



Universidad Autónoma de San Luis
Potosí

Facultad de Ciencias

Posgrado en Ciencias Aplicadas



Diseño y fabricación de microcavidades ópticas de AlGaAs – Silicio Poroso

Tesis

Que para obtener el grado de

Maestro en Ciencias Aplicadas

Presenta

Héctor Francisco Lara Alfaro

Director de Tesis

Dr. Edgar Armando Cerda Méndez

San Luis Potosí, S.L.P., México

Agosto de 2019

Tesis de maestría

Título:

**“Diseño y fabricación de microcavidades ópticas de AlGaAs –
Silicio Poroso”**

Nombre del estudiante:

Héctor Francisco Lara Alfaro

Comité que acepta la tesis:

Dr. Edgar Armando Cerda Méndez (Asesor)

Dr. Augusto David Ariza Flores (Sinodal)

Dr. Osvaldo del Pozo Zamudio (Sinodal)

Resumen

Una microcavidad óptica (MC) es una estructura resonadora formada al colocar una zona activa con pozos cuánticos (QWs) entre dos espejos de alta reflectividad, conocidos como reflectores de Bragg distribuidos (DBRs). Mientras que los DBRs confinan fotones espacialmente, los QWs en la capa espaciadora confinan excitones directos.

En una MC de alta calidad, un fotón puede ser absorbido y reemitido coherentemente por los excitones directos, generando nuevas cuasipartículas bosónicas llamadas polaritones. Los polaritones pueden ser modulados por medio de potenciales periódicos micrométricos para dar lugar a interesantes fenómenos físicos tales como condensación, superfluidez y formación de solitones.

En el presente trabajo, se propuso el desarrollo de una MC híbrida en la que el DBR inferior de AlGaAs y la zona activa se crecen mediante la técnica de epitaxia por haces moleculares, mientras que el DBR superior de silicio poroso se crece por separado. Este diseño permite depositar una capa metálica intermedia para modular polaritones. Se calculó una amplitud de modulación para esta MC de hasta 10 meV, lo cual representa un fuerte confinamiento espacial. Se describen también los procesos de fabricación de las muestras de AlGaAs y de silicio poroso. A pesar de que no fue posible fabricar la MC propuesta, se obtuvieron experiencias y conocimientos muy valiosos, los cuales servirán para planear y llevar a cabo futuros crecimientos de una manera más controlada.

A la memoria de mis abuelitas, Kika y Carmen.

Agradecimientos

Al Dr. Edgar Armando Cerda Méndez, por haber confiado en mí para la realización del presente trabajo, así como por sus consejos y enseñanzas, que han contribuido enormemente a mi desarrollo como científico.

Al grupo de trabajo de Polaritones del IICO, especialmente, al M.C. Ángel Andrés Torres Rosales, al M.C. Oscar Ruiz Cigarrillo, al M.C. Francisco Javier Rocha Reina y al Dr. Osvaldo Del Pozo Zamudio, por sus valiosas contribuciones al presente trabajo.

Al Dr. Augusto David Ariza Flores, por abrirme las puertas de su laboratorio y brindarme asesoría y consejos relacionados con la fabricación de silicio poroso.

A los Dres. Alfonso Lastras Martínez, Jorge Ortega Gallegos y Liliana Estela Guevara Macías, así como al M.C. José Guadalupe Santiago García, por el apoyo y las facilidades brindadas durante el crecimiento por epitaxia por haces moleculares.

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología, por la beca otorgada durante mis estudios de maestría.

A mis padres, Juanis y Frank, y a mi hermana, Mariana, por su amor y apoyo incondicionales.

Índice

1.1. Microcavidades ópticas	1
1.2. Polaritones excitónicos	3
1.2.1. Modulación de polaritones	5
1.3. Silicio poroso.....	6
1.3.1. Modelos de medio efectivo	8
2.1 Diseño de la muestra	9
2.1.1. Diseño del DBR inferior + cavidad.....	9
2.1.2. Diseño del DBR superior	11
2.2. Epitaxia por haces moleculares (MBE).....	12
2.3. Caracterización óptica <i>in situ</i> en MBE	13
2.4. Fabricación de silicio poroso	14
2.4.1. Desprendimiento y transferencia de silicio poroso	16
2.5. Caracterización óptica <i>ex situ</i>	18
3.1. Simulaciones numéricas	20
3.2. Crecimiento por MBE	22
3.3. Muestras de silicio poroso	25
3.3.1. Celda con área de ataque pequeña (temperatura ambiente).....	25
3.3.2. Mediciones a 15 K.....	30
3.3.3. Celda con área de ataque pequeña (20°C)	31
3.3.4. Celda con área de ataque grande (temperatura ambiente)	33
4.1. Conclusiones	37
4.2. Trabajo a futuro	37
Referencias	39

Índice de Figuras

Figura 1.1. Esquema de una microcavidad óptica. λ es la longitud de onda de luz que se desea confinar, y n_H , n_L y n_C son los índices de refracción alto, bajo y de la cavidad, respectivamente. _____	1
Figura 1.2. Principio de funcionamiento de un DBR. Si las capas del espejo tienen un espesor igual a $\lambda/4n$, las ondas reflejadas en cada interfaz interfieren constructivamente. _____	2
Figura 1.3. Dependencia de la reflectividad con el número de pares para a) un DBR y b) una MC para un $\Delta n = 0.5$. _____	3
Figura 1.4. Relación de dispersión de los polaritones excitónicos. El anticruce de las relaciones de dispersión del fotón y el excitón da lugar a dos ramas denominadas polaritón inferior y polaritón superior, cuya diferencia de energías recibe el nombre de desdoblamiento de Rabi. _____	4
Figura 1.5. Espectro de reflectividad calculado de una MC con acople fuerte. La presencia de los polaritones se manifiesta mediante la aparición de dos resonancias alrededor de la resonancia del modo fotónico. _____	5
Figura 1.6. Densidad de corriente vs diferencia de potencial para Si en una solución con HF. Se identifican 3 regiones: una de formación de SiP, una de electropulido y otra intermedia de transición. Se muestran también las reacciones químicas que dominan cada régimen. _____	7
Figura 2.1. Representación esquemática de las capas que componen el DBR de AlGaAs. Cada capa se diseña como una superred de 10 pares de subcapas de $Al_{0.5}Ga_{0.5}As$ y GaAs o AlAs, con el fin de obtener una concentración de Al efectiva en cada capa. _____	10
Figura 2.2. Diseño de la cavidad $3\lambda/2$, compuesta por 3 grupos de 3 pozos cuánticos de GaAs de 15 nm, separados por barreras de AlAs. _____	10
Figura 2.3. Intensidad del campo eléctrico dentro de la media cavidad de (Al,Ga)As. _____	11
Figura 2.4. Espectro de reflectividad calculado para la media microcavidad, compuesta por el DBR inferior de AlGaAs y la cavidad $3\lambda/2$ _____	11
Figura 2.5. Espectro de reflectividad calculado para un DBR de SiP con índices de refracción $n_L = 1.45$ y $n_H = 1.70$. _____	12
Figura 2.6. Esquema de una cámara de crecimiento por MBE. Figura adaptada de la Referencia 35. _____	13
Figura 2.7. Representación esquemática del arreglo óptico empleado para la caracterización in situ durante el crecimiento por MBE. _____	14
Figura 2.8. Corte transversal de la celda electrolítica empleada para la fabricación de silicio poroso mediante el anodizado de una oblea de silicio cristalino. _____	15
Figura 2.9. Procedimiento para desprender películas de silicio poroso de su substrato cristalino mediante electropulido. Se muestran también las reacciones químicas relevantes en cada paso. Figura adaptada de la Referencia 29. _____	17
Figura 2.10. a) Muestra de SiP desprendida completamente; se observa que la película se encuentra flotando en el etanol dentro de la celda electrolítica. b) Muestra de SiP desprendida parcialmente; se observa que algunas regiones de la muestra se encuentran levantadas. _____	18
Figura 2.11. Representación esquemática del arreglo óptico empleado para la caracterización ex situ de muestras a bajas temperaturas. _____	19
Figura 3.1. Reflectividad calculada para la MC propuesta en el presente trabajo, sin considerar la capa metálica intermedia. Las curvas azul y amarilla corresponden a estructuras con y sin polaritones, respectivamente. _____	20

Figura 3.2. Reflectividad calculada para una MC con una capa intermedia de Au con un espesor de 10 nm (curva amarilla), comparada con la reflectividad de una MC sin la capa metálica (curva azul).	21
Figura 3.3. Variación en la energía de los polaritones inferiores en función del espesor de la capa metálica intermedia de Au. Se muestra también el ajuste lineal obtenido.	22
Figura 3.4. a) Resultados de la caracterización in situ al terminar de crecer cada capa por MBE y b) simulación numérica de los espectros experimentales.	23
Figura 3.5. Espectro de reflectividad de un DBR compuesto por pares de capas de $\text{Al}_{0.1}\text{Ga}_{0.9}\text{As}/\text{Al}_{0.9}\text{Ga}_{0.1}\text{As}$ a 15 K.	25
Figura 3.6. Espectro medido (curva amarilla) y simulación (curva azul) de la reflectividad de un DBR con corrientes de 1 y 80 mA, diseñado con los espesores nominales.	26
Figura 3.7. Espectro medido (curva amarilla) y simulación (curva azul) de la reflectividad de un DBR con corrientes de 1 y 80 mA, diseñado con espesores 5% mayores que los nominales.	27
Figura 3.8. a) Centro del DBR parcialmente transferido al vidrio; b) bordes del DBR transferidos al vidrio; y c) DBR sin despegar.	27
Figura 3.9. Espectros de reflectividad del centro del DBR sobre vidrio (curva amarilla), de los bordes del DBR sobre vidrio (curva verde) y del DBR sin despegar (curva azul).	28
Figura 3.10. a) Comparación entre la reflectividad del DBR de 3-90 mA sin despegar con la simulación numérica; b) comparación entre la reflectividad del DBR transferido a vidrio y el DBR sin despegar.	29
Figura 3.11. a) Comparación entre la reflectividad del DBR de 10-80 mA sin despegar con la simulación numérica; b) comparación entre la reflectividad del DBR transferido a vidrio y el DBR sin despegar.	30
Figura 3.12. Espectros de reflectividad para el DBR de 3-90 mA a 15 K (curva azul) y a 300 K (curva roja).	30
Figura 3.13. Comparación entre la reflectividad medida inicialmente para el DBR de 1-80 mA (curva azul) y la reflectividad más reciente para un DBR con los mismos parámetros de fabricación (curva amarilla).	31
Figura 3.14. Curvas de calibración para la fabricación de silicio poroso a 20°C: a) velocidad de crecimiento vs corriente; y b) porosidad e índice de refracción vs corriente.	32
Figura 3.15. Comparación entre la reflectividad experimental (curva amarilla) y la reflectividad calculada (curva azul) para una media MC de silicio poroso con corrientes de 5 y 30 mA.	32
Figura 3.16. Reflectividad experimental (curva amarilla) para la media MC de 5-30 mA, con los espesores nominales incrementados en un 15% y simulación numérica de la estructura nominal.	33
Figura 3.17. Monocapa de 40 mA que está entrando en el régimen de electropulido.	34
Figura 3.18. Reflectividad experimental y ajuste para las monocapas de a) 2 mA, y b) 20 mA.	35
Figura 3.19. Reflectividad experimental de un DBR con corrientes de 2-20 mA, centrado alrededor de $\lambda = 810$ nm.	35
Figura 3.20. Monocapa de 20 mA electropulida con una corriente de 7 mA durante 120 s.	36
Figura 3.21. a) Monocapa de 20 mA fabricada durante la calibración. b) Monocapa de 20 mA fabricada una semana después de la calibración.	36

Índice de Tablas

Tabla 1. Tasas de deposición de los materiales constituyentes de la MC.	22
Tabla 2. Calibración de la celda con área de ataque pequeña a temperatura ambiente para un electrolito 3:2 de HF(48%):EtOH.	25
Tabla 3. Velocidades de crecimiento e índices de refracción calculados para las monocapas de 2 y 20 mA.	34

1. Introducción

En este capítulo se exponen los fundamentos teóricos que sirven como base del presente trabajo. Se abordan los conceptos de microcavidades ópticas, polaritones excitónicos y silicio poroso.

1.1. Microcavidades ópticas

Una microcavidad óptica (MC) es una estructura resonadora formada al colocar una capa espaciadora entre dos reflectores de alta reflectividad (Figura 1.1)¹. La capa espaciadora se convierte en una zona activa cuando se incluyen estructuras como pozos cuánticos. Las MCs permiten confinar luz en volúmenes pequeños y reciben su nombre del hecho de que sus dimensiones son del orden de unas cuantas micras².

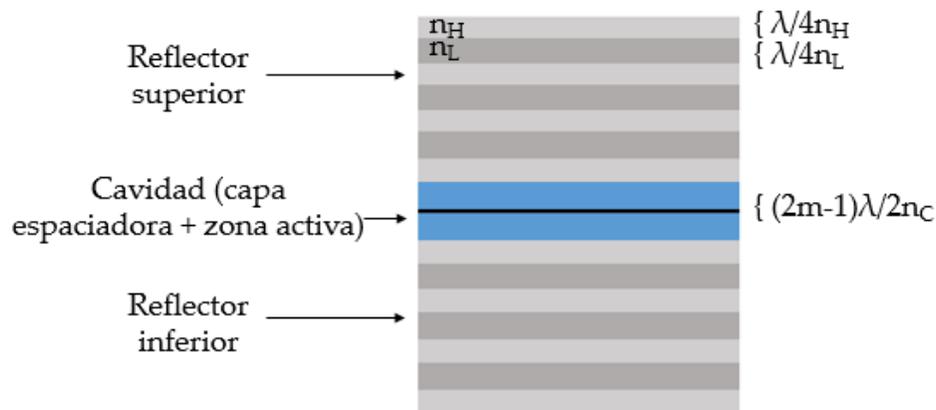


Figura 1.1. Esquema de una microcavidad óptica. λ es la longitud de onda de luz que se desea confinar, y n_H , n_L y n_C son los índices de refracción alto, bajo y de la cavidad, respectivamente.

Cuando la capa espaciadora tiene un espesor d igual a un múltiplo impar de un medio de la longitud de onda de la luz λ , $d=(2m-1)\lambda/2n_C$, donde m es un entero positivo, y n_C es el índice de refracción de la cavidad, la luz de longitud de onda λ forma una onda estacionaria. Esto implica que otras longitudes de onda quedan excluidas de la MC, por lo que la MC se vuelve monomodal.

Por su parte, los reflectores empleados en la fabricación de MCs reciben el nombre de reflectores de Bragg distribuidos (DBRs, por sus siglas en inglés), y están formados por una secuencia alternada de capas de dos materiales con diferente índice de refracción (una capa con índice de refracción alto, n_H , y la otra con un índice bajo, n_L). El principio de funcionamiento de DBR está basado en el fenómeno de interferencia constructiva para ondas electromagnéticas en una estructura multicapas. Como se muestra en la Figura 1.2, cuando la luz incide sobre el DBR, en cada interfaz se produce una onda reflejada y una onda

transmitida. Para que las ondas reflejadas interfieran constructivamente, los espesores de cada capa deben cumplir con la condición

(1)

$$n_H d_H = n_L d_L = \frac{(2m - 1)\lambda}{4},$$

donde m es un entero positivo. Esta configuración da como resultado la formación de una región espectral de alta reflectividad conocida como *stopband*, centrada en λ . La reflectividad máxima se obtiene para el caso $m = 1$, por lo tanto, la ecuación (1) se reduce a

(2)

$$n_H d_H = n_L d_L = \frac{\lambda}{4}$$

A partir de esta relación, se pueden calcular los espesores requeridos para la fabricación de una MC.

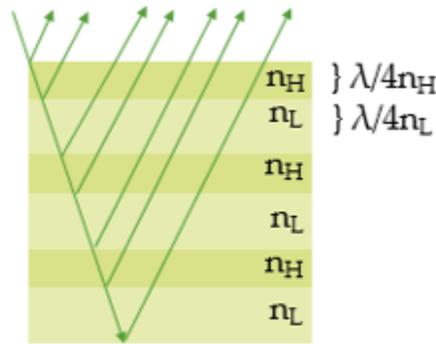


Figura 1.2. Principio de funcionamiento de un DBR. Si las capas del espejo tienen un espesor igual a $\lambda/4n$, las ondas reflejadas en cada interfaz interfieren constructivamente.

