



Laboratorio de Optoelectrónica y Metrología Aplicada
GRUPO DE FOTÓNICA APLICADA

*Tomografía óptica coherente de camino
común para la caracterización
de materiales y procesos dinámicos*

Tesis entregada por el título de grado de Doctor en
Ingeniería mención Ensayos Estructurales.

Marcelo Sallese

Director: Dr. Jorge Torga

Co-director: Dr. Eneas Morel

”El motor de la ciencia es la curiosidad con las preguntas constantes: ¿Y eso cómo es? ¿En qué consiste? ¿Cómo funciona? Y lo más fascinante es que cada respuesta trae consigo nuevas preguntas.”
César Milstein

Resumen

En esta tesis se presenta la aplicación de la técnica de tomografía óptica coherente basada en el desarrollo de un interferómetro de camino común como método para caracterizar materiales y procesos dinámicos. Se exhibe la implementación de un porta-muestra como parte del interferómetro en un esquema que se denominará "housing" a lo largo de este trabajo. Se mostrará como el uso de este nuevo accesorio implica una serie de ventajas constructivas, una disminución de partes móviles del sistema experimental, una reducción del costo del equipo y, la posibilidad de ampliar la aplicabilidad de la técnica a mediciones con alta resolución espacial.

En el marco de cuantificar esta serie de mejoras se efectuaron un conjunto de experimentos para establecer las características generales, como su resolución espacial, rango de medición, repetitividad y mediciones comparativas con un equipo comercial basado en una técnica óptica similar en colaboración con otro grupo de investigación.

Se establecieron las bases para el desarrollo de un equipo de uso industrial en una configuración experimental capaz de medir diferentes tipos de muestras y que permite obtener tanto la topografía, en el caso de materiales opacos, como la tomografía, en el caso de materiales transparentes y semitransparentes.

Se demostró la aplicación del sistema abarcando mediciones de cambios en el índice de refracción de materiales por procesos como el curado en etapas de una resina por irradiación UV y la obtención de tomografías de muestras líquidas en forma de gota. Además, se caracterizaron impresos con tintas conductivas en sustratos flexibles, una muestra tratada por ablación láser y se realizó un estudio dinámico del proceso de imbibición en silicio poroso. Se dedicó un capítulo a cada uno de estos casos con una breve introducción del tema, el área de aplicación y cómo surgió cada demanda en concreto.

Finalmente se exponen conclusiones generales del trabajo realizado y, con base en cada aplicación y los resultados obtenidos, se plantean diferentes ideas como preludeo de futuras líneas de investigación.

Palabras clave

Tomografía óptica coherente, interferometría, alta resolución, índice de refracción, topografía, procesos dinámicos.

Abstract

This thesis presents the application of the optical coherence tomography technique based on the development of a common path interferometer as a method to characterize materials and dynamic processes. The implementation of a sample holder as part of the interferometer is shown in a scheme that it will be called "*housing*" throughout this work. It will be shown how the use of this new accessory implies a series of constructive advantages, a decrease in moving parts of the experimental system, a reduction in the cost of the equipment and the possibility of expanding the applicability of the technique to measurements with high spatial resolution.

In the framework of quantifying this series of improvements, a set of experiments were carried out to establish the general characteristics, such as their spatial resolution, measurement range, repeatability and comparative measurements with a commercial equipment based on a similar optical technique in collaboration with another group of research.

The bases were established for the development of equipment for industrial use in an experimental scheme capable of measuring different types of samples and that allows obtaining both the topography, in the case of opaque materials, and tomography, in the case of transparent materials and semi-transparent.

The application of the system was demonstrated, encompassing measurements of changes in the refractive index of materials by processes such as the stage curing of a resin by UV irradiation and obtaining tomography of liquid samples in the form of droplets. In addition, printed with conductive inks on flexible substrates, a sample treated by laser ablation were characterized and a dynamic study of the imbibition process in porous silicon was carried out. A chapter was dedicated to each of these cases with a brief introduction to the topic, the area of application and how each specific demand arose.

Finally, general conclusions of the work carried out are presented and, based on each application and the results obtained, different ideas are proposed as a prelude to future lines of research.

Keywords

Optical coherence tomography, interferometry, high resolution, refractive index, topography, dynamic process.

Agradecimientos

Esta tesis es fruto de un arduo pero gratificante trabajo de varios años que se logró con mucha paciencia y perseverancia, entre otras cosas. Una gran cantidad de gente me ha acompañado en esta etapa y, honestamente, no iba a realizar este apartado porque sin dudas me olvidaré de personas que aportaron su pequeño granito de arena y que, en casos como este, puede haber tenido un peso mayor al sospechado. De igual manera comenzaré con estas líneas en un primer agradecimiento que me incluye por el hecho de haber cumplido esta compleja tarea y por ser consciente del labor y esfuerzo propios en muchos aspectos tanto personales como profesionales. En segundo lugar, quiero agradecer a Luciana Burroni, una gran persona e increíble compañera con quien compartí gran parte de esta aventura doctoral y que, sin duda, forma parte de este trabajo. También agradezco a su familia (Patricia, Jose e hijos) por su gran empatía.

Un gigante agradecimiento y eterno reconocimiento a mi director Jorge Torga, una gran persona que me propuso incursionar en la física de una manera tan convincente que acaparó toda mi curiosidad. La paciencia y entrega de Jorge han hecho de este camino en la ciencia un apasionante viaje. Con su “todavía le podemos dar una vuelta de rosca” logramos adentrarnos en lo más profundo de distintos temas e investigar en líneas impensadas. También le quiero agradecer a mi codirector Eneas Morel, una persona muy comprometida y que siempre está dispuesto a darte una mano con su práctica manera de hacer las cosas; sus aportes y trabajos previos fueron la base para el desarrollo de esta tesis.

Por otra parte, el trayecto en este posgrado me ha permitido aprovechar y disfrutar de la competencia y experiencia de muchos compañeros que deseo agradecer también. A Alberto Scarpettini, quien fue uno de mis primeros tutores en la ciencia, le agradezco por sus minuciosas explicaciones en cada cuestión física que le consultaba. Dentro de su grupo le agradezco a Marina Gutiérrez (ahora Dra. Gutiérrez) y Yanela Paredes, por su charlas al pasar en sus oficinas y predisposición para prestarme cosas del labo (si las micropipetas hablaran, risas). A Bruno Weiss, una gran persona y amigo que me ayudó mucho anímicamente (ambos haciendo las tesis en paralelo); gracias por tus tips con Python y Linux y por esos certeros mates en el laboratorio. Dentro del grupo de OCT quiero agradecer a Pablo Tabla, quien fue clave en mis primeros pasos con Matlab, las señales y los experimentos de óptica; un gran compañero y amigo que se lleva toda mi

admiración por su entrega a la ciencia aplicada (aguante OCTab!). A Jose Folgueiras le agradezco por compartir su forma tan particular de ver las cosas. Recuerdo cuando Jorge me dijo, va a venir un pibe de la UBA a trabajar con vos con las simulaciones del índice de refracción, quien iba a pensar que íbamos a entablar una gran amistad y lo que menos hicimos fue eso (algo hicimos, risas). También agradezco a Leslie Cusato por su gran ayuda con Python y a Santiago Cerrotta por su buena energía y predisposición en todo momento. Y dentro del grupo agradezco a Andrés Aguilar (ahora Dr. Aguilar), por sus buenos consejos y la gran experiencia que me compartió. Un enorme agradecimiento a Hernán Miranda, quien me ayudó en la carrera de grado y durante el doctorado también; un increíble profesor (no se que haría la Delta sin tus magistrales clases). No quiero dejar de agradecerles a Liliana Romero y Carlos Palmieri, con quienes compartí la cátedra de materiales en estos años; dos personas muy devotas a la enseñanza y que me transmitieron su vasta experiencia tanto docente como profesional.

También este doctorado me permitió conocer personas muy atentas y trabajadoras con quienes compartí trabajos en colaboración incluyendo eventos científicos donde siempre es gratificante coincidir. Gracias Julia Fosatti, Mónica Mosquera, Leandro Monsalve, Juan Bonaparte, Pedro Gaviola, Mariela del Grosso, Raúl Urteaga y Nicolás Budini.

Por último, un agradecimiento especial a mis padres, Mariela y Daniel, porque me apoyaron y me ayudaron en todo lo que pudieron y a su manera. A mi hermano Adriano, quien me enseñó mucho con su gran voluntad para concretar sus sueños y apoyar a su familia. Un agradecimiento astronómico a mi abuelo Mirco, quien me apoyó siempre en muchos momentos hasta sin darse cuenta.

A todos ustedes y a todos los que he cruzado en este sendero académico y personal, mi mayor reconocimiento y gratitud. Espero que este humilde manuscrito refleje cada aporte brindado en el espacio-tiempo que compartí con todos ustedes. Les deseo lo mejor, buena vida y, a quien lo sienta, buena ciencia.

Índice general

Resumen	II
Abstract	III
Agradecimientos	IV
Lista de figuras	XVI
Publicaciones y presentaciones	XVII
1. Introducción	1
1.1. Técnicas ópticas para ensayos no destructivos	1
1.2. Motivaciones y comienzos	2
2. Tomografía Óptica Coherente	5
2.1. Estado del arte	5
2.1.1. OCT y procesos dinámicos	6
2.2. Base teórica	6
2.3. Imágenes en OCT	7
2.4. Modalidades de OCT	10
2.5. Resolución espacial y profundidad máxima de imagen	11
2.5.1. Resolución espacial axial y lateral	12
2.5.2. Profundidad máxima de imagen	12
3. Interferómetro de camino común	15
3.1. Configuración experimental propuesta	15
3.2. Señal de interferencia	18
3.2.1. Señal en el dominio espectral	20
3.2.2. Procesamiento digital de la señal	24
3.2.3. <i>Zero padding</i> y transformada <i>z chirp</i>	25
3.2.4. Reconstrucción digital de imágenes	27

4. Interferómetro de camino común con portamuestra incorporado	31
4.1. Portamuestra tipo <i>housing</i>	32
4.2. Validación experimental	39
4.2.1. Ventajas del <i>housing</i> junto al sistema de barrido	39
4.2.2. Estimación de la resolución axial y lateral del equipo	40
4.2.3. Comparación con equipo comercial	44
4.3. Conclusiones	48
5. Aplicaciones por cambios de índice de refracción	49
5.1. Estimación de índice de refracción de líquidos	50
5.2. Curado de una resina por irradiación UV	51
5.2.1. Variación del índice en curado por etapas	51
5.3. Topografía y tomografía de una gota	54
5.4. Modalidad dinámica	58
5.5. Conclusiones	60
6. Circuitos impresos en sustratos flexibles	61
6.1. Impreso por serigrafía	62
6.1.1. Parámetros de rugosidad	63
6.1.2. Resultados	64
6.1.3. Rugosidad lineal y superficial	66
6.1.4. Resultados en un impreso multicapa	68
6.2. Impreso por flexografía	70
6.2.1. Resultados	71
6.3. Impreso por <i>inkjet</i>	72
6.3.1. Resultados	73
6.4. Caso especial: <i>housing</i> con dos ventanas	76
6.4.1. Resultados	76
6.5. Conclusiones	79
7. Blanco de producción de neutrones ablacionado	81
7.1. Descripción de la muestra	82
7.2. Configuración del <i>housing</i>	83
7.3. Resultados	84
7.4. Deposición como subproducto de la ablación	87
7.5. Conclusiones	89
8. Imbibición capilar en silicio poroso	91
8.1. Fabricación de muestras de silicio poroso	92
8.2. Teoría del proceso de imbibición	95
8.3. Índice de refracción en medios porosos	97

8.3.1. Aproximación de medio efectivo	98
8.3.2. Índice de refracción de grupo efectivo	100
8.4. Imbibición y señal de OCT	100
8.5. Resultados	104
8.5.1. Aplicación de modelo hidrodinámico	106
8.5.2. Determinación de tamaños de poros	108
8.6. Extensión a dos capas porosas	112
8.7. Conclusiones	115
Conclusiones generales	116
Trabajo a futuro	118
Apéndices	122
A. Portamuestra impreso	123
B. Teorías de medio efectivo	124
B.1. Medio efectivo	124
B.2. Permitividad efectiva	125
B.2.1. Modelo simétrico de Bruggeman	127
B.2.2. Modelo de Looyenga	129
B.3. Extensión a medios porosos	130
B.3.1. Comparación de modelo de Bruggeman y Looyenga	131
C. Modelos hidrodinámicos	133
C.1. Modelo de Lucas-Washburn	133
C.2. Modelos complementarios	135
C.2.1. Modelo de tubos interconectados	136
Bibliografía	139

Índice de figuras

2.1.	(a) Interferómetro convencional de OCT tipo Michelson. (b) Esquema que representa una muestra con N interfaces donde se indican las OPD (Δ) y OPL(L) correspondientes. FBC : fuente de luz de baja coherencia, B : divisor de haz, E : espejo, D : detector, M : muestra, L : longitud de camino óptico, Δ : diferencia de camino óptico, e : espesor, $\tilde{\eta}$: índice de refracción de grupo, r : coeficiente de reflexión en cada interfaz.	8
2.2.	Esquema empleando la medición de la microgota donde se identifican los distintos tipos de imágenes denominadas comúnmente : (a) A -scan, (b) B -scan y (c) $3D$ -scan.	9
2.3.	Esquema de las modalidades mas comunes en los sistemas de OCT: (a) TD-OCT, (b) SD-OCT y (c.) SS-OCT. FBC : fuente de luz de baja coherencia, D : Divisor, EM : espejo móvil, FD : fotodiodo, EF : espejo fijo, E : espectrómetro (LE : lente de enfoque, RD : Red de difracción, L : Lente, DL : detecto lineal), LS : láser sintonizable.	11
3.1.	Espectro del láser supercontinuo donde se indica la zona de detección limitada por el espectrómetro.	16
3.2.	Esquema comparativo del equipo en sus dos configuraciones: (a) Configuración tipo CPI-OCT. (b) Configuración tipo Michelson. Componentes: LSC : láser supercontinuo, B : Divisor de haz, R : referencia, E : espectrómetro, EF : espejo fijo, M : muestra.	16
3.3.	(a) Esquema simplificado del equipo de CPI-OCT montado en fibra óptica. (b) Equipo montado en el laboratorio. Componentes: LSC : Laser Supercontinuo, C : Circulador, CO : Cabezal Óptico, FO : Fibra Óptica, R : Referencia, E : espectrómetro, M : Muestra, P : Platina, ST : Sistema de posicionamiento y barrido.	17
3.4.	Ilustración del sistema experimental con un zoom en detalle que indica las reflexiones del haz sobre la superficie de referencia (R) y una muestra multicapa con N interfaces (indicadas con subíndice n), que se presenta a modo de ejemplo. Se indican los parámetros principales de cada capa: E : campo eléctrico, L : longitud de camino óptico.	18

3.5.	Ilustración a modo explicativo de la Transformada de Fourier en señales de OCT y las variables utilizadas. i_D : irradiancia (o intensidad), k : vector de onda, FT : Transformada de Fourier, I : amplitud de la FT , z : diferencia de camino óptico (variable conjugada).	21
3.6.	(a) Esquema de la muestra para el ejemplo propuesto. (b) Simulación de la señal interferencia y (c) A -scan correspondiente. L : longitud de camino óptico, Δ : diferencia de camino óptico, DC : término de continua, AC : término de auto-correlación, CC : término de correlación cruzada.	23
3.7.	(a) Comparación entre los algoritmos de la FFT y la CZT en función de la densidad de puntos para el ejemplo propuesto en la sección anterior de un A -scan. (b) Zoom en la zona superior de uno de los pico.	26
3.8.	Esquema de la extracción de información punto a punto en una interfaz n de la muestra. Se obtienen los puntos (x_i, y_i) a partir de los <i>encoders</i> del sistema de barrido y cada z_i desde la señal de interferencia generada con la superficie R mediante el espectrómetro.	27
3.9.	Procedimiento en forma de diagrama de bloques para el procesamiento de señales de SD-CT.	28
3.10.	Procedimiento en forma de diagrama de flujo para el procesamiento de señales de SD-CT.	29
4.1.	(a) Esquema del equipo de CPI-OCT junto al portamuestra tipo <i>housing</i> . (b) Dibujo en tres dimensiones del <i>housing</i> junto a los <i>blinder clips</i> para sujeción. (c) Corte transversal del <i>housing</i> identificando sus componente principales. h : altura de los soportes, e_v : espesor de la ventana.	33
4.2.	Esquema simplificado de las consideraciones para el barrido de un área (A) en la superficie de una muestra con el <i>housing</i> . Se identifican los pasos en el eje x como px y en el eje y como py . R : superficie de referencia, n : interfaz de una muestra hipotética y su respectiva OPD Δ_{Rn}	34
4.3.	Esquema para calibración con una ventana de morfología desconocida. (a) Primer paso: Medición del espesor de la región interior : $h(x,y)$ (b) Segundo paso: Medición de la superficie interior de la ventana por medio de un espejo: $d(x,y)$. S : superficie superior de la ventana, R : superficie inferior de la ventana, S_0 : superficie del espejo. e_v : espesor ventana, \tilde{n}_v : índice de refracción de grupo de la ventana.	35
4.4.	Medición de una superficie muestra con una ventana sin requerimientos de planicidad. (a) Esquema del <i>housing</i> con la ventana irregular, (b) reconstrucción digital de la deformación propia de la ventan, (c) topografía de la muestra medida y (d) topografía de la muestra después de compensado la deformación de la ventana. M es el espejo utilizado como superficie de calibración S_0 que luego se reemplaza por la muestra.	36

4.5.	Esquema del <i>housing</i> para cada caso según la muestra analizada. (a) Caso muestra opaca. (b) Caso de muestra transparente. h : altura de cada soporte, e : espesor de la muestra, $\tilde{\eta}_v$: índice de refracción de grupo de la ventana (portaobjetos de vidrio), $\tilde{\eta}_m$: índice de refracción de grupo del material transparente.	37
4.6.	Reconstrucción correspondiente a la medición de la muestra metálica con el numero dos grabado empleando dos configuraciones interferométricas: (a) tipo Michelson (convencional, dos ramas) y (b) tipo CP (camino común, rama combinada).	39
4.7.	(a) Espectro de emisión del láser empleado en el equipo de CPI-OCT con una modulación típica correspondiente a la señal de interferencia. Se superpone una ajuste gaussiano (línea continua negra). (b) Pico correspondiente a la FFT de la distribución gaussiana y estimación de la longitud de coherencia l_c a partir del FWMH.	41
4.8.	Estimación experimental de la resolución axial. (a) Esquema de la muestra propuesta. (b) Curva de la OPD Δ_{R1} en función del número de muestras. (c) Detalle de la diferencia entre valores de OPD consecutivos ($Dif\Delta$).	42
4.9.	Estimación experimental de la resolución lateral. (a) Esquema detallado empleado para realizar los barridos a lo largo del eje x a diferentes alturas empleando el <i>housing</i> . (b) Variación de la intensidad de la OPD dada por el factor Δ_{R2} (función error). (c) Reconstrucción de la variación de la cintura del haz gaussiano en función de la altura del foco (derivada de la función error).	43
4.10.	Mediciones comparativas entre equipos de una muestra de silicio producto de litografía (a) Vista de planta de la medición con software del equipo comercial y (c) perfil seleccionada con altura media. (b) Reconstrucción de la medición con OCT y (d) perfil seleccionado con altura media.	45
4.11.	Muestra de tinta conductiva sobre un sustrato flexible. (a) Fotografía con microscopio óptico Olympus de la muestra. Imagen a partir de los datos medidos con (b) equipo comercial y (c) CPI-OCT.	46
4.12.	Muestra de tinta conductiva de plata sobre un alúmina (porosa). (a) Fotografía con microscopio óptico Olympus. Imagen reconstruida a partir de la medición con (b) equipo comercial y (c) CPI-OCT.	47
5.1.	(a) Esquema de la configuración CPI-OCT con el portamuestra para medir índice de refracción de un líquido (b) Detalles del <i>housing</i> para la medición de líquidos.	50

5.2.	Esquema experimental empleado para la medición de la resina donde nombran las partes del sistema y se indican las reflexiones consideradas para las señal de interferencia. $\tilde{\eta}_r$: índice de refracción de grupo de la resina. d : distancia entre la ventana y la superficie del espejo.	52
5.3.	Medición de curado de la resina. (a) Barrido a lo largo del eje x sobre la muestra a partir de la OPD en cada zona medida. (b) Índice de refracción de grupo promedio ($\hat{\eta}_r$) calculado a partir de la OPD con su desvío estándar correspondiente (barras).	53
5.4.	Detalle del <i>housing</i> para la medición de una gota identificando sus componente principales. e_v : espesor de la ventana, e_g : espesor de la gota, $\tilde{\eta}_g$: índice de refracción de grupo de la gota, d : distancia entre la superficie de la gota y la superficie R , S_0 : superficie superior del sustrato metálico.	54
5.5.	Imagen reconstruida a partir de OCT de una gota sobre un sustrato metálico. (a) Imagen tomográfica (<i>B-scan</i>), (b) Curvas obtenidas desde la imagen tomográfica.	56
5.6.	(a) Esquema de la gota y la marcha de rayos en el haz refractado dentro de la gota. (b) Diferencia entre curvas e_g y $(\Delta_{R3} - \Delta_{R2})$ respecto a la posición en x , donde $x = 0$ corresponde al centro de la gota (curva azul). Se superpone en rojo la curva obtenida en la simulación.	57
5.7.	Ejemplo de la modalidad dinámica. (a) Serie de perfiles de la tomografía (Δ_{R3}) en función de la posición x para la medición de la gota sobre el sustrato metálico. (b) Perfiles superpuesto en función de la posición y del tiempo.	59
6.1.	Configuración del <i>housing</i> para el caso de tintas conductoras sobre sustrato flexible producto del proceso serigráfico y flexográfico.	65
6.2.	Topografía de la superficie de la muestra de serigrafía siguiendo la OPD dada por Δ_{R1} . (a) Imagen 3D de la topografía de la muestra con perfil arbitrario superpuesto. (b) Perfil arbitrario ampliado donde se remarcan la altura media y máxima (línea roja punteada).	66
6.3.	(a) Imagen reconstruida a partir de la medición con el sistema de CPI-OCT y el <i>housing</i> . (b) Perfil extraído de la medición con el \tilde{R}_a correspondiente. (a) Topografía mediante sistema comercial (Veeco). (b) Perfil extraído de la medición con el \tilde{R}_a correspondiente.	67
6.4.	(a) Imagen reconstruida con los datos medidos con (a) equipo comercial (Veeco) y (b) equipo de OCT. Se remarcan en negro las zonas contempladas para el cálculo del parámetro \tilde{S}_a en cada caso.	68
6.5.	Esquema de la muestra multicapa impresa por serigrafía donde se indican las partes que componen la muestra junto con las interfaces consideradas.	69

6.6.	Perfil tomográfico de la muestra multicapa impresa con serigrafía a partir de los datos medidos con OCT. Se identifican cada interfaz presente en la muestra.	70
6.7.	Topografía de la superficie de la muestra de flexografía con un punto de referencia con marcador indeleble. (a) Topografía tridimensional de la muestra medida. (b) Perfil seleccionado ampliado y zona de la tinta conductora (sombreado) donde se remarcan la altura media y máxima (línea punteada roja).	72
6.8.	Esquema de la muestra impresa por <i>inkjet</i> con detalle de las partes que la componen y las reflexiones consideradas.	73
6.9.	(a) Perfil tomográfico de la muestra impresa por <i>inkjet</i> . Se remarca en línea la topografía. Se incluyen el <i>A-scan</i> correspondiente a (b) la zona de tinta y (c) a la zona de papel.	74
6.10.	Mapa que representa la muestra impresa en papel por <i>inkjet</i> . (a) Posición del pico máximo (Δ_{R1}) y (b) Perfil extraído de la imagen generada. (c) Amplitud del pico en <i>CZT</i> que corresponde a la OPD Δ_{R1} , es decir, $I_{(\Delta_{R1})}$. (d) Perfil extraído de la imagen generada.	75
6.11.	Configuración del <i>housing</i> utilizado en este caso particular. Se remarcan las partes más relevantes en (a) su configuración <i>A</i> (<i>housing</i> sin invertir) y (b) en su configuración <i>B</i> (<i>housing</i> invertido).	77
6.12.	Reconstrucción de la muestra medida a partir de los datos adquiridos con OCT. Topografía superior a partir de Δ_{R1} (en colores) empleando la configuración <i>A</i> y la superficie inferior mediante Δ'_{12} (en naranja) utilizando la configuración <i>B</i>	78
7.1.	(a) Corte transversal de la muestra analizada donde se indica las interfaces de interés y (b) las partes que la componen.	83
7.2.	Imágenes del proceso de compensación. (a) Datos "crudos" donde se remarcan la zona que excluye el cráter (zona 1, en rojo) y la zona que incluye al cráter (zona 2, en blanco). (b) Plano generado a partir de los puntos seleccionados con la zona 1. (c) Imagen reconstruida con los datos compensado la inclinación.	84
7.3.	Imágenes generadas a partir de los datos medidos donde se extrae un perfil representativo de cada muestra. (a) 4 disparo. (b) 2 disparos. (c) 1 disparo.	86
7.4.	Gráfica que representa el número de disparos en función de la profundidad lograda mediante LIBS.	87
7.5.	Esquema del procedimiento para la integración numérica de la muestra medida. (a) Zona del cráter que se consideró para el calculo de volumen. (b) Detalle del cada perfil y el espesor contemplado para la integración.	88

