



TRABAJO DE FIN DE GRADO – GRADO EN FÍSICA.

**PROPIEDADES ELECTROMAGNÉTICAS
DE CAPAS FINAS METÁLICAS
EN EL RANGO DE LAS MICROONDAS**

Autor:

María Blasco Alquézar

Directores:

Juan Pablo Martínez Jiménez
Enrique Carretero Chamarro

*Departamento de Física Aplicada
Universidad de Zaragoza*

Junio 2024

Índice

Índice	1
1. Introducción y objetivos	1
2. Desarrollo teórico y experimental	2
2.1. Fundamentos teóricos	2
2.1.1. Resistencia de hoja en una película conductora fina	2
2.1.2. Incidencia de una onda electromagnética sobre una capa metálica	3
2.2. Equipos experimentales	4
2.2.1. Sistema de deposición	5
2.2.2. Medidor de 4 puntas	9
2.2.3. Perfilómetro	10
2.2.4. Equipo de microondas	11
2.3. Metodología	11
2.3.1. Elaboración de las muestras	12
2.3.2. Medida de la transmisión y la reflexión	13
2.3.3. Inconvenientes	16
3. Resultados y discusión	17
3.1. Verificación de las condiciones	17
3.2. Medidas experimentales y discusión	18
4. Conclusiones	24
4.1. Líneas futuras	24
Bibliografía	25

1. Introducción y objetivos

Hoy en día, la tecnología está muy presente en el modo de vida de las personas. Los dispositivos electrónicos que nos acompañan cotidianamente, (teléfonos móviles, ordenadores, televisores, etc.), son capaces de recibir y/o intercambiar información con el exterior a través de ondas electromagnéticas, generalmente microondas.

Las microondas se encuentran en el rango de frecuencias comprendidas entre 300 MHz y 300 GHz, frecuencias correspondientes, por tanto, a un rango de longitudes de onda cortas (1-1000 mm). Cuando una onda incide sobre un material, se producen fenómenos de transmisión, reflexión y absorción de dicha onda. Estos fenómenos quizás son más conocidos en otros rangos, (aislamiento térmico, cambios de color, transparencia óptica, etc.) y llevan asociados diferentes comportamientos que, en el rango de las microondas, pueden aplicarse en el ámbito de las telecomunicaciones, como el aislamiento (o no) de las transmisiones (tipo telefonía móvil), reflexión para la ocultación de señales de localización (radar), absorción de energía,etc. No es necesario incidir ni enumerar más posibles aplicaciones, dada la amplia gama de las que se presentan [1] [2].

El objetivo principal de este trabajo consiste en estudiar el comportamiento de estas ondas electromagnéticas al incidir sobre capas finas metálicas, específicamente capas de Titanio (Ti) y de AZO (Óxido de Aluminio y Zinc), con el fin de obtener información sobre el comportamiento de las mismas. Entendemos por capas finas aquellas cuyo espesor es del orden de 1 a 900 nm. El hecho de que las dimensiones transversales puedan ser comparables con el recorrido libre medio electrónico condiciona el comportamiento conductor de dicha capa, modificando propiedades como la conductividad y la absorción. Por tanto, este objetivo surge del interés científico generado por esas limitaciones, así como por las conclusiones obtenidas en trabajos similares [3].

Además, dado que el Grupo de Tecnologías Fotónicas del Departamento de Física Aplicada cuenta con un sistema de deposición a escala piloto industrial que no es común en otros laboratorios, se añade como objetivo la capacitación para la elaboración de capas finas metálicas utilizando dicha instalación, así como de la posterior calibración de las mismas. Para esta caracterización, se hará uso de un medidor de 4 puntas para determinar las propiedades conductoras, y de un perfilómetro para determinar su espesor.

Por último, se llevará a cabo la evaluación experimental de la transmisión y la reflexión en el rango de microondas mediante un equipo especializado para dicho rango, obteniendo de estos datos la absorbancia de la propia capa.

A través del ajuste teórico y del análisis de su comportamiento, se pretende demostrar que en el rango de microondas, una capa fina metálica tanto de Titanio como de AZO, puede llegar a absorber el 50 % de la radiación incidente.

2. Desarrollo teórico y experimental

2.1. Fundamentos teóricos

2.1.1. Resistencia de hoja en una película conductora fina

Una película conductora fina es una capa metálica cuyo espesor h es del orden de los nanómetros. Se define la resistencia de hoja, R_{\square} , como una propiedad de la capa metálica que representa la resistencia eléctrica que se mediría entre dos puntos situados en lados opuestos de un cuadrado sobre una capa homogénea, como se muestra en el primer caso de la figura 2.1 [4]:

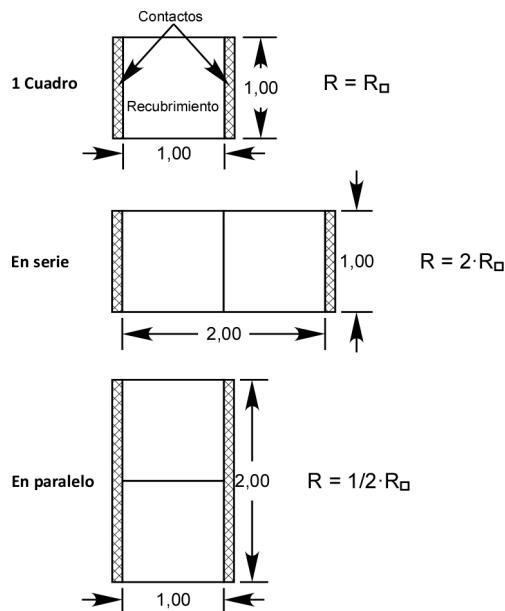


Figura 2.1: Definición de R_{\square} .

La resistencia eléctrica se define como $R = 1 \cdot L / \sigma \cdot S$, donde L es la longitud del conductor y S su superficie transversal. Teniendo en cuenta la geometría de la capa metálica, donde se desprecia su espesor, se puede considerar que la superficie posee un ancho de tamaño igual al de su longitud. De este modo, aplicando la expresión anterior a un conductor con esta geometría, la resistencia entre dos contactos es la R_{\square} . Si se colocan dos láminas metálicas en serie, la corriente eléctrica debe fluir a través de ambas láminas para completar el circuito. Como cada lámina presenta una R_{\square} , al colocarse en serie, estas resistencias individuales se suman, dando lugar a una R mayor. En cambio, si las láminas se colocan en paralelo, la corriente eléctrica se distribuye entre las dos celdas, disminuyendo la resistencia eléctrica del conductor.

R_{\square} está relacionada con la conductividad eléctrica σ y el espesor h de la película como [5]:

$$R_{\square} = \frac{1}{\sigma h} \quad (2.1)$$

Pero hay que tener en cuenta que cuando el espesor h es del orden de los nanómetros, la

conductividad eléctrica presenta una dependencia con este espesor [6]. Se ha demostrado que, a medida que el espesor de la capa aumenta dentro de este rango nanométrico, la conductividad eléctrica también tiende a aumentar hacia el valor de la conductividad macroscópica del material.

2.1.2. Incidencia de una onda electromagnética sobre una capa metálica

Según la teoría electromagnética clásica, los coeficientes de transmisión t y reflexión r de la amplitud de una onda electromagnética cuando ésta incide sobre una capa fina metálica se expresan como [6]:

$$t = \left[\cos(nk_0 h) - \frac{j}{2} \left(\frac{Z}{Z_0} + \frac{Z_0}{Z} \right) \sin(nk_0 h) \right]^{-1} \quad (2.2)$$

$$r = t \left[-\frac{j}{2} \left(\frac{Z}{Z_0} - \frac{Z_0}{Z} \right) \sin(nk_0 h) \right] \quad (2.3)$$

donde Z es la impedancia de la película, $Z_0 = \sqrt{\frac{\mu_0}{\epsilon_0}} = 377 \Omega$ es la impedancia en el vacío, ($\mu_0 = 4\pi \cdot 10^{-7} \text{ H/m}$ y $\epsilon_0 = 8,845 \cdot 10^{-12} \text{ F/m}$), k_0 es el número de onda en el vacío, determinado por $k_0 = \omega/c = 2\pi f/c$, siendo f la frecuencia de trabajo y c la velocidad de propagación de una onda electromagnética en el vacío. Por último n , el índice de refracción complejo de un metal, que viene determinado por la expresión [7]:

$$n = \sqrt{1 + j \frac{\sigma}{\omega \epsilon_0}} \quad (2.4)$$

donde j es la unidad imaginaria. Esta expresión es compleja porque la capa metálica presenta pérdidas por absorción. Por tanto, tiene en cuenta la contribución de la conductividad, y por ende, la de la R_{\square} (2.1), que puede influir en la propagación de la onda electromagnética cuando ésta lo atraviesa.