La reflectividad de una MC se puede aproximar como³

(3)

$$R = 1 - 4 \left(\frac{n_{ext}}{n_c} \right) \left(\frac{n_L}{n_H} \right)^{2N},$$

donde n_{ext} es el índice del medio exterior y N es el número de pares de capas de índice bajo y alto. Para maximizar el tiempo de confinamiento de los fotones en la MC⁴ se requieren DBRs con reflectividades altas (cercanas a 1). De acuerdo con la ecuación (3), esto requiere que los DBRs tengan un alto número de pares, que la diferencia de índices de refracción n_H y n_L sea grande o una combinación de ambas. La Figura 1.3 muestra un ejemplo de cómo aumenta la reflectividad del *stopband* de un DBR y una MC al incrementar el número de pares para un $\Delta n = n_H - n_L = 3.5 - 3 = 0.5$. Dependiendo del contraste entre índices de refracción, 15 o 20 pares pueden ser suficientes para obtener reflectividades cercanas al 99%. Las reflectividades mostradas en la Figura 1.3 se obtuvieron mediante el método de matrices

de transferencia⁵. En contraste con el DBR, en el espectro de la MC existe un pronunciado valle en la región espectral del *stopband*, el cual está centrado en λ . Este valle corresponde a la resonancia óptica inducida por la formación de la onda estacionaria en el espaciador de espesor $\lambda/2n$.

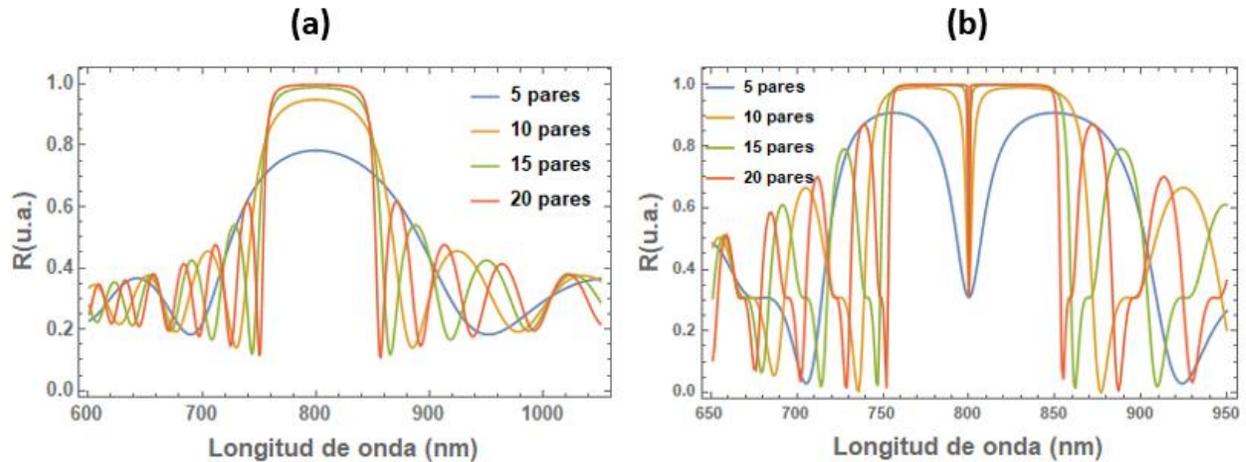


Figura 1.3. Dependencia de la reflectividad con el número de pares para a) un DBR y b) una MC para un $\Delta n = 0.5$.

Una manera de cuantificar la calidad de una MC es mediante el factor de calidad (Q factor), el cual da una medida de la desviación de una MC real de una ideal en la cual la luz puede confinarse sin pérdidas, es decir, indefinidamente². El factor Q es proporcional al tiempo de confinamiento de la luz en el espaciador en unidades del período óptico y se define como la razón entre la frecuencia resonante λ y el semiancho de la resonancia⁶, o equivalentemente, en términos de la longitud de onda, como

(4)

$$Q = \frac{\lambda}{\Delta\lambda},$$

donde λ es la longitud de onda de la resonancia y $\Delta\lambda$ es el semiancho. Como se puede observar de la Figura 1.3b, a medida que se aumenta el número de pares en una MC el semiancho de la resonancia disminuye, dando como resultado MCs con un factor de calidad más alto. En la práctica⁷, se han fabricado MCs planares semiconductoras con un factor Q hasta del orden de 10^5 .

1.2. Polaritones excitónicos

En cualquier sistema semiconductor, las cuasipartículas llamadas excitones son las excitaciones fundamentales. En general, en los semiconductores, cuando la energía del fotón coincide con o es mayor que la de la banda prohibida, los electrones en la banda de valencia de los pozos son excitados, creando “huecos” en la misma. Los “huecos”, o ausencia de electrones, pueden ser descritos como cuasipartículas de masa efectiva negativa y carga

positiva, siendo ésta última resultado de la carga residual del núcleo. El electrón, de carga negativa, puede por lo tanto interactuar de forma efectiva con el hueco que deja al ser excitado por el fotón por medio de la fuerza de Coulomb, dando lugar a la formación de una nueva cuasipartícula hidrogenoide o estado ligado conocido como excitón⁸.

Los excitones confinados en los pozos cuánticos de una cavidad y los fotones confinados en la misma pueden interactuar en dos diferentes regímenes. El primero se denomina régimen de acople débil, y ocurre cuando la energía de acople del campo electromagnético con el excitón es menor que el semiancho de la resonancia de la cavidad³. El acople débil da lugar a la modificación de la razón de emisión espontánea de la zona activa en el modo de la cavidad. El segundo caso se denomina régimen de acople fuerte, y ocurre cuando la energía de acople luz-materia es mayor que la razón de decaimiento de la zona activa³. En el régimen de acople fuerte, la energía del sistema oscila coherentemente entre la energía del modo fotónico y la energía del modo excitónico por un período finito de tiempo; es a este modo acoplado resultante a lo que se denomina polaritón excitónico o simplemente polaritón. Para poder observar el acople fuerte en una MC semiconductor típica de (Al,Ga)As, se requieren factores de calidad altos ($Q \geq 10^3$)⁹ (tiempos de vida del fotón dentro de la cavidad de algunos picosegundos) debido al bajo coeficiente de absorción del excitón en GaAs. En contraste, en el régimen de acople débil (comúnmente presente en estructuras muy similares utilizadas en los láseres de cavidad vertical de emisión superficial) esta superposición no existe, ya que el Q de la MC es menor. En este caso, el efecto de la cavidad es únicamente el de incrementar la absorción en la longitud de onda de la resonancia.

Una de las características de mayor interés que presentan las MCs es que brindan la posibilidad de realizar estudios fundamentales sobre la interacción entre la luz y la materia³. En sistemas semiconductores, dicho interés se incrementó en 1992, cuando Weisbuch et al¹⁰ observaron por primera vez dentro de una MC semiconductor basada en (Al,Ga)As el acople fuerte entre el modo fotónico de la cavidad y los excitones en los pozos cuánticos de la zona activa.

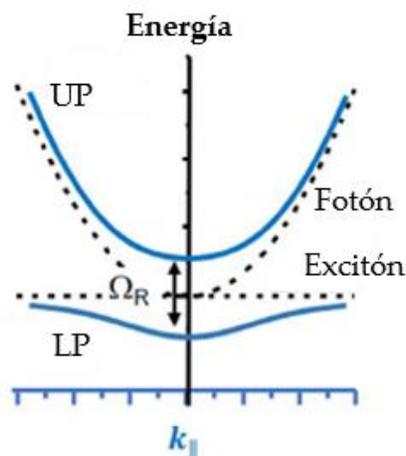


Figura 1.4. Relación de dispersión de los polaritones excitónicos. El anticruce de las relaciones de dispersión del fotón y el excitón da lugar a dos ramas denominadas polaritón inferior y polaritón superior, cuya diferencia de energías recibe el nombre de desdoblamiento de Rabi.

La Figura 1.4 muestra la relación de dispersión de los polaritones excitónicos. En el régimen de acople fuerte, la interacción entre los dos modos energéticos resonantes presentes en la MC (fotón y excitón) provoca un cruce evitado de las relaciones de dispersión de estos. Los nuevos modos normales del sistema se denominan ramas de polaritón inferior y superior (LP y UP, por sus siglas en inglés, respectivamente). La diferencia de energía entre las dos ramas, LP y UP, se conoce como desdoblamiento de Rabi, Ω_R , y su valor es típicamente del orden de 10 meV¹¹.

En el espectro de reflectividad de una MC, la presencia de los polaritones se manifiesta mediante la aparición de dos resonancias correspondientes a los modos LP y UP (Figura 1.5)¹².

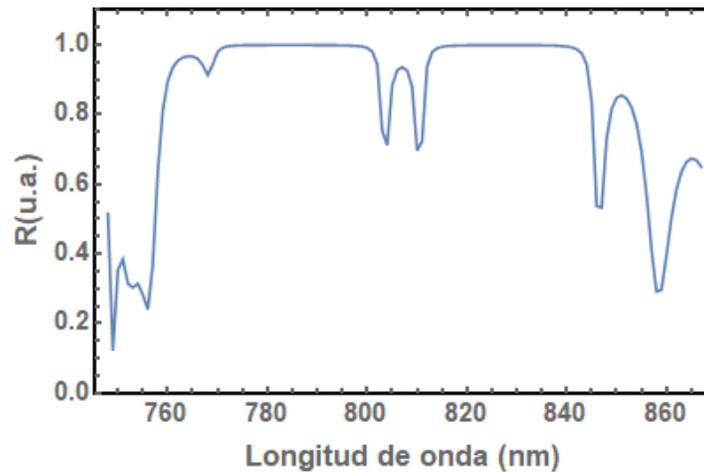


Figura 1.5. Espectro de reflectividad calculado de una MC con acople fuerte. La presencia de los polaritones se manifiesta mediante la aparición de dos resonancias alrededor de la resonancia del modo fotónico.

Los polaritones cuentan con diversas propiedades destacables, como por ejemplo: una masa efectiva muy ligera ($\sim 10^{-4} - 10^{-5}$ veces la masa del electrón en reposo), la cual heredan de su componente fotónica; una interacción íter-partícula intensa, la cual heredan de su componente excitónica; y un intenso carácter no lineal¹³. Estas propiedades dan lugar a interesantes fenómenos físicos, tales como: la formación de fases cuánticas condensadas a temperaturas relativamente altas^{11,14,15} (hasta 300 K, dependiendo del material usado para la zona activa, típicamente 10K para pozos cuánticos de GaAs), superfluidez¹⁶, coherencia espacial de largo alcance¹⁷ y formación de solitones^{18,19}, entre otras.

1.2.1. Modulación de polaritones

Los polaritones cuentan con la posibilidad de ser selectivamente excitados, controlados y detectados¹³, lo cual, junto con las propiedades mencionadas en la sección anterior, los vuelve atractivos para la implementación de novedosos dispositivos de estado sólido, como por ejemplo, láseres de bajo umbral, simuladores cuánticos, aislantes topológicos y dispositivos superconductores, entre otros²⁰.

Una forma de lograr la modulación de polaritones es colocándolos en potenciales periódicos micrométricos, los cuales se pueden producir por medio de distintas técnicas, como por ejemplo: ondas acústicas superficiales (SAWs, por sus siglas en inglés)²¹⁻²⁵, campos ópticos²⁶, patrones grabados químicamente²⁷ y depósito de capas metálicas en la superficie de la MC²⁸. Sobre estas dos últimas técnicas se darán más detalles a continuación debido a su relevancia en el presente trabajo.

Lai et al²⁸ reportaron por primera vez en 2007 la modulación de polaritones por medio de un potencial periódico 1D. El potencial en cuestión fue generado al depositar tiras metálicas de Au/Ti sobre la superficie de una MC. Las tiras metálicas, con espesor de 1.4 μm y uniformemente espaciadas una distancia de 2.8 μm , modifican la reflectividad del DBR superior, provocando un corrimiento al azul en la resonancia de la cavidad de 200 μeV . Como resultado, los polaritones tienen una mayor energía debajo de las tiras metálicas respecto a las zonas sobre las cuales no hay capa metálica. La amplitud de la modulación medida por Lai et al fue de 100 μeV . La fabricación de estos potenciales de modulación es relativamente sencilla y puede hacerse por técnicas estándar de fotolitografía.

Otra técnica, con la cual se pueden obtener potenciales con mayor amplitud de modulación, consiste en el grabado químico de patrones periódicos sobre la capa espaciadora de la cavidad^{27,29}. Mediante esta técnica, el espesor de la cavidad aumenta y la energía del modo de la cavidad disminuye, creando trampas de potencial del orden de varios meV ²⁷ para los polaritones. A pesar de que esta técnica brinda un mayor confinamiento espacial, su realización es más compleja: Primero, se crecen el DBR inferior y la cavidad por la técnica de epitaxia por haces moleculares; posteriormente, la muestra es retirada del sistema de crecimiento epitaxial y, mediante litografía por haz de electrones y grabado químico húmedo, se depositan sobre la cavidad patrones periódicos con espesores del orden de 10 nm; a continuación, la muestra es reintroducida al reactor de epitaxia por haces moleculares, donde, después de un proceso de limpieza con hidrógeno, se crece el DBR superior para completar la MC.

1.3. Silicio poroso

El silicio poroso (SiP) fue descubierto de manera accidental por Uhlir en 1956³⁰ mientras trataba de desarrollar una técnica para electropulir silicio, es decir, para reducir el espesor de muestras de silicio mediante un ataque electroquímico. Sin embargo, Uhlir observó que bajo ciertas condiciones para la corriente y la composición de la solución, el silicio no se disolvía uniformemente, sino que sobre su superficie se formaban pequeños poros, los cuales se propagaban en la dirección $\langle 100 \rangle$ de la oblea de Si³¹.

El interés por el silicio poroso se incrementó de manera considerable a principios de la década de los 90, cuando Canham³² demostró que el silicio poroso puede presentar efectos de confinamiento cuántico. Desde entonces, diversas aplicaciones basadas en SiP han sido desarrolladas, tales como la fabricación de cristales fotónicos, biosensores, filtros ópticos y espejos³³. Éste último punto es de interés en el presente trabajo, ya que el índice de refracción

del silicio poroso se puede modificar de manera controlada variando la porosidad, lo cual permite el diseño y la fabricación de DBRs de alta calidad.

El silicio poroso es fabricado mediante el ataque electroquímico a obleas de silicio cristalino en soluciones o electrolitos que contienen ácido fluorhídrico, en un proceso que se denomina anodizado³⁴. La Figura 1.6 muestra una curva típica de densidad de corriente vs potencial para silicio en un electrolito de ácido fluorhídrico³¹; se distinguen tres regiones: la región de formación de SiP, la región de transición y la región de electropulido. La formación de silicio poroso comienza cuando la diferencia de potencial es mayor que el voltaje de circuito abierto, V_{oc} ; durante esta etapa, el campo eléctrico aplicado promueve el flujo de huecos de la banda de valencia hacia la superficie de la oblea de silicio cristalino; una vez que el hueco llega a un átomo de Si en la superficie, ese átomo se vuelve susceptible al ataque de iones de fluoruro, F^- , provocando la corrosión de la oblea; el ataque se da preferencialmente a lo largo de la dirección $\langle 100 \rangle$ debido a que los enlaces Si-H en otros planos cristalinos presentan una configuración más estable. A medida que se incrementa la diferencia de potencial, se llega al régimen de electropulido, en el cual, los átomos de Si comienzan a ser removidos de manera isotrópica, evitando la formación de poros. El proceso de electropulido se da cuando la difusión de iones de F^- a la oblea de Si es más lenta que la inyección de huecos de la banda de valencia sobre la superficie del substrato cristalino; lo anterior provoca que se genere una capa de óxido sobre la superficie de la oblea, la cual, al no ser atacada lo suficientemente rápido por los iones de F^- , se propaga de manera uniforme a lo largo de toda la superficie. Cabe mencionar que entre ambos regímenes existe uno de transición, en el cual, a pesar de que continúa la formación de silicio poroso, partes de la muestra comienzan a electropulirse.

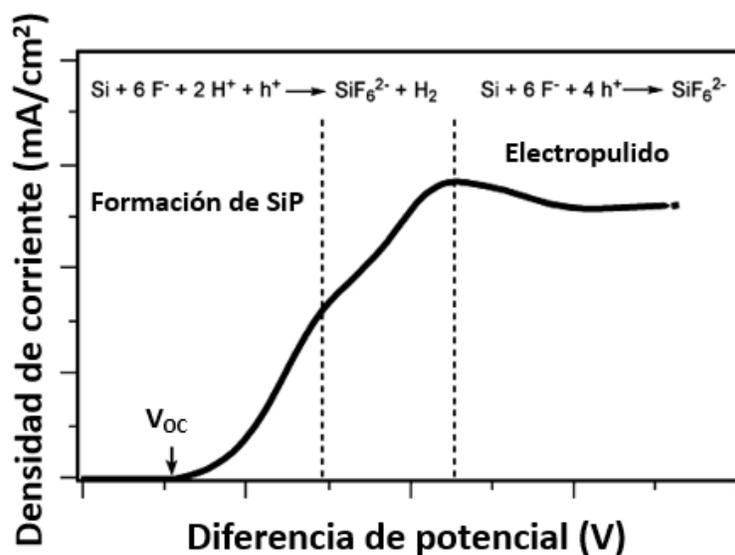


Figura 1.6. Densidad de corriente vs diferencia de potencial para Si en una solución con HF. Se identifican 3 regiones: una de formación de SiP, una de electropulido y otra intermedia de transición. Se muestran también las reacciones químicas que dominan cada régimen.