8.1.	Esquema de la celda electroquímica utilizada para el anodizado de las obleas de Si-c. Para producir el anodizado, el negativo de la fuente de corriente externa debe ir conectado al cátodo de platino, mientras que el positivo se conecta al ánodo de Si-c.	93
8.2.	Imágenes SEM de la muestra correspondiente a 38 mA/cm^2 . (a) Vista de planta y (b) Vista lateral.	94
8.3.	Muestra de silicio poroso y partes que la componen.	95
8.4.	Esquema representativo de un corte transversal de un conjunto de tubos (a) monodispersos (idénticos) y (b) polidispersos, donde se marcan los parámetros más relevantes. l : longitud del tubo, x : eje horizontal paralelo a la dirección de flujo en los porosa, r : radio de tubo, r^* : radio de poro particular.	96
8.5.	Gráficas de η_{ef} como una función de la fracción de llenado para dos porosidades diferentes ($p = 60\%$ y 80%), considerando (a) el modelo de Looyenga y (b) el lineal ; (c) y (d) muestran el error relativo entre ambos modelos en función de la fracción de llenado para las mismas porosidades.	99
8.6.	(a) Esquema del dispositivo de llenado empleado y detalle de las partes que lo componen (b) Fotografía del dispositivo y una jeringa para alimentación del líquido.	101
8.7.	Esquema en detalle de la muestra analizada en el proceso de imbibición donde se identifican las interfaces de interés (i_2 y i_3) y el espesor de la capa porosa e	102
8.8.	(a) Señal de interferencia para el caso de PS con aire (línea azul) y PS con etanol (línea negra discontinua). (b) CZT de la señal de interferencia con el corrimiento del pico de la OPD Δ por el proceso de imbibición cuando el PS está vacío ($f = 0$) y lleno ($f = 1$).	104
8.9.	(a) Representación de la medición en modalidad dinámica con OCT a partir de la OPD en función de la posición x durante la imbibición. (b) Perfiles de llenado a partir de la figura (a) luego de compensar y normalizar respecto al inicio del proceso de imbibición.	105
8.10.	(a) Imagen 3D que representa la variación de la fracción de llenado en función de la posición y del tiempo. Los datos corresponden a una muestra de PS de 38 mA/cm^2 . (b) Gráfico en colores de la muestra de PS de 38 mA/cm^2 en 2D que evidencia el comportamiento según la ley de Washburn (equivalente a la figura 8.10) y (c) Linealización de los datos del gráfico de colores (b) con pendiente comparativa.	107

8.11. (a) Curvas normalizadas con ley de Washburn junto con curva maestra (línea negra discontinua). (b) Curvas reescaladas por la ecuación Ley de Washburn. (c) Curva promedio a partir de los perfiles de la figura (b). (d) Distribución del tamaño de poro como la derivada de la curva promedio correspondiente a la muestra de 38 mA/cm^2	109
8.12. (a) Frentes de llenado de muestras de diferente densidad de corriente con porosidad en el rango entre 60-80 %. (b) Distribución del tamaño de poro de cada muestra.	110
8.13. Analogía para contemplar características morfológicas de la estructura porosa. (a) Zoom de poro representativo a partir de imagen SEM (b) esquema para modelo de tubos con constricciones.	111
8.14. (a) Muestra de dL-PS donde se indican las partes mas importantes y las reflexiones contempladas. (b) Señal de interferencia digital generada por las superposición de las reflexiones indicadas para cada caso. (c) <i>A-scan</i> correspondiente a la muestra analizada donde se remarcan las interfaces presentes.	113
8.15. Comparación de frentes de líquido en una muestra de dl-PS a lo largo de 20 minutos de imbibición. (a) Frentes de muestra de dL-PS para 13 mA/cm^2 y 25 mA/cm^2 (b) Frentes de muestra tomadas a lo largo de 20 minutos de imbibición para sL-PS de 13 mA/cm^2 y de 25 mA/cm^2	114
8.16. (a) Esquema de ventana con marcas para mapear la posición. (b) Simulación del mapa de posiciones que se puede generar. (c) Esquema de una ventana en forma de cuña donde se indican los puntos del barrido. (d) Gráfico mediante simulación del mapa de OPD para producir el mapa de posiciones en dos dimensiones.	120
8.17. (a) Esquema de la ventana con el agregado de microlentes y un zoom con el enfoque que generaría sobre la muestra. (b) Esquema en vista de planta del diseño del patrón propuesto con las cotas más importantes.	121
A.1. Imagen tridimensional que representa un símil <i>housing</i> para imprimir en 3D. (a) Portaventana con capacidad de alojar un portaobjetos y una altura de unos 500 micrones (respecto a la base), (b) Base con extremo para anexas a la platina. (c) Sistema con la parte inferior y superior unidas.	123
B.1. Esquema de la relación entre (a) longitud de onda y el tamaño característico de la fase dispersa con (b) el medio efectivo equivalente.	125
B.2. Interpretación física para calcular el campo E_L excitando una sola inclusión, el entorno se sustituye por la polarización media $\langle \mathbf{P} \rangle$. Esquema adaptado desde [160].	126

B.3. (a) Representación esquemática para dos fases ("1" y "2") en un medio heterogéneo general. Modelos derivados de (b) Bruggeman y (c) Looyenga.	128
B.4. Simulaciones en Matlab de los modelos para dos porosidades distintas.(a) y (c) Índice de refracción de grupo efectivo en función de la fracción de llenado para el modelo de Bruggeman contra el modelo lineal. (b) y (d) Índice de refracción de grupo efectivo en función de la fracción de llenado para el modelo de Looyenga contra el modelo lineal.	132
C.1. (a) Esquema de tubos análogo a la Ley de Washburn con detalle de las presiones involucradas en la imbibición. (b) Perfil del frente de líquido en la imbibición para este modelo.	134
C.2. (a) Esquema análogo al modelo de tubos polidispersos. (b) Perfil del frente de líquido para este modelo.	136
C.3. (a) Esquema análogo al modelo propuesto por Ruoff <i>et. al.</i> . (b) Perfil del frente de líquido para este modelo.	137
C.4. Esquema que compara los casos de reservorio finito entre los modelos de: (a) tubos idénticos (Washburn), (b) tubos polidispersos (Henderson) y (c) tubos polidispersos interconectados (Ruoff).	138

Publicaciones y presentaciones

Publicaciones en revistas

1. Eneas Morel, Jorge R. Torga, Pablo M. Tabla, and Marcelo Sallese. "Reduction of measurement errors in OCT scanning". In Ole Bang and Adrian Podoleanu, editors, *2nd Canterbury Conference on OCT with Emphasis on Broadband Optical Sources*. SPIE, March 2018
2. M. Sallese, J. Torga, E. Morel, N. Budini, and R. Urteaga. "Optical coherence tomography measurement of capillary filling in porous silicon". *Journal of Applied Physics*, 128(2):024701, July 2020.
3. Gaviola P.A., Sallese M., Suarez Anzorena M., Ararat Ibarguen C.E., Bertolo A.A., Iribarren M., Perez R., Morel E., Torga J., del Grosso M.F., Kreiner A.J. "Development of a simple method based on LIBS for evaluation of neutron production targets made of hydrogen isotopes". *Surface and Coatings Technology* (Aceptado)

Presentaciones en congresos

1. Marcelo D. Sallese, Pablo Tabla, Eneas Morel, Jorge Torga, Mónica Mosquera, and Julia Fossati. "Optical method for the measurement of thickness and the profile of printed conductive inks in flexographic production machines". *WCPC Annual Technical Conference and Exhibition*, Swansea, Reino Unido, November 2016.
2. Marcelo Sallese, Pablo Tabla, Eneas Morel y Jorge Torga. "Interferometría óptica de baja coherencia para caracterización dimensional de microestructuras". *III Reunión de Microfluídica Argentina*, 2016.
3. Marcelo Sallese, Pablo Tabla, Santiago Cerrotta, Eneas Morel, Jorge Torga. "Desarrollo de un equipo basado en un interferómetro de baja coherencia para medición

- de topografía y tomografía de materiales”. *Congreso Regional de Ensayos No Destructivos y Estructurales (CORENDE)*, 2017.
4. Marcelo Sallese, Jorge Torga, Eneas Morel, Nicolás Budini, Raúl Urteaga. ”Low-coherence interferometry measurement of capillary filling in porous silicon”. *I Brazil-Argentina Congress in Microfluidics*, 2018.
 5. Pablo M. Tabla, Marcelo D. Sallese, Eneas N. Morel y Jorge R. Torga.”Reconstrucción de imágenes topográficas para caracterización de superficies mediante microscopía óptica de baja coherencia”. *Congreso internacional de Metalurgia y Materiales*, SAM CONAMET, 2018.
 6. M. Sallese, J. Torga, E. Morel, N. Budini, and R. Urteaga, ”Capillary filling of multilayered porous silicon measured by optical coherence tomography”, *II Brazil-Argentine Microfluidics Congress- V Congreso de Microfluídica Argentina*, 2019.
 7. Marcelo Sallese, Julia Fossatti, Leandro Monsalve, Eneas Morel y Jorge Torga. ”Caracterización topográfica de tintas conductoras impresas sobre polímeros flexibles mediante tomografía óptica coherente”. *Simposio Argentino de Polímeros*, Proceedings, Oct 2019.

Capítulo 1

Introducción

1.1. Técnicas ópticas para ensayos no destructivos

Dentro de las innumerables técnicas que existen para caracterizar materiales los métodos ópticos lograron convertirse en una herramienta idónea ya que permiten estudiar diversos tipos de materiales y fenómenos, y en muchos casos, con notables ventajas sobre otros métodos alternativos [137]. La naturaleza de la luz permite realizar mediciones sin contacto y con la capacidad de abarcar un amplio rango de frecuencias del espectro electromagnético pudiendo sondear distintas propiedades en diversas escalas de tiempo y en dimensiones espaciales que van desde nanómetros hasta el orden de kilómetros.

Estas características proporcionan un gran potencial y una visión global para el desarrollo y aplicación de este tipo de técnicas en la caracterización de materiales. Entre la gran cantidad de técnicas ópticas, sin duda, una de las más tradicionales es la interferometría óptica que data del siglo XIX pero que sigue evolucionando con nuevas ideas hasta el presente.

Con el avance en la fabricación de láseres más estables y fuentes de luz con un ancho de banda determinado (usualmente mayor a 10 nm) adquiere relevancia la técnica de interferometría de baja coherencia a comienzos de los años noventa. Entre las múltiples configuraciones que esta técnica puede ofrecer se destaca la tomografía de coherencia óptica o tomografía óptica coherente (OCT, *Optical Coherence Tomography*). La técnica de OCT nace y se establece como una herramienta de diagnóstico en el área de la medicina, principalmente en oftalmología [80]. Sin embargo, en los últimos años se ha consolidado en el área de los ensayos no destructivos aplicada al estudio de materiales transparentes y semitransparentes [121, 127].

En la actualidad, el área de ensayos estructurales y no destructivos está fuertemente vinculada con la industria donde surgen diversos desafíos a diario para la implementación de ensayos adaptados a nuevos productos y procesos. Paralelamente, y en virtud

del vertiginoso ritmo en el desarrollo de nuevos materiales, surge la búsqueda de mejoras continuas en la caracterización de sistemas cada vez más complejos, con el fin de desentrañar características como su morfología, composición y propiedades vinculadas a su función y utilidad final.

Por lo tanto, poseer equipos que permitan monitorear en tiempo real e *in situ* cambios estructurales y parámetros de procesos con alta resolución es una exigencia constante tanto en el ámbito industrial como en la investigación de materiales. Y contar con una técnica versátil es, muchas veces, clave a la hora de medir e inferir ciertos comportamientos en determinados productos y procesos.

La variedad de configuraciones experimentales que presenta la técnica de OCT le otorga una serie de características provechosas en cuanto a su adaptabilidad para medición en línea e *in situ* y en tiempo real [161]. De manera que esta técnica tiene la capacidad de generar un nexo muy valioso entre la muestra analizada y sus cambios estructurales y variaciones de propiedades físicas en procesos de fabricación o transformación, abriendo un abanico de nuevas aplicaciones en áreas muy diversas [154, 89].

1.2. Motivaciones y comienzos

En el transcurso de las investigaciones volcadas en este trabajo surgieron tanto líneas de investigación por demandas externas como líneas propias dentro del área de caracterización de materiales. Se planteó como objetivo principal reproducir topografías y tomografías en diferentes casos de estudio, para luego relacionar variaciones superficiales e internas con cambios estructurales o de propiedades representativas del material.

En primera instancia, se desarrolló un sistema de OCT simple, basado en un interferómetro de Michelson que permitió afrontar las primeras mediciones que involucraron la obtención de diferencia de camino óptico en muestras elementales y la estimación del índice de refracción de materiales sólidos y líquidos.

Posteriormente, se abarcaron experimentos con este sistema para realizar mediciones de procesos dinámicos como cambios de índice de refracción o cambios estructurales como por ejemplo el proceso de secado de gotas de algunos microlitros. Con base en estas mediciones se observó que la configuración experimental de OCT convencional (tipo Michelson) de alguna manera estaba sobredimensionada para los objetivos propuestos. Por ese motivo, y buscando diferentes configuraciones, se logró el diseño de un nuevo sistema utilizando una ventana como referencia suspendida sobre la muestra en un esquema sencillo y con características novedosas.

Así surgió una configuración experimental basada en un interferómetro de camino común (o de una sola rama) que incorpora un portamuestra como accesorio con distintos diseños y adaptaciones. El esquema en su conjunto mostró una serie de cualidades interesantes como su versatilidad, bajo costo y la posibilidad de adecuarse a diferentes tipos de mediciones y en diversas aplicaciones. Por esta razón el sistema adquirió re-

levancia y se transformó en un sistema modular con un portamuestra adaptable y que se denominó *housing* a lo largo de este trabajo. Este nuevo esquema se empleó en una serie de mediciones cuyos resultados se presentan a lo largo de esta tesis y que, finalmente, derivó en un equipo capaz de obtener imágenes tridimensionales de topografías y tomografías de materiales incluyendo el estudio de procesos dinámicos.

Capítulo 2

Tomografía Óptica Coherente

En este capítulo se hará una breve reseña del estado del arte de la técnica de OCT y su aplicación a la caracterización de materiales y procesos dinámicos. Se incluirá una base teórica resumida y se definirán los parámetros más importantes que componen las imágenes obtenidas por esta técnica. Se mostrarán las configuraciones experimentales típicas incluyendo los sistemas en el dominio del tiempo y de la frecuencia. Por último, se presentarán los factores que determinan la resolución espacial y el rango de valores máximos permitidos en las mediciones para sistemas de OCT en el dominio espectral.

2.1. Estado del arte

La tomografía de coherencia óptica o tomografía óptica coherente (OCT, por sus siglas en inglés) es una técnica de imagen que surgió a partir de su antecedente, la interferometría de baja coherencia, enfocada principalmente en aplicaciones de oftalmología y biomedicina [63]. Recientemente, ha surgido un creciente interés por utilizar la técnica de OCT como un ensayo no destructivo en aplicaciones diversas como la elastografía aplicada a polímeros [179] y fibras de vidrio [107], estudio de recubrimientos [74] y superficies [131], análisis de materiales compuestos [153], y estudios de envases [122], entre otras. Se pueden incluir aplicaciones donde se la combina con otras técnicas como la espectroscopia [5], la termografía [6] o métodos de polarización [142] e interferometría de fase [100].

El gran crecimiento de la técnica de OCT en la obtención de topografías y tomografías óptica se debe a que ofrece la posibilidad de medir distancias absolutas o valores de índice de refracción a partir de la diferencia de camino óptico (una combinación de ambas magnitudes). Se destaca como ensayo no destructivo porque permite abordar caracterizaciones de muestras transparentes y semitransparentes tanto en la superficie como en su interior, sin contacto y con alta resolución espacial [86, 72, 128]. Actualmente, su implementación como ensayo no destructivo está activa a nivel mundial y aún

no ha sido incorporada como una técnica estándar en el sector socio-productivo por lo que se divisa un panorama muy alentador para su desarrollo y aplicación en demandas concretas tanto en el ámbito industrial como en el área de la investigación de materiales. Estos factores impulsaron este trabajo y algunas de las aplicaciones que se tratarán en los próximos capítulos.

2.1.1. OCT y procesos dinámicos

En ciertos casos de estudios de materiales se debe contemplar el análisis de determinadas propiedades que varían en función del tiempo. En los últimos años, han surgido una serie de trabajos que utilizan la técnica de OCT como un método para medir y modelar comportamientos internos y dinámicos de diferentes propiedades en materiales [97]. En estos trabajos se propone recuperar información útil de una propiedad específica y de su evolución temporal a partir de la medición de cambios estructurales o alteraciones en el índice de refracción del material analizado. Estos ensayos involucran fenómenos tanto físicos como químicos y se pueden mencionar trabajos que incluyen estudios de procesos de secado [112], deformación de polímeros [81, 135], caracterización dinámica estructural en tiempo real [194], medición de difusión y flujo [182], entre otros.

La técnica de OCT admite mediciones del tipo dinámicas debido a que permite mapear el índice de refracción y la estructura de la muestra analizada a partir de la diferencia de camino óptico empleando su sistema de barrido. Este sistema es un componente habitual en equipos de OCT que permite efectuar mediciones de áreas extensas (del orden del cm^2) con gran resolución espacial respecto a otras técnicas [52].

En este trabajo se tratará como procesos dinámicos a fenómenos que comprenden un cambio de índice de refracción como será el caso del curado por etapas de una resina con irradiación UV y el proceso de imbibición en un medio poroso.

2.2. Base teórica

OCT se basa en una técnica clásica de medición óptica conocida como interferometría de baja coherencia o interferometría de luz blanca [192, 68]. En estas técnicas interferométricas, en general, una fuente de baja coherencia genera un haz de luz que se divide en dos brazos: un brazo de muestra (que contiene el elemento a medir) y un brazo de referencia (generalmente un espejo). La combinación de la luz reflejada en el brazo de muestra y en el brazo de referencia da lugar a un patrón de interferencia. En OCT dicha interferencia se genera solo cuando la diferencia de camino entre ambas ramas es una distancia comparable a la longitud de coherencia de la fuente de luz (típicamente en el orden del micrón). Para ello se requiere el uso de una fuente que emita en un amplio rango de longitudes de onda (usualmente superior a 10 nm) [50].

La longitud de coherencia es la que determina la resolución de la imagen (axial) en OCT y es una magnitud inversamente proporcional al ancho de banda de la fuente de luz [166]. Por lo que se buscan fuentes con gran ancho de banda para obtener imágenes con un alto nivel de detalle. Desde un punto de vista técnico, para poder generar este tipo de fuentes de luz se emplean fuentes específicas, dentro de las más utilizadas se encuentran los diodos superluminiscentes [181] y los láseres de pulsos cortos (láseres de femtosegundo) [98].

En los últimos años, el rendimiento de las fuentes de luz de baja coherencia ha mejorado drásticamente, y es posible multiplexar diodos para lograr anchos de banda de $\geq 150 \text{ nm}$ con anchos a mitad altura con valores típicos entre 10 y 50 nm, lo que corresponde a una resolución axial de 3 y 5 μm , respectivamente [159]. El avance en las tecnologías láser, en particular de las fuentes denominadas de luz blanca, se vio influenciada por la implementación de fibras de cristal fotónico. En este tipo de fuentes denominadas también como láseres supercontinuos (LSC), se logra un espectro muy amplio en un rango de longitud de onda entre 400 nm y 2400 nm con una potencia notable [20, 84].

2.3. Imágenes en OCT

Varias publicaciones han abordado la teoría de imágenes mediante la técnica de OCT. Estos trabajos incluyen artículos [150, 87, 136, 46], revisiones [151, 183] y libros [49, 24].

Una imagen de OCT, en esencia, se genera midiendo la magnitud de las diferencias de camino óptico (OPD, *Optical path difference*) que experimenta la luz al ser reflejada tanto en la superficie como en el interior de la muestra. Para ello típicamente se emplea un interferómetro tipo Michelson con una rama de referencia y una rama de muestra, como se esquematiza en la figura 2.1(a). Al iluminar con una fuente de luz de baja coherencia (*FBC*) el haz se separa en estas dos ramas con un divisor de haz (*B*). La luz retrodispersada con sus correspondientes variaciones de OPD en el material se vuelve a acoplar a la rama de muestra. Ésta se combina con la luz proveniente de la rama de referencia, que ha recorrido una longitud de camino óptico (OPL, *optical path length*) fija. De esta forma se genera un patrón de interferencia que será adquirido por el detector (*D*).

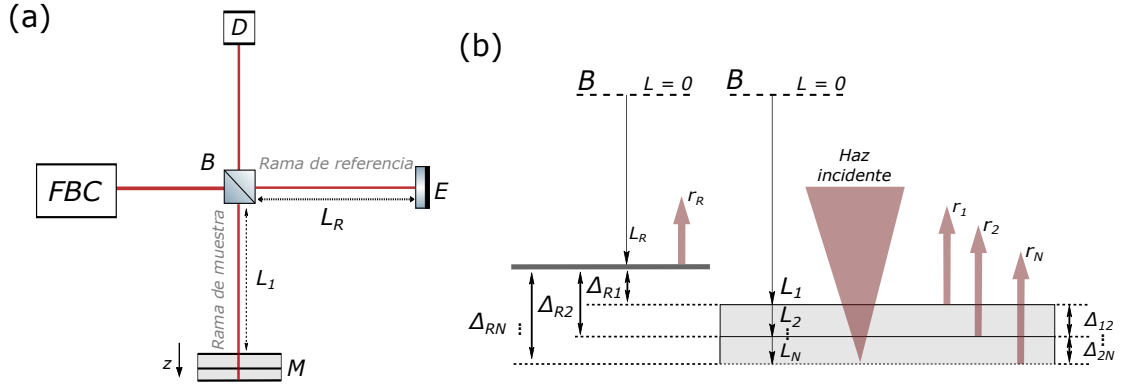


Figura 2.1: (a) Interferómetro convencional de OCT tipo Michelson. (b) Esquema que representa una muestra con N interfaces donde se indican las OPD (Δ) y OPL(L) correspondientes. *FBC*: fuente de luz de baja coherencia, *B*: divisor de haz, *E*: espejo, *D*: detector, *M*: muestra, L : longitud de camino óptico, Δ : diferencia de camino óptico, e : espesor, $\tilde{\eta}$: índice de refracción de grupo, r : coeficiente de reflexión en cada interfaz.

La longitud de camino óptico, L , se define como el producto entre la longitud geométrica que recorre la luz y el índice de refracción del medio por el cual se propaga. En el caso de los sistemas de OCT, como las fuentes de luz tienen un ancho de banda significativo, se debe considerar el índice de refracción de grupo ($\tilde{\eta}$) [21]. Este parámetro depende de la longitud de onda central en el que emite la fuente (λ_0) y se puede definir como:

$$\tilde{\eta}(\lambda_0) = \eta(\lambda_0) - \lambda_0 \left. \frac{d\eta}{d\lambda} \right|_{\lambda_0} \quad (2.1)$$

Donde $\eta(\lambda_0)$ es el índice de refracción de fase en λ_0 .

Suponiendo que la variación de índice de refracción de grupo es despreciable a lo largo de la longitud recorrida, la OPL se puede expresar como $L = \tilde{\eta} e$; donde e es la longitud geométrica que recorre la luz. Cabe resaltar que la variación de L puede ser el resultado de una alteración en el índice de refracción de grupo de la interfaz por el cual se propaga la luz o, por un cambio en su longitud geométrica; siendo indistinguible si ambas suceden al mismo tiempo y esto se debe tener en cuenta en cada caso de estudio.

