva de color rojo). La diferencia del perfil vertical y de ondulación resulta el perfil de rugosidad, como se muestra en la Figura 40b.



**Figura 40.** a) Perfil vertical y perfil suavizado de la superficie de una muestra de película delgada SiC (Figura 37b). b) Perfil de rugosidad producto de la diferencia entre el perfil vertical y perfil suavizado.

Los parámetros de rugosidad se han obtenido del análisis realizado sobre el perfil de rugosidad, y estos fueron calculados para superficies SiC y  $TiO_2$  – substrato de vidrio (Figura 36b). En  $TiO_2$  – substrato de vidrio, se ha realizado el análisis las superficies por separado tanto para la película como para el substrato de vidrio. Los resultados obtenidos para los parámetros de rugosidad se listan en la tabla 10.

Muestra	Ra (nm)	Rt (nm)	Rpv (nm)
Película SiC	0.19	14.64	25.70
Película TiO <sub>2</sub>	0.26	4.37	6.71
Substrato de vidrio	0.01	4.24	8.19

Tabla 10. Parámetros de rugosidad de la superficie de una muestra de película de TiO<sub>2</sub> y SiC.



La Tabla 11 resume los resultados obtenidos para el espesor correspondiente a muestras de películas delgadas de  $TiO_2$  y SiC analizadas con el sistema interferométrico, método de la curva de transmitancia y SEM. Estos procedimientos han sido descritos en las secciones 3.5.1 y 3.5.2. En cuanto se refiere al método interferometrico, los valores de espesor son una estimación de dicho parámetro, ya que de acuerdo a las imágenes tridimensionales (Figura 36), se observa que el depósito de película delgada sobre el substrato de vidrio no es uniforme, las alturas varían de una zona a otra.

Tabla 11. Espesor de películas delgadas medido con tres diferentes métodos.

	Espesor (nm)			
Película Delgada	Método	Método de la	SEM	
	Interferométrico	Envolvente		
TiO <sub>2</sub> (Zona 1)	251.64	221	2064	
TiO <sub>2</sub> (Zona 2)	164.37			
SiC (Zona 1)	680.42		1436	



#### CONCLUSIONES

- i. Se ha instrumentado satisfactoriamente un interferómetro tipo Michelson con un objetivo interferencial 5X y que es iluminado con fuentes de luz LED (530 nm y 660 nm). Este arreglo interferométrico ha sido utilizado para obtener patrones de franjas de interferencia desde muestras de películas delgadas depositadas sobre substratos de vidrio. Así también este arreglo puede ser utilizado por otros grupos de investigación, por lo cual estará a disposición del Laboratorio de Óptica – PUCP para el desarrollo de futuros proyectos.
- ii. La implementación del programa Fringe Pattern App incidió positivamente en el control de la Cámara CMOS y Controlador TPZ001, porque permitió adquirir interferogramas desde el sistema interferométrico tipo Michelson de manera sincronizada mientras se introducía un cambio de fase en el interferograma.
- iii. Mediante la implementación del programa *PSI 90Degree* se ha logrado medir el desplazamiento de fase entre interferogramas, esta medición nos condujo a la selección de 4 y 5 interferogramas con paso de fase constante de 90° con una incertidumbre de hasta  $\pm$  3°. A menor paso de voltaje mayor precisión en la medición de interferogramas con paso de fase constante de 90°, el inconveniente es que, más interferogramas deben ser adquiridos.
- iv. La implementación del programa WavefrontToSurface fue determinante en el proceso de determinación de la topografía superficial de películas delgadas desde la medición de fase óptica hasta la generación de un gráfico en 3D para visualizar la forma de superficie de una película delgada de TiO<sub>2</sub> y SiC. El desarrollo del programa implicó la programación y generación del código fuente. La fase óptica ha sido medida utilizando los algoritmos *four-step & Schwider-Hariharan*, obteniéndose mejores resultados con el segundo algoritmo.



v. En el presente trabajo se ha logrado estimar el espesor de películas delgadas de  $TiO_2$  y SiC a partir de los gráficos en 3D de topografía superficial, el depósito de película delgada sobre el substrato de vidrio no es uniforme, por lo tanto, el espesor hallado es un promedio alturas la película respecto al substrato de vidrio, el cual ha sido calculado sobre una zona con menor variación de alturas. Por otro lado, se ha realizado la comparación de medidas con el método de la envolvente, dando como resultados medidas muy próximas entre sí, con lo que podemos validar el método propuesto en esta tesis.