Para el caso que se estudia, cuando el espesor de la película es considerablemente menor que la longitud de onda de la onda incidente, $nk_0 h \ll 1$, y la frecuencia de trabajo es baja, $\sigma/\omega \epsilon_0 \gg 1$, la permitividad relativa de la película se define como $\epsilon_r \approx j\sigma/(\omega \epsilon_0)$. En estas condiciones, las ecuaciones (2.2) y (2.3) pueden aproximarse a [6]:

$$t \approx \left[1 + \frac{Z_0/2}{1/(\sigma h)} \right]^{-1} \quad (2.5)$$

$$r \approx t \left[-\frac{Z_0/2}{1/(\sigma h)} \right] \quad (2.6)$$

donde $1/(\sigma h)$ es la resistencia de hoja de la capa metálica, R_{\square} , nombrada anteriormente.

De esta forma, se puede calcular la absorbancia A mediante la relación $A = 1 - R - T$, donde la intensidad reflejada se expresa como $R = |r|^2$ y la intensidad transmitida como $T = |t|^2$.

Por tanto, la absorbancia toma la expresión:

$$A = 1 - |r|^2 - |t|^2 = \frac{2 \cdot \frac{Z_0/2}{1/(\sigma h)}}{\left(1 + \frac{Z_0/2}{1/(\sigma h)}\right)^2} \quad (2.7)$$

Esta expresión es válida cuando se encuentra en el rango donde se cumplen las condiciones anteriores. La absorbancia A presenta un máximo independiente de la frecuencia cuando:

$$A = \frac{1}{(\sigma h)} = \frac{Z_0}{2} \quad (2.8)$$

En la figura 2.2, se muestra la representación gráfica de la intensidad reflejada R y transmitida T , además de la absorbancia A , donde se observa que el valor máximo de A es el 50 %.

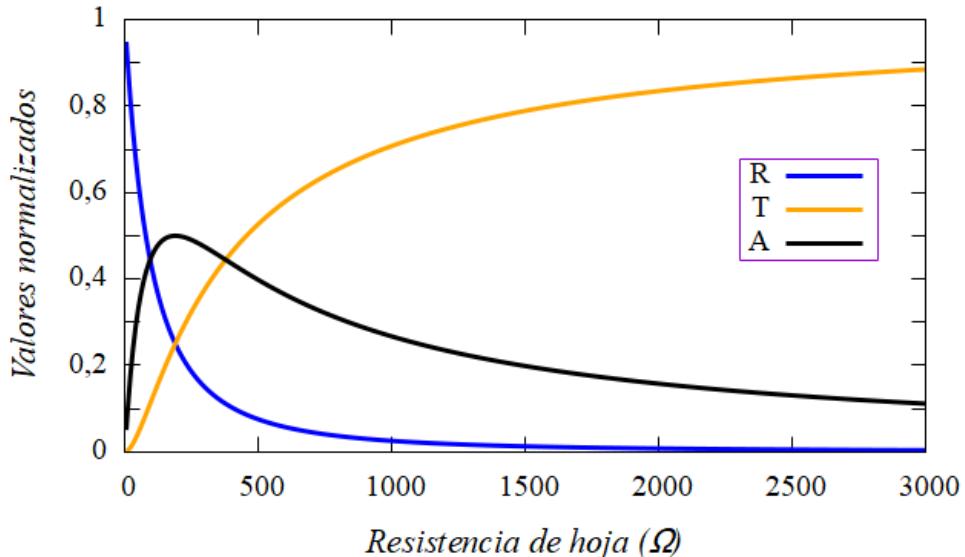


Figura 2.2: Absorbancia A , transmitancia T y reflectancia R , frente a R_{\square} .

2.2. Equipos experimentales

Para llevar a cabo este trabajo, se emplearon los siguientes equipos experimentales:

- Sistema de deposición, para la elaboración de las muestras.
- Medidor de 4 puntas, para medir la R_{\square} .
- Perfilómetro, para determinar el espesor h de las capas finas metálicas.
- Equipo de microondas, para caracterizar la transmisión y la reflexión de la onda incidente.

2.2.1. Sistema de deposición

Para la elaboración de las capas finas metálicas se ha empleado un sistema de deposición a escala piloto industrial, figura 2.3. Este sistema puede realizar capas hasta un tamaño máximo de 350x600 mm sobre un sustrato plano con una buena homogeneidad en el espesor [4].



Figura 2.3: Sistema de deposición a escala piloto industrial.

Este equipo se basa en una técnica de PVD (Physical Vapor Deposition), para la deposición de capas delgadas. Concretamente, emplea la técnica de pulverización catódica en alto vacío asistida por un campo magnético o magnetron sputtering, la cual consiste en bombardear un material con iones producidos en una descarga eléctrica.

En una cámara con un alto vacío se introduce el gas de proceso, en este caso Argón, ya que no reacciona químicamente con otros elementos por ser un gas noble. Se aplica un campo eléctrico que ioniza el gas y acelera los iones resultantes hacia el cátodo. Cuando los iones impactan con el blanco (cátodo), provocan la evaporación de los átomos de la superficie a través de intercambio de energía, como se muestra en la figura 2.4 [8].

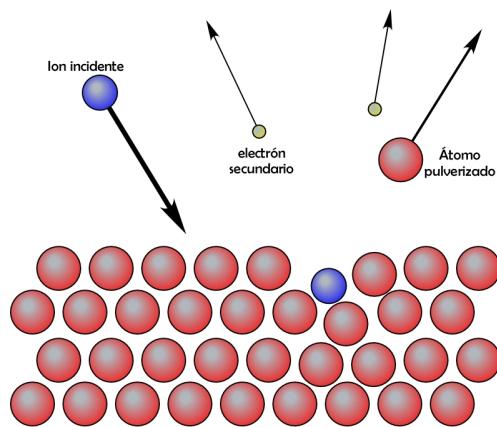


Figura 2.4: Pulverización mediante procesos de intercambio de energía.

El bombardeo de los iones produce a su vez la emisión de electrones secundarios, que son acelerados y confinados en el plasma, como consecuencia del campo eléctrico y magnético. Estos electrones adquieren la energía suficiente para generar nuevos iones mediante colisiones en cascada, lo que permite que la descarga sea automantenedora.

Para ello, se emplea la configuración "sputtering magnetron", que consiste en dos electrodos separados por una distancia donde se encuentra el plasma, y entre los cuales se aplica una diferencia de potencial. Además, se aplica un campo magnético con el fin de modificar la trayectoria de las partículas. De este modo, se consigue que los electrones secundarios generados tengan trayectorias helicoidales, aumentando así el número de colisiones con los átomos del gas noble e incrementando el grado de ionización del plasma.

En la figura 2.5, se muestra un esquema del magnetron planar, en el que se puede observar la disposición del cátodo, donde se coloca el blanco, y el ánodo. Los imanes se colocan para generar los campos magnéticos paralelos a la superficie del cátodo. Las líneas de campo salen de los extremos del cátodo y se dirigen hacia el centro.

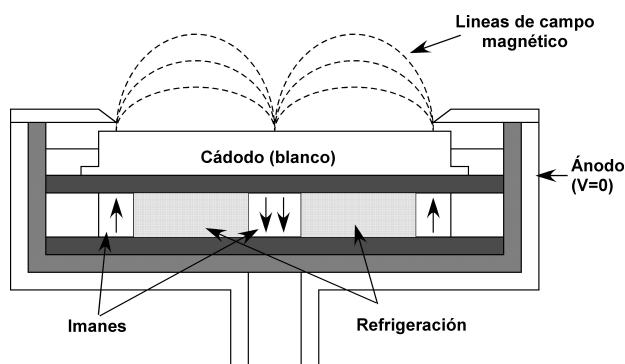


Figura 2.5: Esquema de un cátodo.

El sistema de deposición a escala piloto industrial consta de las siguientes componentes:

- Cámaras de vacío

El sistema está compuesto por 3 cámaras de vacío: carga, transferencia y proceso, figura 2.6.

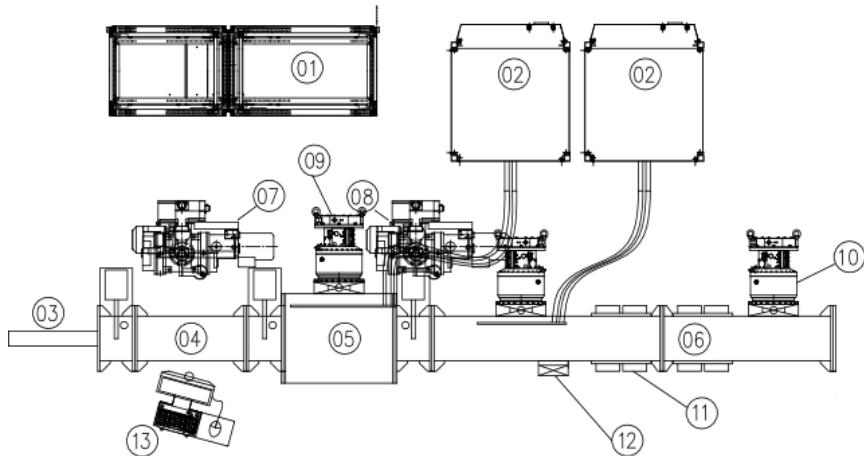


Figura 2.6: Esquema del sistema de deposición a escala piloto industrial visto desde arriba.