Ahora bien, cada OPD resulta del camino que recorre la luz a partir de las diferentes reflexiones en las interfaces de la muestra respecto a la reflexión de referencia (r_R) y respecto a cada reflexión consigo misma. Esto se puede generalizar si se considera un sistema formado por N interfaces como el que se muestra en el esquema de la figura 2.1(b).

Cada OPD presente en la señal de interferencia, que se denominará como Δ en este trabajo, se puede expresar de acuerdo a la siguiente convención:

$$\Delta_{Rj}(z) = |L_R(z) - L_j(z)| \quad , \quad \Delta_{ij}(z) = |L_j(z) - L_i(z)| \quad i, j = 1, \dots, N \quad (2.2)$$

Donde L_R , L_i y L_j corresponden a las longitudes caminos ópticos que recorren los haces reflejados en las interfaces R , i y j , respectivamente. Y z corresponde a la profundidad de la muestra.

Por lo tanto, utilizando un sistema interferométrico se puede medir cada parámetro Δ y obtener información de la superficie o el interior de todo el material analizado. Para esto es necesario emplear un sistema de barrido que permita generar una imagen a partir de la señal de interferencia en una serie de puntos medidos sobre la muestra.

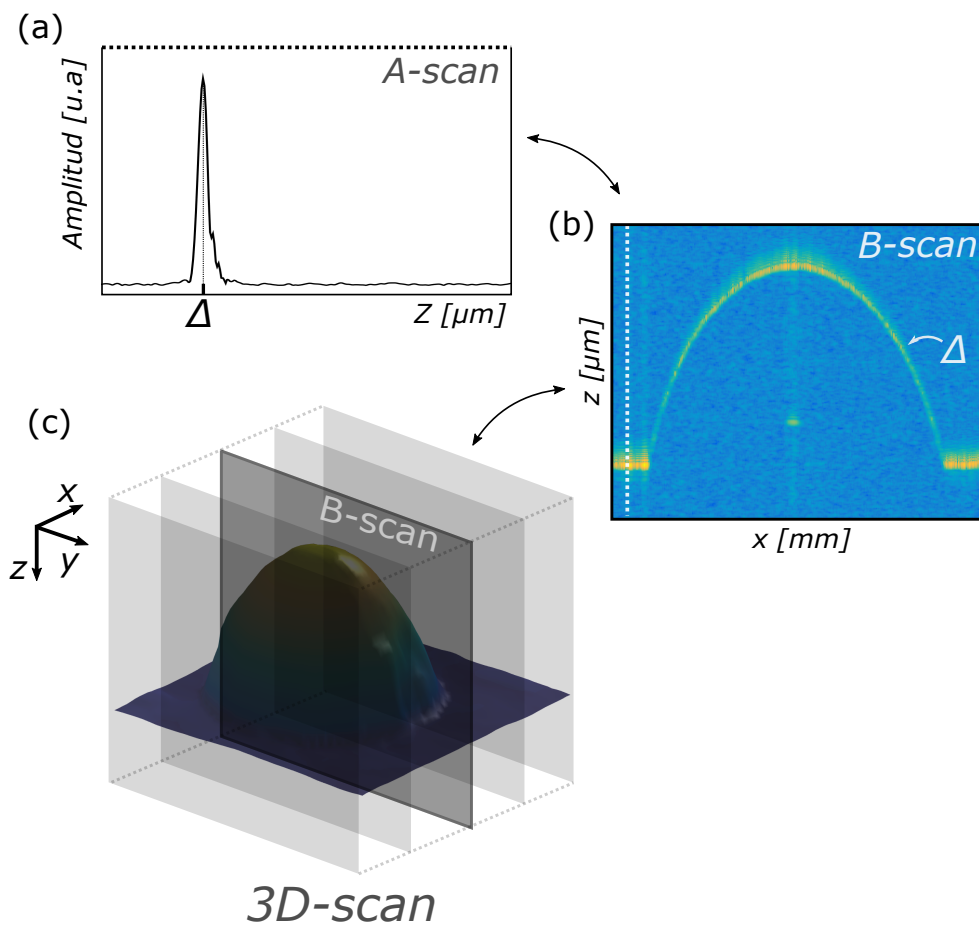


Figura 2.2: Esquema empleando la medición de la microgota donde se identifican los distintos tipos de imágenes denominadas comúnmente : (a) *A-scan*, (b) *B-scan* y (c) *3D-scan*.

La representación típica de imágenes de OCT y su nomenclatura se ilustra con el

ejemplo de la figura 2.2. La imagen corresponde a la medición de una gota sobre un sustrato metálico. En ella se puede observar que la señal de interferencia medida en cada punto genera un conjunto de datos bidimensionales que representa los valores de Δ provenientes de las distintas interfaces presentes en la muestra y en función de la profundidad (z). A este tipo de imágenes se la denomina *A-scan* (figura 2.2(a)).

Mediante el sistema de barrido se puede generar una serie de *A-scan* en un sentido ortogonal (según el eje y) produciendo un nuevo conjunto de datos que representa un plano transversal en el material, y que se denomina *B-scan* (2.2(b)). Finalmente, cubriendo una porción en una determinada zona de la muestra y, agrupando los *A-scan* y los *B-scan*, es posible reproducir la tomografía del material con un arreglo tridimensional que se denomina *3D-scan* (o *C-scan*) y que se representa en la figura 2.2(c).

2.4. Modalidades de OCT

Una considerable cantidad de publicaciones fue abordada desde la perspectiva de OCT en el dominio del tiempo (TD-OCT, *Time Domain-OCT*) previa a la gran revolución que han traído a OCT las técnicas de dominio de Fourier (FD-OCT, *Fourier Domain-OCT*) en los últimos años [51]. Para el caso de TD-OCT, la OPL del brazo de referencia se mueve repetidamente variando su longitud en forma controlada. Se emplea un fotodetector como elemento de detección y el procesamiento de la señal consiste en detectar la envolvente del patrón de interferencia medido. Desde este patrón se pueden estimar los valores de cada OPD Δ en la muestra, como se esquematiza en la figura 2.3(a). Se muestran por simplicidad, en este caso y en los siguientes, solamente las OPD que corresponden a la superficie de referencia y cada interfaz de la muestra.

Por otro lado, los sistemas FD-OCT se subdividen en: sistemas de dominio espectral (SD-OCT, *Spectral Domain-OCT*) y sistemas de fuente de barrido (SS-OCT, *Swept Source-OCT*). En el caso de SD-OCT, la longitud del brazo de referencia se fija en una posición aproximada a la posición de la muestra. El patrón de interferencia se detecta con un espectrómetro (figura 2.3(b)) en distintos esquemas que utilizan frecuentemente una red de difracción, un juego de espejos y un sensor lineal tipo CCD (Dispositivo de carga acoplada, *Coupled Charge Device*).

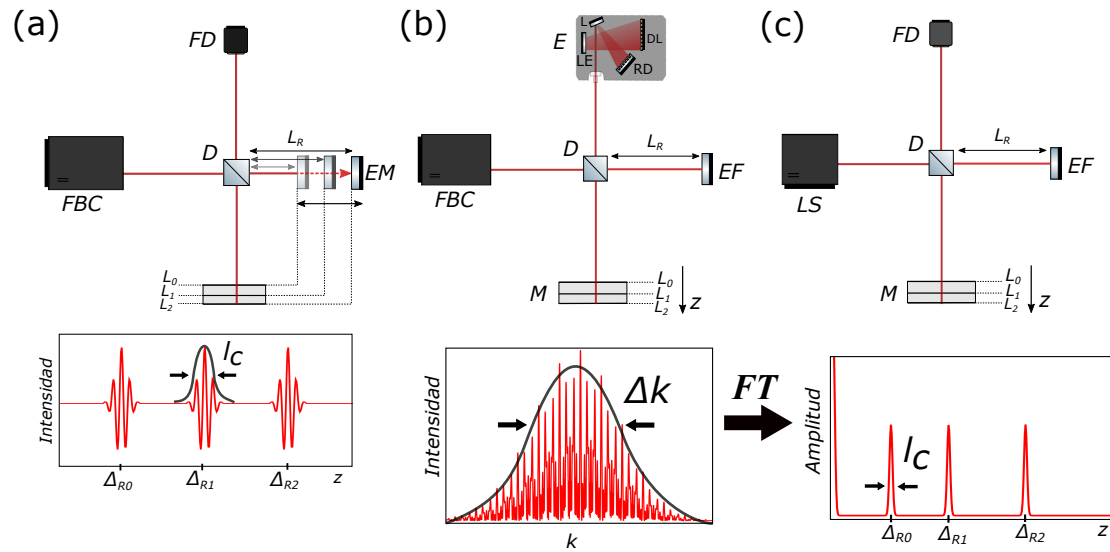


Figura 2.3: Esquema de las modalidades más comunes en los sistemas de OCT: (a) TD-OCT, (b) SD-OCT y (c.) SS-OCT. *FBC*: fuente de luz de baja coherencia, *D*: Divisor, *EM*: espejo móvil, *FD*: fotodiodo, *EF*: espejo fijo, *E*: espectrómetro (*LE*: lente de enfoque, *RD*: Red de difracción, *L*: Lente, *DL*: detecto lineal), *LS*: láser sintonizable.

En el caso de SS-OCT se utiliza una fuente con un ancho de línea estrecho y variable. Se realiza un barrido rápido en longitud de onda, y el patrón de interferencia producido se detecta con un fotodetector y en función del tiempo, en forma similar a como sucede en TD-OCT. La longitud del brazo de referencia en esta modalidad también es fija y se esquematiza en la figura 2.3(c).

Tanto en la modalidad SD-OCT como en la SS-OCT la señal de interferencia detectada codifica en su contenido de frecuencias toda la estructura resuelta en profundidad de la muestra en la posición del punto focal y el *A-scan* puede recuperarse empleando la transformada de Fourier (*FT*, *Fourier Transform*).

2.5. Resolución espacial y profundidad máxima de imagen

A lo largo de este trabajo se hará referencia solamente a la modalidad SD-OCT ya que es la que se empleó en las mediciones que se presentan en los próximos capítulos. En cada medición que se efectúa, usualmente, hay tres factores de importancia a tener en cuenta. Éstos son: la resolución espacial, axial y lateral, y la profundidad máxima de imagen. En esta sección se definirán estos factores en referencia a la modalidad SD-OCT.

2.5.1. Resolución espacial axial y lateral

En los sistemas OCT, la resolución axial (Δz) representa la mínima OPD detectable ante un cambio en un eje paralelo al haz incidente (eje z), y la resolución lateral (Δx) corresponde a la mínima OPD medible ante un variación en un plano perpendicular al haz incidente (plano $x - y$). Cada una se puede definir separadamente en función de la fuente de luz empleada, la óptica de enfoque sobre la muestra y las características del detector.

Para establecer la resolución axial se utiliza comúnmente la longitud de coherencia l_c [49]. Esta magnitud se define como el ancho total a mitad de altura (FWHM, *Full Width at Half Maximum*) de la transformada de Fourier de la señal de interferencia detectada. Para una fuente con una distribución espectral gaussiana la longitud de coherencia tiene expresión analítica y se puede escribir como:

$$\Delta z = l_c = \frac{2 \ln 2}{\pi} \frac{\lambda_0^2}{\Delta \lambda} \quad (2.3)$$

Donde $\Delta \lambda$ es el ancho total a mitad de altura del espectro de la fuente y λ_0 es la longitud de onda central de la fuente de luz.

La resolución lateral (o transversal) en OCT está determinada por el tamaño del *spot* del haz de luz enfocado y limitada por difracción. Usualmente se define como:

$$\Delta x = \frac{4\lambda_0}{\pi} \frac{1}{\text{NA}} \quad (2.4)$$

Donde λ_0 es la longitud de onda central de la fuente de luz y NA es la apertura numérica relacionada con el diámetro de la lente de enfoque d y su distancia focal f de acuerdo a la relación: $\text{NA} = d/2f$.

Al mismo tiempo la resolución lateral (Δx) está relacionada con la profundidad de campo b (también llamado parámetro confocal). Este parámetro representa la distancia a lo largo del eje de propagación del haz donde el valor de la cintura aumenta un factor $\sqrt{2}$ respecto a su valor en el plano focal y se expresa como: $b = \frac{\pi \Delta x^2}{\lambda_0}$. Esto implica una relación de compromiso entre ambas magnitudes ya que si se mejora el valor de una, se empeora el valor de la otra.

2.5.2. Profundidad máxima de imagen

La profundidad máxima de imagen (z_{max}) es el mayor valor de OPD que puede ser medido por el sistema y está limitada, principalmente, por dos factores vinculados al equipo de detección utilizado. El primero viene dado por el intervalo de muestreo de la señal de interferencia en el detector (criterio de Nyquist) y el segundo por una disminución de la amplitud de la transformada de Fourier de la misma señal a medida que aumenta el valor de OPD, efecto que se conoce como *falloff* [103].

Si se tiene en cuenta solo el primer factor, la profundidad máxima de imagen viene dada por [49]:

$$z_{max,1} = \frac{\pi}{2\delta_s k} \quad (2.5)$$

Donde $z_{max,1}$ es la profundidad máxima de imagen por el criterio de Nyquist y $\delta_s k$ es el intervalo de muestreo, determinado por el espaciado entre píxeles del CCD.

El segundo factor se origina en el hecho de que la resolución del espectrómetro es finita y está determinada por el ancho de cada píxel del CCD ($\delta_r k$). Como consecuencia de esto, la señal de interferencia está convolucionada con una función escalón. Esto genera una disminución de la amplitud de la transformada de esta señal hacia mayores valores de OPD cuya forma es una función *sinc* inversamente proporcional a $\delta_r k$ [193, 79]. La profundidad de imagen teniendo en cuenta solo este segundo factor, se puede escribir como:

$$z_{max,2} = \frac{2 \ln(2)}{\delta_r k} \quad (2.6)$$

Donde $z_{max,2}$ es la profundidad máxima de imagen debida al *falloff* y $\delta_r k$ es la resolución espectral del sistema.

Finalmente, la profundidad máxima de imagen queda definida como:

$$z_{max} = \min\{z_{max,1}; z_{max,2}\} \quad (2.7)$$

Capítulo 3

Interferómetro de camino común

Los sistemas SD-OCT presentan diversas alternativas en su configuración experimental en función de su prestación final y el tipo de aplicación al que está orientado. En la mayoría de los casos las configuraciones están basadas en el uso de un interferómetro tipo Michelson (dos ramas) o alguna de sus variantes (Mach Zender, Fizeau) [151]. Una alternativa se encuentra dentro de los sistemas basados en un interferómetro de camino común (CPI, *Common path interferometer*) [173, 152, 92]. Este tipo de sistemas ofrece la posibilidad de unificar la rama de referencia y la rama muestra en una única rama con importantes ventajas para ciertos tipos de aplicaciones permitiendo el armado de equipos compactos, robustos y con menor desajustes por dispersión [109, 133, 156].

En este capítulo se presenta un equipo de OCT de camino común y se lo compara con una configuración típica de Michelson. Se exhibe la alternativa que presenta este equipo de ser montado en fibra óptica y las partes que lo componen. Se detalla de manera generalizada la señal de interferencia para este nuevo sistema. Y por último, se describirá el procesamiento digital de dicha señal y el procedimiento empleado para la reconstrucción de imágenes que se utilizará en este trabajo.

3.1. Configuración experimental propuesta

La configuración propuesta en esta ocasión se basa en un esquema que utiliza como fuente de luz un láser supercontinuo (LSC) ([SuperK EXTREME EXW-12, NKT Photonics](#)), con un ancho espectral que va desde 410 a 2400 nm. Si bien el ancho de banda de la fuente es grande los distintos elementos utilizados en los experimentos limitan su uso. En el caso de los resultados mostrados a lo largo de esta tesis, el factor limitante es el detector utilizado, un espectrómetro ([OceanOptics HR4000](#)) que abarca un rango de detección que va de 720 nm a 940 nm. Tanto el espectro de la fuente como la región de detección se plasman en la imagen de la figura 3.1.

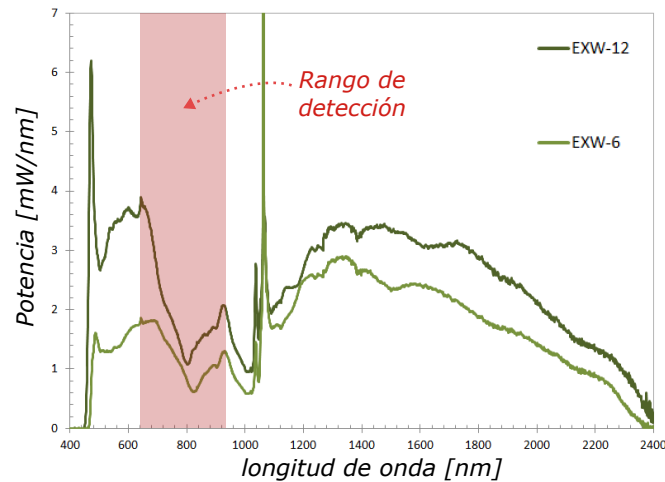


Figura 3.1: Espectro del láser supercontinuo donde se indica la zona de detección limitada por el espectrómetro.

Como se mencionó anteriormente, el esquema planteado permite el armado de un equipo particular con una rama de muestra y referencia en una rama unificada. Este conjunto experimental constituye la base de la configuración desarrollada que consta de un esquema general que se muestra en la figura 3.2(a). Si se lo compara con un sistema de OCT convencional, un interferómetro tipo Michelson figura 3.2(b), es posible apreciar que no tiene la rama de referencia pero presenta una superficie de referencia (R) sobre la muestra. Esta característica es un atributo de los sistemas de camino común, y de ahora en adelante se hará referencia a este sistema como CPI-OCT.

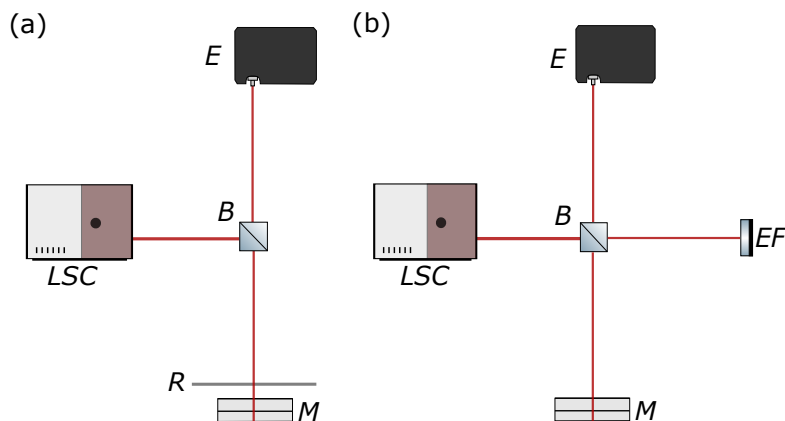


Figura 3.2: Esquema comparativo del equipo en sus dos configuraciones: (a) Configuración tipo CPI-OCT. (b) Configuración tipo Michelson. Componentes: LSC : láser supercontinuo, B : Divisor de haz, R : referencia, E : espectrómetro, EF : espejo fijo, M : muestra.

Como la mayoría de los esquemas experimentales de sistemas de OCT, el equipo de CPI-OCT puede ser montado en fibra óptica como muestra la fotografía de la figura 3.3(a). Por simplicidad, y de este punto en adelante, se utilizará el esquema simplificado de la figura 3.3(b). En este dibujo se puede apreciar el reemplazo del divisor de haz (B) por un circulador (C) y el agregado de un accesorio que incluye una referencia (R). Este accesorio corresponde a un portamuestra que presenta distintas configuraciones y constituye un elemento que se puede implementar en sistemas de camino común y se detallará en el próximo capítulo.

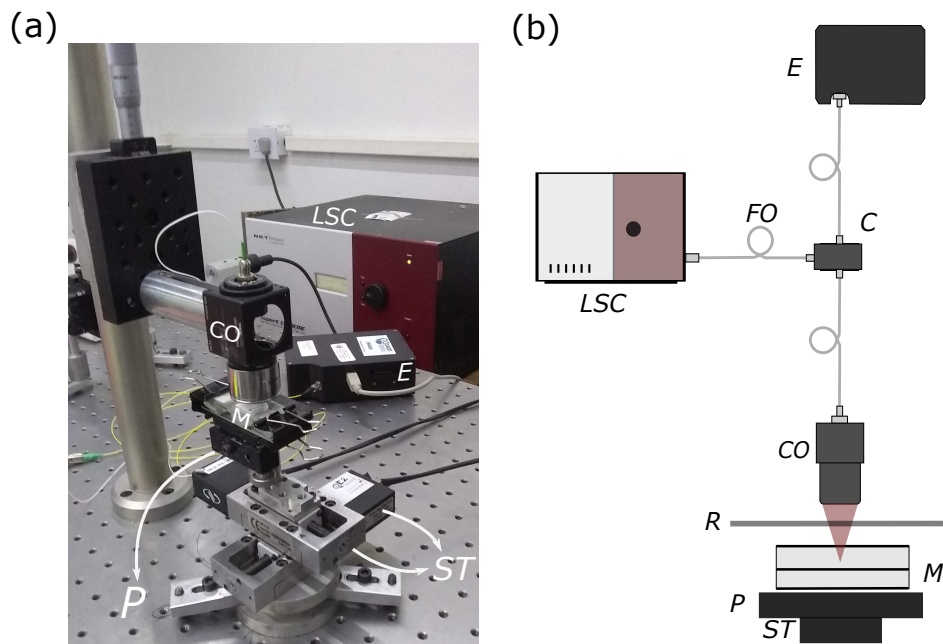


Figura 3.3: (a) Esquema simplificado del equipo de CPI-OCT montado en fibra óptica. (b) Equipo montado en el laboratorio. Componentes: LSC : Laser Supercontinuo, C : Circulador, CO : Cabezal Óptico, FO : Fibra Óptica, R : Referencia, E : espectrómetro, M : Muestra, P : Platina, ST : Sistema de posicionamiento y barrido.

En los experimentos realizados el accesorio para alojar la muestra se ubicó a continuación de lo que se denominó cabezal óptico. El cabezal óptico se compone por una lente de colimación, que para la mayoría de las aplicaciones fue una lente tipo triplete ([TC06FC-780](#)), seguida de una lente de escáner OCT ([LSMO2-BB Thorlabs](#)) para enfocar el haz de luz sobre el portamuestra.

El portamuestra a su vez se apoya sobre una platina anexada a un sistema de barrido compuesto por dos motores paso a paso [Newport MFA-CC](#). Dichos motores están montados de manera ortogonal entre sí permitiendo escanear un área sobre la muestra. Por medio de un controlador con *encoders*, se domina el movimiento de los motores

permitiendo abarcar áreas de hasta 4 cm^2 .

Con el sistema en funcionamiento la luz retrodispersada proveniente tanto de la referencia interna (R) como de la muestra, se acopla al mismo cabezal óptico y por medio del circulador es dirigida al espectrómetro donde se adquiere la señal de interferencia.

3.2. Señal de interferencia

Para la expresión de la señal de interferencia que adquiere el detector se supone que el campo eléctrico $E_i(z, t)$ que emite la fuente de luz viene dado por:

$$E_i(z, t) = \int_{-\infty}^{\infty} s(k, \omega) e^{i(kz - \omega t)} dk \quad (3.1)$$

En esta expresión $s(k, \omega)$ es la amplitud del campo eléctrico en función del número de onda $k = \frac{2\pi}{\lambda}$, la frecuencia angular $\omega = 2\pi\nu$ corresponde a la frecuencia temporal ν de cada componente espectral de la fuente de luz y z es la coordenada espacial en la dirección de propagación del haz. La forma espectral de las fuentes de luz utilizadas en este trabajo se pueden aproximar razonablemente a una distribución gaussiana. En lo que sigue se elimina la notación que indica las variables de dependencia de los campos para ganar claridad.