1.3.1. Modelos de medio efectivo

Una capa de silicio poroso está compuesta por una fracción de aire y otra de silicio cristalino, lo cual da lugar a que la estructura cuente con un índice de refracción efectivo que es una combinación de los índices de sus dos componentes. Para poder analizar las propiedades ópticas de materiales compuestos, tales como el silicio poroso, se pueden emplear aproximaciones conocidas como modelos de medio efectivo. Existen diversos modelos de medio efectivo empleados para el estudio del silicio poroso, entre los que destacan³⁵: la aproximación lineal, la interpolación paralela, el modelo de Maxwell-Garnett, el modelo dRZW, los modelos de Bruggeman 2D y 3D y el modelo de Looyenga.

En el presente trabajo, se utilizó principalmente el modelo de Looyenga, debido a que entregó buenas aproximaciones a los resultados experimentales al momento de realizar la calibración del sistema. En dicho modelo, el índice de refracción efectivo del silicio poroso, n_{eff} , se puede aproximar como

$$n_{eff}^{2/3}(\lambda) = (1 - P)n_{Si}^{2/3}(\lambda) + Pn_{air}^{2/3},$$

donde λ es la longitud de onda, P es la porosidad de la capa de silicio poroso, n_{Si} es el índice de refracción del silicio cristalino y n_{air} es el índice de refracción del aire, el cual, para fines prácticos, se puede aproximar como $n_{air} = 1$.

2. Diseño de la muestra y técnicas experimentales

En este capítulo se expone el diseño de la microcavidad híbrida propuesta y se describen las técnicas experimentales para su fabricación: el crecimiento epitaxial por haces moleculares y el anodizado de silicio cristalino para obtener silicio poroso. Se describen también los montajes experimentales empleados para la caracterización de la microcavidad.

2.1 Diseño de la muestra

El objetivo principal de este trabajo es la fabricación de una MC con una capa metálica intermedia que permita la modulación de polaritones por medio de confinamiento espacial y la aplicación de un campo eléctrico. Para ello, se propone el desarrollo de una MC híbrida en la que el DBR inferior y la zona activa se fabrican por medio de la técnica de epitaxia por haces moleculares, mientras que el DBR superior de silicio poroso se crece de manera separada. Este diseño brinda una manera simple de depositar la capa metálica entre la zona activa y el DBR superior mediante la técnica de fotolitografía, además de contar con otras ventajas como, por ejemplo, la posibilidad de colocar contactos metálicos en la capa intermedia para aplicar voltajes a los pozos cuánticos de la cavidad. Éste último punto puede ser de utilidad para la obtención y el estudio de excitones indirectos en trabajos futuros.

El diseño propuesto para este trabajo está formado por un DBR inferior de aleaciones de AlGaAs con una cavidad $3\lambda/2$ con pozos cuánticos de GaAs, seguidos por una capa metálica intermedia de Au; para el DBR superior, se propone una estructura de silicio poroso, al ser un material ampliamente estudiado y de fabricación relativamente sencilla. Esta MC está diseñada para operar a una longitud de onda de 807 nm, a una temperatura de 15 K.

2.1.1. Diseño del DBR inferior + cavidad

Como se mencionó en la sección anterior, para la fabricación del DBR inferior se consideran aleaciones de $\text{Al}_x\text{Ga}_{1-x}\text{As}$, donde x es la concentración de Al. Para obtener capas con un índice bajo $n_L = 3.01$, se emplea una concentración de Al de $x = 0.9$, mientras que, para obtener capas con un índice alto $n_H = 3.51$ se requiere una concentración de $x = 0.1$. Los espesores correspondientes a las capas con índices de refracción alto y bajo son, respectivamente, $d_H = 57.4$ nm y $d_L = 67.0$ nm.

Una manera de obtener capas que cuenten con los índices de refracción deseados es mediante el crecimiento de superredes con subcapas de $\text{Al}_{0.5}\text{Ga}_{0.5}\text{As}$ y AlAs o GaAs que cuenten con una concentración efectiva de aluminio. Para ello, se propone el diseño mostrado en la Figura 2.1, donde cada capa de índice alto está compuesta por 10 pares de subcapas de $\text{Al}_{0.5}\text{Ga}_{0.5}\text{As}$ y GaAs, mientras que para las capas de índice bajo, se crece una superred similar de $\text{Al}_{0.5}\text{Ga}_{0.5}\text{As}/\text{AlAs}$.

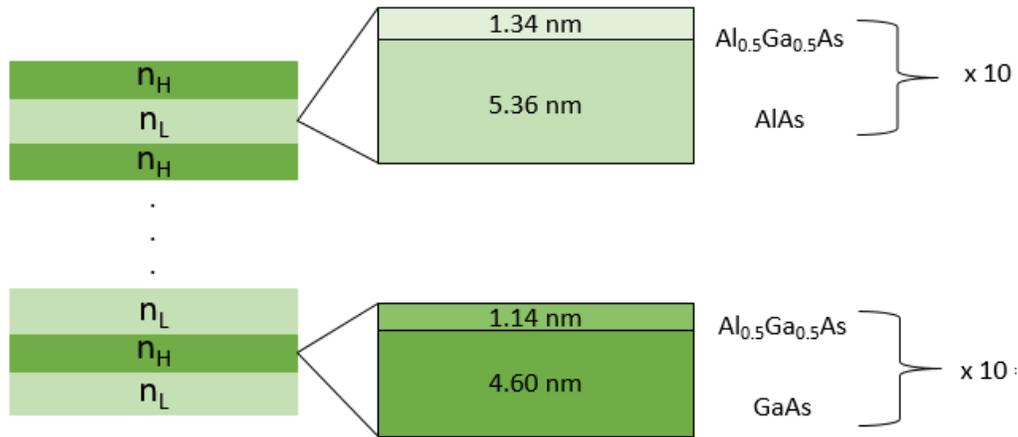


Figura 2.1. Representación esquemática de las capas que componen el DBR de AlGaAs. Cada capa se diseña como una superred de 10 pares de subcapas de $\text{Al}_{0.5}\text{Ga}_{0.5}\text{As}$ y GaAs o AlAs, con el fin de obtener una concentración de Al efectiva en cada capa.

Por su parte, la cavidad $3\lambda/2$ está formada 3 grupos de 3 pozos cuánticos de GaAs con espesores de 15 nm, los cuales están separados por barreras de AlAs de 5 nm; cada grupo de pozos cuánticos está separado por una capa espaciadora de AlAs de 33.6 nm. Un esquema de la cavidad se muestra en la Figura 2.2.

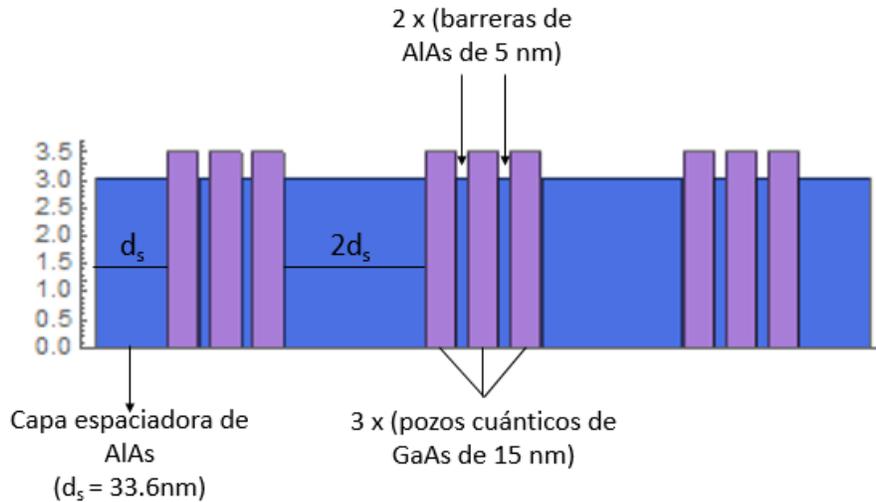


Figura 2.2. Diseño de la cavidad $3\lambda/2$, compuesta por 3 grupos de 3 pozos cuánticos de GaAs de 15 nm, separados por barreras de AlAs.

Para obtener una reflectividad alta, se propone un DBR inferior de (Al,Ga)As con un total de 25 pares. La Figura 2.3 muestra el perfil de intensidad del campo eléctrico dentro de la media cavidad de (Al,Ga)As; los máximos del campo eléctrico corresponden a la posición de los QWs en la cavidad. Adicionalmente, después de la capa espaciadora, se coloca otro par de capas, terminando con una de índice bajo con el fin de que, al completar la estructura, la capa metálica esté posicionada en una zona donde la intensidad del campo eléctrico sea mínima. La reflectividad calculada del DBR inferior y la cavidad se muestra en la Figura 2.4.

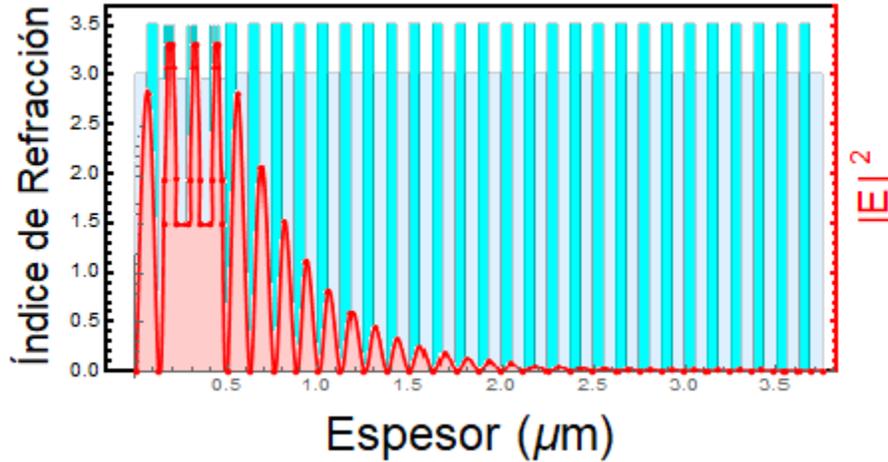


Figura 2.3. Intensidad del campo eléctrico dentro de la media cavidad de (Al,Ga)As.

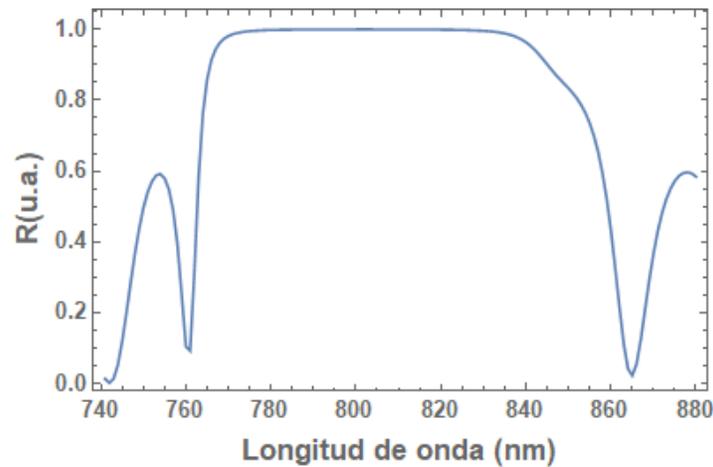


Figura 2.4. Espectro de reflectividad calculado para la media microcavidad, compuesta por el DBR inferior de AlGaAs y la cavidad $3\lambda/2$

2.1.2. Diseño del DBR superior

Para poder realizar un estudio cuantitativo de la estructura completa mediante simulaciones numéricas de reflectividad, se consideró inicialmente un DBR superior con 20.5 pares (terminando en una capa con índice alto) con un índice de refracción bajo $n_L = 1.45$ y un índice alto $n_H = 1.70$; lo anterior con el fin de obtener una reflectividad similar a la del DBR inferior. La reflectividad numérica de este DBR superior se muestra en la Figura 2.5.

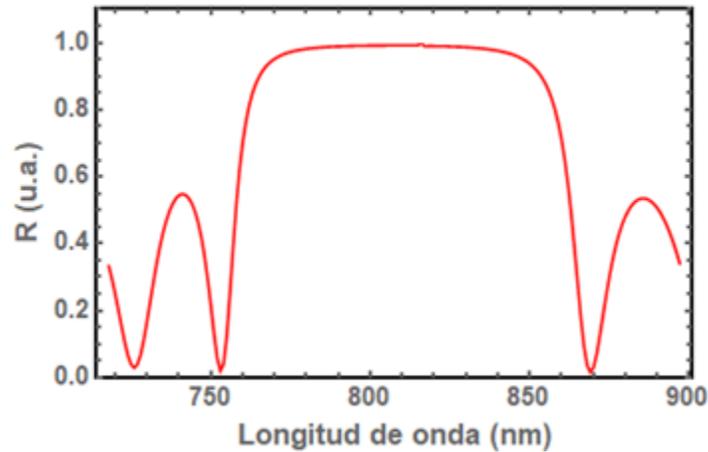


Figura 2.5. Espectro de reflectividad calculado para un DBR de SiP con índices de refracción $n_L = 1.45$ y $n_H = 1.70$.

Cabe resaltar que durante la fabricación de los DBRs de silicio poroso, se consideraron otros diseños distintos al anterior, sobre los cuales se profundizará en el siguiente capítulo.

2.2. Epitaxia por haces moleculares (MBE)

Una de las técnicas experimentales más empleadas para la fabricación de estructuras semiconductoras de alta calidad es la epitaxia por haces moleculares (MBE, por sus siglas en inglés). Dicha técnica consiste en la formación de una capa delgada cristalina que surge como resultado de la deposición de los átomos de los haces moleculares sobre un sustrato cristalino mantenido a una temperatura elevada en condiciones de vacío ultra-alto (10^{-12} Torr)³⁶.

El esquema de una cámara de crecimiento por MBE se muestra en la Figura 2.6. Los elementos a ser depositados sobre el sustrato se encuentran en su forma sólida dentro de celdas de efusión, donde son calentados hasta alcanzar su punto de sublimación; posteriormente, debido al ambiente de ultra-alto vacío, el vapor del material sale en forma de un haz que es dirigido hacia el sustrato, donde los átomos se depositan, dando lugar a un proceso de cristalización. Cada celda de efusión cuenta con un obturador, lo cual permite controlar qué elementos inciden sobre el sustrato en determinado momento. Para que los haces moleculares incidan de manera uniforme sobre toda la superficie del sustrato, la muestra es rotada durante el crecimiento. Debido a imperfecciones mecánicas del portamuestras, adicionalmente a la rotación, la muestra describe un movimiento de precesión centrado en el eje de rotación.

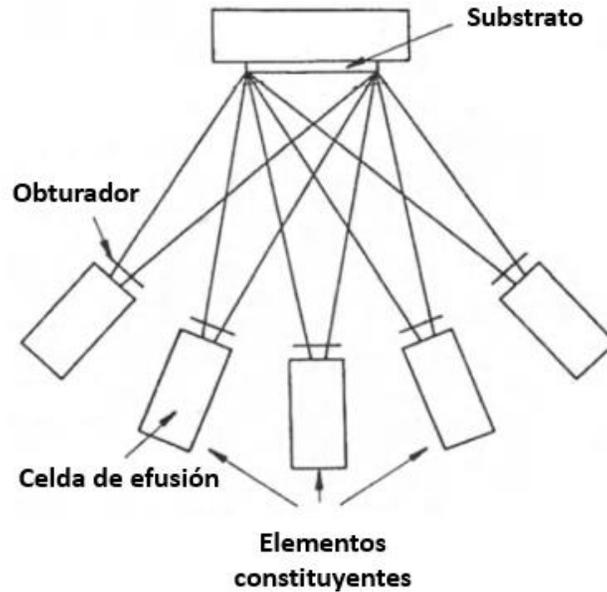


Figura 2.6. Esquema de una cámara de crecimiento por MBE. Figura adaptada de la Referencia 35.

En el caso de la cámara MBE del IICO, se cuentan con motores que permiten la apertura y el cierre automatizados de los obturadores de las celdas de efusión. El crecimiento se controla mediante un programa de LabVIEW que recibe como argumento un archivo de texto que contiene cuatro columnas: las tres primeras, corresponden a las celdas de galio, indio y aluminio, y deben contener un valor de 1 o 0, dependiendo si la celda correspondiente debe estar abierta o cerrada (la celda de arsénico no se incluye, pues permanece abierta durante todo el crecimiento). La cuarta columna, corresponde al tiempo que deben permanecer abiertas las celdas en cada paso.