# **REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS**

- Thorlabs, Inc. (1999-2012). *CMOS Cameras: USB 2.0 and USB 3.0*. Recuperado el 5 de Mayo de 2012, de http://www.thorlabs.us/newgrouppage9.cfm?objectgroup\_id=4024
- Thorlabs, Inc. (2015). *T-Cube Piezo Controller*. Recuperado el 02 de Marzo de 2015, de https://www.thorlabs.de/newgrouppage9.cfm?objectgroup\_id=2421&pn= TPZ001
- Asmad, M. (2014). *Proyecto de investigación DGI-2012-0159*. Lima: Pontificia Universidad Católica del Perú.
- Brushan, B., Wyant, J., & Meiling, J. (1988). A new three-dimensional noncontact profiler. *Wear*, 301-312.
- Carré, P. (1966). Installation et utilisation du comparateur photohlectrique et interfhrentiel du Bureau International des Poids et Mesures. *Metrologia*, 2(1), 13-23.
- Cheng, Y.-Y., & Wyant, J. (1985). Phase shifter calibration in phase-shifting interferometry. *Applied optics*, 3049-3052.
- Ciddor, P. (1996). Refractive index of air: new equations for the visible and near infrared. *Applied Optics*, 1566-1573.
- Creath, K. (1993). Temporal phase measurements methods. En D. Robinson, & G. Reid, *Interferogram analysis: Digital fringes pattern measurements techniques* (págs. 94-104). Philadelphia: Institute of physics publishing.
- de Groot, P., Colonna de Lega, X., Kramer, J., & Turzhitsky, M. (2002). Determination of fringe order in white-light interference microscopy. *Applied Optics*, 4571-4578.



- Dorrío, B., & Fernández, J. (1999). Phase-evaluation method in whole-field optical measurement techniques. *Measurement Science and Technology*, R33-R55.
- Flory, F., & Escoubas, L. (2004). Film thickness measurement. *Encyclopedia of optical engineering*, 1-11.
- Garzón Reyes, J. (2005). Metrología óptica en microscopía convencional, interferométrica y confocal cromática. *Tesis Doctoral*. Universidad Industrial de Santander, Facultad de Ciencias, Escuela de Física.
- Ghiglia, D., & Pritt, M. (1998). Two-Dimensional Phase Unwrapping: Theory, Algorithms, and Software. New York: Willey.
- González-Leal, J.-M., Prieto-Alcón, R., Angel, J., Minkov, D., & Márquez, E. (2002). Influence of substrate absorption on the optical and geometrical characterization of thin dielectric films. *APPLIED OPTICS*, 7300-7308.
- Goodwin, E., & Wyant, J. (2006). *Field guide to interferometric optical testing*. Washington: SPIE.
- Hanini, F., Bouabellou, A., Bouachiba, Y., Kermiche, F., Taabouche, A., Hemissi,
  M., & Lakhdari, D. (2013). Structural, optical and electrical properties of
  TiO2 thin films synthesized by sol–gel technique. *IOSR Journal of Engineering*, 21-28.
- Harding, k. (2013). White-Light Interference 3D Microscopes. En Handbook of Optical Dimensional Metrology (págs. 395-418). Boca Raton: CRC Press.
- Hariharan, P., Oreb, B., & Eiju, T. (1987). Digital phase-shifting interferometry: a simple error-compensating phase calculating algorithm. *Applied Optics*, 2504-2506.
- Komatsu, Hiroshi; Fellers, Thomas; Davidson, Michael;. (7 de Octubre de 2011).
   *Principles and Applications of Two-Beam Interferometry*. Obtenido de MICROSCOPY: The source for microscopy education: http://www.microscopyu.com/articles/interferometry/twobeam.html