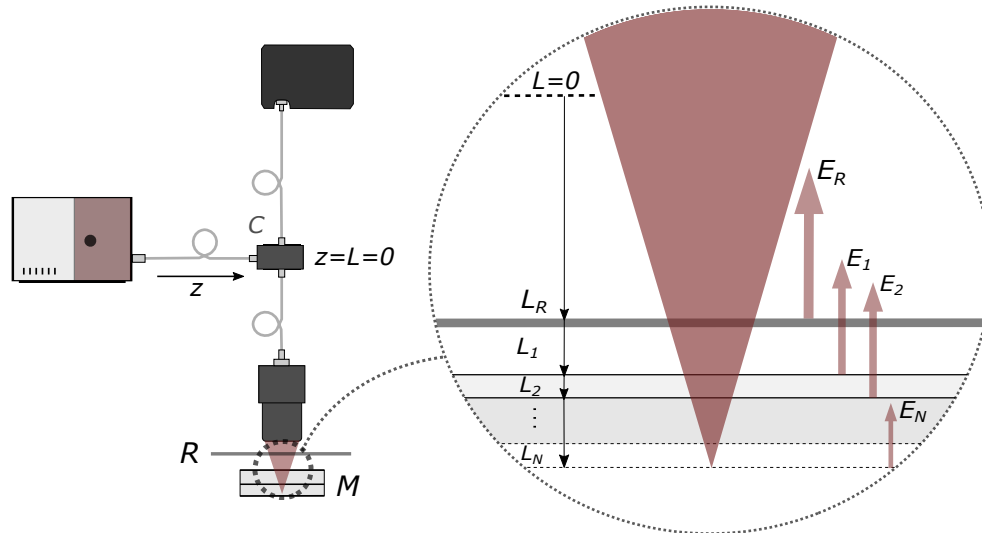


Figura 3.4: Ilustración del sistema experimental con un zoom en detalle que indica las reflexiones del haz sobre la superficie de referencia (R) y una muestra multicapa con N interfaces (indicadas con subíndice n), que se presenta a modo de ejemplo. Se indican los parámetros principales de cada capa: E : campo eléctrico, L : longitud de camino óptico.

La señal de interferencia obtenida en este tipo de configuración de camino común se puede generalizar si se considera un esquema con una muestra hipotética compuesta de N interfaces y una reflexión de referencia (R) como se esquematiza en la figura 3.4.

Cada interfaz de la muestra y la superficie de referencia contribuye al campo total reflejado con una componente de campo eléctrico cuyas expresiones se presentan en la ecuación 3.2. Se indican en cada una de las componentes sus fases y los correspondientes caminos ópticos de acuerdo a la notación utilizada en la figura 3.4.

$$E_R = \frac{E_i}{\sqrt{2}} r_R e^{i(2kL_R)} \quad , \quad E_n = \frac{E_i}{\sqrt{2}} r_n e^{i(2kL_n)} \quad (3.2)$$

En la expresión 3.2 E_R es el campo eléctrico reflejado en la superficie de referencia y E_n es el campo eléctrico reflejados en cada una de las N interfaces de la muestra; r_R y r_n son los coeficientes de reflexión de la superficie de referencia y de cada interfaz, respectivamente; L_R es el camino óptico desde el circulador (donde se considera $z = L = 0$) hasta la superficie de referencia y L_n corresponde al camino óptico del haz reflejado en la interfaz n medido desde el mismo punto.

En la totalidad de los experimentos realizados en esta tesis se ha utilizado un espectrómetro como detector. En este tipo de detectores la señal registrada es la irradiancia (o intensidad) que es proporcional al promedio temporal (representado con el símbolo $\langle \rangle$), de la suma del cuadrado de los campos, es decir:

$$i_D(k, \omega) = \langle |E_R + \sum_{n=1}^N E_n|^2 \rangle \quad (3.3)$$

Si se procede a desarrollar el binomio de la ecuación 3.3 y se considera la integración temporal que realiza el detector, se obtiene:

$$\begin{aligned} i_D(k) = \sum_{n=1}^N S(k) [R_R + R_n] + S(k) \sum_{n=1}^N \sqrt{R_R R_n} e^{i2k(L_R - L_n)} \\ + S(k) \sum_{n \neq m=1}^N \sqrt{R_n R_m} e^{i2k(L_n - L_m)} \end{aligned} \quad (3.4)$$

Donde $S(k) = \langle |s_{(k, \omega)}|^2 \rangle$ es el promedio temporal del módulo del espectro de la fuente de luz al cuadrado. $R_R = |r_R|^2$ es la reflectividad de la referencia y, $R_n = |r_n|^2$ y $R_m = |r_m|^2$ representan las reflectividades de cada una de las interfaces en la muestra.

Para tener una expresión más sencilla y cómoda en el manejo matemático, se reemplazan los productos $S_{(k)} R_R$ por i_R , $S_{(k)} R_n$ por i_n y $S_{(k)} R_m$ por i_m en la ecuación 3.4. Empleando la relación de Euler, se puede generalizar la ecuación anterior como:

$$\begin{aligned}
i_D(k) = & \sum_{n=1}^N (i_R + i_n) \quad \text{"DC"} \\
& + \sum_{n=1}^N \sqrt{i_R i_n} \cos(2k\Delta_{Rn}) \quad \text{"CC"} \\
& + \sum_{n \neq m=1}^N \sqrt{i_n i_m} \cos(2k\Delta_{nm}) \quad \text{"AC"}
\end{aligned} \tag{3.5}$$

Donde Δ_{Rn} es la OPD dada por $|L_R - L_n|$, Δ_{nm} es la OPD dada por $|L_n - L_m|$ y; L_R , L_n y L_m corresponden a las longitudes de camino óptico de las reflexiones de referencia R y las interfaces n y m , respectivamente (ver ecuación 2.2).

En la expresión de la ecuación 3.5 se tienen tres familias de términos bien diferenciadas:

1. Términos de continua (*DC*) que representan la suma de las intensidades dada por cada interfaz y la referencia. Cada término en esta sumatoria presenta una amplitud proporcional a la reflectividad dada por cada interfaz.
2. Términos de correlación cruzada (*CC*) para cada interfaz de la muestra. Cada término representa la interferencia entre el haz proveniente de la superficie de referencia y de cada una de las interfaces de la muestra. Este es uno de los componentes deseado para imágenes OCT.
3. Términos de auto-correlación (*AC*) que representan la interferencia entre las diferentes interfaces de la muestra consigo mismas. En varios diseños de sistemas tipo CPI-OCT, los componentes de *AC* representan una señal de interés.

3.2.1. Señal en el dominio espectral

Como se mencionó anteriormente el sistema utilizado en este trabajo corresponde a la modalidad SD-OCT donde la señal de interferencia adquirida en el detector (espectrómetro) es la irradiancia o intensidad total de luz. El objetivo de adquirir esta señal es extraer los valores de la diferencia de camino óptico entre las interfaces de la muestra o entre una interfaz y la referencia (Δ_{nm} o Δ_{Rn}), lo que para esta técnica se denomina comúnmente como *A-scan*.

El *A-scan*, en esta modalidad de OCT, se obtiene habitualmente a partir de la Transformada de Fourier (*FT*) de la señal de interferencia medida $i_D(k)$. La transformada de Fourier se puede considerar como la descomposición de una señal dependiente de una variable, en este caso el vector de onda k , en sus componentes senoidales y cosenoidales. En el espacio transformado se tendrá un perfil compuesto por la amplitud de la *FT*

(I) como eje de ordenadas y por la variable conjugada (z) que representa la diferencia de camino óptico como eje de abscisas.

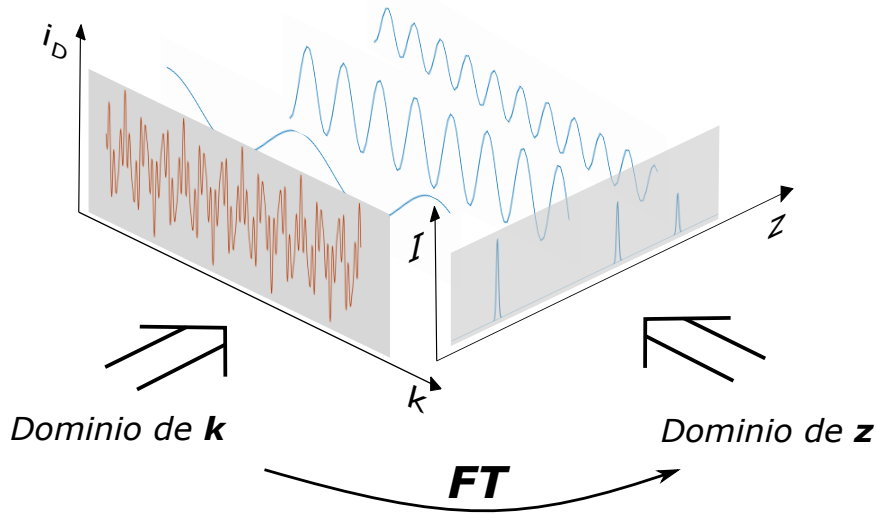


Figura 3.5: Ilustración a modo explicativo de la Transformada de Fourier en señales de OCT y las variables utilizadas. i_D : irradiancia (o intensidad), k : vector de onda, FT : Transformada de Fourier, I : amplitud de la FT , z : diferencia de camino óptico (variable conjugada).

La aplicación de la FT a la señal de interferencia permite obtener los valores de OPD que se presentan en forma de "picos" en la señal transformada. Un análisis adicional se puede hacer evaluando el peso de las amplitudes de los picos considerando la variable z , como se ilustra la figura 3.5. Esta figura corresponde a una señal arbitraria de una suma de cosenos con diferentes valores de valores de OPD (distintas frecuencias) y se puede observar cada componente por separado en el dominio de z al emplear la FT .

Entonces, aplicando la FT a la expresión 3.5 y empleando las propiedades de la convolución y de la función generalizada delta de Dirac ($\delta[\]$), se obtiene:

$$\begin{aligned}
 I_{(z)} = & \gamma(z) (i_R + i_n) + \gamma(z) \otimes \sum_{n=1}^N \sqrt{i_R i_n} \delta(z - 2\Delta_{Rn}) \\
 & + \gamma(z) \otimes \sum_{n \neq m=1}^N \sqrt{i_n i_m} \delta(z - 2\Delta_{nm})
 \end{aligned} \tag{3.6}$$

Donde $I_{(z)}$ es la amplitud de la transformada de Fourier de la señal de interferencia digital, \otimes indica la operación de convolución y $\gamma(z)$ corresponde a la FT del espectro de la fuente $S(k)$ tomando solo los valores positivos de z .

Partiendo de la expresión 3.6 y aplicando la operación de convolución y utilizando las propiedades de la función delta, resulta:

$$I_{(z)} = \sum_{n=1}^N (I_R + I_n) + \sum_{n=1}^N \sqrt{I_R I_n} \gamma(z - 2\Delta_{Rn}) + \sum_{n \neq m=1}^N \sqrt{I_n I_m} \gamma(z - 2\Delta_{nm}) \quad (3.7)$$

Donde se reemplazó $\gamma_{(z)} i_R$ por I_R , $\gamma_{(z)} i_n$ por I_n y $\gamma_{(z)} i_m$ por I_m . Se puede apreciar que el argumento de la función γ representa la *FT* del espectro de la fuente de luz evaluada en la OPD. En consecuencia, la forma de la distribución de longitudes de onda de la fuente (envolvente del espectro de la fuente) afectará la forma del pico en el espacio transformado siendo un aspecto relevante y a tener en cuenta para el procesamiento digital de la señal de OCT.

Ahora bien, la ecuación resultante 3.7 corresponde a una expresión producto de la medición de la señal de interferencia empleando un esquema experimental similar al presentado. Con un análisis de esta expresión se pueden obtener las distintas interfaces en función de la profundidad de la muestra ($I_{(z)}$), es decir, el *A-scan*.

Para dejar explícito el procedimiento planteado anteriormente, se simuló en MatLab® un caso simple. Se trata de una muestra con dos interfaces y una superficie de referencia como se esquematiza en la figura 3.6(a).

Si se emplea la ecuación 3.5 para este ejemplo, la señal de interferencia se puede expresar como:

$$i_D = (i_R + i_1 + i_2) + \sqrt{i_1 i_2} \cos(2k\Delta_{12}) + \sqrt{i_R i_1} \cos(2k\Delta_{R1}) + \sqrt{i_R i_2} \cos(2k\Delta_{R2}) \quad (3.8)$$

Esta expresión se representa de manera digital mediante la simulación y se muestra en la figura 3.6(b). En esta gráfica se puede apreciar la contribución de cada reflexión a la señal de interferencia para este ejemplo.

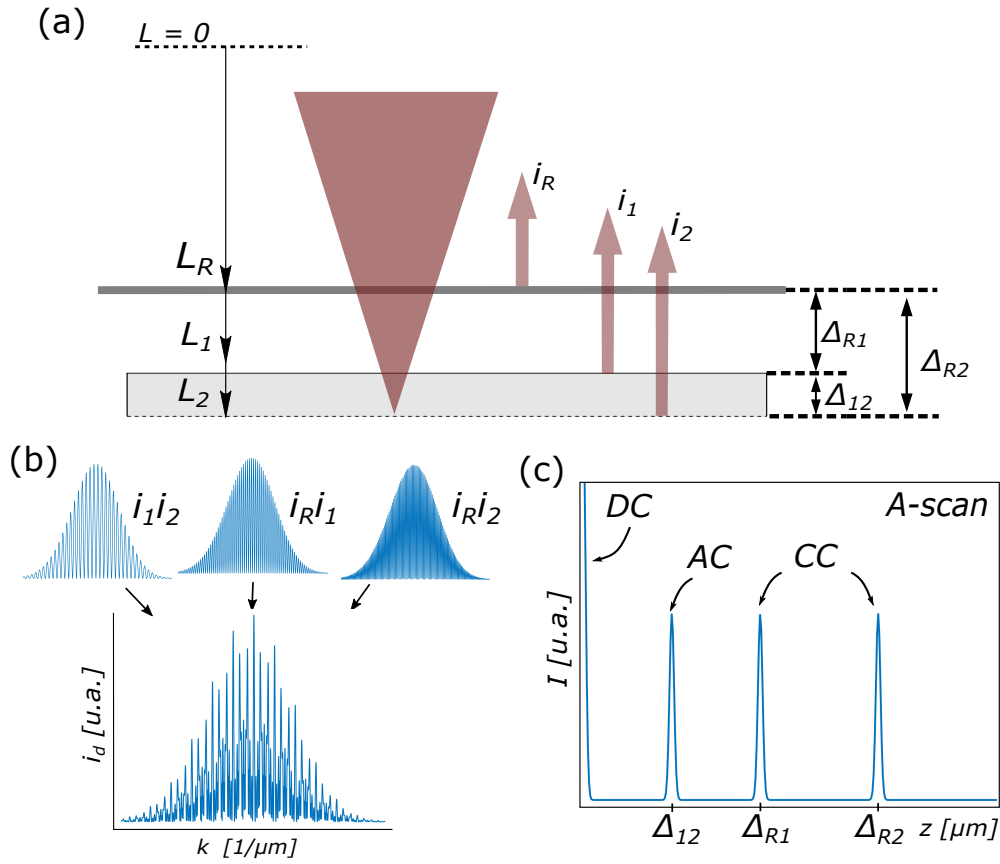


Figura 3.6: (a) Esquema de la muestra para el ejemplo propuesto. (b) Simulación de la señal interferencia y (c) *A-scan* correspondiente. L : longitud de camino óptico, Δ : diferencia de camino óptico, *DC*: término de continua, *AC*: término de auto-correlación, *CC*: término de correlación cruzada.

Luego, si se aplica la *FT* a la ecuación 3.8 y las propiedades descritas anteriormente, se obtiene:

$$I_{(z)} = (I_R + I_1 + I_2) + \sqrt{I_1 I_2} \gamma(z - 2\Delta_{12}) + \sqrt{I_R I_1} \gamma(z - 2\Delta_{R1}) + \sqrt{I_R I_2} \gamma(z - 2\Delta_{R2}) \quad (3.9)$$

La expresión 3.9 representa la transformada de Fourier de la señal de interferencia del ejemplo propuesto y en ella se pueden distinguir varios términos: el primer término corresponde al término de continua (*DC*), el segundo término corresponde al de auto-correlación (*AC*) y los últimos dos corresponden a términos de correlación cruzada (*CC*). Esta expresión se puede obtener por sustitución directa en la ecuación 3.7 para el ejemplo considerado.

De esta manera, a partir de la ecuación 3.9 se pueden identificar las interfaces presentes en la muestra en función de su profundidad, tal y como se puede ver en el gráfico de la figura 3.6(c)). Cabe resaltar, que el pico que corresponde al término de *DC* se ubica en el cero del origen de coordenadas y solo se observa la mitad porque se toman los valores de z positivos como se comentó previamente.

3.2.2. Procesamiento digital de la señal

En el caso de mediciones reales el detector digitaliza la señal de interferencia, obteniéndose una secuencia de datos definidos por el número y las características de los píxeles del sensor en el espectrómetro [7]. Teniendo en cuenta esto para la expresión de la ecuación 3.5 en forma digitalizada se utilizará la notación $i_D[m]$ para la señal de interferencia digital, donde el índice toma valores de $1 \leq m \leq M$ y M indica el número de píxeles en el detector.

Dado que el sistema de separaciones de longitudes de onda del espectrómetro es una red de difracción, la señal $i_D[m]$ es una función no lineal respecto al número de onda (k) y viene dada por la calibración del espectrómetro que provee el fabricante. La función de calibración permite asignar un valor k_m a cada píxel de índice m proporcionando la función de intensidad $i_{D[k_m]}$. Por lo que es necesario realizar una interpolación de i_D para obtener una nueva secuencia de valores de intensidad redefiniendo el intervalo de muestreo para que la señal sea una función lineal de k (k_L). Para ello se toma una separación entre valores consecutivos constante e igual a $\delta_s k$. En este proceso se mantiene el número de píxeles M y el rango espectral lo que permite optimizar y ampliar el uso de algoritmos para la transformada de Fourier.

Para el procesamiento de señales digitales debe emplearse la Transformada de Fourier en su forma digital o discreta (*DFT*, *Discrete Fourier Transform*) que permite trabajar con secuencias de señales como en este caso.

Entonces, partiendo desde la nueva señal interpolada $i_{D[k_L]}$ con el procedimiento descrito se aplica la *DFT* y se obtiene:

$$I_{[z_m]} = \sum_{M=0}^{M-1} i_{D[k_L]} e^{-\frac{jk_L z_m}{M}} \quad k_L = 0, \dots, M-1 \quad (3.10)$$

Donde $I_{[z_m]}$ es la amplitud de la *DFT* de la señal de interferencia digital, k_L es el vector de onda linealizado, z_m es la variable conjugada digital y M representa el número píxeles.

La implementación de la *DFT* demanda herramientas de cómputo numérico como pueden ser Matlab/Octave, Python, entre otros. Existen diversos algoritmos para generar la *DFT*, entre los mas usados se encuentra la transformada rápida de Fourier (*FFT*, *Fast Fourier Transform*) [130].

Para el tratamiento digital utilizando la *FFT* se debe considerar un ancho de banda de $\Delta k = M\delta_s k$. Esta consideración permite utilizar el algoritmo de la *FFT* para representar la señal de interferencia en cada punto de la muestra y asociarla con un *A-scan* para cada punto medido. En cada *A-scan* se observan "picos" tal y como se mostró en el ejemplo de la sección anterior (ver figura 3.6(c)) y que representan información de la muestra.

Conocer en detalle la forma de estos picos es clave en la determinación del valor de cada OPD por lo que es necesario que cada pico tenga la mayor cantidad de puntos posible. En principio esa cantidad de puntos queda determinado por el valor de $\delta_s k$ (el intervalo en k entre dos puntos consecutivos). Este espaciado en k se puede inferir, en el caso de usar el algoritmo de la *FFT*, como: $\delta_s k = \Delta k/M$. Esto a su vez determina el intervalo en el dominio conjugado z como $\delta_{sz} = 2\pi/2\Delta k$, donde el factor 2 en el denominador surge del hecho que la luz recorre dos veces la misma OPD (ida y vuelta).

No obstante, existe la posibilidad de aumentar la resolución en k de manera digital a fin de mejorar la visualización de las imágenes (en el dominio conjugado z) mediante diferentes algoritmos [37, 66]. Para ello se busca acrecentar la cantidad de puntos en cada uno de los picos en el espacio transformado para lo cual se pueden utilizar distintas estrategias. Sin entrar en el detalle de la matemática, en este trabajo se exploraron principalmente dos métodos: el *zero padding* (relleno con ceros) y la transformada *z chirp*.

3.2.3. Zero padding y transformada *z chirp*

En este caso de aplicación, el *zero padding* y la transformada *z chirp* son técnicas que se utilizan para aumentar la densidad de puntos de los picos de la señal medida en el espacio transformado.

En el caso del *zero padding* se extiende en forma artificial el número de datos de la señal a analizar con el agregado de ceros para hacer disminuir el valor de $\delta_s k$. Al aplicar el algoritmo de la *FFT* a esta nueva señal se genera una secuencia con un muestreo más fino en el espacio transformado. Esto no modifica la capacidad de discernir las componentes en z_m sino que sólo cambia el espaciado de cada punto real medido. Con un relleno con ceros importante en el dominio de k , lo que es equivalente a un sobremuestreo en el dominio conjugado, se pueden estimar mejor las posiciones y las amplitudes de los picos. Sin embargo, el número total de datos con este agregado de ceros será un múltiplo de M y aumentará el costo computacional sin tener en cuenta que el rango de interés en z_m puede ser solamente una fracción del rango total analizado. Este inconveniente se puede resolver con la implementación del algoritmo de la transformada *z chirp* [139, 124].

El algoritmo de la transformada *z chirp* (CZT, *Z Chirp Transform*) está basado en expresar la *DFT* como una convolución. Este algoritmo no es óptimo en el sentido de minimizar la complejidad computacional pero ha resultado útil en diversas aplicaciones como un método más eficiente que el *zero padding* en la *FFT* estándar [130, 113].

El algoritmo de la *CZT* es más flexible que el de la *FFT* ya que se puede aplicar a cualquier secuencia de muestras igualmente espaciadas en la circunferencia unidad. Esto permite observar la transformada de la señal discreta dentro de un rango en z_m limitado a la zona de interés sin necesidad de cubrir todo el rango. Es decir, es posible hacer un análisis acotado entre dos valores, z_{m_1} y z_{m_2} , fijados previamente donde $z_{m_1}, z_{m_2} < z_{max}$.

A modo ilustrativo, se recurre al ejemplo de la sección anterior y se muestra en la figura 3.7(a) la forma del pico de un valor de OPD obtenido utilizando el algoritmo de la *FFT* estándar con *zero padding* y se lo compara con la forma obtenida con el algoritmo de la *CZT*. En el zoom que corresponde a la figura 3.7(b) se muestra la diferencia en el extremo del pico donde se puede apreciar como mejora la precisión en la determinación de este valor empleando la *CZT* con la misma cantidad de puntos.

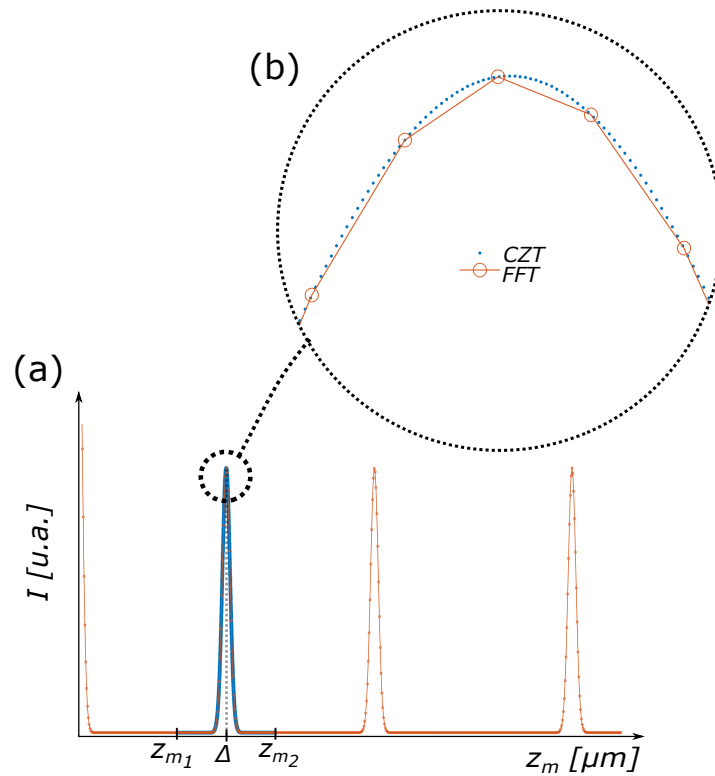


Figura 3.7: (a) Comparación entre los algoritmos de la *FFT* y la *CZT* en función de la densidad de puntos para el ejemplo propuesto en la sección anterior de un *A-scan*. (b) Zoom en la zona superior de uno de los pico.

En los casos contemplados en este trabajo, se implementará la *CZT* para conseguir una mayor densidad de puntos a un menor costo computacional comparada con el *zero padding* y solo estará limitada por el ruido propio de la señal.