Las componentes enumeradas de la figura 2.6 son:

- | | |
|---------------------------------|---|
| (01) - Fuente de alimentación. | (08) - Bombas rotatorias y root en serie. |
| (02) - Trampa criogénica. | (09) - Bombas turbomoleculares. |
| (03) - Exterior. | (10) - Bombas turbomoleculares de la cámara de proceso. |
| (04) - Cámara de carga. | (11) - Magnetrones. |
| (05) - Cámara de transferencia. | (12) - Cañón de iones. |
| (06) - Cámara de proceso. | (13) - Pc industrial. |
| (07) - Bomba rotatoria y root. | |

La cámara de carga (04) se utiliza para introducir el sustrato, el cual está sujeto a un portasustratos, desde el exterior a presión atmosférica (03). Una vez en el interior de dicha cámara, se cierra la puerta de entrada y se conectan dos bombas de vacío, primero la bomba rotatoria y posteriormente la bomba root (07), para conseguir una presión aproximada de 1 Pa. Alcanzado este valor, la puerta que conecta la cámara de carga y de transferencia se abre, desplazándose el portasustratos a la cámara de transferencia (05).

Esta cámara está conectada a una bomba turbomolecular que hace que, una vez esté cerrada la puerta que conecta con la cámara de carga, la presión disminuya casi instantáneamente hasta el orden de 10^{-5} Pa, pudiendo pasar a la cámara de proceso (06) con una presión base similar, evitando así la contaminación del sustrato.

La cámara de proceso es la más larga de todas para poder realizar la deposición en el sustrato. El portasustratos se desplaza longitudinalmente a lo largo de la cámara, exponiéndose ante el cátodo el tiempo necesario para la deposición controlada del espesor deseado del material. La salida del portasustratos sigue el recorrido inverso al de entrada, consiguiendo así que esta cámara se encuentre durante todo el proceso con una presión del orden de 10^{-4} Pa (evitando la contaminación del cátodo). Sin embargo, cuando se introduce el gas del Argón, la presión aumenta hasta aproximadamente el orden de 10^{-1} Pa y luego disminuye nuevamente hasta el orden de 10^{-4} Pa.

– **Sistema de bombeo**

El sistema de bombeo consiste en dos bombas rotatorias tipo DUO 65, PFEIFFER, dos bombas root modelo OKTA 500 A, PFEIFFER y tres bombas turbomoleculares tipo HiPace 1500, PFEIFFER . Además, dispone de dos bombas criogénicas modelo VTC CRYO-6/11.

El sistema está repartido entre las diferentes cámaras de vacío, donde, una bomba rotatoria y otra root (07) están destinadas exclusivamente a la cámara de entrada/salida (04) para pasar de presión atmosférica a una presión de aproximadamente 1 Pa. En la cámara de transferencia, está instalada una bomba turbomolecular (09), que es la encargada de conseguir un vacío del orden de 10^{-5} Pa, y una de las trampas criogénicas (02). La cámara de proceso cuenta con dos bombas turbomoleculares (10) y una trampa criogénica para conseguir una presión del orden de 10^{-4} Pa. Las salidas de las tres bombas turbomoleculares están unidas a otras bombas root y rotatorias colocadas en serie (08).

– **Magnetrones**

El sistema de deposición cuenta con ocho magnetrones rectangulares de tamaño 600x100 mm, repartidos a ambos lados de la cámara de proceso, colocados verticalmente y enfrentados entre ellos. Esta distribución permite la deposición de ocho materiales diferentes en un mismo proceso. Para evitar que los magnetrones enfrentados se contaminen mutuamente al ser usado uno de ellos, cada cátodo dispone de un "shutter", una puerta que se abre únicamente cuando dicho material se deposita, evitando así la contaminación del blanco.

– **Portasustratos**

El portasustratos consiste en un carro que se mueve a lo largo del sistema de deposición mediante rodillos situados en la parte inferior de las cámaras de vacío. Éste está preparado para depositar sobre vidrio plano de hasta 350x600 mm.

– **Fuentes de alimentación**

El sistema de deposición cuenta con dos fuentes de alimentación DC pulsada, EnerPulse 10, capaces de suministrar una potencia de hasta 10 kW a los magnetrones, y de detectar y extinguir arcos eléctricos que puedan producirse en la descarga. Estas fuentes pueden ser asignadas a cualquiera de los ocho magnetrones.

– **Sistema de gases**

El sistema de gases permite la introducción en el interior de la cámara de proceso el gas o mezcla de gases deseados para la deposición y está preparado para el uso de tres gases de proceso diferentes, los cuales son O₂, N₂ y Ar, aunque en este trabajo solo se ha empleado el Ar. El flujo entrante de gas es controlado mediante MFC (Mass Flow Controller) individualmente para cada magnetrón. En total, el sistema cuenta con veinticinco MFC.

– **Sistema de control**

Todo este sistema de deposición se controla y monitoriza desde un PC industrial (13), mediante un software que permite la operación manual o semiautomática de los procesos, figura 2.7.

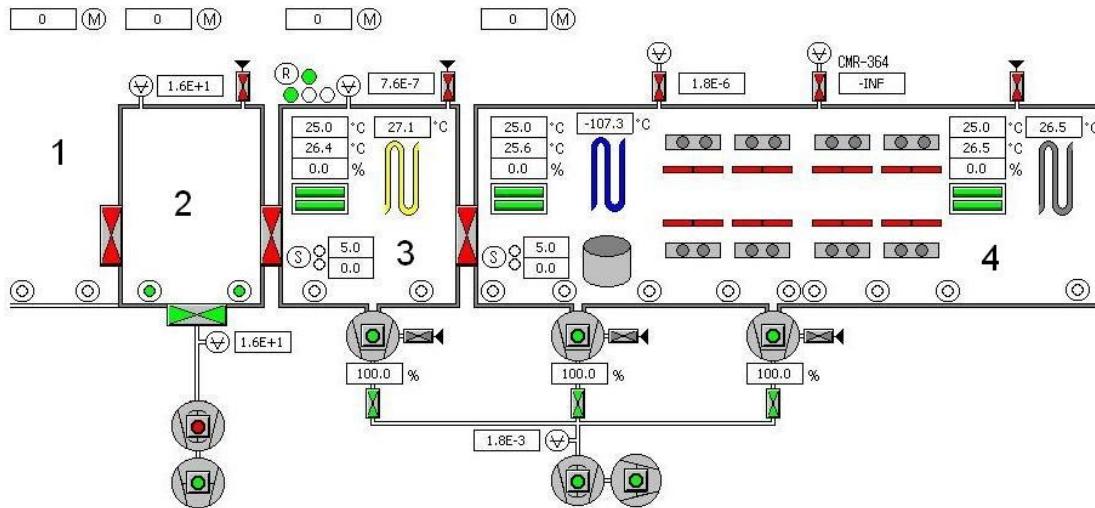


Figura 2.7: Interface del software de control.

2.2.2. Medidor de 4 puntas

Para medir la resistencia de hoja de los recubrimientos, se utiliza el método de las 4 puntas, figura 2.8. El método consiste en realizar cuatro contactos equiespaciados y en línea sobre el recubrimiento y hacer circular una corriente entre las conexiones de los extremos. De esta manera, se puede medir la caída de potencial entre los dos terminales internos, sin que a través de ellos circule corriente, lo que permite eliminar la resistencia interna de los cables de las conexiones. Así pues, cuando la muestra es homogénea, tiene un tamaño mucho mayor que la distancia "b" entre conexiones, y nos encontramos lejos de cualquier borde, podemos relacionar la corriente I que circula por los terminales externos y la diferencia de potencial V entre los terminales internos con la resistencia de hoja mediante [8]:

$$R_{\square} = 4,532 \frac{V}{I} \quad (2.9)$$

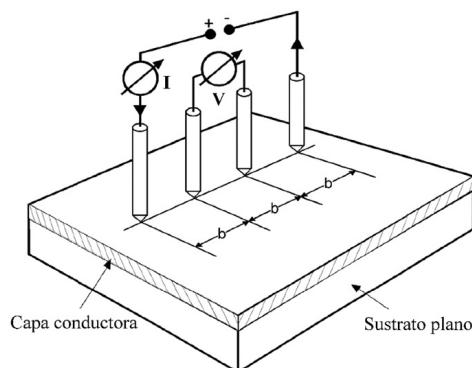


Figura 2.8: Esquema de medida del método de las 4 puntas.

Para la realización de esta medida se cuenta con el equipo JANDEL RM3000, figura 2.9.