- Leach, R. (2011). Limitations of Optical 3D Sensors. En *Optical Measurement of surface topography* (págs. 23-48). Berling: Springer.
- Li, J.-c., Tankam, P., Peng, Z.-j., & Picart, P. (2009). Digital holographic reconstruction of large objects using a convolution approach and adjustable magnification. *Optics Letters*, 572-574.
- Malacara, D. (2007). Optical shop testing. New Jersey: John Wiley & Sons, Inc.
- Malacara, D., Servin, M., & Malacara, Z. (2005). *Interferogram analisys for optical testing*. Boca Raton: CRC Press.
- Malliga, P., Pandiarajan, J., Prithivikumaran, N., & Neyvasagam, K. (2014).
   Influence of Film Thickness on Structural and Optical Properties of Sol –
   Gel Spin Coated TiO2 Thin Film. *IOSR Journal of Applied Physics*, 22-28.
- National Instruments. (16 de 08 de 2013). *What is LabVIEW*? Recuperado el 13 de 01 de 2015, de http://www.ni.com/newsletter/51141/en/
- NEC/TOKIN. (22 de 06 de 2011). *NEC*. Recuperado el 22 de 08 de 2014, de http://pdf1.alldatasheet.es/datasheetpdf/view/461217/NEC/AE0203D08F.html
- Poelman, D., & Smet, P. (2003). Methods for the determination of the optical constants of thin films from single transmission measurements: a critical review. *Journal of Physics D: Applied Physics*, 1850-1857.
- Stone, J., & Zimmerman, J. (16 de Febrero de 2001). Refractive Index of Air Calculator. Obtenido de sitio web del NIST: http://emtoolbox.nist.gov/Wavelength/Documentation.asp#IndexofRefract ionofAir
- Surrel, Y. (1993). Phase stepping: a new self-calibrating algorithm. *Applied Optics*, 3598-3600.
- Swanepoel, R. (1983). Determination of the thickness and optical constants of amorphous silicon. J. Phys. E: Sci. Instrum, 1214-1222.



- Takeda, M., Inn, H., & Kobayashi, S. (1982). Fourier-transform method of fringepattern analysis for computer-based topography and interferometry. J. Opt. Soc. Am., 72(1), 156-160.
- Thorlabs Inc. (2015). Compact USB 2.0 CMOS Cameras. Recuperado el 02 de Marzo de 2015, de https://www.thorlabs.com/newgrouppage9.cfm?objectgroup\_id=4024&pn =DCC1545M
- Thorlabs, Inc. (2015). *Mounted High-Power LED: M530L3*. Recuperado el 12 de Enero de 2015, de sitio web de Thorlabs, Inc.: https://www.thorlabs.com/thorcat/MTN/M530L3-SpecSheet.pdf
- Thorlabs, Inc. (2015). *Mounted High-Power LED: M660L3*. Recuperado el 12 de Julio de 2015, de sitio web de Thorlabs, Inc.: https://www.thorlabs.com/thorcat/23800/M660L3-SpecSheet.pdf
- Wyant, J. (1975). Use of an ac heterodyne lateral shear interferometer with realtime wavefront correction systems. *Applied Optics*, *14*(11), 2622-2626.
- Wyant, J. (2007). Improved interferometric optical testing. OPN, 32-37.
- Wyant, J. (2013). Computerized interferometric surface measurements. *Applied Optics*, 1-8.
- Yamaguchi, I., Yamamoto, A., & Kuwamura, S. (1998). Speckle decorrelation in surface profilometry by wavelength scanning interferometry. *Applied Optics*(37), 6721-6728.
- Zhu, F., Hu, J., Matulionis, I., Deutsch, T., Gaillard, N., Miller, E., & Madan, A. (2010). Amorphous Silicon Carbide Photoelectrode for Hydrogen Production from Water using Sunlight. En R. Rugescu, Solar energy (págs. 353-374). Rijeka: InTech, Chapters published.