Los crecimientos por MBE cuentan con diversas ventajas respecto a otros métodos epitaxiales³⁷. Por ejemplo, una baja tasa de crecimiento (del orden de 1 $\mu\text{m/h}$), la cual brinda un control muy preciso sobre el espesor de la capa crecida, disminuyendo la rugosidad de la misma. Debido a esta baja tasa de crecimiento, sin embargo, el tiempo requerido para crecer una estructura como la propuesta en este trabajo, que tiene un espesor de algunas micras, es de aproximadamente 12 horas. Otra de las ventajas de esta técnica es que, al llevarse a cabo en condiciones de vacío ultra-alto, los crecimientos pueden ser monitoreados *in situ* mediante diversos métodos experimentales tales como difracción de electrones reflejados de alta energía (RHEED, por sus siglas en inglés), o, si se cuenta con un acceso óptico, elipsometría u otras técnicas ópticas de reflectancia.

2.3. Caracterización óptica *in situ* en MBE

Como se mencionó en la sección anterior, los crecimientos por MBE permiten monitorear en tiempo real el crecimiento de la muestra por medio de distintas técnicas. Para estructuras multicapas, un método efectivo de caracterización *in situ* consiste en medir la reflectividad de la muestra conforme se termina de crecer cada capa. Los espectros adquiridos pueden ser

comparados con las simulaciones numéricas de la reflectividad para verificar que se encuentren centrados en la longitud de onda deseada. En caso de ser necesario, se pueden realizar adecuaciones durante el crecimiento para que los espectros experimentales coincidan con la reflectividad teórica. Lo anterior se logra variando el tiempo de apertura de las celdas de efusión para aumentar o disminuir el espesor de las capas crecidas según sea necesario.

En la Figura 2.7 se muestra un esquema del arreglo experimental para la caracterización *in situ* de la reflectividad durante el crecimiento por MBE. La cámara MBE cuenta con un puerto óptico de entrada a través del cual es posible mandar luz hacia la muestra. La luz, proveniente de una lámpara de tungsteno, se enfoca sobre la muestra mediante una lente con distancia focal de 5 cm; el haz reflejado es redirigido por medio de un espejo plano hacia una segunda lente con distancia focal de 9 cm, la cual enfoca el haz a la entrada de la fibra óptica de un espectrómetro Ocean Optics, modelo HR4000. Las componentes ópticas se colocan sobre una placa de aluminio, la cual se fija frente al puerto óptico de la cámara MBE. La adquisición de los espectros de reflectividad se controla mediante un programa de LabVIEW. Para eliminar el efecto de precesión del portamuestras durante el crecimiento, el programa adquiere un total de 30 espectros y devuelve el espectro promediado.

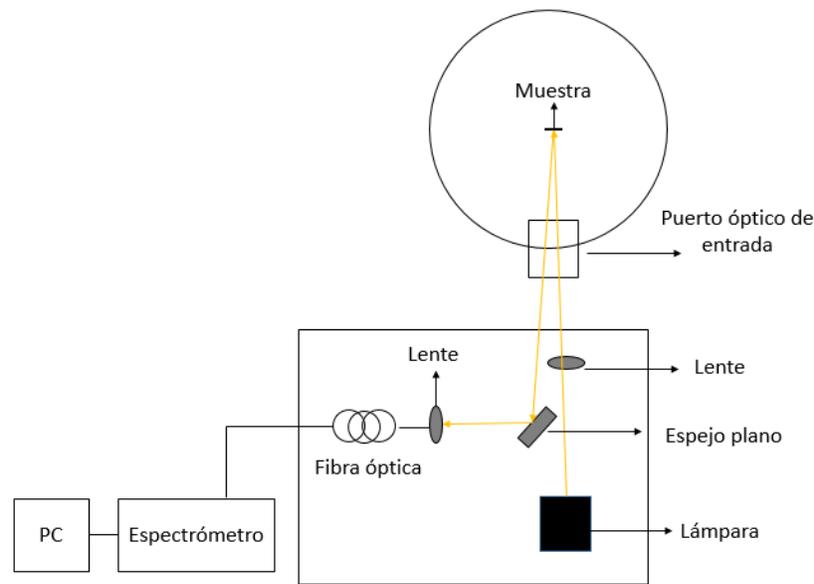


Figura 2.7. Representación esquemática del arreglo óptico empleado para la caracterización *in situ* durante el crecimiento por MBE.

2.4. Fabricación de silicio poroso

Las muestras de silicio poroso discutidas en el presente trabajo fueron fabricadas mediante el anodizado de obleas de silicio cristalino tipo p con orientación cristalina $\langle 100 \rangle$ y resistividades de 0.001 - 0.005 Ω cm en una celda electrolítica con soluciones de ácido fluorhídrico (HF), etanol (EtOH) y glicerina.

Como paso previo a la fabricación de silicio poroso, se deben preparar y limpiar los substratos de silicio cristalino para la remoción de óxidos y otros tipos de impurezas presentes en la superficie de las obleas. Inicialmente, las obleas se cortan a lo largo de los planos de clivaje para obtener substratos cuadrados con dimensiones de 2 cm x 2 cm; esto debido a que la celda electrolítica cuenta con un área de ataque de 1.77 cm². A continuación, las obleas se colocan dentro de una solución con 20 ml de etanol y 5 ml de HF al 48% durante 15 minutos. Posteriormente, se retiran de la solución y se enjuagan con EtOH durante 5 minutos y, finalmente, se secan a lo largo de una sola dirección mediante el uso de una secadora, la cual se mantiene a una distancia de aproximadamente 50 cm para evitar dañar la superficie de las muestras.

Una vez preparada la oblea de silicio cristalino, se procede a armar la celda electrolítica, cuyo esquema se muestra en la Figura 2.8. La celda está compuesta de la siguiente manera: la oblea de silicio se coloca sobre una placa de plata que funciona como contacto metálico, la cual se monta sobre una base de teflón, material seleccionado debido a su resistencia al HF. Sobre la oblea se coloca una máscara de teflón, la cual delimita el área de la muestra expuesta al ataque electroquímico; entre la oblea y la máscara se coloca un O-ring o empaque, con el objetivo de sellar la celda. A continuación, se coloca un depósito de teflón, cuya función es contener el electrolito durante el proceso de anodizado, y se fija al resto de la celda mediante tornillos. Finalmente, se coloca un electrodo de platino de manera paralela a la superficie de la oblea. Este tipo de celda es denominado “celda de dos electrodos”³¹; el electrodo de platino es el cátodo del circuito, cuya función es suministrar electrones a la solución, mientras que la oblea de silicio es el ánodo del circuito, el cual remueve los electrones de la solución. Para cerrar el circuito, los electrodos se conectan a una fuente de corriente; en el presente trabajo, se utilizó una fuente programable de corriente Keithley, modelo 6220.

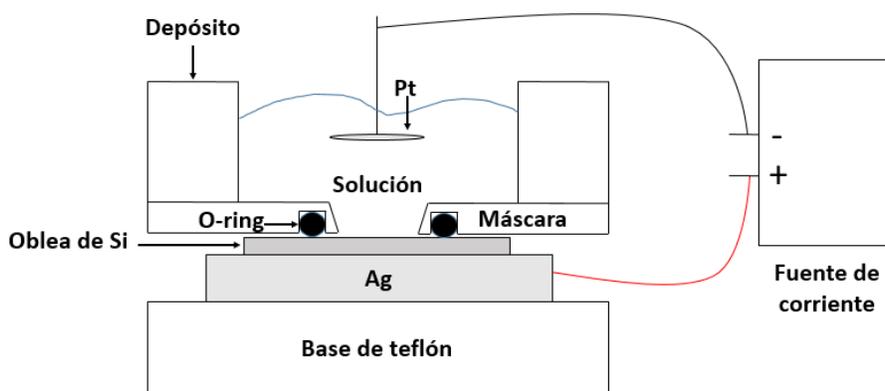


Figura 2.8. Corte transversal de la celda electrolítica empleada para la fabricación de silicio poroso mediante el anodizado de una oblea de silicio cristalino.

Cabe señalar que los primeros crecimientos de silicio poroso realizados en el presente trabajo se realizaron en una celda diferente a la mostrada en la Figura 2.8. Dicha celda contaba con un diseño similar, con las diferencias de que tenía un área de ataque menor (0.78 cm²) y un dispositivo Peltier para controlar la temperatura de la celda, el cual se podía utilizar de manera opcional.

Después de armar la celda electrolítica, el siguiente paso es la preparación del electrolito. En el presente trabajo, se empleó una solución 3:7:1 (en volumen) de HF(48%):EtOH:glicerina para los crecimientos en la celda de mayor área de ataque. Para cada crecimiento, se preparó una solución de 33 ml, volumen suficiente para cubrir por completo al electrodo de platino y asegurar un crecimiento uniforme. Por otro lado, para los crecimientos en la celda de menor área de ataque, se utilizó una solución 3:2 en volumen de HF(48%):EtOH; en este caso, para cada crecimiento se emplearon 20 ml de electrolito.

Tras haber montado la celda y preparado el electrolito, se puede dar paso al proceso de anodizado, el cual es controlado mediante un programa de LabVIEW. Dicho programa recibe como argumento un archivo de Excel, el cual debe contar con tres columnas: la primera, indica la corriente que se desea suministrar; la segunda, indica el tiempo durante el cual se debe suministrar dicha corriente; y la tercera columna, debe contener un valor de voltaje lo suficientemente alto para que la fuente entregue la corriente deseada. En caso de que se deseen crecer estructuras multicapas, el archivo de Excel debe contar con el número adecuado de renglones con sus respectivos valores de corriente, tiempo y voltaje. Una vez cargado el archivo, se ejecuta el programa y se comienza el anodizado.

Durante el anodizado, las reacciones que ocurren en la superficie de la oblea de silicio liberan burbujas de hidrógeno, las cuales tienden a flotar hacia la superficie de la celda y se acumulan debajo del electrodo de platino. Lo anterior puede causar problemas de uniformidad, ya que las burbujas pueden impedir el flujo de corriente hacia la oblea. Para resolver este problema, se emplean pipetas de plástico para agitar ligeramente el electrolito y remover las burbujas acumuladas en el cátodo. Durante este procedimiento, se debe tener especial cuidado de no tocar el electrodo de platino.

Una vez concluido el proceso de anodizado, se abre el circuito y se retira el electrolito de la celda mediante pipetas de plástico. Posteriormente, se vierte etanol dentro de la celda para enjuagar tanto la muestra como el electrodo de platino. A continuación, se retira el etanol y se desarma la celda. Se retira la muestra de silicio poroso y se le da un enjuague adicional en etanol. Finalmente, la muestra se seca de la misma manera que la descrita en el procedimiento de limpieza de los substratos.

2.4.1. Desprendimiento y transferencia de silicio poroso

Una parte crucial de este trabajo es la de despegar la muestra de silicio poroso de su substrato cristalino para poder colocarla sobre la estructura de AlGaAs. Para ello, existen diversos métodos; uno de los más simples, y el cual se empleó en el presente trabajo, está basado en la aplicación de una corriente de electropulido sobre la muestra de silicio poroso.

Como se mencionó en la sección 1.3 del capítulo 1, en el régimen de electropulido, los átomos de silicio de la oblea son removidos de manera uniforme. Por lo tanto, si una reacción de electropulido se lleva a cabo en la interfaz de silicio poroso/silicio cristalino, es entonces posible separar la película de silicio poroso del substrato cristalino.

Los dos parámetros más relevantes para el desprendimiento de silicio poroso por electropulido son la concentración de iones de fluoruro y la densidad de corriente³¹. Si la concentración de fluoruro es relativamente baja, la reacción de electropulido da lugar a la formación de una capa de óxido a lo largo de la interfaz silicio poroso/silicio cristalino. Posteriormente, el HF presente en el electrolito, disuelve la capa de óxido, provocando el desprendimiento de la capa de silicio poroso; este procedimiento se ilustra en la Figura 2.9. Otra ventaja de usar concentraciones de HF más diluidas es que las densidades de corriente requeridas son más bajas. En el presente trabajo se utilizó una solución 1:29 en volumen de HF(48%):EtOH, con corrientes del orden de unos cuantos miliamperes (1-10 mA) para los crecimientos en la celda con mayor área de ataque. Por otra parte, para los crecimientos en la celda con menor área de ataque, se utilizó una solución 1:20 en volumen de HF(48%):EtOH con corrientes de 7 a 10 mA.



Figura 2.9. Procedimiento para desprender películas de silicio poroso de su sustrato cristalino mediante electropulido. Se muestran también las reacciones químicas relevantes en cada paso. Figura adaptada de la Referencia 29.

El procedimiento empleado en el presente trabajo para el desprendimiento de silicio poroso por electropulido se describe a continuación. Primero, se crece la estructura de silicio poroso que se desea desprender de la manera descrita en la sección anterior. Al terminar el anodizado, se retira el electrolito y se le da un enjuague con etanol en la celda a la muestra. A continuación, se retira el etanol de la celda y se deposita la solución 1:29. Posteriormente, se ejecuta el programa de LabVIEW con la corriente, el tiempo y el voltaje deseados para el electropulido. Al finalizar la reacción, se retira la solución de la celda y se vierte etanol para otro enjuague. Al terminar el enjuague, se retira la mayor parte del etanol de la celda, dejando

humectada solo el área de ataque. Enseguida, se desarma la celda y se retira con cuidado la muestra, colocándola en un recipiente con etanol para un último enjuague. En este punto, los siguientes dos escenarios pueden presentarse (Figura 2.10): en el primero, la película de silicio poroso se ha desprendido completamente y se encuentra flotando en el etanol sobre la oblea de silicio cristalino; en este caso, únicamente es necesario colocar un portaobjetos de vidrio junto a la oblea de silicio y deslizar delicadamente la película de silicio poroso para transferirla al vidrio. En el segundo escenario, la estructura de silicio poroso, solamente se ha desprendido parcialmente; en este caso, la muestra presenta un color más atenuado respecto a la estructura sin despegar, y las regiones desprendidas se observan a una mayor altura respecto al resto de la película; para transferir este tipo de muestras, la película de silicio poroso se pone en contacto con el vidrio y se ejerce un poco de presión sobre la parte trasera de la oblea para que la película termine por desprenderse completamente. En cualquiera de los dos escenarios mencionados, si la muestra despegada presenta grietas, es una indicación de que la estructura se está rompiendo, en cuyo caso, es recomendable disminuir la corriente y/o el tiempo para obtener películas despegadas más estables.

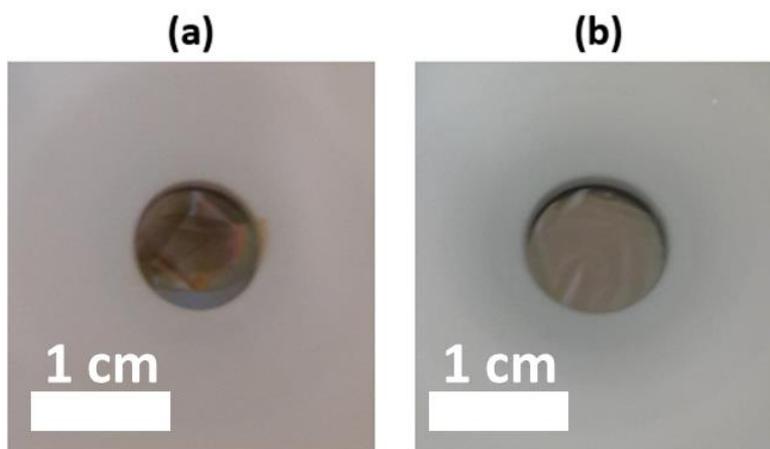


Figura 2.10. a) Muestra de SiP desprendida completamente; se observa que la película se encuentra flotando en el etanol dentro de la celda electrolítica. b) Muestra de SiP desprendida parcialmente; se observa que algunas regiones de la muestra se encuentran levantadas.

Una vez transferidas al vidrio, las películas de silicio poroso pueden ser caracterizadas para compararlas con las muestras no despegadas. Los efectos observados en las películas desprendidas deben ser tomados en cuenta al momento de diseñar muestras que se deseen transferir a otros tipos de sustratos.

2.5. Caracterización óptica *ex situ*

Dado que la MC propuesta en el presente trabajo está diseñada para operar a una temperatura de 15 K, es necesario contar con un montaje experimental para realizar mediciones de reflectividad a bajas temperaturas. Para ello, se emplea el arreglo mostrado en la Figura 2.11. El haz proveniente de una lámpara de tungsteno es reflejado por un espejo para ser dirigido a un divisor de haz; el haz entonces es redirigido hacia un objetivo de microscopio, que sirve

para enfocar la luz hacia la muestra, la cual se encuentra dentro de un criostato a baja temperatura. Posteriormente, el haz reflejado viaja nuevamente a través del objetivo y el divisor, y es reflejado por un espejo para ser redirigido a una lente, la cual lo enfoca sobre un tercer espejo. Finalmente, el haz reflejado es enfocado por medio de una lente con distancia focal de 5 cm sobre la entrada de la fibra óptica del espectrómetro Ocean Optics, modelo HR 4000. La adquisición de espectros se realiza mediante un programa de LabVIEW.