Este equipo cuenta con un cabezal de medida en el que las cuatro puntas se encuentran separadas una distancia de 1 mm entre ellas. Además, cuenta con un posicionador automático en el eje Z, asegurando así que las puntas ejerzan siempre la misma presión sobre la capa. El rango de medida del equipo se encuentra desde $10 \text{ m}\Omega/\square$ hasta $50\text{-}100 \text{ M}\Omega/\square$.

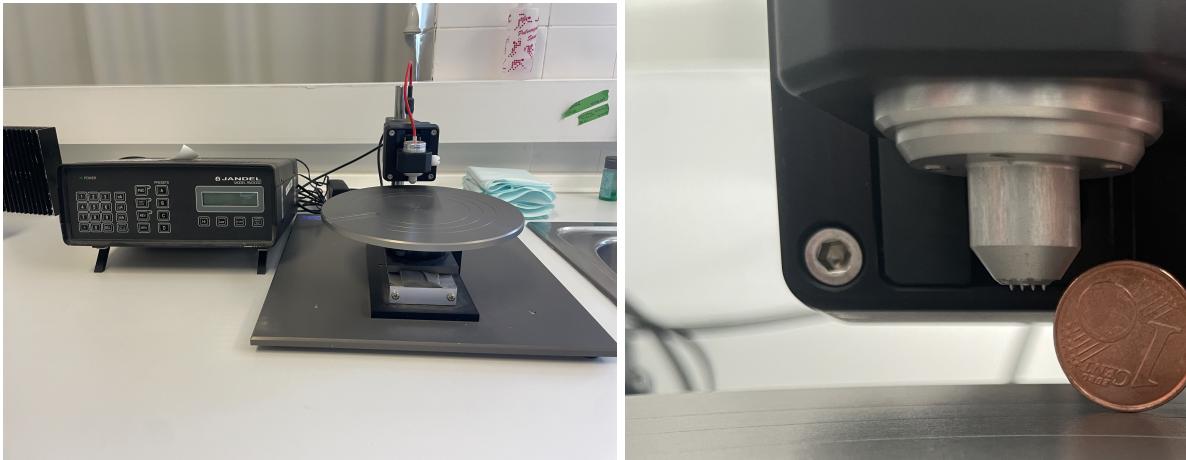


Figura 2.9: Medidor de 4 puntas, donde se comparan los cuatro contactos con una moneda de un céntimo.

2.2.3. Perfilómetro

La medida del espesor de las capas ha sido realizada mediante un perfilómetro mecánico del tipo Dektak XT, figura 2.10. Para ello, se hace una línea de tinta soluble sobre el sustrato antes de depositar. Posteriormente, se deposita la capa que se desea medir. Una vez depositada, se elimina la línea aplicando alcohol isopropílico, disolviendo la tinta y eliminando la capa depositada encima de la misma. De esta forma tenemos una capa intacta y una línea sin recubrimiento para tomar referencia. Este perfilómetro permite medir con precisión recubrimientos con espesores del orden de los nanómetros [4].



Figura 2.10: Perfilómetro.

2.2.4. Equipo de microondas

Para medir la transmisión y la reflexión de una onda electromagnética en el rango de las microondas, se ha empleado un equipo, modelo 1009951/U8493600-230 de *Elwe Didactic GmbH*, que consta de dos antenas de bocina de frecuencia 10,5 GHz, y el módulo electrónico de alimentación y detección conectado a un voltímetro, modelo TTI 1705.

Ambas antenas se alinean sobre un banco de microondas, que permite el ajuste de la distancia entre ellas. La alimentación del equipo es una fuente de alimentación de 12 V CA, que permite modificar la amplificación de la señal recibida. El soporte de las capas finas se realiza con unas pinzas, que se pueden modificar en altura, y permiten posicionarlas perpendicularmente a la dirección de propagación de la onda, figura 2.11.



Figura 2.11: Equipo de microondas, con las dos antenas alineadas sobre el banco. Entre ellas se encuentra el sustrato sujetado por las pinzas. A la izquierda de la figura, el voltímetro.

2.3. Metodología

Se presenta el procedimiento llevado a cabo para la realización del trabajo, desde la preparación de las muestras hasta la posterior medición de la transmisión y reflexión de ondas electromagnéticas en el rango de las microondas cuando éstas inciden sobre las muestras.

La muestra está compuesta por un sustrato, el cual es una lámina transparente de acetato de tamaño 210x297 mm y espesor 0,15 mm, recubierto por una fina capa metálica de Titanio (Ti) o AZO [9] [10]. El AZO, una combinación de Óxido de Zinc (98%) y Óxido de Aluminio (2%), destaca por ser un material transparente y conductor, y presenta unas propiedades eléctricas y ópticas adecuadas. Entre la amplia gama de materiales disponibles, se han seleccionado específicamente estos dos debido a su disponibilidad en el sistema de deposición y a su relevancia en el ámbito tecnológico.

2.3.1. Elaboración de las muestras

El procedimiento consistía en la sujeción del sustrato y un porta al portasustratos mediante cinta adhesiva resistente a altas temperaturas. A través del sistema de control, comenzaba la operación semiautomática: El portasustratos se desplazaba por las distintas cámaras y, antes de introducirse en la cámara de proceso, se configuraban las condiciones que se querían ejecutar a través del editor de procesos del software. La tabla 2.1 presenta un ejemplo de configuración de las condiciones para la elaboración de una muestra específica de Ti:

Step Type	HVPS 1	Ar (sccm)	V_p (cm/s)
Sputtering	2000 W	200	0,419

Tabla 2.1: Condiciones de deposición para una muestra específica de Ti.

Sólo se empleó la fuente de alimentación 1, por tanto, se configuraba la potencia de trabajo para esa fuente. En cuanto al flujo de gas del Ar, expresado en unidades de sccm (centímetro cúbico de gas en condiciones estandar por minuto), se empleó 200 sccm para el Ti y 600 sccm para el AZO. Estos valores de flujo son los utilizados con frecuencia para cualquier tipo de recubrimiento, ya que la cantidad de flujo adecuada para una correcta deposición de un material concreto estaba calibrada con anterioridad. Por último, se elegía la velocidad con la que se desplazaba el portasustratos por la cámara de proceso, V_p , expresada en unidades de cm/s. Las unidades son una conversión de un sistema de medida específico que empleaba la máquina, la cual también estaba determinada previamente.

Una vez realizada la muestra, se medía su resistencia de hoja con el medidor de 4 puntas. Dependiendo de este valor, la siguiente muestra se elaboraba con mayor o menor espesor, ya que, una capa con poco espesor implicaba mayor resistencia por cuadro y una capa con mucho espesor, una resistencia por cuadro menor, como se muestra en la expresión 2.1.

Los espesores de las muestras venían determinados por dos factores: la velocidad del portasustratos en la cámara de proceso V_p y la potencia de trabajo de la fuente. La velocidad del portasustratos influía debido a que el portasustratos se desplazaba por delante del cátodo longitudinalmente. Si se deseaban capas con muy poco espesor, el tiempo de exposición debía de ser bajo, lo que implicaba que el portasustratos debía desplazarse con alta velocidad. En cambio, si se deseaban capas con un espesor más grueso, el tiempo de exposición debía de ser mayor.

En cuanto a la potencia de trabajo, influía en el ritmo de deposición. Para determinarla, se realizaron dos muestras de Titanio con potencias de 1000 W y 2000 W, a una velocidad del portasustratos para ambas de 0,419 cm/s, y posteriormente, se midieron sus R_{\square} , como se muestran en la tabla 2.2:

Muestra	Potencia (W)	V_p (cm/s)	R_{\square} (Ω/\square)
1	1000	0,419	Fuera de rango
2	2000	0,419	158

Tabla 2.2: Dos muestras elaboradas con distinta potencia, junto con sus R_{\square} .

La R_{\square} de la muestra 1 se salía fuera del rango de medida del aparato. Esto se explica debido al bajo ritmo de deposición del Ti, donde el oxígeno residual presente en la cámara de proceso era suficiente para oxidar considerablemente la muestra durante el proceso, además del poco espesor depositado del material. Por tanto se concluyó que la mejor potencia de trabajo era 2000 W. Manteniendo este valor para todas las muestras elaboradas, se varió para cada una de ellas V_p . Se elaboraron seis muestras de Ti y tres muestras de AZO. En la tabla 2.3 se muestran las condiciones de cada proceso, junto con las R_{\square} y espesores de cada muestra:

Material	Muestra	Ar (sccm)	V_p (cm/s)	R_{\square} (Ω/\square)	Espesor h (nm)
Ti	1	200	0,0419	3,00	704
Ti	2	200	0,210	39,6	146
Ti	3	200	0,335	80,0	100
Ti	4	200	0,419	158	72
Ti	5	200	1,68	250	20
Ti	6	200	3,35	2600	10*
AZO	7	600	0,168	180	199
AZO	8	600	0,168	304	206
AZO	9	600	0,335	1460	96

Tabla 2.3: Condiciones de los procesos, R_{\square} y espesor h de cada muestra. (*)Como la capa era muy fina, el perfilómetro no detectaba correctamente el espesor, por tanto, se estimó que su espesor sería de 10 nm, basándonos en las proporciones de las medidas anteriores.