# ANEXOS

#### Anexo A. Programas desarrollados en MATLAB®

A1. Programa Fringe pattern 2D.m

```
close all, clear all
r = 1024; c = 1280;
                                 % Image size [r,c]
lmd = 0.660;
                                  % wavelength (um)
k = (2*pi) / lmd;
                                  % wave vector (um^-1)
x = 1:c;
% Wavefront W(x,y)
x1 = -ones(1, 312);
x2 = sin(linspace(-1,1,400)*pi/2);
x3 = ones(1, 312);
A = ([x1 x2 x3] + 10)*(lmd/4); % Wxy vertical profile, height =
0.33 um 🗏
Wxy = repmat(A', 1, c) + rand(r, c) * (lmd/30);
A1xy = ones(r,c) * 145;
E1xy = A1xy.*exp(1i*k*Wxy);
figure, imshow(E1xy, []), colormap(gray)
title('Wavefront W(x,y)')
% figure, plot(abs(E1xy(45,:)))
clear x1 x2 x3 A
                                  % Clear data from memory
% Flat Wavefront
m = 5;
                                  % Number of maximum interfence
(m*lambda)
B = x^{*}(m^{*}0.66/c);
                                  00
\tan(\text{theta}) \sim \sin(\text{theta}) \sim \text{theta} = (m*0.66/c)
Xxy = repmat(B, r, 1);
                                 % theta: tilt angle
A2xy = ones(r,c)*150;
E2xy = A2xy. *exp(1i*k*Xxy);
figure, imshow(E2xy, []), colormap(gray)
title('Flat Wavefront')
clear m theta B
                                  % clear data from memory
% Interferogram 2D
Exy = E1xy + E2xy;
Ixy = Exy.*conj(Exy);
figure, imshow(Ixy, []), colormap(gray)
title('Fringe pattern 2D')
```



```
% Fringe pattern 1D (Interferogram profile)
figure,
subplot(3,1,1), plot(x,Wxy(200,:)), axis([1 1280 1.4 1.9])
title('Frente de onda W(x,y=y_c)')
xlabel('x (\mu{\itm})'), ylabel('z (\mu{\itm})')
grid on
subplot(3,1,2), plot(x,Xxy(200,:)), axis tight
title('Frente de onda plano')
xlabel('x (\mu{\itm})'), ylabel('z (\mu{\itm})')
grid on
subplot(3,1,3), plot(x,Ixy(200,:)), axis tight
title('Patrón de franjas 1D')
```

```
xlabel('x (pixel)'), ylabel('Intensidad (%)')
grid on
```

#### A2. Programa LateralRes.m

close all, clear all

```
% This program computing the lateral resolution,
                                                  the purpouse is
to find
% the 1 pixel equivalence in micrometers. We use 40lines/mm
grating (target),
% where 1mm = 1000um
LatRes = double(imread('40lineasxmm.bmp'));
figure, imshow(LatRes, [])
[Mrow, Ncol] = size(LatRes);
x = 1:Ncol;
fx = LatRes(29,:);
figure,
subplot(2,1,1), plot(x,fx), axis tight
xlabel('Position [x]'), ylabel('Intensity')
% Fourier transform
Fx = fftshift(fft(fx)); Fxlog = 10*log10(Fx);
nfft = Ncol;
fs = Ncol;
freq = -fs/2:fs/nfft:((nfft-1)*fs)/(2*(nfft));
subplot(2,1,2), plot(freq(440:840), Fxlog(440:840)), axis tight
```

```
xlabel('Frequency (Hz)'), ylabel('Power (dB)')
fo = 53; % See graphic freq vs. Fxlog
```

```
% Lateral resolution: pixel to micrometer
pix2um = (fo*1000)/(40*Ncol);
disp(pix2um) % for this case 1pixel = 1.0352um
```