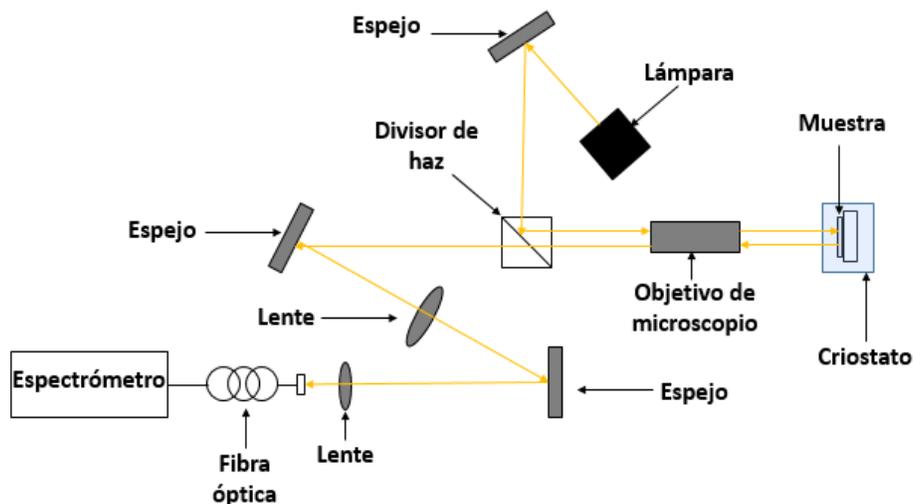


Figura 2.11. Representación esquemática del arreglo óptico empleado para la caracterización ex situ de muestras a bajas temperaturas.

3. Resultados

En este capítulo se presentan los resultados obtenidos durante la realización de este trabajo. Primero, se muestran los resultados predichos por las simulaciones numéricas; posteriormente, se presentan los resultados del crecimiento por MBE; y por último, se muestran los resultados de las muestras de silicio poroso, así como las mediciones a bajas temperaturas.

3.1. Simulaciones numéricas

Como primer paso, se realizaron simulaciones numéricas para calcular el espectro de reflectividad de la muestra descrita en el capítulo anterior. Para empezar, se calculó la reflectividad de la estructura sin considerar la capa intermedia de Au; el resultado se muestra en la Figura 3.1. La curva amarilla corresponde a la reflectividad de la muestra cuando no hay acople fuerte; se observa la resonancia de la cavidad en $\lambda = 807$ nm. Por otra parte, la curva azul muestra la reflectividad de la muestra al considerar la presencia de polaritones; se observan dos resonancias posicionadas alrededor del modo fotónico de la cavidad, correspondientes a las ramas superior e inferior de los polaritones. El desdoblamiento de Rabi calculado es de 13.42 meV, consistente con los valores comúnmente reportados.

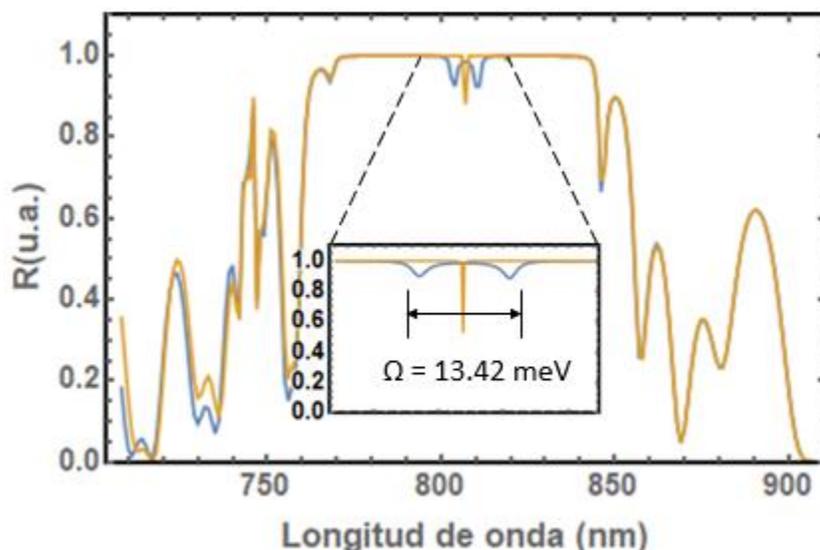


Figura 3.7. Reflectividad calculada para la MC propuesta en el presente trabajo, sin considerar la capa metálica intermedia. Las curvas azul y amarilla corresponden a estructuras con y sin polaritones, respectivamente.

Tras verificar que en la MC propuesta es posible observar el acople fuerte, se procedió a investigar el efecto que puede generar la capa metálica intermedia sobre los polaritones. Para ello, se realizaron simulaciones introduciendo una capa de Au con un espesor que se fue variando desde 2 nm hasta 20 nm. La curva amarilla de la Figura 3.2 muestra la reflectividad

de la MC al colocar una capa de Au con un espesor de 10 nm. Se aprecia un corrimiento al rojo respecto a la estructura sin capa metálica (curva azul) y se calcula una reducción en la energía del polaritón inferior de 4 meV, una cifra un orden de magnitud mayor que la reportada por Lai et al²⁸ cuando la capa de Au se deposita sobre la superficie de la MC.

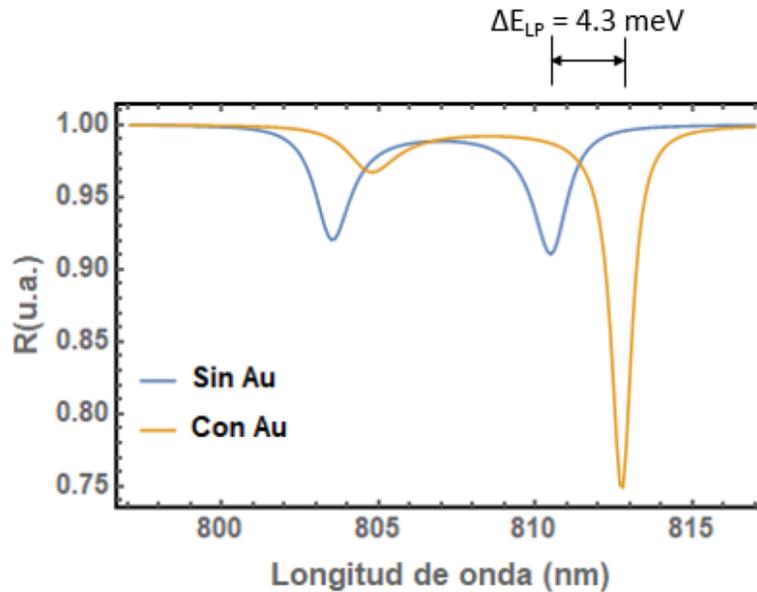


Figura 3.2. Reflectividad calculada para una MC con una capa intermedia de Au con un espesor de 10 nm (curva amarilla), comparada con la reflectividad de una MC sin la capa metálica (curva azul).

La Figura 3.3 muestra la diferencia entre la energía de la MC sin capa metálica y la energía de la MC con una capa de Au de espesor d_{Au} ; la variación calculada presenta un carácter lineal. Lo anterior se traduce en una reducción en la energía de la rama LP de hasta casi 10 meV, lo cual da lugar a un fuerte confinamiento espacial de polaritones. Esta cantidad es comparable con la reportada por Winkler et al²⁷ para una MC en la cual se depositan patrones geométricos sobre la capa espaciadora. En dicho trabajo, el DBR inferior y la cavidad se crecen por MBE y, posteriormente, la muestra es retirada de la cámara de crecimiento para depositar estructuras de 5 nm de espesor distribuidas en una red cuadrada mediante fotolitografía; a continuación, la muestra es reingresada a la cámara MBE para completar el crecimiento de la MC con el crecimiento del DBR superior. El potencial de confinamiento obtenido mediante dicha técnica es de $\sim 5 \text{ meV}$. Sin embargo, a pesar de que ambas técnicas entregan resultados similares, el diseño propuesto en el presente trabajo cuenta con la ventaja de que la muestra no necesita volver a ser colocada dentro de la cámara MBE para el crecimiento del DBR superior.

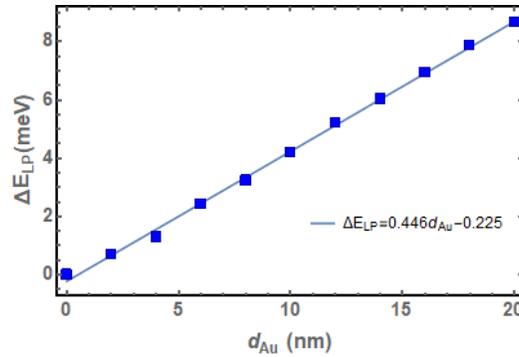


Figura 3.3. Variación en la energía de los polaritones inferiores en función del espesor de la capa metálica intermedia de Au. Se muestra también el ajuste lineal obtenido.

3.2. Crecimiento por MBE

El siguiente paso fue crecer el DBR inferior de AlGaAs y la zona activa por MBE. Este proceso comienza introduciendo un sustrato de GaAs a la cámara MBE, donde se eleva su temperatura hasta 600 °C. Posteriormente, se crece una capa intermedia de GaAs antes de iniciar el crecimiento de la MC para garantizar que la superficie del sustrato esté uniforme. Durante este paso, se miden los flujos de los elementos constituyentes (Al, Ga y As), mismos que sirven para determinar las tasas de crecimiento de AlAs, GaAs y Al_{0.5}Ga_{0.5}As. Las tasas de crecimiento obtenidas se muestran en la Tabla 1. Cabe mencionar que estos valores coinciden con los empleados en crecimientos previos³⁸, y, por lo tanto, no fue necesario realizar modificaciones al archivo de crecimiento que contiene los tiempos de apertura de cada celda, el cual se diseñó antes del crecimiento.

Material	Tasa de deposición (nm/s)
GaAs	0.166
AlAs	0.172
Al _{0.5} Ga _{0.5} As	0.338

Tabla 1. Tasas de deposición de los materiales constituyentes de la MC.

Una vez crecida la capa intermedia de GaAs, se inicia el crecimiento de la MC. La primera capa crecida fue una de índice de refracción bajo. Sin embargo, al tratar de medir el espectro de reflectividad de la primera capa, se detectó un problema con el software de adquisición de espectros, pues el espectro de referencia correspondiente al sustrato de GaAs no se guardó correctamente. Por este motivo, se detuvo el crecimiento para revisar el programa. Una vez solucionado el problema, se reanudó el crecimiento, creciendo una capa de GaAs de 100 nm, misma que sirvió para obtener el espectro de referencia y para tratar de mitigar el efecto de la capa de índice bajo crecida anteriormente.

Para verificar que el crecimiento se estuviera efectuando de manera correcta, se compararon los espectros de reflectividad al terminar de crecer cada capa con las simulaciones numéricas. Cabe resaltar que, debido a que los índices de refracción dependen de la temperatura, se esperaba que los espectros de reflectividad durante el crecimiento se encontraran centrados en $\lambda = 860$ nm. Sin embargo, las mediciones experimentales no coincidían con las

predicciones teóricas. Adicionalmente, al terminar de crecer la capa número 23, se presentó un problema de hardware con los motores que controlan los obturadores de las celdas de efusión, por lo cual, se decidió detener completamente el crecimiento para analizar las mediciones, tratar de detectar y corregir los errores cometidos y planear un nuevo crecimiento.

Las mediciones obtenidas durante el crecimiento se muestran en la Figura 3.4a. Se observa que los espectros de reflectividad se encuentran centrados alrededor de $\lambda = 655$ nm, lo cual representa un error del 24% con respecto a las simulaciones numéricas. Cabe mencionar que, debido a que no se esperaba un error tan grande, durante el crecimiento no se revisó el rango espectral correspondiente a longitudes de onda menores que 700 nm. Por lo tanto, no fue sino hasta después del crecimiento cuando se detectó que la formación del *stopband* estaba ocurriendo alrededor de $\lambda = 655$ nm.

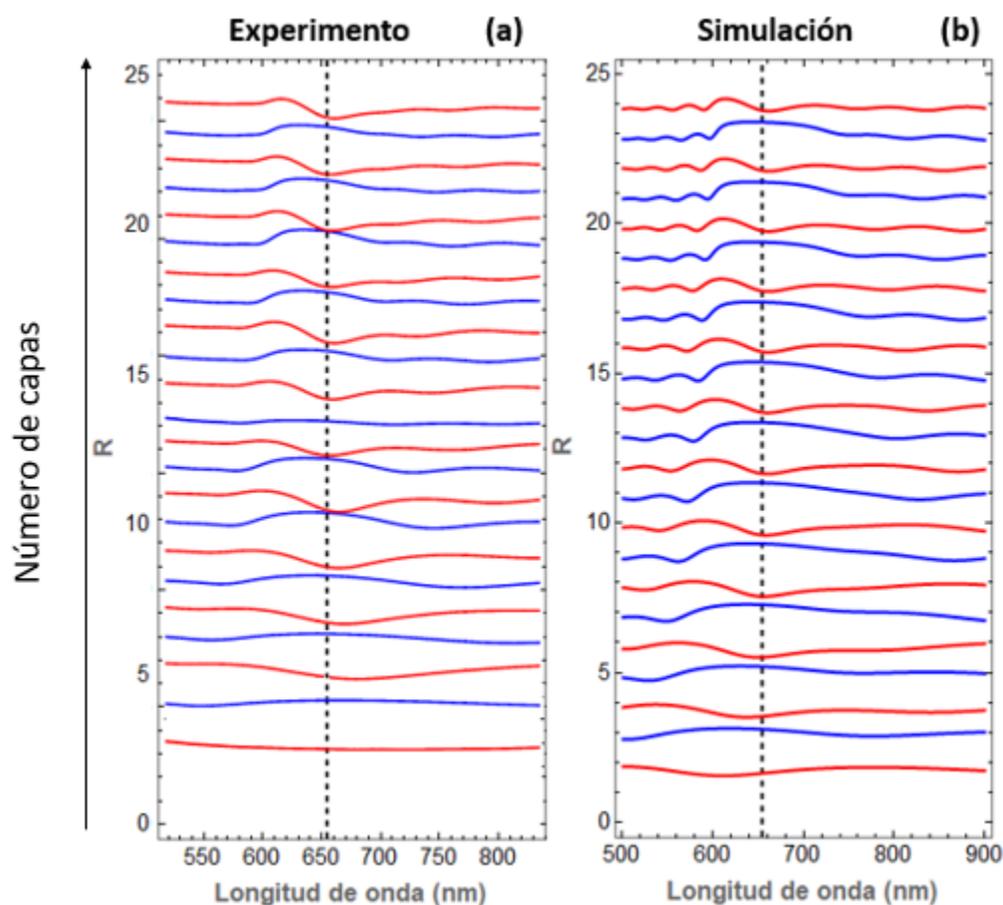


Figura 3.4. a) Resultados de la caracterización in situ al terminar de crecer cada capa por MBE y b) simulación numérica de los espectros experimentales.

Las simulaciones mostradas en la Figura 3.4b se realizaron reduciendo los espesores nominales de las capas en un 24% ($d_H = 43.6$ nm y $d_L = 50.9$ nm). Los cálculos obtenidos muestran consistencia con los resultados experimentales en cuanto a la posición de los mínimos y máximos, y las formas de línea, demostrando la precisión de las simulaciones

numéricas y del método de matrices de transferencia. En cuanto a las probables causas del error obtenido, una posible explicación es que la cantidad de material depositado en cada capa fue menor que la esperada. Esta posibilidad parece ser apoyada por el hecho de que, en crecimientos posteriores, realizados por otros grupos de trabajo, se encontró que el galio en la cámara MBE se estaba acabando. Otras posibilidades son: que la calibración no se haya efectuado de forma correcta, provocando el uso de tasas de deposición erróneas; o que la temperatura del sustrato no fuera la correcta, provocando que la adhesión de los elementos constituyentes no fuera la óptima. Para determinar con mayor certeza la causa del error, son necesarios estudios más técnicos sobre los crecimientos por MBE, los cuales se encuentran fuera del alcance de este trabajo. Sin embargo, lo que está claro es que el efecto físico de estos errores es que se obtuvieron capas con espesores más delgados que los nominales.

A pesar de que no fue posible determinar la causa concreta del error tan grande obtenido durante el crecimiento por MBE, se propusieron diversas acciones a tomar en crecimientos posteriores para lograr mejores resultados. Dichas acciones son: hacer la calibración del sistema justo antes de comenzar el crecimiento de la MC; medir la temperatura del sustrato con un pirómetro justo antes del crecimiento para verificar que sea la correcta; y pausar el crecimiento después de terminar la tercera capa (que es cuando la forma de línea del espectro de reflectividad se comienza a definir) para verificar que los resultados estén coincidiendo con las simulaciones o, de lo contrario, realizar las modificaciones necesarias al archivo de crecimiento en una etapa temprana del proceso.