2.3.2. Medida de la transmisión y la reflexión

Se procedió a medir con el equipo de microondas la transmisión y la reflexión de la onda de microondas cuando ésta incidía sobre las distintas muestras, a una frecuencia de trabajo fija de 10,5 GHz.

Antes de comenzar las medidas, se analizaron varios factores. Primero se comprobó si el sistema empleado para medir la radiación podía generar una señal de fondo V_r que afectase a las medidas. Se colocó una lámina metálica cuadrada frente a la antena receptora y se observó que el valor de la tensión medida era de $V_r = 0,431$ V, cuando lo esperado sería $V_r = 0$ V.

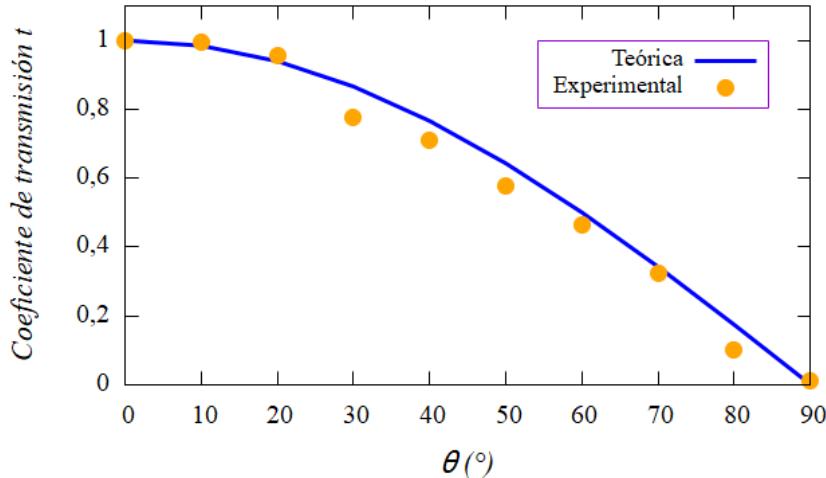
Por otro lado, el manual del equipo de microondas hablaba de la proporcionalidad de la señal detectada con la señal incidente, pero no indicaba claramente si la proporcionalidad era sobre la amplitud del campo o sobre la energía emitida. Para verificarlo, se posicionó ante el receptor una rejilla metálica, y se rotó la rejilla desde $\theta = 0^\circ$ hasta $\theta = 90^\circ$, con un ángulo de rotación de $\theta = 10^\circ$, obteniendo las medidas de la tabla 2.4:

θ (°)	V (V)	t
0	9,720	1,000
10	9,668	0,994
20	9,300	0,955
30	7,650	0,777
40	7,016	0,709
50	5,796	0,578
60	4,725	0,462
70	3,435	0,323
80	0,590	0,100
90	0,545	0,012

Tabla 2.4: Medida de la transmisión t , con $\theta \in [0^\circ - 90^\circ]$.

La señal estaba polarizada linealmente, por tanto en $\theta = 0^\circ$, la señal era máxima y en $\theta = 90^\circ$, mínima.

En la siguiente gráfica (figura 2.12), se muestran representadas las medidas obtenidas frente a θ , y se comparan con el $\cos(\theta)$:

Figura 2.12: Medida del coeficiente de transmisión t frente a θ , junto con el $\cos(\theta)$.

Dado que las medidas experimentales se ajustan al $\cos(\theta)$, se concluye que el equipo receptor da un valor proporcional a la amplitud de la señal detectada.

Una vez realizadas estas comprobaciones, se procedió a medir la transmisión. Para ello, se colocó la antena emisora alineada a la antena receptora, a una distancia de 80 cm. Las distintas muestras se sujetaban de tal forma que quedara su superficie perpendicular a la dirección de propagación de la onda. La cara metálica se colocaba hacia el receptor y la cara no recubierta hacia el emisor, siendo ésta la cara incidente.

Antes de comenzar las medidas, sin ninguna muestra entre el receptor y el emisor, se midió

el valor inicial V_0 , es decir, la amplitud máxima de la onda incidente. Posteriormente, se comenzó a medir, colocando cada muestra en dos posiciones, una justo delante de la antena receptora, y otra en un punto intermedio entre la antena receptora y la emisora, como se muestran en la figura 2.13.

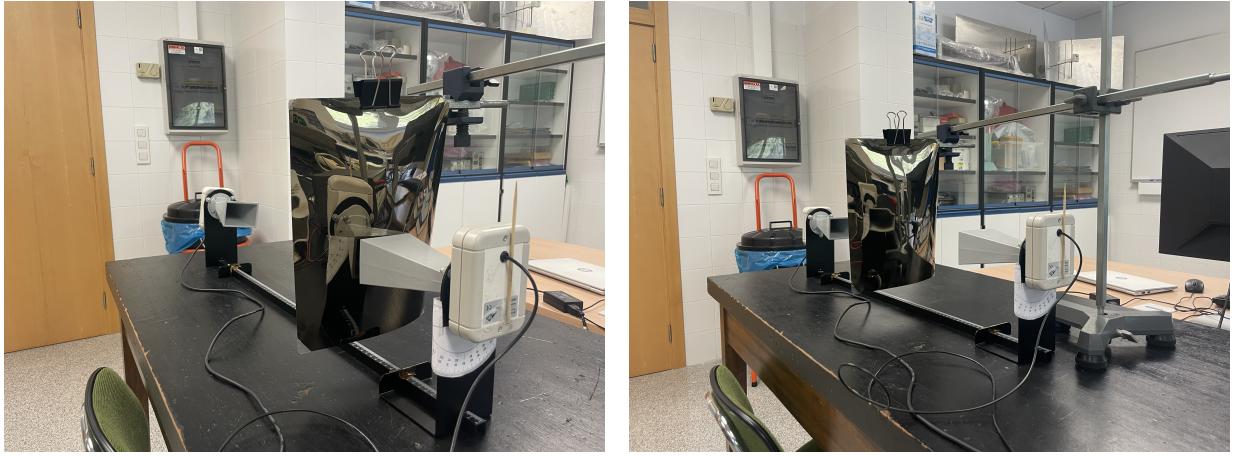


Figura 2.13: Posicion receptor, P_{rp} , y posición media distancia, P_{md} , de la muestra.

Para cada caso se calculó el coeficiente de transmisión t a través de la relación:

$$t = \frac{V - V_r}{V_0 - V_r} \quad (2.10)$$

donde V (V) es el valor obtenido por el voltímetro, V_r (V) la señal de fondo medida anteriormente y V_0 (V) el valor inicial sin muestra entre las antenas.

Una vez medida la transmisión, se procedió a medir la reflexión. Se colocó la antena emisora junto a la antena receptora, con un ángulo de separación de aproximadamente 10° con respecto a la normal, como se muestra en la figura 2.14. Se midió el valor inicial, V_0 , buscando el máximo de reflexión con la muestra de menor R_\square , que se empleó como patrón de reflexión. Se realizaron pruebas en distintas posiciones hasta encontrar éste máximo de reflexión. Esa posición fue el punto de referencia para el resto de las muestras, donde la cara metálica se colocaba siempre hacia el emisor y el receptor.

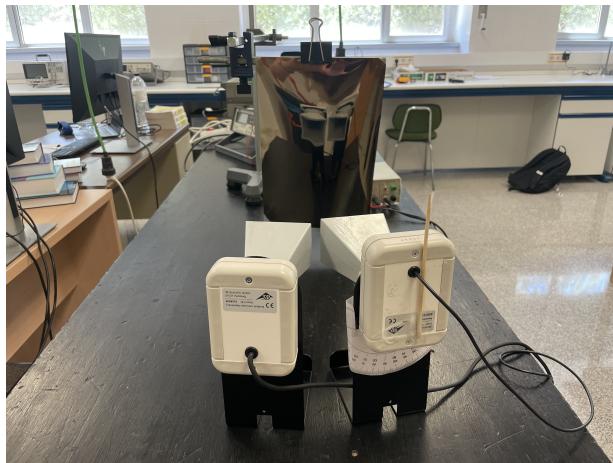


Figura 2.14: Posición de las antenas y la muestra en la reflexión de la onda.

Para cada muestra, se obtuvo un valor V (V) y se calculó el coeficiente de reflexión r con la relación:

$$r = \frac{V - V_r}{V_0 - V_r} \quad (2.11)$$

2.3.3. Inconvenientes

Inicialmente, se comenzaron a fabricar las muestras empleando como sustrato placas de vidrio de tamaño 10x10 cm y espesor $h_v = 4$ mm, pero surgieron dificultades a la hora de interpretar la transmisión y la reflexión de la onda electromagnética.