3.2.4. Reconstrucción digital de imágenes

En los resultados que se muestran en los capítulos siguientes se obtienen imágenes de topografías (en materiales opacos) o tomografías (en materiales transparentes) en distintos tipos de muestras utilizando la técnica y la metodología descritas anteriormente. La reconstrucción de estas imágenes se realiza digitalmente y en todos los casos se sigue un procedimiento común que se basa en obtener las coordenadas espaciales (x, y, z) de una serie de puntos de la región de interés en la muestra.

Estas coordenadas se generan haciendo una medición en cada punto de la muestra donde los valores de x, y se obtienen utilizando los *encoders* del sistema de barrido y el valor de z (que puede ser más de uno) surge del valor de la OPD Δ a partir del procesamiento de la señal de interferencia.

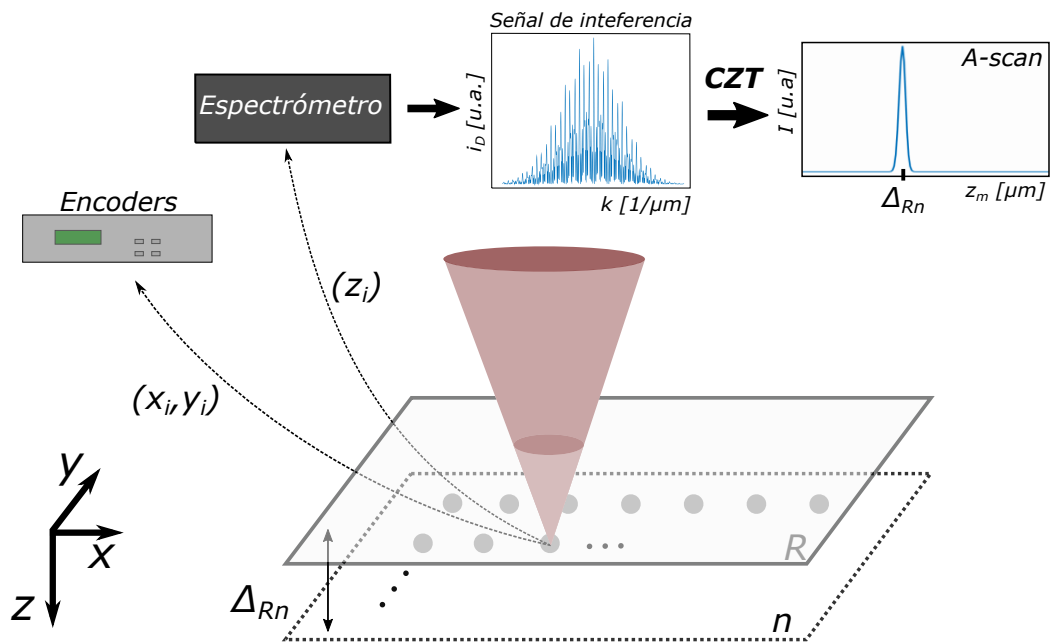


Figura 3.8: Esquema de la extracción de información punto a punto en una interfaz n de la muestra. Se obtienen los puntos (x_i, y_i) a partir de los *encoders* del sistema de barrido y cada z_i desde la señal de interferencia generada con la superficie R mediante el espectrómetro.

En la figura 3.8 se esquematiza la obtención de la terna (x_i, y_i, z_i) , a partir de los datos de los *encoders* y de la señal de interferencia, en lo que corresponde a un barrido sobre una interfaz arbitraria n con una superficie de referencia R .

En cada caso de estudio se coloca la muestra en una platina anexada a dos ejes motorizados para generar el barrido produciendo un conjunto de datos que se almacena

en un archivo para luego ser procesado digitalmente. El procedimiento seguido para la reconstrucción de cada imagen se divide en dos etapas, una que corresponde a la adquisición y procesamiento de la señal de interferencia junto con la asignación de la coordenada z a cada interfaz de la muestra. Y una segunda etapa que corresponde a la incorporación de los datos del barrido y la asignación de las coordenadas x e y a cada punto medido.

Respecto a la primera etapa, en la figura 3.9 se muestra un diagrama que resume los pasos fundamentales que se emplearon en el análisis de cada señal.

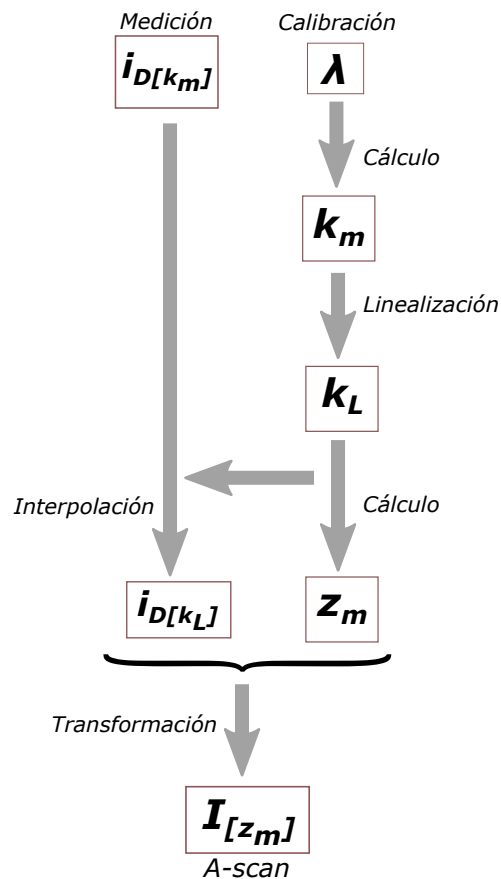


Figura 3.9: Procedimiento en forma de diagrama de bloques para el procesamiento de señales de SD-CT.

En primer lugar, se adquiere una señal digital $i_{D[k_m]}$ correspondiente al punto medido en la muestra donde se registran los valores de vector de onda de cada píxel según la calibración del espectrómetro. Se interpolan los valores de intensidad con los nuevos valores de k_m linealizados (k_L) y se genera una nueva señal de interferencia digital $i_{DL[k_L]}$. En este punto se aplica un filtrado digital (filtro Gaussiano, Hamming, etc.) para

suavizar los efectos de borde en la señal de ser necesario.

Seguidamente, y a partir del vector k_L , se obtiene el vector de la coordenada conjugada z_m que está dado por: $\delta_{s,z} z_m$ con $1 \leq m \leq M$ y $m \in Z$. Y por último, se aplica la transformada *CZT* a la señal de interferencia digital para obtener una señal en el espacio transformado $I_{[z_m]}$. Esta señal corresponde a un *A-scan* a partir de la cual se pueden identificar los valores de OPD de cada interfaz. Con este conjunto de datos es posible conformar un *B-scan* o un *3D-scan* reproduciendo una parte o la totalidad de la muestra analizada.

En segundo lugar, se generalizan las mediciones que contemplan la caracterización de una superficie o el monitoreo en función del tiempo de determinada interfaz en la muestra. Para ello se debe localizar y realizar un seguimiento de una sola OPD dentro de un rango de variación establecido con anterioridad y partiendo del procedimiento anterior (figura 3.10).

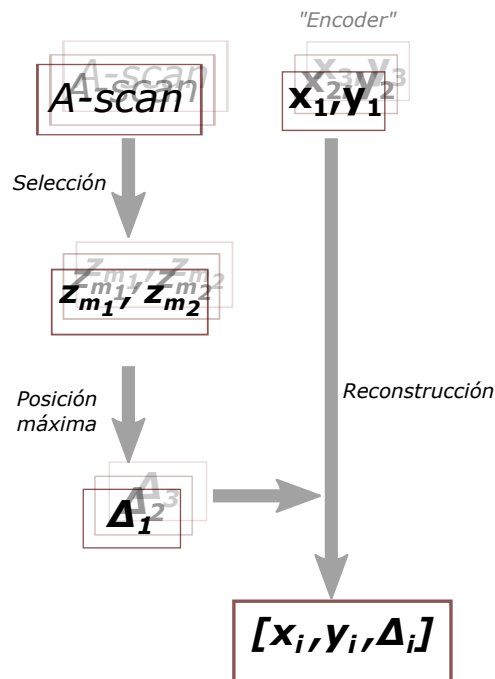


Figura 3.10: Procedimiento en forma de diagrama de flujo para el procesamiento de señales de SD-CT.

Se selecciona en cada *A-scan* por inspección un rango en z_m dado por z_{m_1} y z_{m_2} que contemple la variación de la OPD de interés según sea el caso. Luego, se debe buscar el valor en el eje z que corresponde a la OPD Δ de máxima amplitud en cada uno de los nuevos *A-scan*. En el caso de que se desee monitorear más de una OPD se debe realizar este mismo paso de forma independiente.

A partir de los datos proporcionados por los *encoders* se conoce con exactitud la posición en cada punto medido dada por una dupla (x_i, y_i) . Se asigna a cada punto (x_i, y_i) la posición de la OPD de máxima amplitud Δ_i para, finalmente, armar una terna dada por x_i, y_i, Δ_i . Esto permite reproducir un plano (o planos) de la OPD de interés que forma parte de la muestra y su variación en función del espacio o del tiempo.

Capítulo 4

Interferómetro de camino común con portamuestra incorporado

En este capítulo se presenta el concepto de un equipo que integra el interferómetro de camino común con un novedoso portamuestra en un esquema compacto y modular que apunta al desarrollo de un equipo industrial y de laboratorio apto para ser empleado en diversas aplicaciones. A diferencia de los sistemas comerciales disponibles actualmente se pretende que este sistema permita su implementación en forma simple y accesible, esto es, que pueda ser construido con elementos de bajo costo y en una configuración sencilla. Al mismo tiempo se busca que el sistema no se aleje de las prestaciones típicas en cuanto a resolución y extensión en el área de barrido.

El esquema experimental que se presenta en este capítulo es un primer paso en este objetivo. Uno de los puntos más relevante es la incorporación de un accesorio para alojar la muestra a medir que permite realizar barridos con un elemento que se denominó *housing*. Este nuevo portamuestra ofrece múltiples alternativas en cuanto a sus aplicaciones que se resume en las siguientes características:

1. Posibilita mediciones dentro de un volumen en forma de un paralelepípedo rectangular en cuyo interior se ubica la muestra. El volumen de los sistemas implementados es del orden del cm^3 .
2. Permite configurar el sistema interferométrico en una rama unificada que evita efectos de dispersión cromática en la diferencia de camino óptico, un efecto habitual en la configuración convencional tipo Michelson (dos ramas).
3. La referencia unida a la muestra genera un único desplazamiento que afecta a ambos elementos durante la medición disminuyendo considerablemente los errores propios en los sistemas de barrido (cabeceo, alabeo y vuelco). Este aspecto permite que el sistema utilizado para el barrido tenga menos exigencia y, por lo tanto, bajar su costo.

4. La superficie de referencia no requiere condiciones estrictas de planicidad empleando un simple procedimiento de medición y procesamiento que permite la corrección de las irregularidades.

En la próxima sección se describe este portamuestra como un accesorio de un equipo de OCT de camino común. Se presentan las características más relevantes de esta implementación y se exhibe una medición comparativa del sistema CPI-OCT con el *housing* contra una configuración de un interferómetro tipo Michelson.

4.1. Portamuestra tipo *housing*

La implementación de portamuestras similares en microscopia y OCT se encuentra en bibliografía para configuraciones de sistemas de referencia absoluta [102, 186]. Sin embargo, el portamuestra tipo *housing* desarrollado en esta ocasión consiste en un accesorio que se adapta a la muestra que se desea medir y puede llegar a ser un componente funcional en sistemas interferométricos. Su uso en un interferómetro de camino común produce un equipo que permite obtener imágenes claras y con un gran nivel de detalle sin necesidad de grandes ajustes por software.

El sistema de CPI-OCT junto al portamuestra tipo *housing* se esquematiza en la figura 4.1(a). En la totalidad de los casos presentados en esta tesis, la configuración que se utilizó presenta un portamuestra con dos mordazas ([binder clips nro.3](#)) de cada lado a fin de mantener unido todos sus componentes como muestra la figura 4.1(b).

Los elementos que delimitan este *housing* son la tapa superior (*ventana*), la tapa inferior (*base*) y las paredes laterales (*soportes*), como se indica en el dibujo de la figura 4.1(c). Este último dibujo esquemático se empleará en la mayoría de los casos exhibidos a lo largo de este trabajo por simplicidad.

La ventana superior se fija a los soportes laterales utilizando distintos esquemas. Este componente es necesariamente de material transparente y se identifican las superficies R y S . La superficie de la cara inferior de la ventana del *housing* es equivalente a la referencia (R) y por esa razón constituye un interferómetro de camino común como fue mencionado en el capítulo 3.

Cada superficie en la ventana puede generar reflexiones cuyas intensidades se denominan i_R e i_S , respectivamente. En general, se indicará i_R como el haz de referencia para la señal de interferencia y en gran parte de las aplicaciones se omitirá la reflexión i_S .

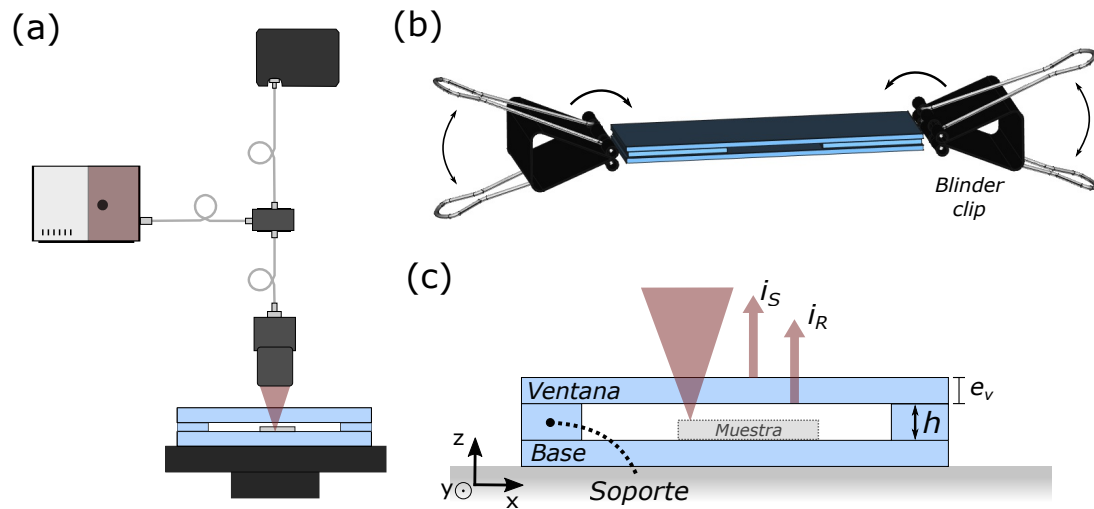


Figura 4.1: (a) Esquema del equipo de CPI-OCT junto al portamuestra tipo *housing*. (b) Dibujo en tres dimensiones del *housing* junto a los *blinder clips* para sujeción. (c) Corte transversal del *housing* identificando sus componente principales. h : altura de los soportes, e_v : espesor de la ventana.

Para el tipo de aplicaciones planteadas en este trabajo, y como en los sistemas convencionales de barrido, se requiere la medición de la coordenada x y la coordenada y de cada punto considerado en la muestra con respecto a un origen de coordenadas. Esto hace que los sistemas utilizados presenten un alto grado de exigencia tanto para realizar el desplazamiento correspondiente, que puede ser de la muestra o del cabezal óptico, como para medir la posición de cada punto (x,y) .

En este trabajo se ha utilizado, en todos los casos, un sistema de barrido basado en el desplazamiento de la muestra utilizando dos sistemas motorizados ortogonales y el área A de medida sobre la interfaz n de una muestra hipotética es mayormente rectangular como se esquematiza en la figura 4.2. La densidad de puntos a medir se determina definiendo el paso de barrido, uno para el eje x (px) y otro para el eje y (py). Posteriormente se mide la señal de interferencia con la que se determina la coordenada z asignándole el valor correspondiente a la OPD (Δ_{Rn} en el ejemplo). Este procedimiento se repite para cada uno de los puntos hasta cubrir completamente el área A .

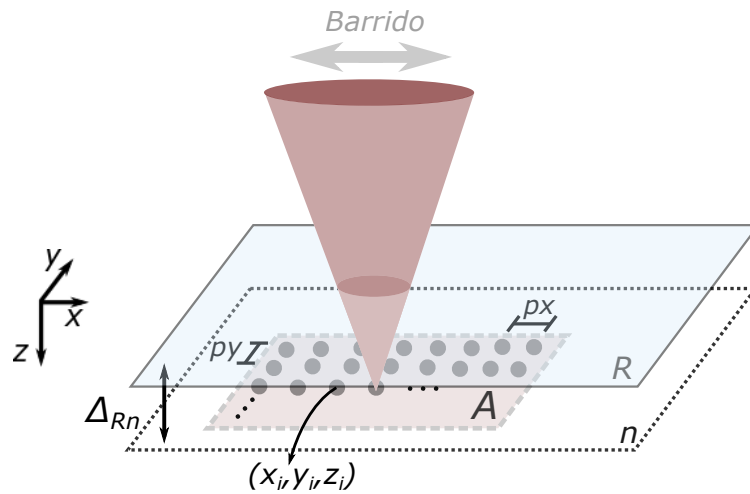


Figura 4.2: Esquema simplificado de las consideraciones para el barrido de un área (A) en la superficie de una muestra con el *housing*. Se identifican los pasos en el eje x como px y en el eje y como py . R : superficie de referencia, n : interfaz de una muestra hipotética y su respectiva OPD Δ_{Rn} .

La configuración de portamuestras tipo *housing* propone una nueva modalidad en el esquema de medición, ya que permite realizar barridos con muy bajo error en la medición de la posición de cada punto sobre la muestra, sin la necesidad de utilizar sistemas de barrido sofisticados o de alto costo. A su vez, permite realizar mediciones de espesor e índice de refracción de grupo de la muestra en forma directa y, en ciertos casos, independientes. Se vuelve necesario aclarar que a diferencia de un sistema convencional esta implementación no precisa de desplazamientos paralelos al plano $x-y$, no requiere superficies de referencia planas y no demanda ventanas de gran calidad óptica.

Dentro del esquema planteado tanto el espesor de la ventana (e_v) como el espesor del volumen interior (h) tienen valores que pueden variar en los distintos puntos del portamuestra y, por lo tanto, se asume que son función de las coordenadas (x, y) . Se considerará un valor constante para el índice de refracción de grupo en todos los puntos de la ventana ya que en los casos estudiados el error relativo de la OPD Δ que corresponde a la ventana en un barrido de un área A está en el orden de 10^{-3} (valor obtenido empleando un portaobjetos de vidrio).

El procedimiento para realizar mediciones con este sistema requiere una caracterización previa para determinar las dimensiones del volumen interior del recinto y de las superficies superior e inferior del portamuestra porque se asume que todos estos valores son desconocidos a priori y dependen del punto (x, y) considerado.

En función de los esquemas de la figura 4.3 los pasos a seguir son:

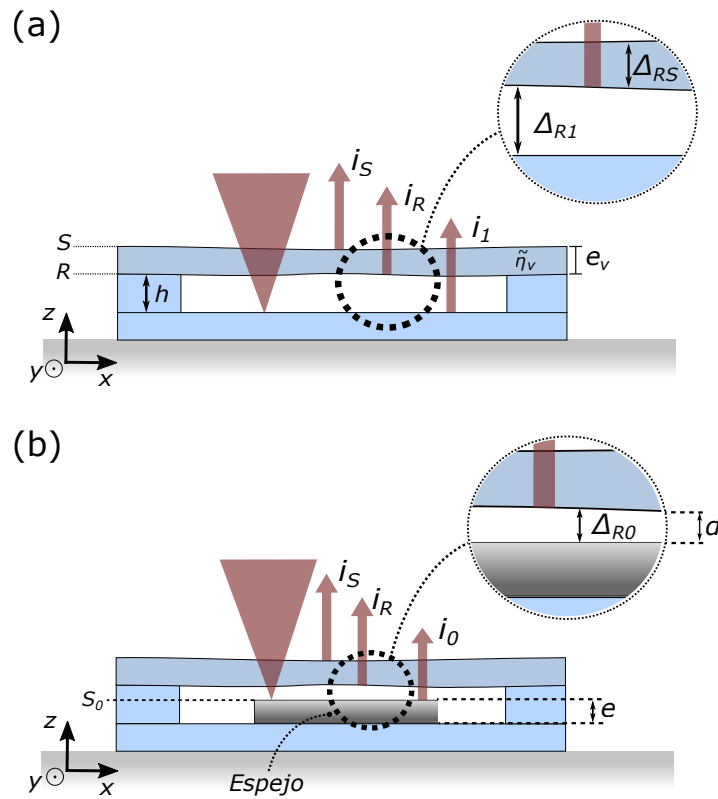


Figura 4.3: Esquema para calibración con una ventana de morfología desconocida. (a) Primer paso: Medición del espesor de la región interior : $h(x,y)$ (b) Segundo paso: Medición de la superficie interior de la ventana por medio de un espejo: $d(x,y)$. S : superficie superior de la ventana, R : superficie inferior de la ventana, S_0 : superficie del espejo. e_v : espesor ventana, $\tilde{\eta}_v$: índice de refracción de grupo de la ventana.

Paso 1: Medición del volumen interior del *housing*. Se determina el espesor de la ventana superior, $e_v(x,y)$ y de la región interior utilizada para alojar la muestra $h(x,y)$ a partir de la señal de interferencia entre los haces i_1 , i_R y i_S barriendo un área A . La tomografía de la ventana está dada por la OPD Δ_{RS} , mientras que la OPD Δ_{RI} es directamente el espesor interior del *housing* ya que el medio es aire (figura 4.3(a)).

Paso 2: Medición de la superficie de referencia contra una superficie de alto grado de planicidad. Se escanea la misma región (A) pero ahora se coloca una superficie plana (S_0) dentro del portamuestra. En el esquema experimental propuesto este elemento fue un espejo con características superficiales seleccionadas de acuerdo a la resolución axial requerida (figura 4.3(b)). En este paso se obtiene la distancia $d(x,y)$ midiendo la OPD Δ_{R0} y la distancia e como $e(x,y) = \Delta_{RI}(x,y) - \Delta_{R0}(x,y)$. Este proceso se hace una única vez y se puede utilizar para distintas muestras mientras no se modifiquen los componentes del *housing*.

Paso 3: Por último, se determina la topografía de las dos superficies R y S medidas con respecto a la superficie patrón (S_0). Con lo que se completa el proceso de caracterización del *housing*.

A modo de ejemplo se muestra a continuación esta secuencia de pasos con una medición real donde se utilizó una ventana sin exigencias en cuanto a planicidad y homogeneidad en sus caras. En este caso la muestra es una superficie metálica plana con un número "2" grabado en profundidad y la ventana superior del *housing* es un portaobjeto de vidrio con cierta deformación natural debida al propio proceso de fabricación, como se esquematiza en la figura 4.4(a).

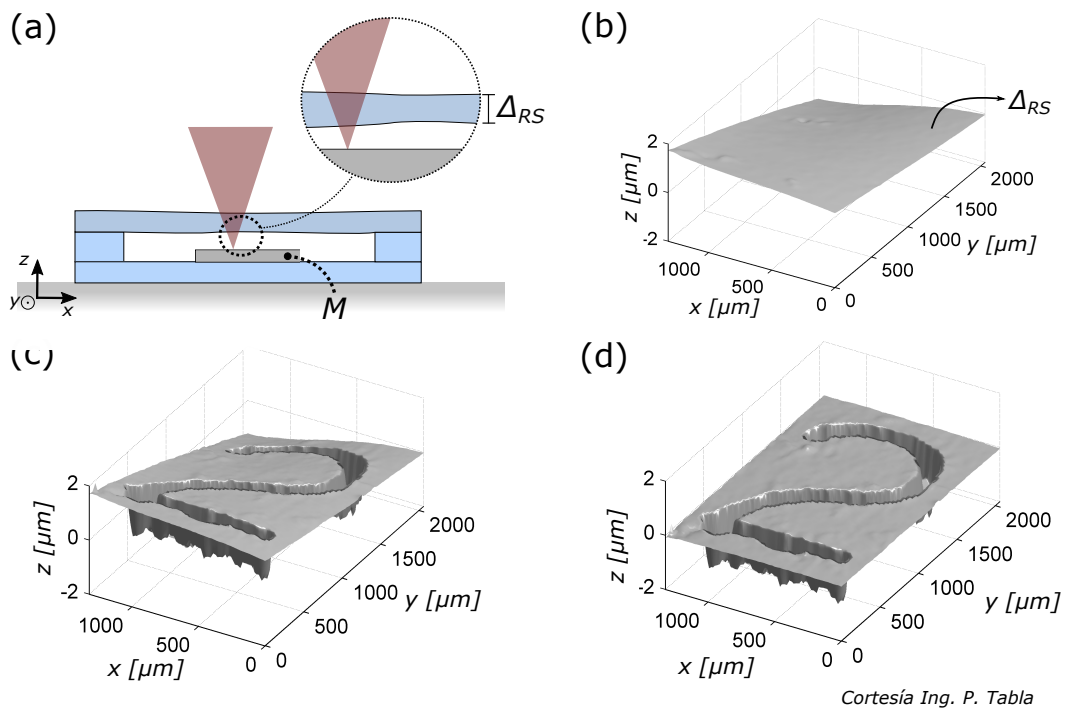


Figura 4.4: Medición de una superficie muestra con una ventana sin requerimientos de planicidad. (a) Esquema del *housing* con la ventana irregular, (b) reconstrucción digital de la deformación propia de la ventan, (c) topografía de la muestra medida y (d) topografía de la muestra después de compensado la deformación de la ventana. M es el espejo utilizado como superficie de calibración S_0 que luego se reemplaza por la muestra.