#### A3. Programa PSI 90Degree.m

```
\% This program measures the optics phase of 4 or 5 interferogram with pi/2
```



```
% phase-shifting between them. Those interferograms were acquired
by
% 'Fringe Pattern App'
8
% Copyright (c) 2014 Optical laboratory - PUCP.
clc, close all, clear all
% 1. READ ONE IMAGE (interferogram)
[FileName, PathName] = uigetfile('*.bmp', 'Select the BMP file');
Ixy = double(imread([PathName FileName]));
[Mrow, Ncol] = size(Ixy); % Interferogram size
figure (1), imagesc(Ixy), colormap(gray)
% Choose profile along of the interferogram
[y1,y2] = ginput(1);
                              % Choose row '(y2)' using mouse
row = round(y2);
                           % Clear variables from memory
clear FileName y1 y2
close figure 1
                          % Close figure from memory
% Interferogram profile without 'offset'
fx = Ixy(row,:) - round(mean(Ixy(row,:)));
figure(1),
subplot(2,1,1), plot(fx), axis tight
xlabel('position'), ylabel('Intensity'), grid
% 2. FRINGE PATTERN FREQUENCY & SPATIAL PERIOD
% Fourier transform of the 'profile'
Fx = fftshift(fft(fx)); % Compute the DFT
Fxlog = 10*log10(Fx); % Common logarithm
                               % Common logarithm of fx
nfft = Ncol;
fs = Ncol;
                                % Sampling frequency
freq = -fs/2:fs/nfft:((nfft-1)*fs)/(2*(nfft));
subplot(2,1,2), plot(freq(440:Ncol-440), Fxlog(440:Ncol-440)),
axis tight
xlabel('Frecuencia f {x}'), ylabel('Potencia |X(f)|'), grid
clear fs nfft fx freq Fxlog Ixy % Clear variables from memory
[Y,I] = max(abs(Fx));
% Computing the fringe pattern frequency
fo = abs(I - (Ncol/2 + 1));
% Fringe pattern spatial period
Period = round(Ncol/fo);
S = sprintf('Period = %5.2f pixel', Period);
legend(S,'Location','SouthEast')
% 3. CROSS CORRELATION (XCORR)
% This part determine the phase-shifting between two signal by
mean XCORR
i = 1;
N = 1;
```

commandwindow



```
IxyNum = input('Interferograms quantity: '); % Interferograms
quantity
tol = input('Tolerance ( °): ');
                                                % Phase-shifting
tolerance
IxySel = zeros(3,IxyNum); % Interferograms with pi/2 phase-shift
& fo
IxySel(1,1) = fo;
                           % Writes fo to the variable, IxySel.
IxySel(1,1) = fo; % Writes fo to the variable, 3
clear period fo Y I % Clear variables from memory
while N < IxyNum
    % Initial conditions
    i0 = i-1; i = i0 + 1;
    lag0 = 90; lag = 0; % lag between two interferograms( °)
    figure(N+1),
    while abs(lag0 - abs(lag)) > tol
        I0 = double(imread([PathName 'image' num2str(i0)
'.bmp']));
        Ii = double(imread([PathName 'image' num2str(i) '.bmp']));
        % The signals
        f0x = I0(row,:) - round(mean(I0(row,:)));
        fix = Ii(row,:) - round(mean(Ii(row,:)));
        x = 1:Ncol;
       subplot(2,1,1);
        plot(x,f0x,'r',x,fix,'b'), grid, axis tight
       title('signals');
        legend(['Signal ' num2str(i0)],['Signal ' num2str(i)]);
        % Now cross-correlate the two signals
        X = xcorr(f0x, fix, 'coeff');
        tx = -(Ncol-1):(Ncol-1);
        subplot(2,1,2)
        plot(tx,X), grid, axis tight
        % Determine the phase-shifting
        [mx, ix] = max(X); lag = tx(ix) * 360/Period;
        hold on
        tm = [lag*Period/360,lag*Period/360];
        mm = [-mx,mx]; plot(tm,mm,'k')
        hold off
        % Printing the phase-shifting
        S = sprintf('PSAngle = %5.2f degree', lag);
        title(S)
        pause(0.5)
        i = i + 1;
    end
    N = N + 1;
    IxySel(2,N) = i-1;
                            % Writes Interferograms selected
% Writes lag between
    IxySel(3,N) = lag;
Interferograms
end
```



```
clear IO Ii S i tm mx
                               % Clear variables from memory
% Create table
f o = IxySel(1,:)';
                                % Frecuency
I xy = IxySel(2,:)';
                                % Interferograms selected
Phase Shifting = IxySel(3,:)'; % Phase-shifting
T = table(f o, I xy, Phase Shifting)
% Write the table to a tab delimited text file, Interferograms
Info.txt.
writetable(T,[PathName 'Interferograms
Info.txt'], 'Delimiter', '\t')
clear f o IxySel Phase Shifting % Clear variables from memory
% 4. PHASE MEASUREMENT (Phi)
switch IxyNum
    case {4}
       I1 = double(imread([PathName 'image' num2str(I xy(1))
'.bmp']));
       I2 = double(imread([PathName 'image' num2str(I_xy(2))
'.bmp']));
       I3 = double(imread([PathName 'image' num2str(I xy(3))
'.bmp']));
       I4 = double(imread([PathName 'image' num2str(I_xy(4))
'.bmp']));
       Phi = atan2((I1-I3),(I4-I2));
       disp('four-step algorithm');
    case {5}
        I1 = double(imread([PathName 'image' num2str(I xy(1))
'.bmp']));
        I2 = double(imread([PathName 'image' num2str(I xy(2))
'.bmp']));
        I3 = double(imread([PathName 'image' num2str(I xy(3))
'.bmp']));
        I4 = double(imread([PathName 'image' num2str(I xy(4))
'.bmp']));
        I5 = double(imread([PathName 'image' num2str(I xy(5))
'.bmp']));
        Phi = atan2((2*I3-I5-I1), 2*(I2-I4));
        disp('Schwider-Hariharan algorithm');
    otherwise
        disp('Failing');
end
figure(N+1), imshow(Phi, []), colormap(gray(256))
title('wrapped phase map')
clear I1 I2 I3 I4 IxyNum
                               % Clear variables from memory
% 5. WRITE AND SAVE PHASE DATA
% Write matrix M to a file, 'PhaseData.txt', using the tab-
delimiter
dlmwrite([PathName 'PhaseData.txt'], Phi, '\t')
```