En transmisión, el valor V obtenido cuando la onda incidía en la cara metálica era distinto del valor V obtenido cuando la onda incidía en la cara no recubierta. Esto se interpretó que era debido al espesor del vidrio. Como el espesor h_v se aproximaba al orden de la longitud de onda de la señal, se producían múltiples reflexiones en el interior, dando lugar a una figura interferencial destructiva o constructiva. Por tanto, este fenómeno hacía que las medidas fueran erróneas, lo que también ocurría en la reflexión. Por ello, se escogieron como sustratos las láminas transparentes, cuyos espesores $h_t = 0,15$ mm eran prácticamente despreciables frente a la longitud de onda de la señal.

Son varios los factores externos que podrían haber influido en la toma de medidas. El equipo de microondas es un sistema un tanto sensible, de modo que, cualquier ruido de fondo producido por el mismo y por otros dispositivos electrónicos externos al equipo, podrían haber afectado en las medidas.

Otro detalle a tener en cuenta es la deformación de las muestras de acetato. Debido a las altas temperaturas de las cámaras del sistema de deposición, estos sustratos presentaban deformaciones que resultaban en una superficie ligeramente curva. Por tanto, la onda no incidía sobre una superficie completamente uniforme, lo que podría haber afectado negativamente a la precisión

de la medición.

Otro aspecto que surgió fue que, pasado un tiempo de la elaboración de las muestras, la película conductora se acababa deteriorando, sobre todo las de Ti, convirtiéndose en una capa inhomogénea. Esto implicaba que, a la hora de medir la R_{\square} de la muestra, salieran distintos valores, según el contacto donde el medidor de 4 puntas se colocase. Por consiguiente, cuando se medía la transmisión y reflexión de la onda, las medidas oscilaban constantemente.

3. Resultados y discusión

3.1. Verificación de las condiciones

Se han verificado las condiciones nombradas con anterioridad para todos los casos estudiados, con el fin de poder emplear las aproximaciones (2.5), (2.6) y (2.7). Primero, se ha comprobado que el espesor h de la película conductora es pequeña en comparación con la longitud de onda del sistema, $nk_0 h \ll 1$, como se muestra en la tabla 3.1:

<i>Material</i>	<i>Muestra</i>	<i>n</i>	<i>h (nm)</i>	$ nk_0 h $
Ti	1	$6,52 \cdot 10^2 + 6,52 \cdot 10^2 j$	704	$1,36 \cdot 10^{-1}$
Ti	2	$3,95 \cdot 10^2 + 3,95 \cdot 10^2 j$	146	$1,71 \cdot 10^{-2}$
Ti	3	$3,36 \cdot 10^2 + 3,36 \cdot 10^2 j$	100	$19,91 \cdot 10^{-3}$
Ti	4	$2,80 \cdot 10^2 + 2,80 \cdot 10^2 j$	72	$6,01 \cdot 10^{-3}$
Ti	5	$4,28 \cdot 10^2 + 4,28 \cdot 10^2 j$	20	$2,49 \cdot 10^{-3}$
Ti	6	$1,84 \cdot 10^2 + 1,84 \cdot 10^2 j$	10	$5,46 \cdot 10^{-4}$
AZO	7	$1,58 \cdot 10^2 + 1,58 \cdot 10^2 j$	199	$9,34 \cdot 10^{-3}$
AZO	8	$1,20 \cdot 10^2 + 1,20 \cdot 10^2 j$	206	$7,31 \cdot 10^{-3}$
AZO	9	$7,95 \cdot 10^1 + 7,95 \cdot 10^1 j$	96	$2,25 \cdot 10^{-3}$

Tabla 3.1: Comprobación de la condición $nk_0 h$ para todos los casos.

El índice de refracción n de la capa metálica se ha calculado mediante la expresión 2.4, y $k_0 = 2,09 \cdot 10^2 \text{ m}^{-1}$ se ha calculado como $2\pi f/c$, donde $f = 10,5 \text{ GHz}$. Vemos que se verifica para todos los casos.

A continuación, se ha comprobado que la frecuencia de trabajo es baja, $\sigma/\omega\epsilon_0 \gg 1$, obteniendo los resultados de la tabla 3.2:

Material	Muestra	$\sigma/\omega\epsilon_0$
Ti	1	$8,51 \cdot 10^5$
Ti	2	$3,11 \cdot 10^5$
Ti	3	$2,26 \cdot 10^5$
Ti	4	$1,57 \cdot 10^5$
Ti	5	$3,66 \cdot 10^5$
Ti	6	$6,79 \cdot 10^4$
AZO	7	$5,02 \cdot 10^4$
AZO	8	$2,88 \cdot 10^4$
AZO	9	$1,28 \cdot 10^4$

Tabla 3.2: Verificación de la condición $\sigma/\omega\epsilon_0 \gg 1$, para todos los casos, donde $\omega = 2\pi \cdot f = 6,28 \cdot 10^{10}$ rad/s.

La condición citada se cumple para todos los casos.

3.2. Medidas experimentales y discusión

En la tabla 3.3, se muestran las medidas obtenidas en la transmisión, junto con el correspondiente coeficiente t , en la posición receptor P_{rp} y en la posición media distancia P_{md} .

Material	Muestra	$R_{\square}(\Omega/\square)$	$V_{P_{rp}}(V)$	$t_{P_{rp}}$	$V_{P_{md}}(V)$	$t_{P_{md}}$
Ti	1	3,00	0,440	0,003	0,526	0,031
Ti	2	39,6	0,719	0,096	0,970	0,179
Ti	3	80,0	1,231	0,267	1,460	0,343
Ti	4	157	1,941	0,503	1,820	0,463
Ti	5	250	2,263	0,611	2,099	0,556
Ti	6	2600	3,016	0,862	3,085	0,885
AZO	7	180	2,216	0,595	1,886	0,485
AZO	8	304	2,716	0,762	2,685	0,752
AZO	9	1460	3,177	0,916	3,190	0,920

Tabla 3.3: Medidas V_{pr} en la posición receptor y V_{md} en la posición media distancia, junto con el cálculo de t (2.10).

Se han calculado los valores teóricos del coeficiente de transmisión empleando la expresión 2.5, en un rango de [5 – 3000] Ω/\square , y se representan gráficamente junto con t experimental, como se muestran en la figura 3.1.

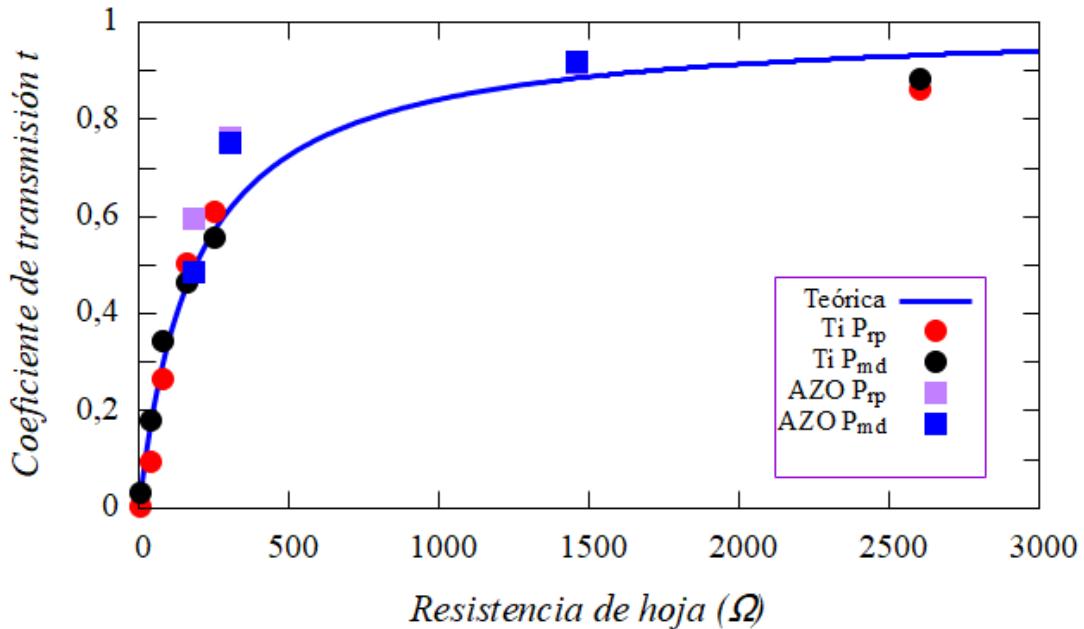


Figura 3.1: Coeficiente de transmisión t frente a R_{\square} , rango [5 – 3000] Ω/\square .

Como la mayoría de las muestras están concentradas en el rango de [5 – 450] Ω/\square , se ha limitado el rango del eje x de la gráfica, para analizar con mayor detalle el ajuste de las medidas, como se muestra en la figura 3.2.