Originalmente, se tenía planeado realizar un nuevo crecimiento por MBE, considerando los puntos mencionados en el párrafo anterior para lograr obtener mejores resultados. Sin embargo, como se mencionó anteriormente, durante crecimientos realizados por otros grupos de trabajo, se encontró que el galio en la cámara MBE se había agotado. Por lo tanto, fue necesario realizar un mantenimiento técnico de la cámara de crecimiento, mismo que tomaría por lo menos 2 meses en completarse. Por esta razón, se tuvo que suspender de manera indefinida el crecimiento del DBR inferior y la cavidad de AlGaAs y fue necesario hacer un cambio de planes. Inicialmente, nos pusimos en contacto con colaboradores externos del Instituto Paul Drude de Berlín, Alemania para solicitarles la fabricación de la muestra; sin embargo, al determinar que la muestra no podría llegar a tiempo a México, se decidió fabricar una MC sin zona activa, utilizando un DBR de AlGaAs crecido anteriormente en Berlín, y una media cavidad (capa espaciadora + DBR superior) de silicio poroso. El espectro de reflectividad a 15 K del DBR de AlGaAs se muestra en la Figura 3.5.

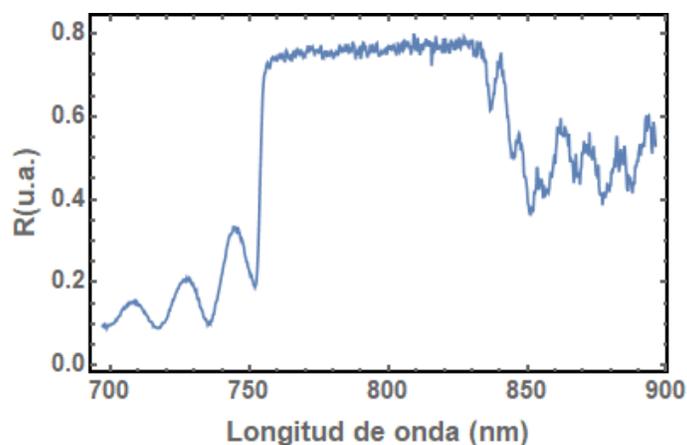


Figura 38. Espectro de reflectividad de un DBR compuesto por pares de capas de $Al_{0.1}Ga_{0.9}As/Al_{0.9}Ga_{0.1}As$ a 15 K.

3.3. Muestras de silicio poroso

La parte final del presente trabajo estuvo enfocada en la fabricación y el desprendimiento de muestras de silicio poroso para transferirlas al DRB de AlGaAs y formar una MC.

3.3.1. Celda con área de ataque pequeña (temperatura ambiente)

Los primeros crecimientos se llevaron a cabo en la celda con área de ataque de 0.78 cm^2 , empleando una electrolito 3:2 de $HF(48\%):EtOH$, debido a que ya se contaba con una calibración reciente para esta celda con dicha solución a temperatura ambiente. La Tabla 2 muestra los parámetros de calibración de esta celda. Las porosidades fueron calculadas por medio de ajustes de curvas experimentales empleando el modelo de Looyenga.

Corriente (mA)	Porosidad	Velocidad de crecimiento (nm/s)	Índice de refracción ($\lambda = 807 \text{ nm}$)
1	0.333	0.665	2.67
3	0.432	2.06	2.39
5	0.402	3.06	2.47
8	0.424	4.82	2.41
10	0.447	6.21	2.35
30	0.460	16.7	2.31
50	0.494	25.7	2.22
80	0.652	45.9	1.80
90	0.853	66.9	1.32

Tabla 2. Calibración de la celda con área de ataque pequeña a temperatura ambiente para un electrolito 3:2 de $HF(48\%):EtOH$.

Como primer paso, se trató de fabricar un DBR centrado en $\lambda = 807 \text{ nm}$. Para ello, se decidieron utilizar corrientes de 1 y 80 mA para tener un contraste alto de índices de refracción (del orden de 0.87, según los datos de calibración) y así poder obtener una

reflectividad alta sin la necesidad de crecer muchos pares. El primer DBR fabricado se diseñó con los valores nominales mostrados en la Tabla 2 y con un total de 10 pares. La reflectividad del DBR obtenido se muestra en la Figura 3.6.

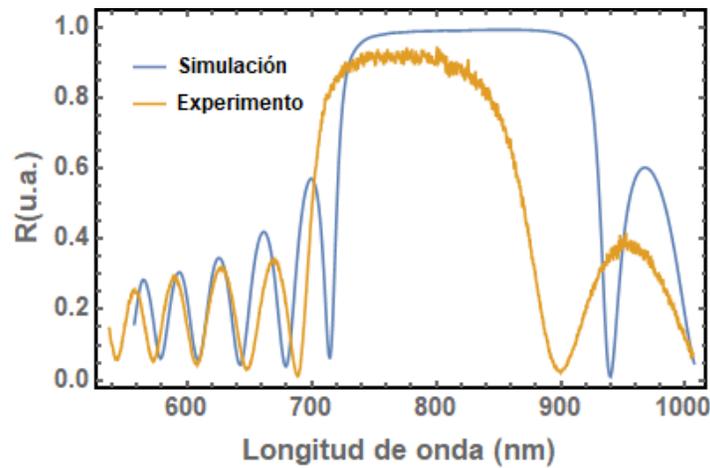


Figura 3.6. Espectro medido (curva amarilla) y simulación (curva azul) de la reflectividad de un DBR con corrientes de 1 y 80 mA, diseñado con los espesores nominales.

El *stopband* del DBR obtenido se encontró centrado alrededor de $\lambda = 770$ nm, es decir, un 5% por debajo del valor deseado; esta variación puede deberse al hecho de que las calibraciones no son completamente precisas, ya que los modelos de medio efectivo solo son aproximaciones; de tal forma que un error de esta magnitud no resulta del todo inesperado. Se observa también que, utilizando los parámetros obtenidos durante la calibración, la simulación de la reflectividad entrega un *stopband* que se encuentra centrado aproximadamente en $\lambda = 820$ nm, ligeramente por arriba de la longitud de onda deseada (807 nm); nuevamente, esta ligera variación también puede deberse al error intrínseco al momento de realizar los ajustes de las curvas experimentales durante la calibración; sin embargo, en este caso, el error de la calibración es solo del 1.6%, por lo que se puede concluir que el modelo teórico brinda una buena aproximación a los resultados experimentales.

Como siguiente paso, se fabricó un DBR con las mismas corrientes, pero incrementando el tiempo de crecimiento en un 5% para obtener espesores más gruesos. Los resultados se muestran en la Figura 3.7. El *stopband* obtenido se encuentra centrado en $\lambda = 805$ nm, lo cual representa una aproximación bastante buena a nuestro objetivo. El mismo DBR se fabricó varias veces en diferentes condiciones (de temperatura ambiente, de día y hora de fabricación, etc.) para verificar que el experimento fuera reproducible, lo cual, inicialmente fue el caso, salvo por ligeras variaciones del orden de 5 nm.

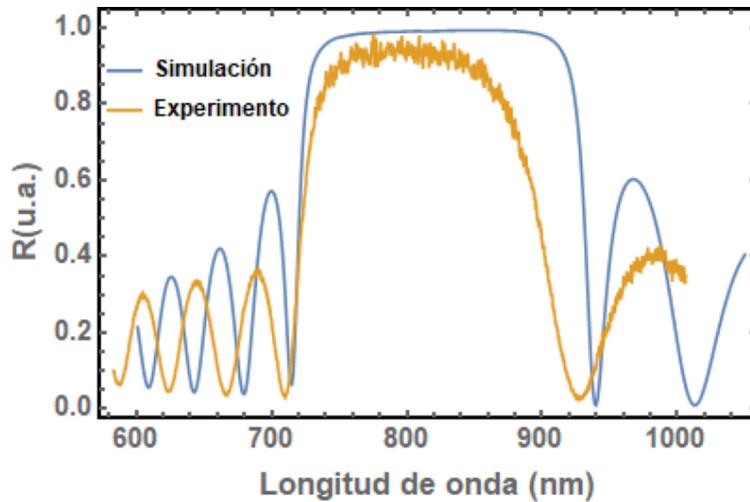


Figura 3.7. Espectro medido (curva amarilla) y simulación (curva azul) de la reflectividad de un DBR con corrientes de 1 y 80 mA, diseñado con espesores 5% mayores que los nominales.

Tras verificar que los crecimientos del DBR fueran reproducibles, se procedió a despegar la muestra y a transferirla sobre un portaobjetos de vidrio, para estudiar el efecto provocado por el desprendimiento. Se comenzó despegando monocapas de 1 y 80 mA a manera de práctica, y se determinó que una corriente de 10 mA, suministrada durante 250 s, era adecuada para el desprendimiento de las muestras mediante electropulido con un electrolito 1:20 de HF(48%):EtOH. Al terminar el electropulido, la muestra no se desprendió completamente, sino que se tuvo que poner en contacto con el portaobjetos de vidrio para lograr la transferencia, la cual se logró por partes, como se muestra en la Figura 3.8. Tras el primer contacto entre la muestra y el vidrio, solo se pegó una pequeña región correspondiente al centro de la muestra (Figura 3.8a); inmediatamente, la parte restante del DBR se colocó en un recipiente con etanol para evitar que se secase y posteriormente, se puso en contacto con otro portaobjetos de vidrio, al cual se logró transferir casi completamente (Figura 3.8b). Como se puede observar de la Figura 3.8a, el centro del DBR no se transfirió de manera correcta al vidrio, pues el centro de la muestra se observa ligeramente levantado, de manera que hay una capa de aire entre el espejo y el vidrio; caso contrario a los bordes del DBR, que se muestran en la Figura 3.8b, donde la muestra tiene una apariencia más uniforme. Se muestra también el DBR sin despegar (Figura 3.8c) a manera de referencia.

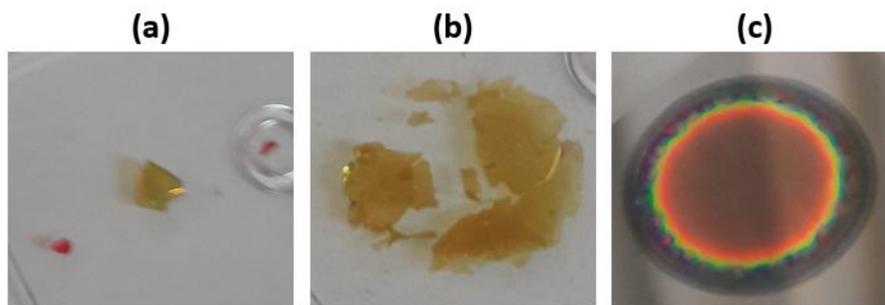


Figura 3.8. a) Centro del DBR parcialmente transferido al vidrio; b) bordes del DBR transferidos al vidrio; y c) DBR sin despegar.

Las reflectividades de las muestras transferidas al vidrio se observan en la Figura 3.9, así como la de la muestra sin despegar, a manera de comparación. Los espectros del DBR sobre vidrio presentan un corrimiento al azul y un cambio en la forma de línea. En el caso del centro del DBR (curva amarilla), el corrimiento del centro del *stopband* es de aproximadamente 30 nm, mientras que la reflectividad disminuye considerablemente; éste último hecho probablemente se deba a que la muestra no se pegó uniformemente al vidrio, de modo que la luz deja de incidir de manera normal a la superficie del DBR, disminuyendo la reflectividad. Por otra parte, los bordes del DBR (curva verde) presentan un corrimiento ligeramente mayor (de aproximadamente 40 nm), pero su reflectividad no disminuye tanto, esto debido a que la muestra se transfirió de manera más uniforme.

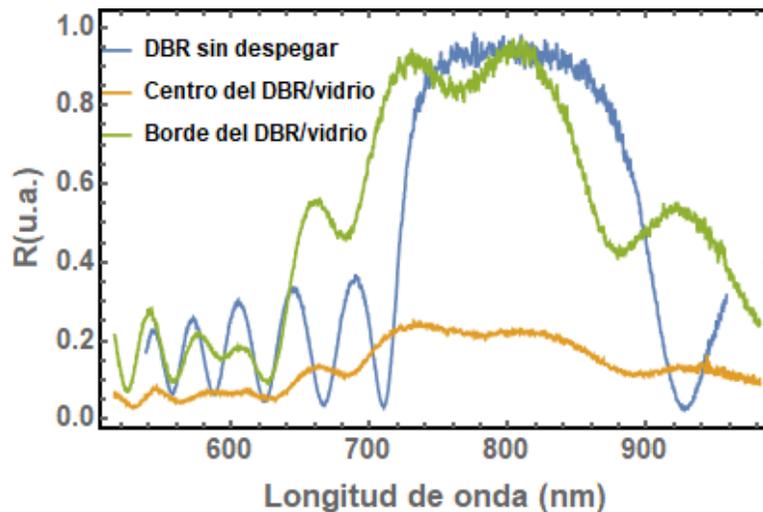


Figura 3.9. Espectros de reflectividad del centro del DBR sobre vidrio (curva amarilla), de los bordes del DBR sobre vidrio (curva verde) y del DBR sin despegar (curva azul).

Los corrimientos a longitudes de onda menores en los espectros de reflectividad de las muestras despegadas coinciden con lo reportado recientemente por Kryukova et al³⁹, quienes observaron corrimientos al azul de entre 5 y 10 nm para DBRs de silicio poroso desprendidos de su substrato cristalino. El hecho de que los corrimientos obtenidos en el presente trabajo sean mayores y que las formas de línea se modifiquen considerablemente puede ser una indicación de cambios en la morfología del silicio poroso al despegarlo; dichos cambios pueden deberse a diversos factores tales como oxidación, fuerzas capilares o estrés mecánico.

A continuación, se decidió fabricar un par de DBRs diferentes: uno con un contraste más alto en el índice de refracción (del orden de 1) y otro con un contraste más bajo (del orden de 0.5); esto con el fin de analizar si el contraste influye al momento de despegar las muestras. Adicionalmente, se tomó en cuenta el corrimiento al azul observado en la muestra previa, por lo cual, los DBRs se diseñaron para estar centrados en $\lambda = 850$ nm. Para el DBR de contraste alto, se decidió usar corrientes de 3 y 90 mA, mientras que para el DBR de menor contraste, se usaron corrientes de 10 y 80 mA.

La Figura 3.10a muestra la reflectividad experimental del DBR de 3-90 mA y su comparación con la simulación numérica, mientras que la Figura 3.10b, muestra la comparación entre la reflectividad del DBR sin despegar con la del DBR transferido a vidrio. La reflectividad de la muestra sin despegar se encontró centrada en la posición esperada; sin embargo, el *stopband* fue menor que el calculado, lo cual puede ser un indicativo de que las porosidades calculadas al momento de calibrar el sistema no fueron las correctas. En cuanto a la muestra transferida al vidrio, nuevamente se obtiene un corrimiento al azul, que en este caso fue de aproximadamente 25 nm; se observa también una ligera variación en la forma de la línea, sin embargo, la reflectividad no disminuye considerablemente.

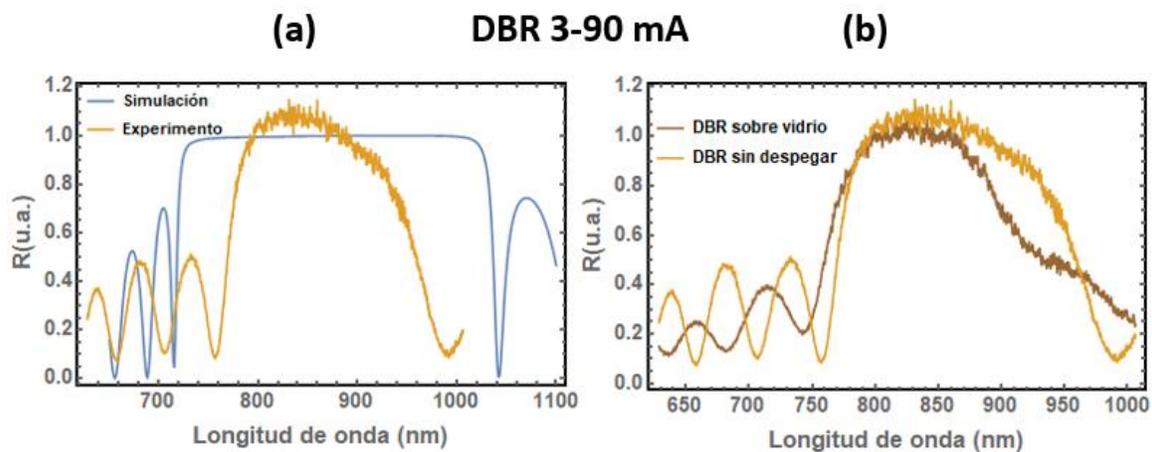


Figura 3.10. a) Comparación entre la reflectividad del DBR de 3-90 mA sin despegar con la simulación numérica; b) comparación entre la reflectividad del DBR transferido a vidrio y el DBR sin despegar.