#### A4. Programa WavefrontToSurface.m

```
% WavefrontToSurface.m
% This program computes the thin film surface by means of the
optics phase
% map, which was measured by 'PSI 90Degree' program.
% Copyright (c) 2014 Optical laboratory - PUCP.
clc, close all, clear all
% 1. READING THE PHASE: Phi(x,y)
[FileName, PathName] = uigetfile('*.txt', 'Select the PHASE DATA
file');
Phi = dlmread([PathName FileName]);
figure(1), imshow(Phi, []), colormap(gray)
[r,c] = size(Phi);
clear FileName
                                 % Clear variables from memory
% 2. PHASE UNWRAPPING: using uwtakeda paper
                               % Continuous phase distributions
Phc = zeros(r,c);
for i=1:r
    Phc(i,:) = unwrap(Phi(i,:));
end
for j=1:c
    Phc(:,j) = unwrap(Phc(:,j));
end
figure(2), imshow(Phc, []), colormap(gray)
title('unwrapped phase map')
clear i j
                                 % Clear variables from memory
22
% 3. PHASE FILTER (Optional)
% This part filts any phase map section, which need to be filtered
clc, commandwindow
n = input('Number of points: ');% Points quantity
a = input('Sub matrix size: '); % Sub matrix size
[X,Y] = ginput(n);
                                % Select (X,Y) position using
mouse
X = round(X); Y = round(Y);
for i=1:n
    Phdx = Phi(Y(i):Y(i)+a,X(i):X(i)+a);
    % Call 'PhaseFilt' function
    Phdx Filt = PhaseFilt(Phdx,20);
```



```
% Replace 'a' sub matrix into 'Phi' matrix
    Phi(Y(i):Y(i)+a,X(i):X(i)+a) = Phdx Filt;
end
figure, imshow(Phi, []), colormap(gray(256))
title('wrapped phase map without carrier')
clear X Y a Phdx Phdx Filt
                              % Clear variables from memory
dlmwrite([PathName 'PhaseDataFilt.txt'], Phi, '\t')
22
% 4. SUBTRACTING THE CARRIER: AVERAGE SLOPE
fo = 5.46;
                                 % Horizontal Fringe pattern
frequency (fx)
x = 1:c;
C = 2*pi*fo*x/1280;
                                 Straight tilt
Carry = repmat(C, r, 1);
                                % Flat wavefrotn with tilt
Phd = Carry - Phc;
                                % Subtracting the carrier
figure, imshow(Phd, []), colormap(gray)
title('wrapped phase map without carrier')
8 88
clear fo x C carry Phc
                               % Clear variables from memory
[xi,yi] = ginput(1); yi = round(yi);
A = mean(Phd(yi,:));
B = ones(1,c) * A;
Plane = repmat(B,r,1); % Reference plane
Phd = Phd - Plane;
figure, imshow(Phd, []), colormap(gray)
title('wrapped phase map without carrier')
                          % Clear variables from memory
clear r c xi yi A B Plane
22
% 5. COMPUTING THE SURFACE
lambda = 660;
                               % LED M660L3 Nominal Wavelength
(nm)
Wxy = lambda*Phd/(4*pi);
                               % Computing test surface
% Wxy = rot90 (rot90 (Wxy));
                                % Rotate matrix (OPTIONAL)
figure(4)
surf(Wxy, 'FaceColor', 'interp',
'EdgeColor', 'none', 'FaceLighting', 'phong')
colormap(jet), view(-35,60), camlight left, axis tight
xlabel('length (\mu{\itm})'), ylabel('width (\mu{\itm})'),
zlabel('heigth (nm)')
colorbar
figure(5), imagesc(Wxy)
                               % xi & yi select horizontal and
[xi,yi] = ginput(1);
vertical profile
```