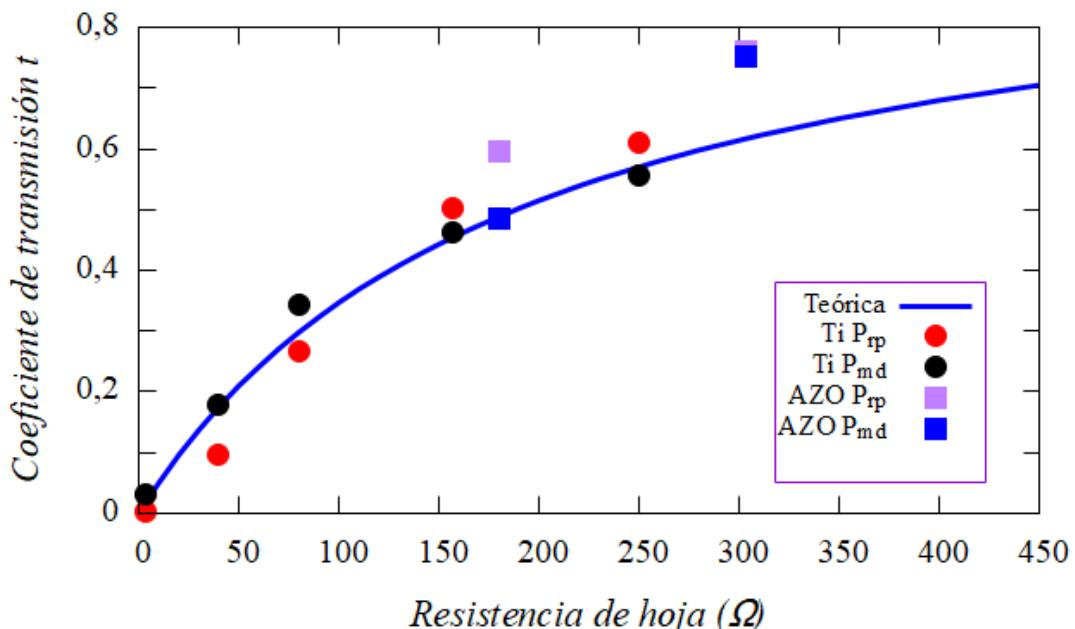


Figura 3.2: Coeficiente de transmisión t frente a R_{\square} , rango [5 – 450] Ω/\square .

Se puede apreciar en la figura 3.2 que la mayoría de medidas de T_i se ajustan de manera notable a la curva teórica, con una precisión aun mayor en las medidas de la posición de media distancia. La medida de T_i de mayor resistencia se desvía ligeramente, como se aprecia en la figura 3.1. Por otro lado, las medidas de AZO también se desvían ligeramente, aunque muestran una aproximación significativa, destacando las medidas de AZO de media distancia, como se puede observar en ambas figuras.

A continuación, en la tabla 3.4, se muestran las medidas obtenidas en la reflexión, junto con el coeficiente de reflexión r :

$V (V)$	r
5,616	1,000
4,380	0,762
4,382	0,762
3,950	0,679
3,446	0,581
1,304	0,168
3,239	0,541
2,503	0,400
0,920	0,094

Tabla 3.4: Medidas en la reflexión, junto con el cálculo del coeficiente r (2.11).

Se han calculado los valores teóricos del coeficiente r empleando la expresión 2.6, en un rango de $[5 - 3000] \Omega/\square$, y se representan gráficamente junto con r experimental, como se muestran en la figura 3.3.

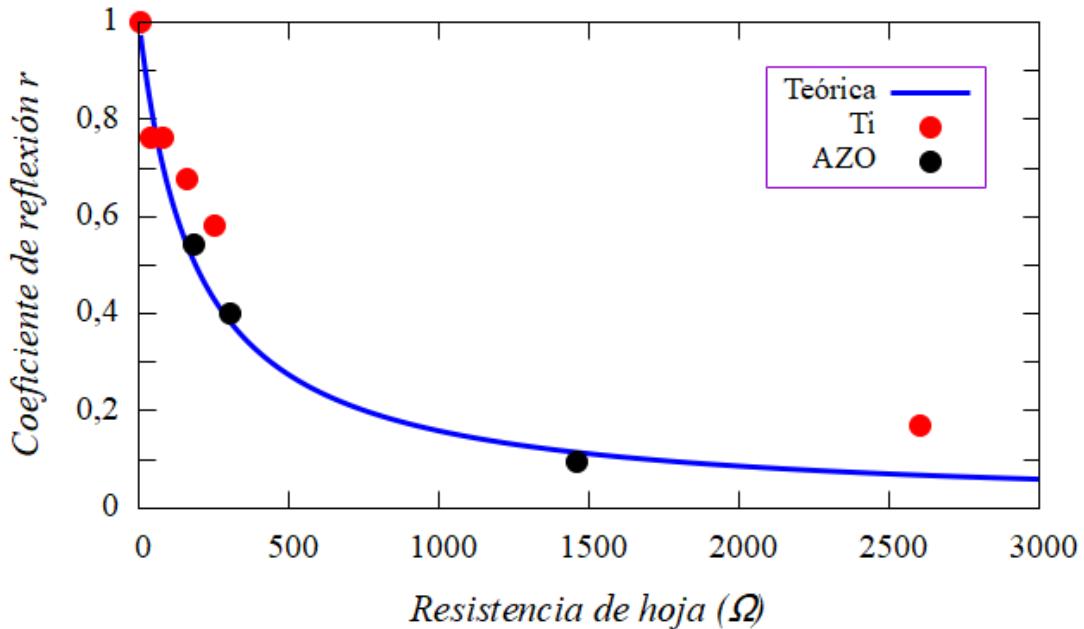


Figura 3.3: Coeficiente de reflexión r frente a R_s , rango $[5 - 3000] \Omega/\square$.

Como en el caso anterior, se limita el rango de la gráfica a $[5 - 450] \Omega/\square$, figura 3.4:

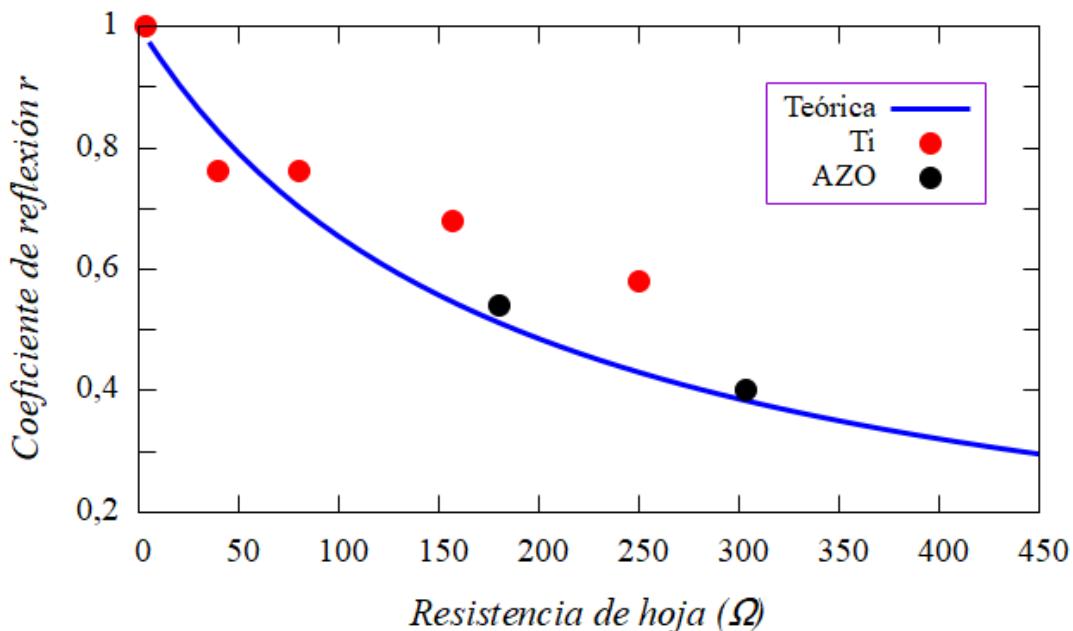


Figura 3.4: Coeficiente de reflexión r frente a R_s , rango $[5 - 450] \Omega/\square$.

En la figura 3.4, se aprecia que la muestra de menor resistencia de Ti es la muestra que se approxima con exactitud a la curva teórica. Esto era de esperar, ya que esta muestra es la más conductora y por tanto, aquella que puede reflejar en su totalidad a la señal. En cambio el resto de medidas de Ti se desvían notablemente, a medida que aumenta R_{\square} . En cuanto a las medidas de AZO, siguen una tendencia significativa a la curva, como se puede apreciar en la figura 3.3.