En la Figura 3.11, se repite el ejercicio anterior, pero esta vez con el DBR de 10-80 mA. Para este caso, la muestra sin despegar muestra un espectro muy diferente al calculado, con un *stopband* asimétrico, y centrado aproximadamente en $\lambda = 900$ nm, por encima del valor esperado. La asimetría en la forma de línea podría deberse a un error de fabricación, como por ejemplo, que el electrodo de platino no estuviera colocado a la altura correcta o de forma paralela al sustrato, dando lugar a un gradiente de porosidades. Por su parte, la muestra transferida al vidrio presenta una forma de línea más similar a la esperada y su corrimiento al azul es de aproximadamente 30 nm, una cantidad similar a la obtenida con el DBR de 3 y 90 mA. Cabe mencionar que la muestra de menor contraste (10-80 mA) se despegó con mayor facilidad que la de contraste alto (3-90 mA) y, además, al momento de transferirla al vidrio, presentó una forma de línea más acorde a lo que se esperaba; sin embargo, su reflectividad disminuyó ligeramente más que la de la muestra de contraste alto al momento de la transferencia. Por lo tanto, se puede concluir que el contraste en el índice de refracción de un DBR es un factor importante a tomar en cuenta al desprenderlo de su sustrato cristalino.

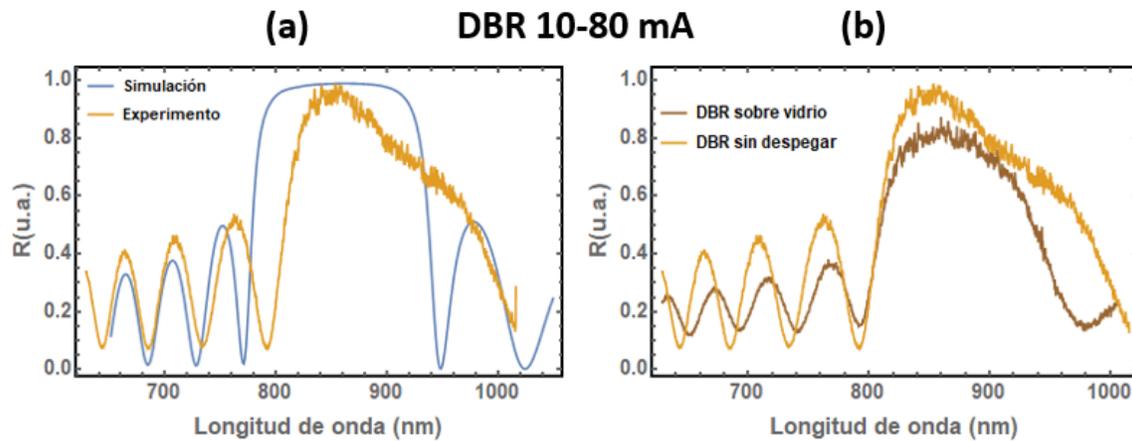


Figura 3.11. a) Comparación entre la reflectividad del DBR de 10-80 mA sin despegar con la simulación numérica; b) comparación entre la reflectividad del DBR transferido a vidrio y el DBR sin despegar.

3.3.2. Mediciones a 15 K

Debido a que el DBR de AlGaAs y la MC, en general, se diseñaron para operar a una temperatura de 15 K, es necesario realizar estudios a baja temperatura de las muestras de silicio poroso. Para ello, se empleó el montaje experimental descrito en la sección 2.5. Cabe mencionar que la respuesta del espectrómetro empleado en este sistema comienza a decaer cerca de $\lambda = 900$ nm. Por lo tanto, solo se midió el DBR desprendido de 3-90 mA, ya que su reflectividad comienza a disminuir justo antes de llegar a 900 nm. Las mediciones de reflectividad a 15 K y a temperatura ambiente (300 K) se muestran en la Figura 3.12. Se observa un ligero corrimiento al rojo (~ 5 nm) cuando la muestra se enfría a 15 K y un aumento en la reflectividad. Es importante señalar que, debido a que la muestra se introdujo en un criostato, fue complicado colocar el espejo de referencia a la misma altura que el DBR, por lo cual los espectros no están normalizados de manera precisa.

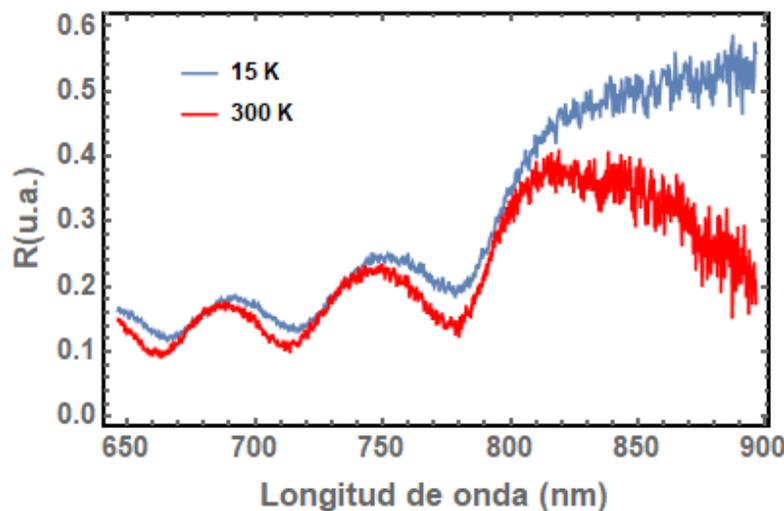


Figura 3.19. Espectros de reflectividad para el DBR de 3-90 mA a 15 K (curva azul) y a 300 K (curva roja).

3.3.3. Celda con área de ataque pequeña (20°C)

Tras realizar los análisis de reflectividad de los DBRs al desprenderlos y a bajas temperaturas, el siguiente paso consistía en diseñar la media microcavidad que sería transferida al DBR de AlGaAs. En un principio se diseñó una muestra centrada en $\lambda = 830$ nm para tomar en cuenta los corrimientos que ocurren al despegar y al disminuir la temperatura. Sin embargo, al momento de fabricar las muestras, éstas comenzaron a presentar diferencias considerables con la longitud de onda central proyectada. Posteriormente, se trataron de reproducir los DBRs fabricados con anterioridad, con resultados negativos, a pesar de emplear las mismas corrientes y el mismo electrolito (Figura 3.13).

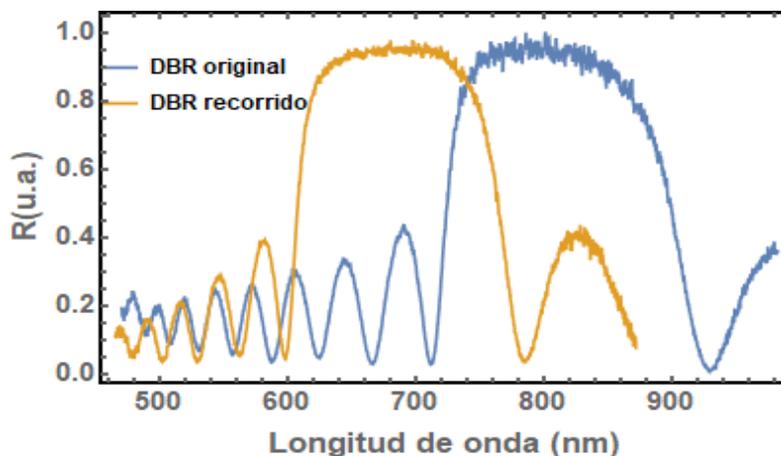


Figura 3.110. Comparación entre la reflectividad medida inicialmente para el DBR de 1-80 mA (curva azul) y la reflectividad más reciente para un DBR con los mismos parámetros de fabricación (curva amarilla).

Algunas posibles causas del desajuste en la calibración del sistema son: que la altura del electrodo de platino se hubiera modificado; que las obleas de silicio cristalino no se hubieran limpiado correctamente; o que la temperatura estuviera provocando cambios en el electrolito. Para descartar esta última posibilidad, se decidió emplear el control de temperatura para mantener la temperatura de la celda constante (a 20°C) y de esta forma asegurar que las condiciones de cada crecimiento fueran las mismas.

Antes de comenzar con los crecimientos, fue necesario realizar una nueva calibración. Para ello, se crecieron monocapas de silicio poroso con corrientes de 1, 5, 10, 20 y 30 mA y se realizaron ajustes de las curvas de reflectividad experimentales para estimar las porosidades. Las curvas de calibración obtenidas se muestran en la Figura 3.14.

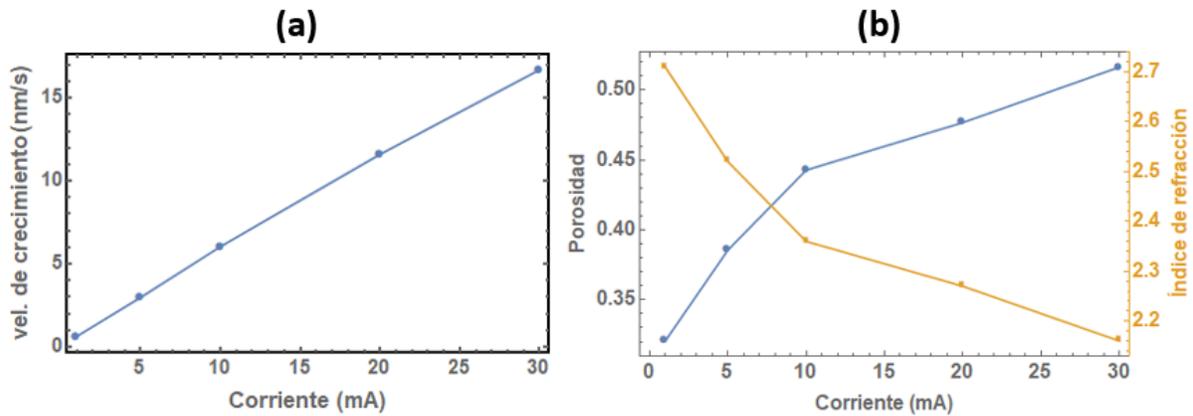


Figura 3.14. Curvas de calibración para la fabricación de silicio poroso a 20°C: a) velocidad de crecimiento vs corriente; y b) porosidad e índice de refracción vs corriente.

Para las velocidades de crecimiento (Figura 3.14a), se obtuvieron valores muy similares a los de la calibración a temperatura ambiente (Tabla 2), mientras que, para la porosidad y el índice de refracción (Figura 3.14b) se obtuvieron valores ligeramente mayores.

Para el diseño de la media MC de silicio poroso, se eligieron 15 pares de capas para tomar en cuenta la posible disminución de la reflectividad al desprender la muestra del sustrato cristalino. Los índices de refracción seleccionados fueron $n_L = 2.15$ y $n_H = 2.51$ (los cuales corresponden a corrientes de 30 y 5 mA, respectivamente) para tener un contraste relativamente bajo y poder despegar la muestra más fácilmente. La reflectividad experimental para este diseño y su simulación numérica se muestran en la Figura 3.15. La muestra fabricada quedó centrada alrededor de $\lambda = 750$ nm, 80 nm por debajo de la longitud de onda deseada; sin embargo, el ancho del *stopband* muestra una buena consistencia con la simulación, lo cual puede ser una indicación de que los índices de refracción se estimaron con precisión, y lo que se sobreestimó fueron las velocidades de crecimiento.

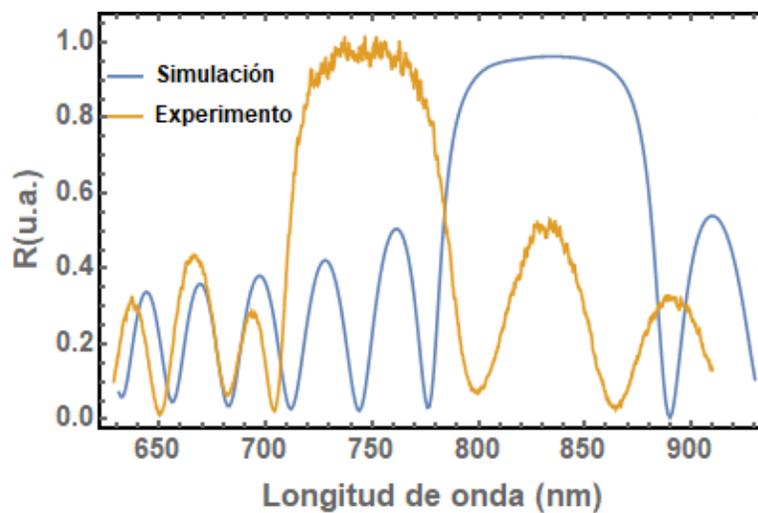


Figura 3.15. Comparación entre la reflectividad experimental (curva amarilla) y la reflectividad calculada (curva azul) para una media MC de silicio poroso con corrientes de 5 y 30 mA.

De acuerdo con los resultados anteriores, las capas de la muestra quedaron 9% más delgadas, por lo cual se tuvo que aumentar el tiempo de crecimiento para obtener los espesores correctos. Para que la muestra quedara centrada en la longitud de onda deseada, los tiempos de crecimiento se tuvieron que incrementar en un 15%, lo cual es una muestra más de que la calibración de las velocidades no fue la más precisa. La muestra fabricada se muestra en la Figura 3.16.

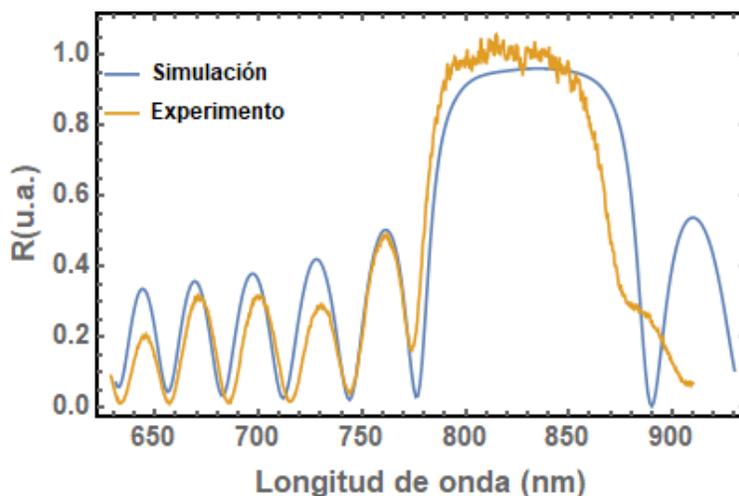


Figura 3.16. Reflectividad experimental (curva amarilla) para la media MC de 5-30 mA, con los espesores nominales incrementados en un 15% y simulación numérica de la estructura nominal.

El siguiente paso consistió en intentar despegar la muestra anterior para transferirla al DBR de AlGaAs. Previo a ello, se decidió transferir la muestra a un portaobjetos de vidrio para verificar que al despegarla quedara centrada en la longitud de onda correcta. Para ello, se le aplicó una corriente de electropulido de 10 mA durante 250 s, sin embargo, la muestra se rompió al terminar el ataque electroquímico, lo cual posiblemente es una indicación de que la corriente aplicada fue muy alta. A continuación, se intentó despegar la muestra con una corriente de electropulido de 8 mA durante 200 s. La estructura logró ser despegada y transferida al vidrio, sin embargo, una vez que el etanol se evaporó de la muestra, ésta se disolvió completamente. Una posible explicación para este hecho es que la morfología de la muestra no era lo suficientemente estable como para soportar las fuerzas capilares que se ejercen sobre ella cuando el etanol se evapora.

Por cuestiones de tiempo, no fue posible hacer más pruebas con esta calibración, ya que la celda dejó de estar disponible debido a que se le iban a realizar modificaciones para otro experimento.

3.3.4. Celda con área de ataque grande (temperatura ambiente)

A continuación, se decidió utilizar otra celda, la cual contaba con un área de ataque de 1.76 cm². Para poder obtener las mismas porosidades que en la celda anterior, era necesario mantener constante la densidad de corriente; sin embargo, debido a que el área de ataque en esta celda es mayor, se requerían corrientes más altas, las cuales estaban fuera del rango de

operación de la fuente utilizada en el presente trabajo. Por esta razón, se decidió cambiar de solución por una de 3:7:1 en volumen de HF(48%):EtOH:glicerol para poder obtener porosidades altas sin necesidad de aumentar la corriente.