close figure 5

```
figure(5),
% Display horizontal profile
subplot(2,1,1), plot(Wxy(round(yi),:)), axis tight
legend('Horizontal profile'), xlabel('length (\mu{\itm})'),
ylabel('heigth (nm)')
grid on
```

```
% Display vertical profile
subplot(2,1,2), plot(Wxy(:,round(xi))), axis tight
legend('Vertical profile'), xlabel('width (\mu{\itm})'),
ylabel('heigth (nm)')
grid on
```







**B1.** Programa *uc480 Get Image* 



Figura B1. Diagrama de bloques del programa uc480 Get Image.







Figura B2. Diagrama de bloques del programa uc480 Get Image.



Anexo C. Idea de negocio

# Servicio de determinación de la topografía de superficies sub milimétricas mediante Microscopía con Interferometría de Pasos de Fase

El concepto del presente plan de negocios surge como una proyección a futuro basada en los resultados obtenidos en el presente trabajo de tesis de maestría "Determinación de la topografía superficial de películas delgadas de TiO<sub>2</sub> y SiC mediante interferometría tipo Michelson" y a la gran demanda de investigadores nacionales que tienen interés de conocer la forma de superficie de películas delgadas. Es así, que este plan de negocio proyecta brindar el servicio de *Determinación de la topografía de superficies sub milimétricas mediante Microscopía con Interferometría de Pasos de Fase* (Microscopía con PSI).

Actualmente, en el Perú no se cuenta con un laboratorio que utilice técnicas interferométricas, tal como un Microscopio con Interferometría de Paso de Fase (PSI Microscope, por su denominación en inglés) para determinar la topografía de superficies sub milimétricas tales como películas delgadas, el cual permita estimar el espesor y el patrón de rugosidad de dicha película. Ofrecer un servicio de este tipo puede ser nuestra gran oportunidad de iniciar el desarrollo de la metrología óptica en el Perú.

De acuerdo a nuestras proyecciones, todo cuanto se refiere a la prestación del servicio, el inicio de actividades se ejecutará a inicios del año 2016.

# a. El servicio: ¿Qué se hace?

El servicio de determinación de la topografía de superficies sub milimétricas mediante Microscopía con PSI comprende la representación grafica de una distribución de alturas en un espacio tridimencional de la topografía de superficies muy finas, cuyas variaciones de altura sean menor a  $\lambda/2$ , tales como: peliculas delgadas, rejillas de difracción, componentes ópticos, piezas mecanicas de



presición, etc; a fin de estimar su patrón de rugosidad. En el caso de películas delgadas depositadas sobre substratos de vidrio también es posible determinar su espesor.

# b. El mercado: ¿Para quién se hace y cómo se vende?

Los clientes potenciales, a quienes consideramos la fuente de ingresos futuros del servicio que ofreceremos, son los Laboratorios de investigación que actualmente se dedican a la fabricación y/o estudio de películas delgadas. Entre todos ellos tenemos el contacto con los clientes potenciales altamente influyentes en el sector y son los que se listan en la Tabla C1. Cabe destacar que las primeras mediciones experimentales de la topografía superficial, utilizando nuestro equipo de microscopía con PSI, han sido desarrolladas sobre muestras de películas delgadas cedidas por nuestros *clientes* listados en la Tabla C1.

 Tabla C1. Clientes potenciales altamente influyentes en utilizar el servicio de Microscopía con PSI.