Por último, se ha calculado la absorbancia teórica y experimental aplicando la expresión 2.7, obteniendo los siguientes resultados en el rango $[5 - 3000] \Omega/\square$, como se muestra en la figura 3.5:

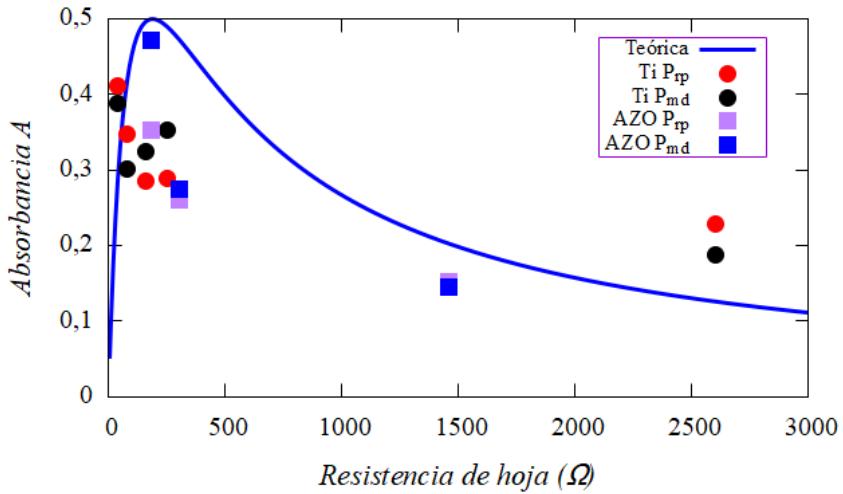


Figura 3.5: Absorbancia A frente a R_{\square} , rango $[5 - 3000] \Omega/\square$.

Limitada en el rango $[5 - 450] \Omega/\square$, figura 3.6:

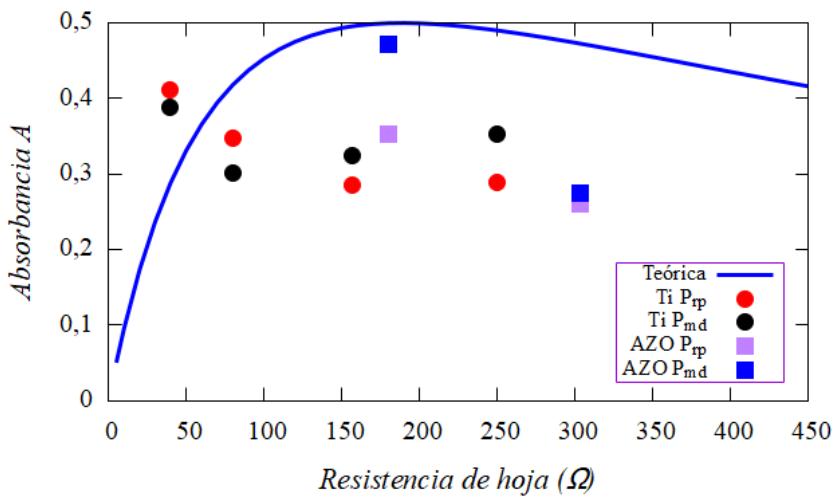


Figura 3.6: Absorbancia A frente a R_{\square} , rango $[5 - 450] \Omega/\square$.

Como era de esperar, ninguna muestra presenta una absorbancia mayor del 50 %, como se aprecia en la figura 3.6. Las medidas de Ti no presentan una concordancia con la curva teórica y presentan un valor de la absorbancia A entre el 30 % y el 40 %. Las medidas de AZO tampoco se apromixan a la curva, presentando una absorbancia entre el 20 % y el 30 %, excepto la medida de menor resistencia de la posición media distancia, que se aproxima considerablemente al máximo de A . Esta medida posee la R_{\square} para la cual se esperaba que existiera este pico, $R_{\square} = 188 \Omega/\square$, presentando un valor de la absorbancia de casi el 50 %.

La discrepancia de estas medidas se atribuye principalmente al procedimiento de medida de la reflexión, que es imprecisa por la configuración del sistema. Las medidas fluctuaban constantemente debido a que la señal no incidía de manera perpendicular a la superficie de las muestras, lo que puede haber provocado que el receptor captara múltiples señales reflejadas.

Por otro lado, las medidas de Ti muestran más dispersión que las medidas de AZO. Esto se puede atribuir a que la capa de Ti se oxida cuando entra en contacto con la atmósfera, alterando así sus propiedades, como se ha explicado en el apartado anterior.

4. Conclusiones

Como se ha podido comprobar, se han llegado a diversas conclusiones y cumplido con los objetivos que se han propuesto al comienzo.

- Se han elaborado muestras de capas finas metálicas mediante el uso de un sistema de deposición a escala piloto industrial, a través de la técnica "magnetron sputtering".
- Se ha determinado la resistencia de hoja de la capa metálica mediante el uso de un medidor de 4 puntas.
- Se ha determinado el espesor h de la capa mediante el uso de un perfilómetro.
- Se han verificado las condiciones para las cuales se pueden emplear las aproximaciones del coeficiente de transmisión t y reflexión r , y la expresión de la absorbancia A .
- Se ha medido la reflexión y transmisión de una onda de microondas mediante un equipo especializado en dicho rango.
- Se ha estudiado el comportamiento de una onda de microondas cuando incide sobre capas metálicas de distintas resistencias de hoja y espesores, y se han analizando los coeficientes t y r , y la absorbancia A , para obtener información sobre las mismas.
- Se ha demostrado que una onda electromagnética en el rango de las microondas, al incidir sobre una capa fina metálica, presenta un máximo de absorción A , independientemente de la frecuencia de operación, lo que implica que el material absorbe el 50 % de la radiación.

4.1. Líneas futuras

Finalmente, se mencionan objetivos que serían interesantes estudiar de cara al futuro, además de implementar mejoras en el procedimiento de medida.

- Depositar capas con otros materiales distintos a los empleados. Sería de interés elaborar capas de varios materiales metálicos para observar cuáles son los que menos se oxidan, ya que el Ti se ha oxidado con gran facilidad. Además, en nuestro caso, hemos podido observar que el AZO es un material muy útil, por lo que se podrían elaborar capas con otros conductores eléctricos transparentes, como el ITO (Óxido de Indio y Estaño), para comprobar si se sigue conservando esta característica.
- Depositar más de una capa de material o combinando distintos materiales conductores, para comprobar hasta dónde se seguirían verificando las condiciones.
- Investigar qué otros sustratos con un espesor despreciable serían resistentes a altas temperaturas. En este caso, se había empleado inicialmente el vidrio, pero por los inconvenientes nombrados, se tuvo que descartar.
- Mejorar el procedimiento de medida de la reflexión mediante otro tipo de antenas. También podrían tomarse las medidas en una cámara anechoica, ya que absorbería todas aquellas señales reflejadas que influyeran en la medida real.
- Someter las muestras a otras frecuencias de microondas, para comprobar que se cumplen las condiciones y así verificar que el máximo de absorbancia A es independiente de la frecuencia de operación.

Bibliografía

- [1] Y. Li C. Xu Y. Cheng L. Jiang Z. Zhu-Z. Qin H. Wang J. Wang H. Ma S. Qu Q. Yuan, J. Jiang. *The compatible method of designing the transparent ultra-broadband radar absorber with low infrared emissivity*. Infrared Physics amp, 2022.
- [2] X. Tian C. Xu Z. Meng S. Huang T. Xiao-C. Tian Z. Gao, Q. Fan. *An optically transparent broadband metamaterial absorber for radar-infrared bi-stealth*. Optical Materials 112, 2021.
- [3] R.M. Gilgenbach H. Bosman; Y.Y. Lau. *Microwave absorption on a thin film*. Applied Physics Letters, 2003.
- [4] Enrique Carretero Chamarro. *Estudio de propiedades ópticas, eléctricas y térmicas de recubrimientos decorativos aplicados a cocinas de inducción realizados mediante PVD*. PhD thesis, Universidad de Zaragoza, Diciembre 2015.
- [5] Hans Joachim Gläser. *Large Area Glass Coating*. Von Ardenne Anlagen Technik, 1999.
- [6] Sucheng Li; Shahzad Anwar; Weixin Lu; Zhi Hong Hang; Bo Hou; Mingrong Shen; Chin-Hua Wang. *Microwave absorptions of ultrathin conductive films and designs of frequency-independent ultrathin absorbers*. AIP Advances, Enero 2014.
- [7] Mahsa Haddadi.M; Bemaded Das; Jeeyon Jeong; Sunghwan Kim; Dai-Sik Kim. *Near-maximum microwave absorption in a thin metal film at the pseudo-free-standing limit*. Scientific reports, 2022.
- [8] José M. Albella. *Láminas delgadas y recubrimientos. Preparación, propiedades y aplicaciones*. CSIC, 2003.
- [9] L.Lu F.Jiang C.Yang H.Shen, H.Zhang. *Preparation and properties of AZO thin films on different substrates*. Progress in Natural Sciences, 2010.
- [10] G.K. Jha S.R.Dhage A.C.Badgugar, B.S.Yadav. *Room Temperature Sputtered Aluminum-Band-Gap Optoelectronic Devices*. ACS Omega 7, 2022.