Debido al cambio de celda y de electrolito, fue necesario hacer una nueva calibración del sistema, la cual se realizó a temperatura ambiente ya que esta celda no contaba con control de temperatura. Para la calibración, se tenía planeado crecer monocapas de 2, 20, 40, 60, 80 y 90 mA para poder comparar las porosidades e índices de refracción estimados con las curvas de calibración de A. Torres-Rosales⁴⁰, quien utilizó anteriormente el mismo electrolito en la misma celda. Las monocapas de 2 y 20 mA se crecieron sin problema, sin embargo, la de 40 mA comenzaba a electropulirse en los bordes de la muestra (Figura 3.17), indicando que se estaba entrando en el régimen de transición entre la formación de silicio poroso y electropulido. Estos resultados no son consistentes con los reportados por A. Torres-Rosales, quien logró crecer monocapas de hasta 90 mA. Las únicas diferencias entre ambos crecimientos fueron el uso de un electrodo de platino distinto y que las obleas de silicio cristalino eran de otra compañía, los cuales pueden ser factores que influyen en el resultado de los crecimientos.

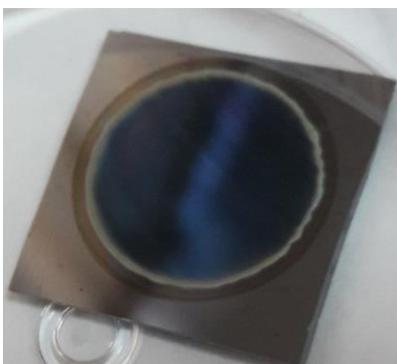


Figura 3.17. Monocapa de 40 mA que está entrando en el régimen de electropulido.

Posteriormente, se hicieron ajustes de las curvas experimentales de las monocapas de 2 y 20 mA, los cuales se muestran en la Figura 3.18. Para la muestra de 2 mA, se estima una porosidad de 0.7825, y para la de 20 mA, una de 0.87. Las velocidades de crecimiento y los índices de refracción calculados se muestran en la Tabla 3.

Corriente	2 mA	20 mA
Vel. de crecimiento (nm/s)	0.50	4.28
Índice de refracción	1.48	1.28

Tabla 3. Velocidades de crecimiento e índices de refracción calculados para las monocapas de 2 y 20 mA.

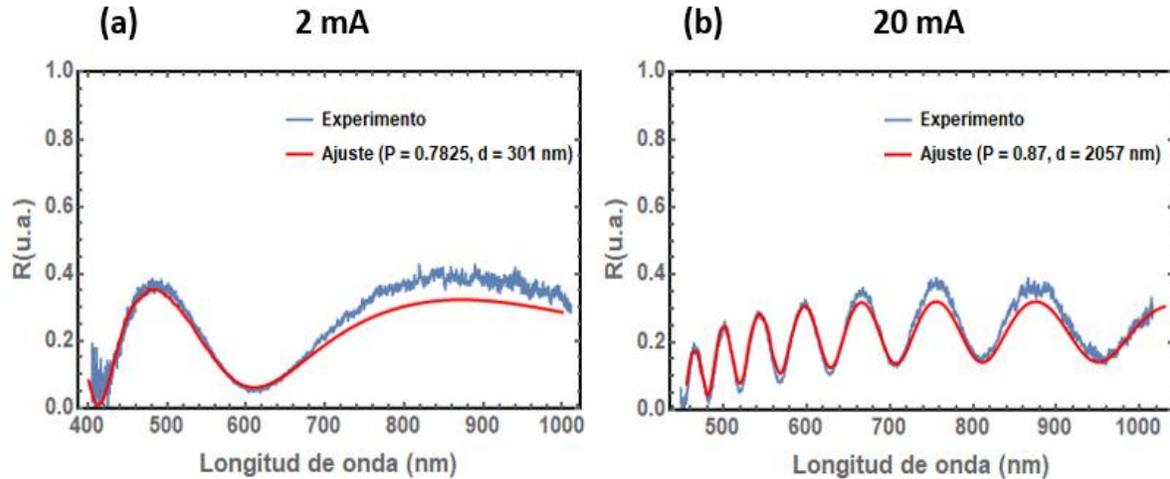


Figura 3.18. Reflectividad experimental y ajuste para las monocapas de a) 2 mA, y b) 20 mA.

Las porosidades calculadas fueron relativamente altas, por lo cual, se obtuvieron índices de refracción bajos, con un contraste igual a 0.2. Se consideró fabricar monocapas con corrientes menores a 2 mA para aumentar el contraste, sin embargo, al notar que las velocidades de crecimiento serían muy lentas, se descartó esta posibilidad, ya que se prefieren tiempos de fabricación cortos (no mayores a 1 hora) para evitar posibles cambios en la composición del electrolito.

Se logró fabricar una media MC centrada alrededor de $\lambda = 810$ (Figura 3.19), sin embargo, el *stopband* obtenido fue más ancho de lo esperado, posiblemente debido a imprecisiones en la calibración.

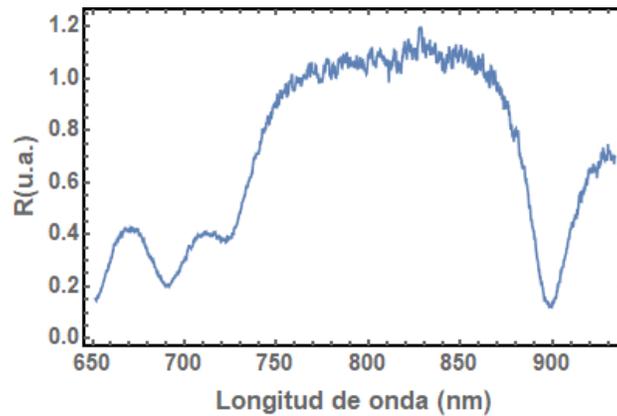


Figura 3.19. Reflectividad experimental de un DBR con corrientes de 2-20 mA, centrado alrededor de $\lambda = 810$ nm.

De cualquier forma, se trató de transferir esta muestra a vidrio para observar su corrimiento y determinar si era factible colocarla sobre el DBR de AlGaAs. Para este procedimiento, se empleó una solución 1:29 en volumen de HF(48%):EtOH, con una corriente de 7 mA durante 120 s. Sin embargo, al tratar de desprender la muestra de su sustrato cristalino, se electropulso completamente (Figura 3.20). Posteriormente, se hicieron más pruebas

reduciendo la corriente; se encontró que al aplicar una corriente de electropulido de 1 mA, la muestra no se disuelve completamente, sin embargo, los fragmentos resultantes tienen dimensiones muy pequeñas (del orden de 1-2 mm), lo cual puede deberse a que el tiempo de electropulido fue muy alto.



Figura 3.20. Monocapa de 20 mA electropulida con una corriente de 7 mA durante 120 s.

Antes de variar el parámetro del tiempo, se decidió crecer nuevamente una monocapa de 20 mA sin despegarla de su sustrato para verificar que los resultados continuaran siendo consistentes con los obtenidos durante la calibración. Sin embargo, como se aprecia en la Figura 3.21, la muestra cambió considerablemente, pues comenzó a entrar en el régimen de electropulido. Para verificar que este resultado no fuera causa de un error humano, se creció otra monocapa con los mismos parámetros, obteniendo un resultado similar.



Figura 3.21. a) Monocapa de 20 mA fabricada durante la calibración. b) Monocapa de 20 mA fabricada una semana después de la calibración.

Debido a las inconsistencias en los resultados obtenidos con la celda de mayor área de ataque, se tomó la decisión de dar por terminado el presente trabajo, no sin antes tomar nota de todos los detalles técnicos a perfeccionar para poder obtener muestras de mayor calidad en futuros crecimientos.

4. Conclusiones y trabajo a futuro

En este capítulo se presentan las conclusiones obtenidas a partir de los resultados del presente trabajo, así como las perspectivas para futuros proyectos.

4.1. Conclusiones

Se diseñó una MC híbrida de AlGaAs – silicio poroso, con una capa metálica intermedia, y se calculó, mediante simulaciones numéricas, que éste tipo de estructuras provee un fuerte confinamiento de polaritones.

Se realizó un crecimiento por medio de MBE, el cual no resultó como se planeaba debido a motivos que no se pudieron determinar concretamente. Sin embargo, se propuso una serie de acciones adicionales a tomar en cuenta en futuros crecimientos minimizar el riesgo de errores y obtener mejores muestras.

Se aprendió a fabricar silicio poroso mediante el anodizado de silicio cristalino. Se observó la importancia de diversos aspectos técnicos tales como la limpieza de los substratos, la preparación de los electrolitos y la remoción de burbujas de hidrógeno durante el crecimiento, los cuales son detalles fundamentales para lograr obtener muestras uniformes y de alta calidad. Se lograron despegar algunos DBRs de silicio poroso y se observó que éste procedimiento genera un corrimiento al azul en el espectro de reflectividad. Se observó la importancia de realizar una correcta calibración del sistema para obtener resultados más consistentes.

A pesar de que no se logró construir la MC híbrida. se obtuvieron conocimientos y experiencias muy valiosas, las cuales servirán como base para planear de mejor manera los crecimientos de MCs en un futuro a mediano plazo.

4.2. Trabajo a futuro

- Fabricar una celda electrolítica en la que sea posible implementar un arreglo de caracterización *in situ*, similar al empleado en la cámara MBE, para poder monitorear y controlar en tiempo real el crecimiento de las muestras de silicio poroso. Actualmente, ya se está realizando una revisión bibliográfica y se están analizando posibles diseños, como el implementado por Foss et al⁴¹.
- Completar la fabricación de la MC.
- Perfeccionar la técnica de desprendimiento de silicio poroso mediante electropulido.

- Obtener una mejor calibración del sistema de crecimiento de silicio poroso, fabricando y caracterizando un mayor número de monocapas. Éste proceso es crucial para lograr obtener resultados más consistentes.

Referencias

1. Cerda-Méndez, E. A., Krizhanovskii, D. N., Skolnick, M. S. & Santos, P. V. Quantum fluids of light in acoustic lattices. *J. Phys. D: Appl. Phys.* **51**, 033001 (2017).
2. Vahala, K. J. Optical microcavities. *Nature* **424**, 839–846 (2003).
3. Savona, V., Andreani, L. C., Schwendimann, P. & Quattropani, A. Quantum well excitons in semiconductor microcavities: Unified treatment of weak and strong coupling regimes. *Solid State Communications* **93**, 733–739 (1995).
4. Slusher, R. E. & Weisbuch, C. Optical microcavities in condensed matter systems. *Solid State Communications* **92**, 149–158 (1994).
5. Yeh, P. *Optical Waves in Layered Media*. (Wiley, 2005).
6. GREEN, E. I. THE STORY OF Q. *American Scientist* **43**, 584–594 (1955).
7. Stoltz, N. G. *et al.* High-quality factor optical microcavities using oxide apertured micropillars. *Appl. Phys. Lett.* **87**, 031105 (2005).
8. Savona, V., Piermarocchi, C., Quattropani, A., Schwendimann, P. & Tassone, F. Optical properties of microcavity polaritons. *Phase Transitions* **68**, 169–279 (1999).
9. Reithmaier, J. P. *et al.* Strong Coupling in a Single Quantum Dot-Semiconductor Microcavity System. **432**, 5 (2004).
10. Weisbuch, C., Nishioka, M., Ishikawa, A. & Arakawa, Y. Observation of the coupled exciton-photon mode splitting in a semiconductor quantum microcavity. *Phys. Rev. Lett.* **69**, 3314–3317 (1992).
11. Byrnes, T., Kim, N. Y. & Yamamoto, Y. Exciton–polariton condensates. *Nature Physics* **10**, 803–813 (2014).

12. Skolnick, M. S., Fisher, T. A. & Whittaker, D. M. Strong coupling phenomena in quantum microcavity structures. *Semicond. Sci. Technol.* **13**, 645–669 (1998).
13. Sanvitto, D. & Kéna-Cohen, S. The road towards polaritonic devices. *Nature Mater* **15**, 1061–1073 (2016).
14. Deng, H., Weihs, G., Santori, C., Bloch, J. & Yamamoto, Y. Condensation of Semiconductor Microcavity Exciton Polaritons. *Science* **298**, 199–202 (2002).
15. Kasprzak, J. *et al.* Bose–Einstein condensation of exciton polaritons. *Nature* **443**, 409–414 (2006).
16. Amo, A. *et al.* Superfluidity of polaritons in semiconductor microcavities. *Nature Phys* **5**, 805–810 (2009).
17. Daskalakis, K. S., Maier, S. A. & Kéna-Cohen, S. Spatial Coherence and Stability in a Disordered Organic Polariton Condensate. *Phys. Rev. Lett.* **115**, 035301 (2015).
18. Sich, M. *et al.* Observation of bright polariton solitons in a semiconductor microcavity. *Nature Photonics* **6**, 50–55 (2012).
19. Chana, J. K. *et al.* Spatial Patterns of Dissipative Polariton Solitons in Semiconductor Microcavities. *Phys. Rev. Lett.* **115**, 256401 (2015).
20. Fraser, M. D., Höfling, S. & Yamamoto, Y. Physics and applications of exciton–polariton lasers. *Nature Mater* **15**, 1049–1052 (2016).
21. de Lima, M. M., van der Poel, M., Santos, P. V. & Hvam, J. M. Phonon-Induced Polariton Superlattices. *Phys. Rev. Lett.* **97**, 045501 (2006).
22. Lima, M. M. de & Santos, P. V. Modulation of photonic structures by surface acoustic waves. *Rep. Prog. Phys.* **68**, 1639–1701 (2005).

23. Cerda-Méndez, E. A. *et al.* One dimensional confinement of microcavity polaritons using non-piezoelectric surface acoustic waves. *Physica E: Low-dimensional Systems and Nanostructures* **42**, 2548–2551 (2010).
24. Fuhrmann, D. A. *et al.* Dynamic modulation of photonic crystal nanocavities using gigahertz acoustic phonons. *Nature Photon* **5**, 605–609 (2011).
25. Cerda-Méndez, E. A. *et al.* Polariton condensation in dynamic acoustic lattices. *Phys. Rev. Lett.* **105**, 116402 (2010).
26. Amo, A. *et al.* Light engineering of the polariton landscape in semiconductor microcavities. *Phys. Rev. B* **82**, 081301 (2010).
27. Winkler, K. *et al.* A polariton condensate in a photonic crystal potential landscape. *New J. Phys.* **17**, 023001 (2015).
28. Lai, C. W. *et al.* Coherent zero-state and π -state in an exciton–polariton condensate array. *Nature* **450**, 529–532 (2007).
29. El Daïf, O. *et al.* Polariton quantum boxes in semiconductor microcavities. *Appl. Phys. Lett.* **88**, 061105 (2006).
30. Uhlir, A. Electrolytic Shaping of Germanium and Silicon. *Bell System Technical Journal* **35**, 333–347 (1956).
31. Sailor, M. J. *Porous Silicon in Practice: Preparation, Characterization and Applications.* (John Wiley & Sons, 2012).
32. Canham, L. T. Silicon quantum wire array fabrication by electrochemical and chemical dissolution of wafers. *Appl. Phys. Lett.* **57**, 1046–1048 (1990).
33. Föll, H., Christophersen, M., Carstensen, J. & Hasse, G. Formation and application of porous silicon. *Materials Science and Engineering: R: Reports* **39**, 93–141 (2002).

34. Unagami, T. Formation Mechanism of Porous Silicon Layer by Anodization in HF Solution. *J. Electrochem. Soc.* **127**, 476 (1980).
35. Estrada-Wiese, D. & Río, J. A. del. Refractive index evaluation of porous silicon using Bragg reflectors. *Revista Mexicana de Física* **64**, 72–81 (2018).
36. Frigeri, P., Seravalli, L., Trevisi, G. & Franchi, S. 3.12 - Molecular Beam Epitaxy: An Overview. in *Comprehensive Semiconductor Science and Technology* (eds. Bhattacharya, P., Fornari, R. & Kamimura, H.) 480–522 (Elsevier, 2011).
doi:10.1016/B978-0-44-453153-7.00099-7.
37. Herman, M. A. & Sitter, H. *Molecular Beam Epitaxy: Fundamentals and Current Status*. (Springer Berlin Heidelberg, 2012).
38. Ruiz-Cigarrillo, O. Crecimiento y caracterización de Microcavidades Ópticas (Tesis de maestría). (Universidad Autónoma de San Luis Potosí, 2017).
39. Kryukova, I., Dovzhenko, D., Chistyakov, A. & Nabiev, I. Preparation of Freestanding Porous Silicon Photonic Crystals. *I* 90–95–90–95 (2018)
doi:10.18502/ken.v3i3.2017.
40. Torres-Rosales, Á. A. Fabricación y caracterización de microcavidades ópticas de silicio poroso. (Universidad Autónoma de San Luis Potosí, 2019).
41. Foss, S. E., Kan, P. Y. Y. & Finstad, T. G. Single beam determination of porosity and etch rate in situ during etching of porous silicon. *Journal of Applied Physics* **97**, 114909 (2005).