Para la caracterización de la superficie de la muestra se debe realizar, en primer lugar, la secuencia de pasos indicados anteriormente para caracterizar el *housing*. En la figura 4.4(b) se muestra la imagen obtenida de la superficie de referencia a partir de la OPD Δ_{RS} colocando un espejo (paso 2). Seguidamente, se coloca la muestra y se vuelve

a hacer el mismo barrido.

A partir de los datos medidos se reconstruye la topografía de la superficie afectada por la deformación propia de la ventana, como puede observarse en la figura 4.4(c). La medición previa con el espejo hace posible la reconstrucción corregida de la topografía de la muestra. Esto se hace por medio de un algoritmo de compensación con el que se obtiene la imagen final (figura 4.4(d)) donde puede observarse la topografía de la muestra sin la deformación.

Por otro lado, en función del tipo de muestra que se desee medir surgen dos casos que permite el uso del *housing* una vez calibrada la ventana (ver figura 4.5).

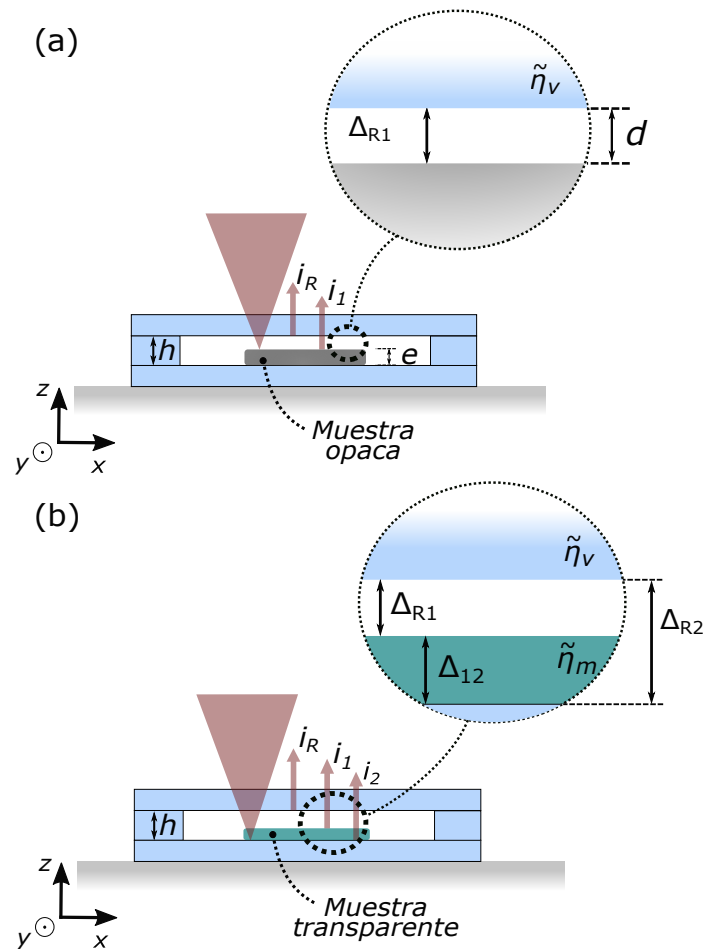


Figura 4.5: Esquema del *housing* para cada caso según la muestra analizada. (a) Caso muestra opaca. (b) Caso de muestra transparente. h : altura de cada soporte, e : espesor de la muestra, \tilde{n}_v : índice de refracción de grupo de la ventana (portaobjetos de vidrio), \tilde{n}_m : índice de refracción de grupo del material transparente.

El primer caso corresponde a la medición de una muestra opaca, donde se obtendría una señal de interferencia compuesta directamente por i_R e i_1 (figura 4.5(a)). Esto permitiría estimar la variación de la OPD como un parámetro Δ_{R1} dependiente de la profundidad (z) en función de dos ejes ortogonales (x, y) mediante el sistema de barrido del sistema de OCT. De esta manera, se puede acceder a la topografía de la muestra, esto es, una reconstrucción de la superficie o relieve de la muestra. En la medición de una muestra opaca la OPD Δ es equivalente a la variable espacial z ya que el medio por el cual se propaga la luz es aire y se considera su índice de refracción de grupo igual a la unidad. Este caso incluye la medición de la muestra del ejemplo anterior del número "2" grabado en un metal.

El segundo caso, que se muestra en el esquema de la figura 4.5(b), corresponde a la medición de una muestra transparente; un caso típico de OCT. Aquí se pueden identificar cada OPD dependiendo del espesor de la misma y su índice de refracción de grupo, ya que la OPD máxima que se puede medir estará determinada por el criterio de Nyquist o por el *falloff* (ecuación 2.7). En este caso, es posible obtener la variación de cada OPD en función de la profundidad a lo largo de x e y y para un caso de tres interfaces, como se esquematiza en la figura, se obtendrían las OPD correspondiente a: Δ_{12} , Δ_{R1} y Δ_{R2} . En este último punto, existe una desventaja debido a que como la ventana es de un material transparente su cara superior (S) presenta una reflexión i_S que puede generar interferencia con las reflexiones provenientes de las interfaces en la muestra. Esto puede llevar a inconvenientes en la búsqueda e identificación de picos y, en algunos casos, a un cruce indeseado del pico correspondiente a la OPD de interés perdiendo información útil. Esto deberá tenerse en cuenta en función de las dimensiones de la muestra que se está evaluando.

En ambos casos se destaca la posibilidad de modificar la distancia entre la referencia y la muestra (h) a partir de la altura de los soportes y teniendo en cuenta el espesor de la muestra independientemente si se trata de un material opaco o transparente. Es decir, que la posición de la OPD para Δ_{RS} va a ser una función que dependerá de la diferencia $h - e$ ($=d$). De modo que es posible elegir una región poco afectada por el *falloff*¹ del detector en presencia de muestras de baja reflectividad mejorando el desempeño de la medición.

Teniendo en cuenta todas estas consideraciones se generaron las bases para la configuración experimental descrita del sistema CPI-OCT y el *housing* con sus principales variantes. Estos conceptos fundaron las bases para extender esta configuración a casos particulares dónde el sustrato de la propia muestra tiene incorporada la "base" como en el caso de los circuitos impresos (capítulo 6), o, donde la "ventana" podría formar parte de la propia muestra como será el caso en la medición de la imbibición en silicio poroso (capítulo 8).

¹ver capítulo 2

4.2. Validación experimental

En esta sección se presentan una serie de resultados experimentales de una evaluación del sistema propuesto con el esquema experimental utilizado en las mediciones que se presentarán en los próximos capítulos. Se distinguen las ventajas mencionadas anteriormente y características generales del sistema respecto a los siguientes puntos:

1. Ventajas de la implementación del portamuestra junto al sistema de barrido.
2. Estimación de la resolución axial y lateral del equipo.
3. Comparación con un equipo comercial.

4.2.1. Ventajas del *housing* junto al sistema de barrido

Para contemplar este ítem se realizaron dos mediciones, una utilizando un interferómetro de Michelson con la configuración convencional de dos ramas independientes y, otra empleando un interferómetro de camino común con el *housing*. Se realiza una comparación a partir de la topografía obtenida de la misma muestra utilizada en la sección anterior que corresponde a una sustrato metálico con número "2" grabado en profundidad.

Para obtener la topografía en la primera medición, se escaneó con un interferómetro tipo Michelson un área de de $1.5 \times 2 \text{ mm}$. Luego, mediante un procesamiento digital de los datos medidos se reconstruyen las imágenes que se exhiben en la figura 4.6(a).

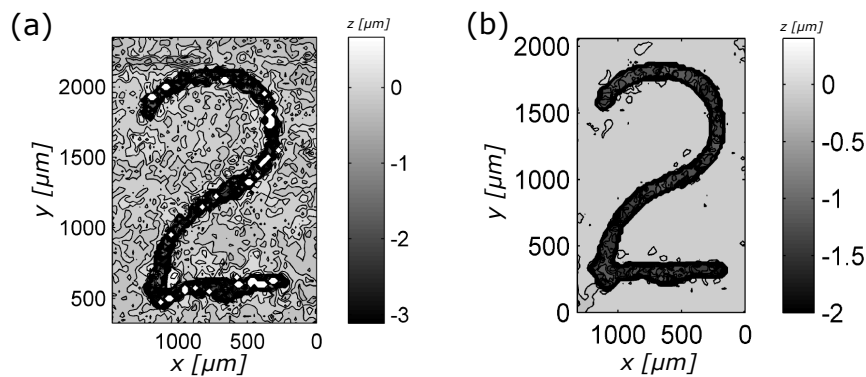


Figura 4.6: Reconstrucción correspondiente a la medición de la muestra metálica con el numero dos grabado empleando dos configuraciones interferométricas: (a) tipo Michelson (convencional, dos ramas) y (b) tipo CP (camino común, rama combinada).

Posteriormente, se midió la misma región de la muestra empleando el interferómetro de camino común con el *housing* como se expone en la figura 4.6(b). Para ambas

medidas se obtuvo un valor de dispersión obtenido como la diferencia entre el valor de cada punto medido y el valor obtenido haciendo un ajuste de la superficie medida con un plano. Con estos valores se evaluó y comparó el desempeño de cada sistema.

En el primer caso, el valor de dispersión obtenido fue de $0.325 \mu\text{m}$ mientras que en el segundo esquema se logra una reducción significativa con un valor de $0.04 \mu\text{m}$. Esto se debe a que la implementación del equipo con el *housing* elimina los errores de cabeceo, alabeo y vuelco propios del sistema de barrido utilizado.

A partir de estos resultados se avanzó en la medición de la resolución espacial lateral y axial y del valor del rango de medición del equipo con el fin de tener una caracterización completa para su uso en la práctica [120]. Para ello, se diseñaron una serie de experimentos que permitieran cuantificar estas magnitudes.

La próxima sección condensa la definición de estas magnitudes, las mediciones realizadas y los valores teóricos obtenidos. A modo comparativo se realizaron estimaciones de la resolución final del sistema partir de mediciones experimentales implementando el sistema CPI-OCT con el *housing* propuesto.

4.2.2. Estimación de la resolución axial y lateral del equipo

La implementación del *housing* dentro de la configuración del interferómetro de camino común abre un abanico de posibilidades en cuanto a aplicaciones en la obtención de tomografías y topografías en distintos materiales. Para este objetivo es clave conocer los valores de la resolución axial y lateral del sistema con el que se está midiendo. En este caso se muestra la metodología utilizada y los valores obtenidos para una configuración experimental típica del equipo de CPI-OCT y el *housing* utilizados en el laboratorio para obtener las mediciones que se mostrarán en este trabajo.

Una primera estimación de la resolución axial esta dada por la longitud de coherencia de la fuente de luz (ecuación 2.3). El equipo propuesto emplea una fuente de luz que presenta un espectro amplio con una longitud de onda central $\lambda_0 = 830 \text{ nm}$ y está acotado por el rango de detección del espectrómetro a un ancho espectral de $\Delta\lambda = 180\text{nm}$ (ver figura 3.1). De modo que se puede estimar un valor de l_c de $\approx 1,7 \mu\text{m}$.

Por otro lado, es posible estimar un valor experimental de la longitud de coherencia (l_c) a partir de la transformada de Fourier de la señal digital del espectro de la fuente (figura 4.7(a)) tomando el valor dado por el FWHM en el pico, como se muestra en la figura 4.7(b). En este caso el valor obtenido ronda los $3 \mu\text{m}$ y constituye una segunda cota para el valor de la resolución axial del sistema.

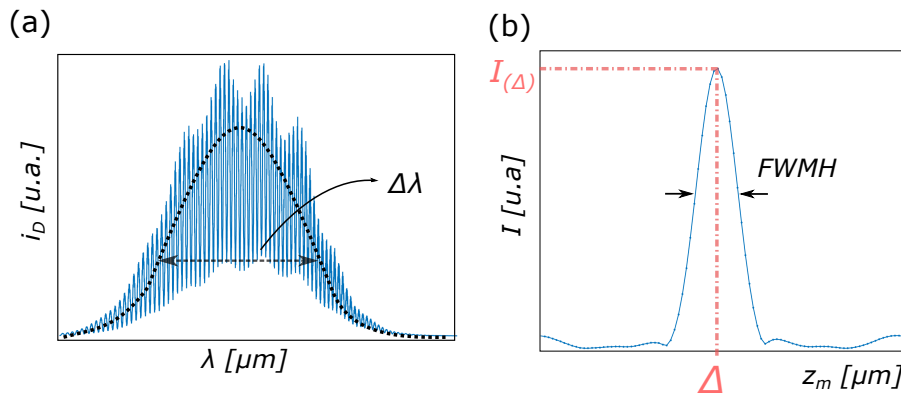


Figura 4.7: (a) Espectro de emisión del láser empleado en el equipo de CPI-OCT con una modulación típica correspondiente a la señal de interferencia. Se superpone un ajuste gaussiano (línea continua negra). (b) Pico correspondiente a la FFT de la distribución gaussiana y estimación de la longitud de coherencia l_c a partir del FWHM.

No obstante, se obtuvo una estimación experimental que muestra que la resolución axial puede tener un valor inferior a los calculados anteriormente. El criterio utilizado es tomar como valor para la resolución axial a la mínima variación que puede resolver el sistema ante un cambio en la OPD en la dirección del haz incidente. Para esto se evaluaron una serie de experimentos en muestras donde la OPD varíe en forma controlada. Uno de estos experimentos consistió en la medición de la variación en la diferencia de camino óptico dada por el espesor de una gota de alcohol isopropílico sobre un portaobjetos mientras se evaporaba en aire a condiciones normales de presión y temperatura.

El procedimiento fue el siguiente: se colocó una gota de alcohol isopropílico sobre un portaobjetos en una platina fija como se muestra el esquema de la figura 4.8(a). Luego se midió el valor de la OPD ($=\Delta_{R1}$) mientras se producía la evaporación de la gota a partir de la señal de interferencia a intervalos regulares de tiempo y en el mismo punto de la muestra. Mediante el procesamiento digital de los datos medidos se obtuvo la curva de la figura 4.8(b) que indica el valor de OPD en función del número de muestra.

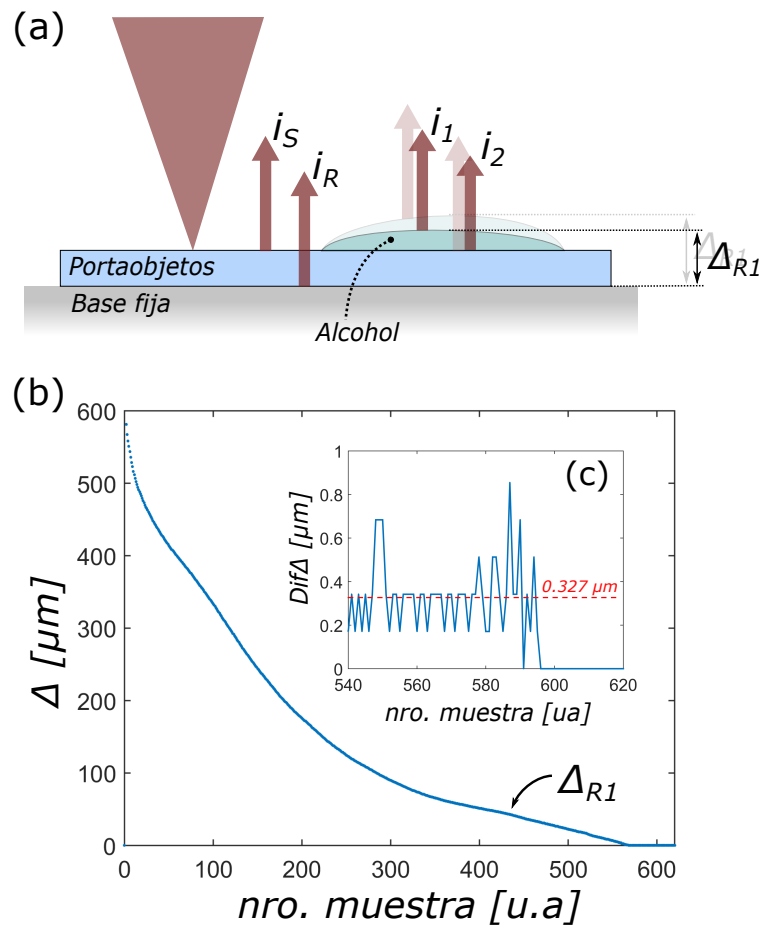


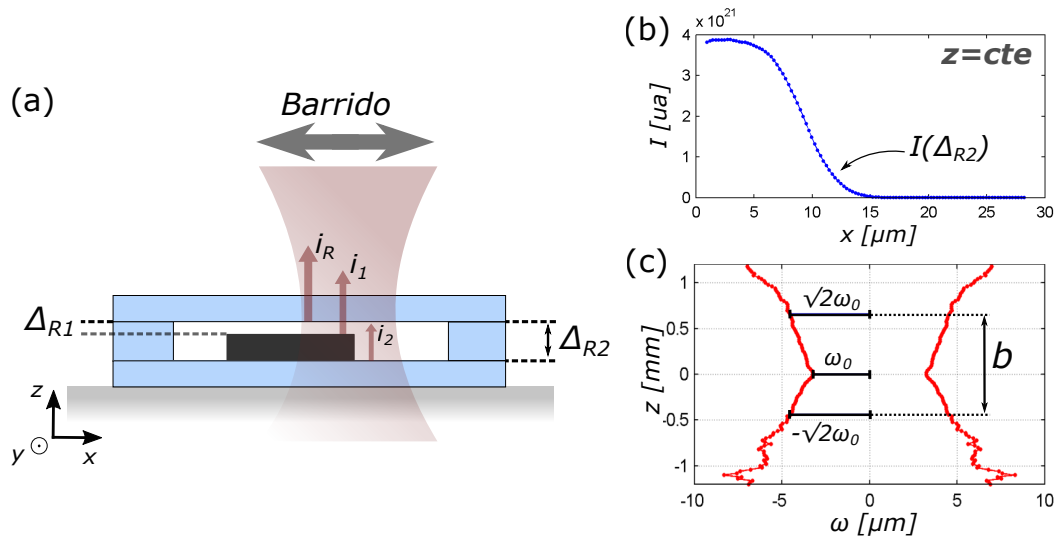
Figura 4.8: Estimación experimental de la resolución axial. (a) Esquema de la muestra propuesta. (b) Curva de la OPD Δ_{R1} en función del número de muestras. (c) Detalle de la diferencia entre valores de OPD consecutivos ($Dif\Delta$).

El cambio en el espesor presentó un comportamiento de tipo exponencial dado por el proceso de evaporación lo que permitió obtener cambios en la OPD decrecientes haciendo posible la estimación de la resolución axial de acuerdo al criterio propuesto. Para el cálculo, se realizó la diferencia de la OPD ($Dif\Delta$) definida como una resta entre puntos consecutivos y la curva resultante se grafica en la figura 4.8(c). Desde allí, se obtuvo un valor promedio para la resolución axial de $0.327 \mu\text{m}$ (línea punteada roja). Este valor se puede extrapolar para el caso de una medición de área o de volumen ya que la implementación del *housing* permite compensar errores propios del sistema de barrido. Sin embargo, se ha comprobado que otros factores como las variaciones de reflectividad de la muestra por diferentes niveles de rugosidad superficial o variables de carácter experimental, como el tiempo de integración del espectrómetro y el código de

adquisición, pueden generar valores superiores de resolución.

En cuanto a la resolución lateral, el valor teórico se puede estimar a partir de la ecuación 2.5. A modo de ejemplo para este caso se tomó el diámetro del *spot* a la entrada de la lente de enfoque (lente de OCT) con un valor de $d = 2,62$ mm. Este parámetro queda determinado por los componentes ópticos del sistema de colimación. Si se considera una longitud de onda central de $\lambda_0 = 830nm$ se obtiene un valor para la resolución lateral de $\Delta x = 7,2$ micrones.

Para este tipo de resolución también se obtuvo un valor experimental a partir de la medición, de manera indirecta, del tamaño del *spot* del haz incidente sobre la muestra en el plano focal y en planos paralelos ubicados por encima y por debajo de este plano. Esto permite conocer el tamaño del *spot* en toda la región de interés, una información clave en la obtención de tomografías o topografías de una muestra.



Cortesía Ing. P. Tabla

Figura 4.9: Estimación experimental de la resolución lateral. (a) Esquema detallado empleado para realizar los barridos a lo largo del eje x a diferentes alturas empleando el *housing*. (b) Variación de la intensidad de la OPD dada por el factor Δ_{R2} (función error). (c) Reconstrucción de la variación de la cintura del haz gaussiano en función de la altura del foco (derivada de la función error).

Para esta estimación se implementó una técnica basada en el método de la cuchilla [19, 45] pero con una mejora interesante que consiste en utilizar la señal de interferencia para conocer la posición en el eje z correspondiente a cada barrido. Para esto se utilizó el mismo esquema del *housing* utilizando una muestra opaca y plana con un borde bien definido (figura 4.9(a)). Para cada altura z , se hace un barrido de $30\mu m$ en un solo eje (eje x), desde un punto inicial (donde el borde bloquea completamente el haz) hasta un

punto final (donde el borde no bloquea el haz). Este proceso también puede realizarse de manera inversa.

A lo largo de cada barrido se hace una medición de la amplitud y posición de los dos picos de OPD correspondientes a Δ_{R1} y Δ_{R2} . Se muestra en la figura 4.9(b) solo la variación del pico de la OPD Δ_{R2} a lo largo del eje x , con $x = 0$ en el extremo derecho y con un barrido de derecha a izquierda; ya que el comportamiento de Δ_{R1} es análogo. Se estimaron sucesivas curvas en diferentes valores de z , con pasos de $20 \mu m$. Cada curva es equivalente a la función error y mediante su derivada se puede reconstruir el perfil del haz gaussiano. Con este procedimiento se obtiene un mapeo completo del tamaño del *spot* como se muestra en la figura 4.9(c). Desde el perfil reconstruido se obtuvo un diámetro del *spot* en el plano focal de $6,5 \mu m (= 2\omega_0)$, un valor menor al teórico.

Complementariamente, desde el perfil gaussiano de la figura 4.9(c) también es posible tener un orden de magnitud del parámetro confocal b (ver capítulo 2). Y que a partir de los datos medidos se estimó en $1 mm$ aproximadamente.

Por último, se calculó la profundidad máxima de imagen a partir de la ecuación 2.4 (criterio de Nyquist) y la ecuación 2.5 (por el *falloff*). Considerado un espaciado en longitud de onda de $\delta\lambda_s = 0,049 nm$, se tiene un valor para $\Delta z_{max,1}$ de aproximadamente $3.5 mm$.

En este caso en particular, en que la fuente del equipo tiene un ancho de banda mayor al que presenta el espectrómetro, cubriendo la totalidad de píxeles en el CCD, se puede tomar que el intervalo de muestreo ($\delta_s k$) es igual a la intervalo espectral ($\delta_r k$). Y aplicando la relación 2.5 se puede estimar un valor de $\Delta z_{max,2} = 3 mm$, que resulta ser menor a $\Delta z_{max,1}$. Por lo tanto, $\Delta z_{max,2}$ representará la máxima OPD medible por el sistema presentado en este trabajo.

A continuación se muestran una serie de mediciones que se propusieron a fin de comparar el sistema propuesto con un equipo comercial que si bien no realiza la medición de la misma manera, es un equipo basado en interferometría. Se destacan el tipo de material que permite medir cada equipo remarcando sus diferencias y similitudes.