	Laboratorio	Institución	Contacto
1	Laboratorio de Ciencias de los Materiales	PUCP	Prof. Andrés Guerra Torres
2	Laboratorio de Ciencia de los Materiales	UNT	Prof. Luis Angelats Silva
3	Laboratorio de Películas delgadas	PUCP	Prof. Gonzalo Gálvez De La Puente
4	Laboratorio de Comunicaciones Ópticas	PUCP	Prof. Manuel Yarleque Medina

Nuestro *servicio de determinación de la topografía de superficies sub milimétricas mediante Microscopía con PSI* será ofrecido directamente a nuestros clientes y el proceso de venta del servicio se realizará a traves de INNOVAPUCP, el Centro de Consultoría y Servicios Integrados de la PUCP.



## c. El proceso productivo: ¿Cómo se hace y cuánto cuesta hacerlo?

El diagrama de flujo del proceso productivo *de determinación de la topografía de superficies sub milimétricas mediante Microscopía con PSI*, se muestra en la Figura C1.



**Figura C1.** Diagrama de flujo del proceso de *determinación de la topografía de superficies sub milimétricas mediante Microscopía con PSI.* 

El detalle de costos por el servicio brindado se resume en la Tabla C2. El precio es en nuevos y el tiempo de entrega de resultados será inmediatamente terminada la sesión de trabajo, salvo alguna observación por parte del supervisor.





item	Servicio	Costo (S/.)
1	Microscopia con PSI (Sesión de hasta 3 horas )	240.00

No obstante, en el medio local está el Microscopio Electrónico de Barrido (SEM, por sus siglas en inglés), se conoce sobre la existencia de tres laboratorios con equipos SEM: uno en la UNMSM y dos en la PUCP; los cuales brindan el servicio, entre otras, la de realizar mediciones de topografía superficial y espesor de películas delgadas. Es así que el SEM parte como nuestro principal competidor en el mercado local.

Somos conscientes que para brindar un óptimo servicio a nuestros clientes, las mediciones realizadas por el microscopio con PSI deben estar calibradas y certificadas. Sin embargo se han realizado medidas comparativas entre el microscopio con PSI y dos métodos diferentes (SEM y Método de la envolvente sobre una curva de transmitancia) de donde se han obtenido resultados muy similares, lo que para nosotros valida las mediciones realizadas con Microscopio con PSI. Así mismo nos diferencia de otros métodos, el tipo de ensayo: no destructivo y no hace contacto con la muestra.

#### d. El equipo humano: Quiénes ponen el proyecto en marcha

El personal que se ocupa de la manipulación del microscopio con PSI y el procesamiento de datos, así como el responsable de supervisar los procedimientos y resultados; son profesionales calificados con años de experiencia en el campo de la metrología óptica. En la Tabla C3 se lista al personal y la función encargada para poner en marcha el proyecto.



**Tabla C3.** Personal necesario para poner en marcha el servicio *determinación de la topografía de superficies sub milimétricas mediante Microscopía con PSI*.

	Personal	Descripción de funciones	
1	Supervisor	Encargado de supervisar los procedimientos y resultados de los procesos realizados, y vigilar el desempeño del Técnico de Laboratorio	
2	Técnico de Laboratorio	Encargado de operar el Microscopio con PSI y luege adquirir y procesar datos para obtener la topografía superficial de películas delgadas.	

## e. La financiación: Cómo se adquieren los medios necesarios

Para poner en marcha el servicio de *determinación de la topografía de superficies sub milimétricas mediante Microscopía con PSI* se requieren los siguientes equipos y/o instrumentos:

- O1 Microscopio con PSI, incluye sistema de adquisición de imágenes en tiempo real y software de análisis de interferogramas para determinar la topografía superficial de una muestra.
- 01 Computador con procesador Intel core i5, 8GB de RAM, 500 GB de disco duro.
- 01 Banco óptico para aislar las mediciones de la vibración externa.

Todos los equipos y/o instrumentos mencionados son activos fijos del Laboratorio de Óptica – PUCP. Por tal motivo al efectuar el servicio de venta por intermedio de INNOVAPUCP, este organismo de la PUCP efectuará los cobros y/o gastos adicionales por utilizar bienes materiales de la universidad. Por otra parte, los recursos económicos adicionales que se requieran para llevar adelante el proyecto serán financiados con fondos propios de las personas que creamos el servicio.