4.2.3. Comparación con equipo comercial

A partir de las primeras mediciones obtenidas con el interferómetro de camino común, los procedimientos descritos anteriormente y la implementación del *housing*, se lograron reconstruir imágenes topográficas y tomográficas en distintos tipos de muestras. Las imágenes fueron generadas con un software de desarrollo propio y utilizando algoritmos basados en los diagramas de bloques descritos en el capítulo 3. Con base en estas mediciones se decidió realizar una comparación con un perfilómetro óptico comercial en sala limpia marca (Veeco Wyco NT1100) dentro de una colaboración con el Departamento de Micro y Nanoelectrónica (DMN) de la Comisión Nacional de Energía Atómica (CNEA).

En este trabajo en conjunto se buscó principalmente, contrastar las imágenes obtenidas a partir de los datos medidos con cada sistema y evaluar las características a favor y en contra de cada equipo. Todos los casos analizados en esta comparación constan de topografías de materiales, por lo que se reemplazará directamente la OPD Δ de interés por la variable espacial z en todos los gráficos.

En primera lugar, se midieron muestras que no presentaran dificultades en la medición para ninguno de los dos equipos. Se exhibe en la figura 4.10(a) y (b) la medición de una superficie plana de silicio sometida a una litografía en forma de cruz. Aquí se puede observar que ambos equipos ofrecen el mismo tipo de imágenes y se destacan principalmente los valores en profundidad (según eje z) que resultaron similares, como se muestra en las figuras 4.10(c) y (d). En general, en las comparaciones realizadas en este tipo de muestras se obtuvieron diferencias menores a $0.5 \mu\text{m}$ en los valores medidos con cada equipo.

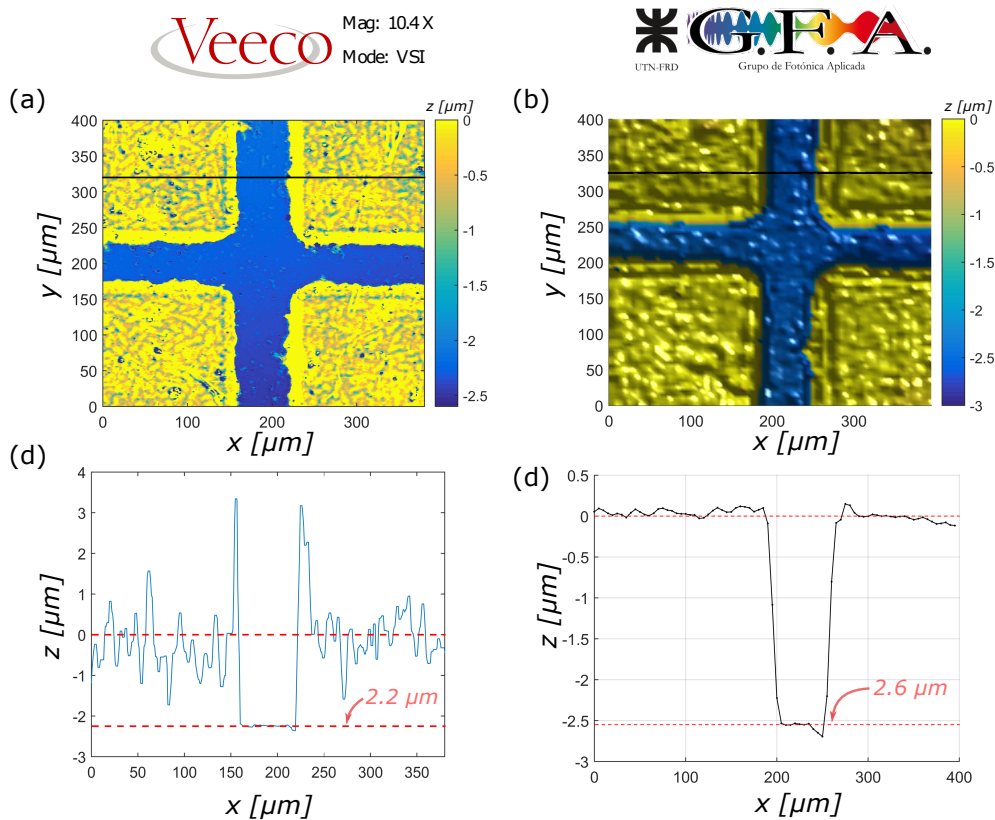


Figura 4.10: Mediciones comparativas entre equipos de una muestra de silicio producto de litografía (a) Vista de planta de la medición con software del equipo comercial y (c) perfil seleccionada con altura media. (b) Reconstrucción de la medición con OCT y (d) perfil seleccionado con altura media.

En segundo lugar, se presenta la comparación de otras mediciones obtenidas en una zona de un circuito impreso con tinta conductora. Se presenta la zona medida de la muestra con una fotografía obtenida con un microscopio **Olympus modelo BX51** de la figura 4.2(a).

En este caso se comparan con imágenes generadas a partir de los datos obtenidos con ambos equipos. Se puede apreciar en la figura 4.2(b) y (c) la similitud en la imagen de una porción de un electrodo impreso con un ancho de alrededor de $400 \mu\text{m}$ y un espesor (o alto) de la tinta de $10 \mu\text{m}$. Puede observarse una notable diferencia en la densidad de puntos que proporciona la medición con cada equipo donde se destaca la técnica de OCT en este tipo de muestras.

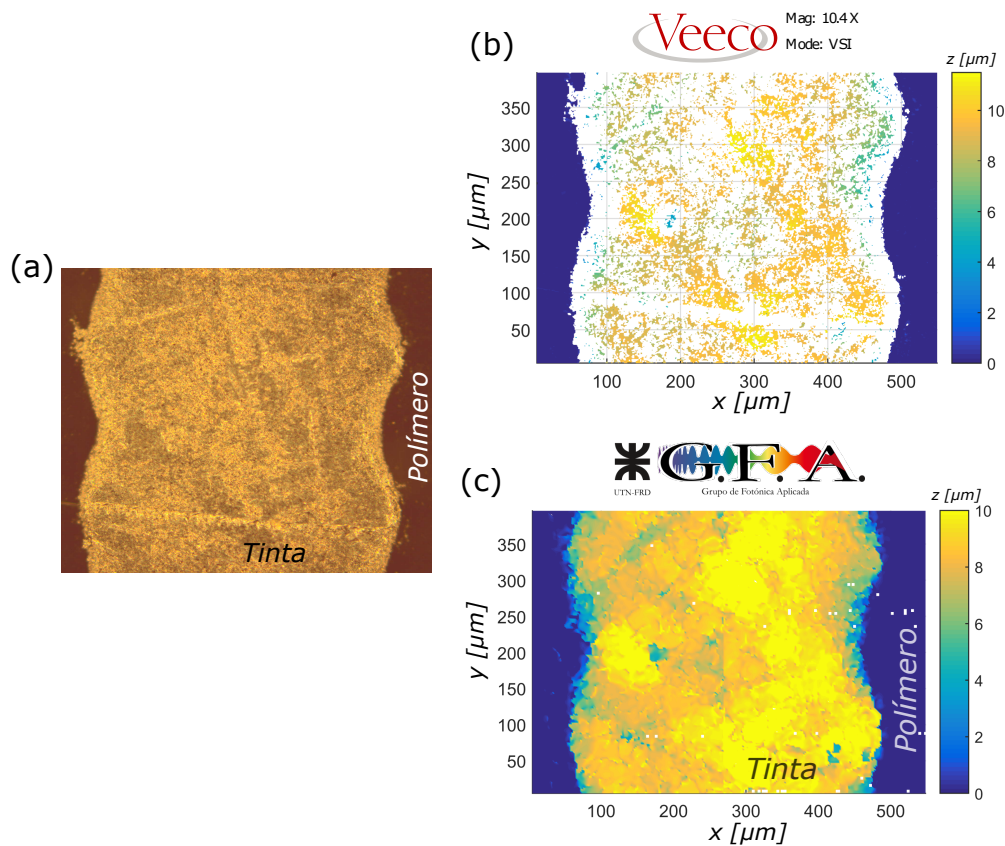


Figura 4.11: Muestra de tinta conductiva sobre un sustrato flexible. (a) Fotografía con microscopio óptico Olympus de la muestra. Imagen a partir de los datos medidos con (b) equipo comercial y (c) CPI-OCT.

En tercer lugar, se exhibe un caso donde se encuentran diferencias en la prestación de ambos equipos. La muestra corresponde a una tinta de plata sobre un sustrato cerámico de alúmina porosa. En la figura 4.12(a) se expone una fotografía de la muestra mediante

el mismo microscopio óptico que se usó en el caso anterior.

Luego del procesamiento de los datos se generaron las imágenes de la figura 4.12(b) y (c). A partir de estas imágenes de las mediciones realizadas con cada equipo puede apreciarse que en el caso del perfilómetro comercial no es posible obtener una imagen clara de la topografía de la superficie, ni siquiera diferenciar entre tinta y sustrato (4.12(b)). En estos casos, para el caso del equipo comercial, se suele aplicar una capa metálica de unos pocos nanómetro de espesor por deposición química de vapor, pulverización catódica o algún método equivalente, sobre la superficie de la muestra para mejorar su reflectividad y resolver este tipo de inconvenientes.

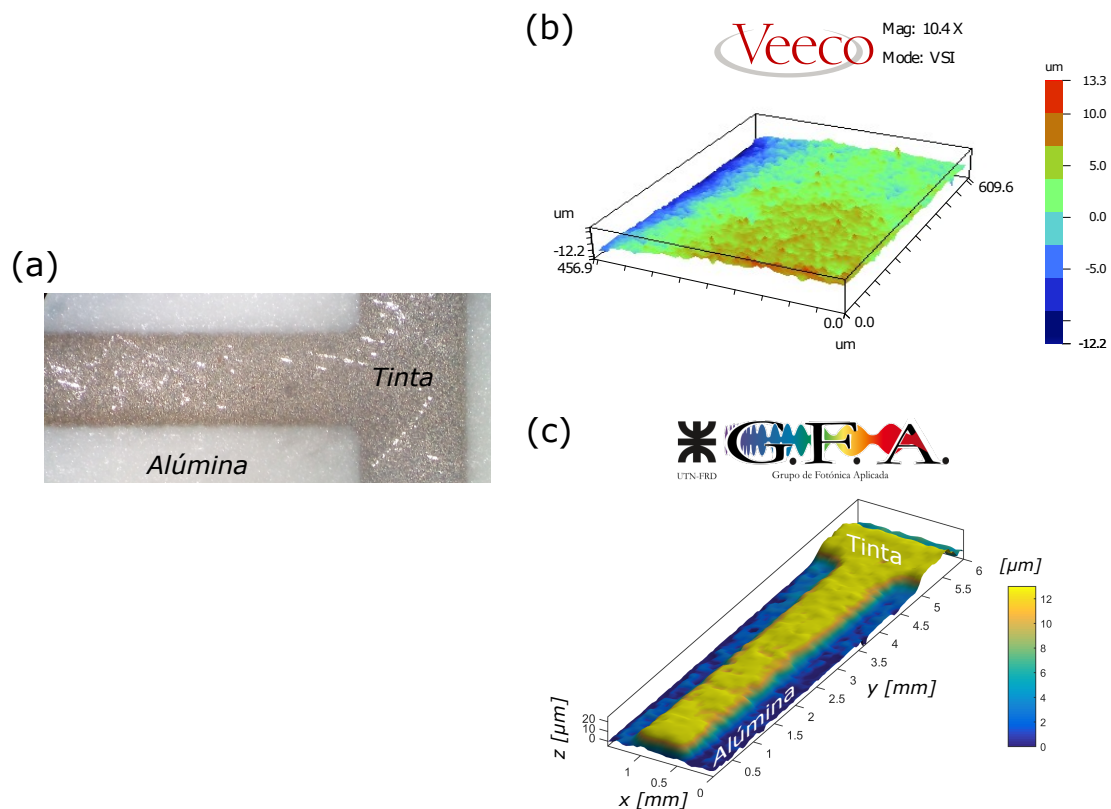


Figura 4.12: Muestra de tinta conductiva de plata sobre un alúmina (porosa). (a) Fotografía con microscopio óptico Olympus. Imagen reconstruida a partir de la medición con (b) equipo comercial y (c) CPI-OCT.

En cambio, en la imagen de la figura 4.12(c), que se obtuvo con el equipo CPI-OCT, se pueden identificar las zonas de tinta y sustrato e incluso la altura de tinta depositada. La dificultad para medir este tipo de muestras en el equipo comercial realza la prestación

¹Este valor se comparó con un rugosímetro mecánico en el INTI obteniéndose espesores similares

que ofrece el sistema de OCT, debido a que no requiere ninguna preparación previa de la muestra o ambientes controlados (sala limpia).

Con base en esta última sección presentada y en los resultados de las muestras analizadas, especialmente en el caso de materiales opacos, surgió la idea de hacer un patrón de alturas personalizado para ser caracterizado con el sistema de OCT propuesto y el equipo comercial usado en la comparación. La fabricación de este patrón se proyecta como parte de un trabajo a futuro en colaboración con el grupo del DMN de CNEA que posee gran experiencia en litografía sumada a la capacidad de contrarrestar las mediciones con equipos comerciales. Esto brindaría la posibilidad de encontrar y cuantificar la mínima distancia medible por el equipo presentado en esta tesis e incluso extender a otros sistemas interferométricos.

4.3. Conclusiones

En resumen, se observó que la implementación del *housing* trajo una serie de ventajas y mejoras incorporándose dentro del equipo CPI-OCT. Lo más relevante de este portamuestra yace en su bajo costo y la capacidad de poder adaptarse a la muestra analizada confiriéndole al equipo una gran versatilidad. Se detalló el procedimiento de calibración y las posibilidades que brinda este accesorio en cuanto a la medición de muestras opacas y transparentes obteniéndose imágenes con una reducción en el error en el barrido que se redujo en un factor cercano a 10, comparado con los sistemas convencionales. Se validó experimentalmente la adición de este elemento a un sistema de CPI-OCT a partir de valores para la resolución final del equipo de manera experimental con importantes diferencias respecto a las teóricas.

Por último, en la comparación de los equipos se puede concluir que el sistema CPI-OCT con el *housing* tiene un gran desempeño y es comparable a equipos comerciales. Como ventajas se pueden mencionar: el bajo costo del diseño, la medición de áreas más grandes, la gran sensibilidad para muestras de baja reflectividad que se manifiesta en una mayor densidad de puntos medidos. Como desventajas se pueden nombrar: mediciones más lentas debido al sistema de barrido (dos motores ortogonales), un sistema mecánico menos robusto dado la falta de diseño estructural. Estos puntos podrían ser el principio para tareas posteriores junto al desarrollo de un software más amigable para usuarios no expertos.

Capítulo 5

Aplicaciones por cambios de índice de refracción

El índice de refracción es un parámetro óptico importante en muchos campos, como en la industria farmacéutica [118], la producción de alimentos [34] e industrias de base química [189] utilizado para controlar y conocer las características y propiedades del producto final. Como una extensión de la obtención de este parámetro se puede incluir áreas para la caracterización de procesos a partir de las variaciones de índice de refracción en diferentes sistemas [48].

Sin embargo, los datos del índice de refracción para algunos líquidos no se encuentran en bibliografía de referencia y en muchos casos deben medirse [1]. Recientemente, se han aplicado ampliamente técnicas de medición interferométrica para determinar el índice de refracción de líquidos [165, 91] con el fin de estimar y correlacionar este parámetro con propiedades tanto físicas como químicas. En las últimas décadas, se ha incluido también la técnica de OCT ya que permite medir el índice de refracción (dentro del rango de detección) y el espesor en forma simultánea o independiente en muestras simples o sistemas multicapas con una alta resolución espacial [178, 33, 190].

En este capítulo se describe la implementación del *housing* junto al sistema de CPI-OCT orientado a aplicaciones que involucran la medición de índices de refracción de grupo para muestras líquidas. Se plantea como objetivo analizar las posibles aplicaciones en la caracterización de materiales y procesos por medio de este parámetro. Se plantea un procedimiento de dos mediciones para el cálculo del índice a partir de un simple cociente con el esquema de OCT presentado.

Se exhibe la metodología y los resultados obtenidos para dos aplicaciones concretas. La primera es el estudio del curado de una resina por etapas con irradiación UV con la idea de implementar un monitoreo *in situ* y de manera continua. Y la segunda es la obtención de la topografía y tomografía de una gota sobre un sustrato metálico. Por último, se presenta la posibilidad de emplear un tipo de medición que se denominó modalidad dinámica y que permitirá la caracterización de procesos dinámicos.

5.1. Estimación de índice de refracción de líquidos

En los inicios de la implementación del equipo de OCT de camino común junto al *housing* se trataron mediciones que involucraban cambios de índice de refracción de líquidos homogéneos. Se buscó cubrir sistemas con el objetivo de medir su índice de refracción y relacionarlos con propiedades que brinden información de los materiales y su entorno, o bien, de procesos que se dan en ellos. Esto se logró mediante un esquema como el que se exhibe en la figura 5.1(a).

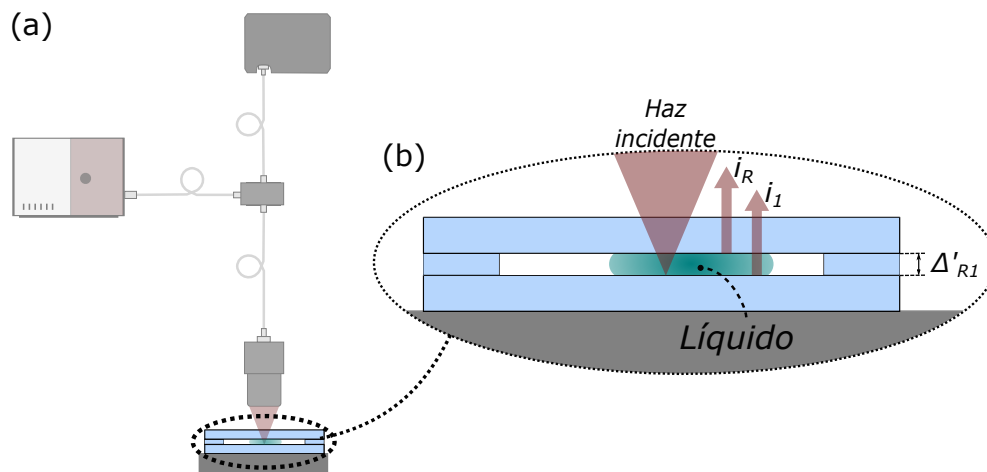


Figura 5.1: (a) Esquema de la configuración CPI-OCT con el portamuestra para medir índice de refracción de un líquido (b) Detalles del *housing* para la medición de líquidos.

Para estos casos, la muestra líquida se coloca en el interior del *housing* con ayuda de una micropipeta donde incide el haz láser como se ve en la figura 5.1(b). El líquido debe cubrir la mayor superficie posible dentro del *housing* para asegurar que el láser está incidiendo sobre la zona a medir.

Se toman dos mediciones: la primera es con el *housing* vacío donde se obtiene un valor de OPD Δ_{R1} y, la segunda es con el líquido dentro del portamuestra donde se consigue un valor de OPD Δ'_{R1} . Luego, para estimar el valor de índice de refracción de grupo de la muestra líquida se hace el cociente entre el valor de la OPD en cada caso, es decir, que el índice de refracción de grupo se estima como: $\tilde{\eta} = \Delta'_{R1}/\Delta_{R1}$. Esta consideración es válida porque se puede suponer que el espesor del interior del portamuestra (d) es prácticamente constante y se atribuye la variación de la OPD solamente a un cambio en el índice de refracción de grupo.

En función a algunas mediciones de líquidos simples, como agua ultradestilada e isopropanol, se obtuvieron índices de refracción de grupo con errores relativos $< 1\%$ y una repetitividad en cada medición con una dispersión despreciable.

De esta manera, se plantea un procedimiento general que se debe seguir para la estimación del índice de refracción de grupo de líquidos y será la base para la aplicación que se muestra a continuación.

5.2. Curado de una resina por irradiación UV

El proceso de curado de polímeros termoestables está impulsado fuertemente por la impresión 3D y 4D irradiada con luz que contempla áreas que incluyen la escritura directa con láser [29, 176], la manufactura aditiva [117, 114, 15, 170] y el desarrollo de sensores [65], entre otras. Dentro de este trabajo se plantea como objetivo estudiar las posibilidades de aplicar OCT como un método capaz de aportar información *in situ* y en línea del estado interno del material en temas como el grado de curado, la temperatura local, la viscosidad, así como también la caracterización del producto final.

Dentro de los métodos no destructivos que se emplean actualmente con este objetivo se encuentran la Espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) [64, 69], Espectroscopia Vibracional Raman [115], sensores de fibra óptica [42, 9], e incluso se pueden incluir algunos trabajos del uso de OCT en la área de odontología para caracterizar el curado de resinas [169, 53] y en impresión 3D para identificar las capas impresas [138] pero sin contemplar los objetivos propuestos en esta ocasión.

En este capítulo se presenta un estudio preliminar donde se aplicó el sistema de OCT de camino común para la medición del índice de refracción con el fin de caracterizar el proceso de curado por etapas de una resina. Esto surgió de un trabajo en colaboración con el [Laboratorio de Electrónica Cuántica](#), en el Departamento de Física de la Facultad de Ciencias Exactas y Naturales, UBA. El objetivo de la colaboración es determinar la factibilidad en el uso de OCT y la variación del índice de refracción para obtener información del proceso de curado y la posibilidad de realizar una medición dinámica y en simultáneo del proceso de curado por absorción de dos fotones [26].

5.2.1. Variación del índice en curado por etapas

Con la idea de abarcar los objetivos propuestos respecto al trabajo en colaboración con el LEC se presenta la medición del curado de una resina por etapas con irradiación UV. Se efectuaron una serie de mediciones empleando una resina comercial [NOA63](#), que es utilizada normalmente como adhesivo óptico y que ha generado particular interés para el caso de impresión 3D en la micro y nanoescala. Dicha resina fue irradiada en etapas con una lámpara de [tubo germicida](#) en el rango UV.

Para descartar la influencia de la absorción en el UV del vidrio que compone la ventana del *housing* en el proceso de curado, se tomó un espectro de absorbancia de dicha ventana con un espectrofotómetro [Mecasys modelo Optizen Pop](#). A partir de esta

medición se pudo comprobar que la absorción era despreciable en la región del espectro UV que contemplaba el curado.

Respecto al esquema del *housing* utilizado se armó un sistema compuesto como se muestra en la figura 5.2, donde la resina esta contenida entre la ventana de vidrio (superficie superior) y un espejo como superficie inferior.

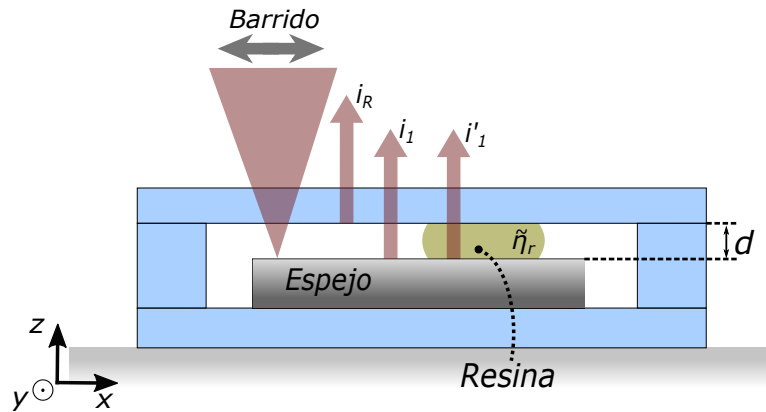


Figura 5.2: Esquema experimental empleado para la medición de la resina donde nombran las partes del sistema y se indican las reflexiones consideradas para las señal de interferencia. \tilde{n}_r : índice de refracción de grupo de la resina. d : distancia entre la ventana y la superficie del espejo.

Las mediciones se realizaron haciendo un barrido lineal sobre una región que incluye una zona del espejo sin polímero y una zona con polímero. En ese barrido se mide la OPD en la zona con resina (Δ'_{R1}) y la OPD en la zona sin resina (Δ_{R1}), en función de la posición a lo largo del eje x . Luego se repite la misma secuencia de medición una cantidad de veces en cada etapa del proceso de curado.

En el primer paso de medición se toma un conjunto de perfiles de la muestra con la resina no curada, que se toman como valor de referencia. Luego, se inicia el proceso de curado iluminando la muestra con una lámpara UV a lo largo de 25 minutos en 4 etapas. Seguidamente, y en cada una de las etapas del proceso de curado, se mide el valor de la OPD a lo largo del eje x .

En el gráfico de la figura 5.3(a), se muestra un perfil de valores de OPD correspondiente a Δ_{R1} y (Δ'_{R1}) para una medición típica y que en este caso corresponde a la primera etapa de la medición. En este caso se hizo un barrido de 6 mm y se muestra claramente el cambio en el valor de la OPD cuando se pasa de la zona sin resina a la zona con resina y que está dado por la altura entre la ventana y el espejo multiplicada (d) por el índice de refracción de grupo de la resina (\tilde{n}_r).

A partir de los datos medidos se calculó el índice de refracción de grupo para cada punto del barrido como el cociente entre la OPD en la zona con resina (Δ'_{R1}) y la OPD

en la zona sin resina (Δ_{RI}).

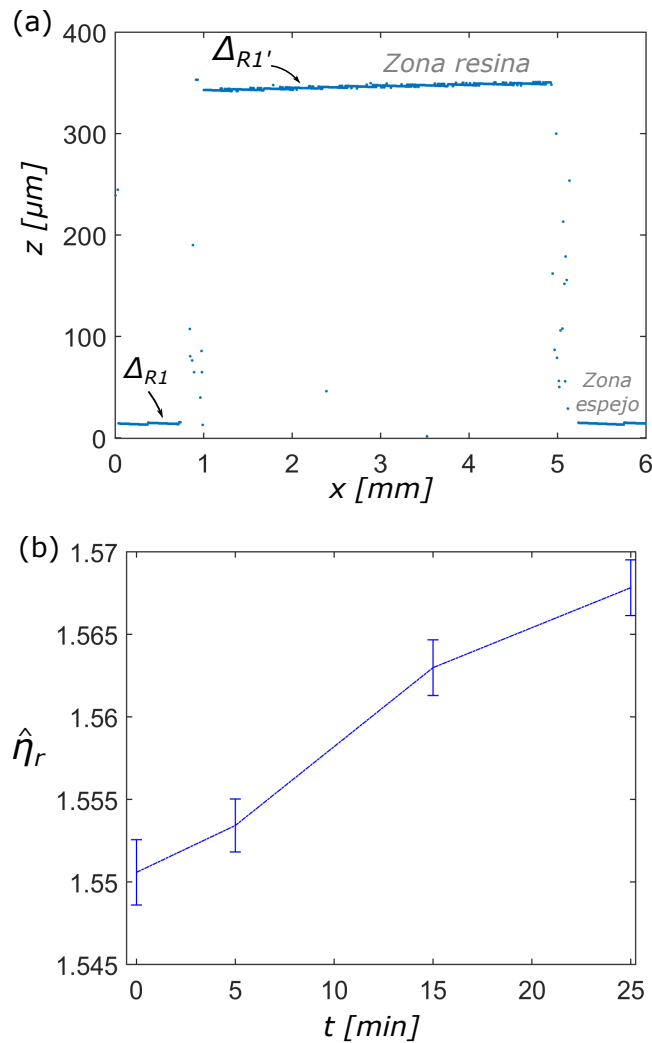


Figura 5.3: Medición de curado de la resina. (a) Barrido a lo largo del eje x sobre la muestra a partir de la OPD en cada zona medida. (b) Índice de refracción de grupo promedio (\hat{n}_r) calculado a partir de la OPD con su desvío estándar correspondiente (barras).

De esta manera, mediante el cociente entre los puntos correspondientes a cada zona se obtuvo una serie de valores de índice de refracción de grupo para cada etapa del proceso. Estos valores se muestran en la figura 5.3(b) donde se grafica la variación del índice de refracción de grupo promedio (\hat{n}_r) en función del tiempo de curado de la resina. Se puede observar una tendencia que muestra un incremento del índice de refracción de

grupo en función del tiempo de exposición de la resina a la luz UV con un error relativo del orden del 0.05 %.

El procedimiento descrito en esta ocasión se considera como una instancia preliminar a un análisis dinámico donde se propone hacer la medición con OCT en forma simultánea al proceso de curado de la resina, que podría hacerse con una fuente de radiación UV o infrarroja, para el caso de la técnica por absorción de dos fotones.

5.3. Topografía y tomografía de una gota

Dentro de los trabajos realizados para medición de índice de refracción una de las aplicaciones que resultaron de interés fue la caracterización de materiales líquidos en forma de gota. Se pueden citar algunos trabajos como antecedentes en este tipo de aplicaciones de OCT con el fin de caracterizar líquidos [158, 60, 82] y que ha tenido un importante crecimiento a partir de la consolidación de la técnica en los últimos años junto al surgimiento de nuevas fuentes de luz, elementos ópticos de bajo costo y sistemas integrados [129, 119].

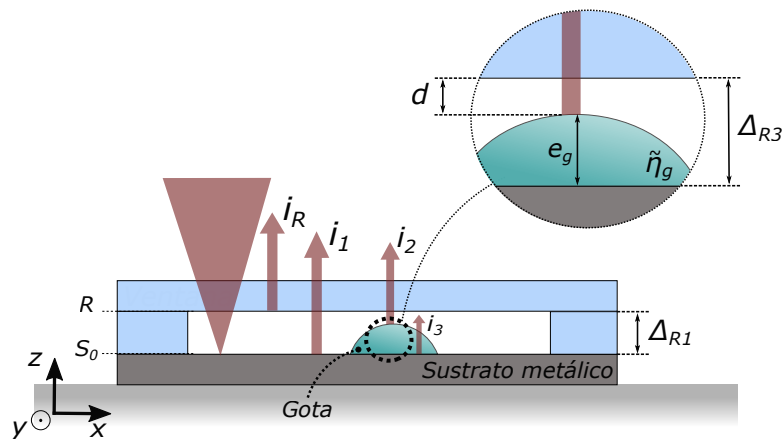


Figura 5.4: Detalle del *housing* para la medición de una gota identificando sus componente principales. e_v : espesor de la ventana, e_g : espesor de la gota, \tilde{n}_g : índice de refracción de grupo de la gota, d : distancia entre la superficie de la gota y la superficie R , S_0 : superficie superior del sustrato metálico.

En este tipo de aplicaciones se utiliza un esquema en donde la gota a medir se coloca sobre un sustrato dentro del sistema de CPI-OCT y el *housing*, como se esquematiza en la figura 5.4. El objetivo es obtener una imagen tomográfica, una imagen topográfica o las dos imágenes en forma simultánea. Esto se genera haciendo un seguimiento de varias OPD dentro del rango de barrido en dos dimensiones en el plano (x, y) de acuerdo a los esquemas presentados anteriormente.

Para estos casos se deben registrar un conjunto de diferencias de camino óptico a fin de obtener la información requerida. Entre ellas se encuentran: la OPD entre la superficie de referencia (R) y la superficie del sustrato cuando está presente la gota (Δ_{R3}), la OPD entre la superficie R y la superficie de la gota (Δ_{R2}), y en forma simultánea (o en una medición previa) la OPD entre la superficie R y la superficie del sustrato S_0 fuera de la región ocupada por la gota (Δ_{R1}).

En el estudio de este tipo de sistemas se puede suponer que el haz de luz tiene incidencia normal a la superficie de la gota por lo que cada OPD se puede expresar como:

$$\Delta_{R3} = d + e_g \tilde{\eta}_g \quad , \quad \Delta_{R1} = d + e_g \quad , \quad \Delta_{R2} = d \quad (5.1)$$

Donde e_g es el espesor de la gota, $\tilde{\eta}_g$ es el índice de refracción de grupo de la gota y, d es la distancia entre la cara inferior de la ventana (R) y la superficie de la gota, donde se toma un índice de refracción igual a la unidad debido a que el medio es aire.

A modo de ejemplo se presenta la medición de este conjunto de OPD en una gota de agua ultrapura obtenida mediante un equipo [Millipore Direct-Q 3 UV](#).

En la figura 5.5(a) se exhibe un perfil tomográfico a partir de un barrido unidimensional a lo largo del eje x con el sistema de OCT y el *housing*. Partiendo de este *B-scan* se extraen los distintos perfiles (*A-scan*) correspondientes a los valores de los OPD en distintas profundidades (z) y se obtienen los parámetros de interés: Δ_{R3} , Δ_{R2} y Δ_{R1} .

Para conseguir la topografía de la gota en función de la posición (x, y) es suficiente usar las relaciones obtenidas en la expresión 5.1. Se puede obtener el espesor de la gota y su forma para todo punto simplemente haciendo la resta de los valores Δ_{R1} y Δ_{R2} , es decir:

$$e_g = \Delta_{R1} - \Delta_{R2} \quad (5.2)$$

Cuando se trata de una gota de un líquido transparente y homogéneo, se puede suponer que el índice de refracción de grupo tiene un valor constante en todo el volumen. Con esta suposición se puede obtener otra expresión para el espesor de la gota, utilizando la diferencia entre los valores de Δ_{R3} y de Δ_{R2} como:

$$e_g = \frac{\Delta_{R3} - \Delta_{R2}}{\tilde{\eta}_g} \quad (5.3)$$

Donde $\tilde{\eta}_g$ es el índice de refracción de grupo a lo largo de todo el eje x .

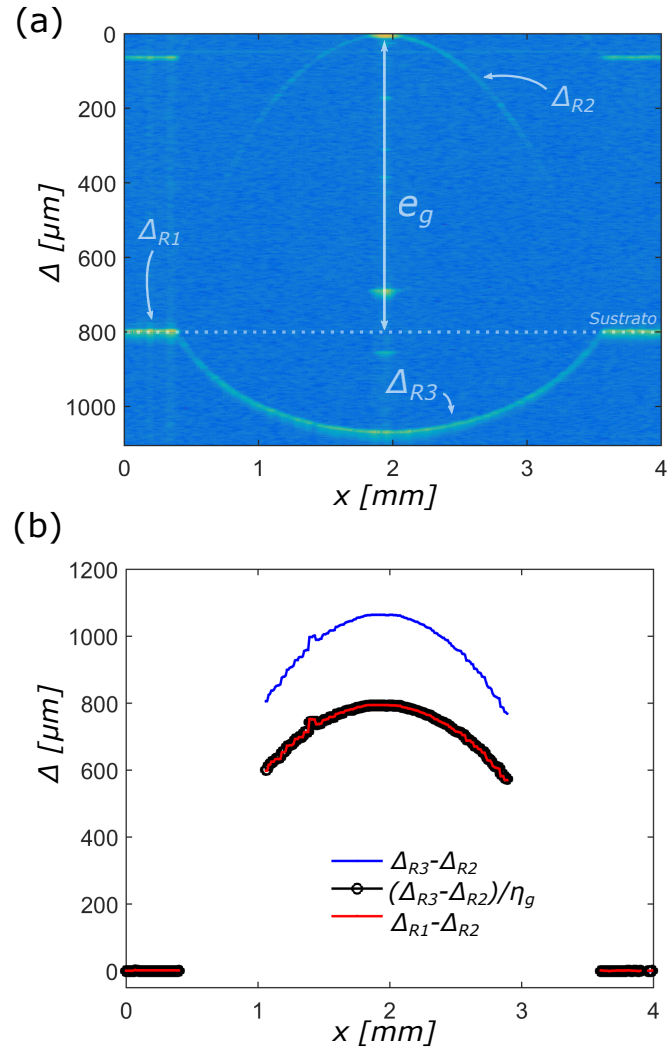


Figura 5.5: Imagen reconstruida a partir de OCT de una gota sobre un sustrato metálico. (a) Imagen tomográfica (*B-scan*), (b) Curvas obtenidas desde la imagen tomográfica.

Para encontrar el valor de $\tilde{\eta}_g$ en cada punto x de la muestra se puede utilizar la expresión:

$$\tilde{\eta}_g = \frac{\Delta_{R3} - \Delta_{R2}}{\Delta_{R1} - \Delta_{R2}} \quad (5.4)$$

Es conveniente obtener este valor a partir del punto medido en el centro geométrico de la gota, donde el haz incidente es paralelo a la normal a la superficie (las razones de esta elección se aclaran en los párrafos siguientes). Con los datos de la figura 5.5(a) se obtuvo un valor de $\tilde{\eta}_{gc} = 1,3414$. Este valor que coincide con los valores obtenidos a

partir de un cálculo numérico mediante la ecuación 2.1 y datos experimentales tomados de publicaciones [44, 93].

Usando la relación 5.2 junto con los datos de la medición en la figura 5.5(a) se pudo obtener un perfil que representa el espesor de la gota (e_g) (curva roja) y un perfil que equivale al espesor por el índice ($\tilde{\eta}_g e_g$) (curva azul), ambas a lo largo del mismo eje x . Estas curvas se muestran superpuestas en la figura 5.5(b). En la misma figura se grafica además una tercera curva (curva negra) que resulta del cociente entre los valores de $\tilde{\eta}_g e_g$ (curva azul) y el valor calculado de $\tilde{\eta}_{gc}$ según la relación 5.4. El hecho de que la curva roja y la curva negra coincidan es un indicador de que el índice de refracción de la muestra se mantiene constante en la región central.

El procedimiento de medición y la comparación entre curvas descrito anteriormente permite obtener un mapeo del índice de refracción en distintas zonas de una muestra. Esto ofrece un especial interés en materiales donde el índice se puede relacionar con procesos como el secado, cambios de estado, cristalización, polimerización, etc.

Para realizar este mapa de índice de refracción a lo largo del eje x es necesario considerar los valores de la curva ($\Delta_{R3} - \Delta_{R2}$) y los puntos de la curva $\Delta_{R1} - \Delta_{R2}$. Sin embargo, no es posible realizar un cálculo directo aplicando la relación 5.4 ya que existen zonas donde no hay incidencia normal del haz a la superficie de la gota y el valor de $\tilde{\eta}_g$ será muy diferente a medida que el punto en la medición se aleje del centro de la gota. Se debe realizar una corrección que tenga en cuenta la propagación del haz refractado en el interior de la gota y como se desvía de la dirección normal al sustrato según la ley de Snell. En estos casos es necesario aplicar un criterio similar al denominado "corrección inversa del índice de refracción" [163] para salvar las diferencias en los valores de índice estimados, especialmente, cerca de los bordes.

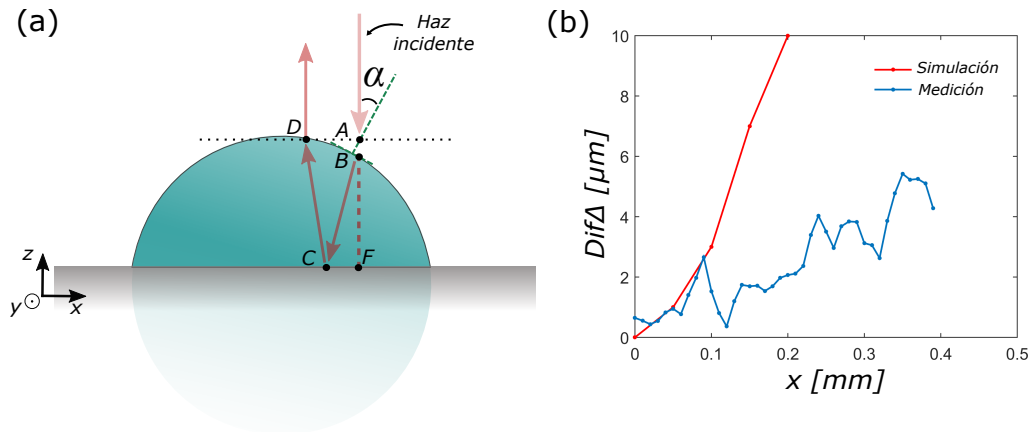


Figura 5.6: (a) Esquema de la gota y la marcha de rayos en el haz refractado dentro de la gota. (b) Diferencia entre curvas e_g y ($\Delta_{R3} - \Delta_{R2}$) respecto a la posición en x , donde $x = 0$ corresponde al centro de la gota (curva azul). Se superpone en rojo la curva obtenida en la simulación.

A partir de los resultados obtenidos de la medición de la gota esta diferencia se manifiesta en un desacople entre las dos curvas correspondientes a $\Delta_{R1} - \Delta_{R2}$ y a $(\Delta_{R3} - \Delta_{R2})/\bar{n}_g$. Los valores de la resta entre estas curvas ($\text{Dif}\Delta$) se muestra en el gráfico de la figura 5.6(a), donde se se puede observar un aumento de la diferencia a medida que el punto medido (x) se aleja del centro de la gota (en $x = 0$).

Para mostrar valores típicos de esta diferencia, se realizó una simulación suponiendo una gota con forma esférica de agua destilada de 800 micrones de radio (similar al valor obtenido en el experimento anterior). Se indica en el esquema de la figura 5.6(b) la trayectoria del haz de luz que incide sobre la gota y el valor del camino óptico que se desea obtener. En este esquema se muestra el camino óptico desde el punto A, un haz que incide sobre la gota (punto B) que es refractado (segmento \overline{BC}) y luego reflejado en el sustrato (segmento \overline{CD}), y finalmente sale de la gota (punto D).

Se compara el camino óptico del haz con la distancia (óptica) que se desea obtener dada por el segmento \overline{BF} (figura 5.6(b)). En esta comparación se obtuvieron valores que se superponiendo en la curva roja de la figura 5.6(a). La diferencia entre los valores simulados y medidos se debe a que se comparan gotas con distintas geometrías. En el caso de la simulación se tomó una gota esférica por simplicidad y para reproducir la gota real se debería contemplar una forma achatada en los bordes.

Por lo tanto, el caso presentado se convierte en un punto de partida para explorar otras geometrías y optimizar la simulación a fin de generalizar este procedimiento para otros sistemas con distintos líquidos en diferentes sustratos.

5.4. Modalidad dinámica

Como parte de las ventajas del equipo de CPI-OCT y el *housing* se implementó una tipo de medición que se denominó modalidad "dinámica". Esta modalidad tiene el objetivo de utilizarse en sistemas en los cuales se desea caracterizar dimensiones o propiedades del material que varían en función del tiempo durante la medición.

Para ejemplificar esta modalidad se muestra el caso del cambio estructural de una gota debido al proceso de evaporación en un esquema similar al de la sección anterior. El procedimiento consta de una serie de mediciones repetitivas sincronizando la toma de datos, esto es la señal de interferencia y la posición del punto medido en la muestra en función del tiempo, por lo que adquiere relevancia el sistema de barrido del equipo. Para esto se trabajó en la optimización del registro de datos y en los tiempos de medición donde se lograron barridos con una tasa de alrededor de 3 *puntos/s* lo que equivale aproximadamente a 0.2 $\mu\text{m/s}$ tomando un *A-scan* en cada punto de la muestra.

Esta modalidad se logra gracias al sistema de barrido del equipo de OCT que consta de una platina con dos motores paso a paso ortogonales entre sí cada uno conectado independientemente a un *encoder* que permite medir su posición absoluta. El movimiento en este caso se realiza con un solo motor. Se genera una serie de *B-scan* repetitivos y

se registra la posición asociada a cada punto medido, tal como se muestra en la figura 5.7(a).

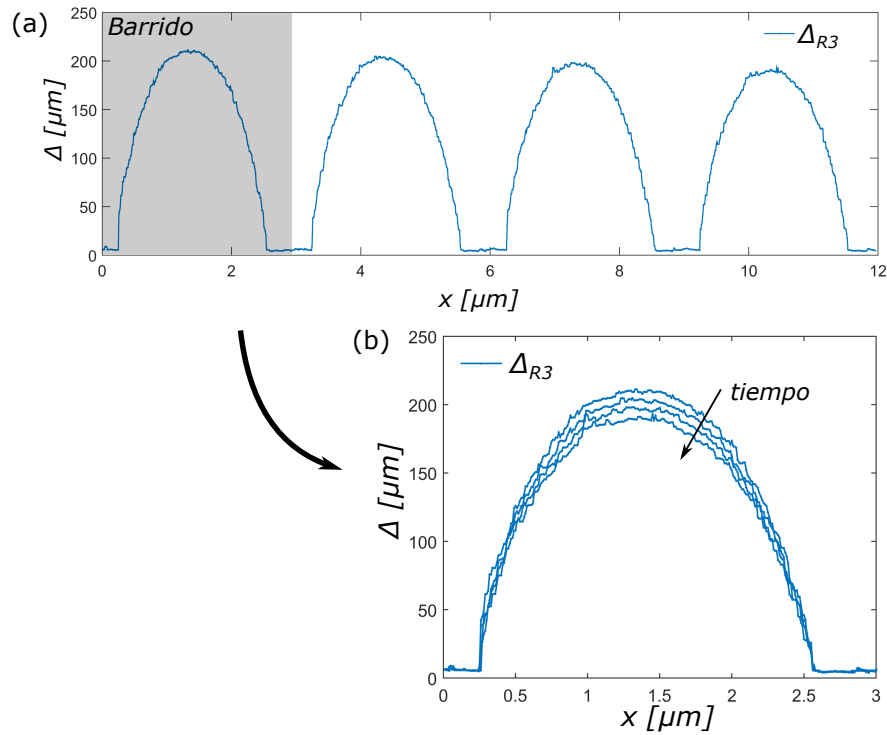


Figura 5.7: Ejemplo de la modalidad dinámica. (a) Serie de perfiles de la tomografía (Δ_{R3}) en función de la posición x para la medición de la gota sobre el sustrato metálico. (b) Perfiles superpuesto en función de la posición y del tiempo.

Con la posición registrada se determina también el tiempo. Esto se hace midiendo el desplazamiento de la muestra en cada barrido y verificando que el movimiento es a velocidad constante. Entonces, desde el conjunto de datos medidos se extrae cada *B-scan* en función del número de barrido y se lo relaciona con una variable temporal. De esta forma, se representa la variación de la OPD en función del tiempo. En el ejemplo de la gota puede observarse como disminuye su volumen en función del tiempo a través de su tomografía (el índice por el espesor de la gota) como muestra la figura 5.7(b).

Por lo tanto, la implementación de esta modalidad evidencia la capacidad de correlacionar la evolución en función del tiempo de una OPD en la muestra con cambios estructurales en el material debido a determinados fenómenos como el tratado en el último capítulo de esta tesis.

5.5. Conclusiones

El equipo presentado se afianzó como un método para obtener el índice de refracción de líquidos donde se destaca la medición del proceso de curado por etapas de una resina con irradiación UV donde se observa una tendencia creciente del índice de refracción en función del tiempo. Este hecho brinda un concepto que se podría extrapolar a una medición del curado de la resina a medida que se mide con OCT en simultáneo en modalidad dinámica. Los experimentos se consideran satisfactorios para un primer intento y a partir de los resultados obtenidos se observa un buen punto de partida con adecuada potencialidad para nuevos experimentos buscando explorar en aplicaciones de estereolitografía y escritura directa por láser *in situ*.

Por otro lado, se puede concluir que la implementación del equipo desarrollado para medir la morfología de una gota sobre un sustrato metálico es factible y se puede extender a otros sistemas en función de las características que se desean obtener. La baja dispersión observada en la región de los bordes de la gota con la OPD de la tomografía ofrece una característica que podría llegar a ser provechosa en mediciones donde se desea caracterizar gotas de líquidos sobre sustratos que presentan ángulos abruptos.

Por último, la modalidad dinámica presentada que provee el sistema de barrido del equipo permite la caracterización de procesos a partir de cambios en la OPD en función del tiempo con la posibilidad de extenderse a diferentes tipos de muestras.

Capítulo 6

Circuitos impresos en sustratos flexibles

La electrónica impresa abarca diferentes áreas, entre las más difundidas se encuentran la producción de celdas solares, etiquetas, *packaging* inteligente, baterías, iluminación (OLED), pantallas y sensores médicos [39]. En la industria gráfica nacional se ha tomado como objetivo estratégico el desarrollo de productos locales basados en esta tecnología apoyados en proyectos de investigación coordinados por diversas instituciones como son la Fundación Gutenberg (FG), el Instituto Nacional de Tecnología Industrial (INTI) y la Fundación Argentina de Nanotecnología (FAN). Con la motivación dada por uno de estos proyectos llevado adelante por la Fundación Gutenberg y basado en el desarrollo de tintas conductoras² se planteó estudiar las posibilidades de aplicar la técnica de OCT en la caracterización del volumen y superficie de circuitos impresos en ciertos sustratos. Esta línea formó parte del trabajo llevado adelante en esta tesis.

Las muestras generadas con los procesos de impresión utilizados actualmente en la industria gráfica deben ser optimizados para la generación de pistas conductoras, lo que exige homogeneidad en volumen y superficies planas, con parámetros necesarios para asegurar una buena conductividad eléctrica en áreas que van desde las décimas de milímetro cuadrado hasta varios centímetros cuadrados. Las muestras deben imprimirse sobre diversos sustratos (polímero, papel, cerámicas, etc.) y ser compatibles con las prácticas estándar de la industria gráfica [168, 147].

Uno de los objetivos en el mencionado proyecto fue optimizar los procesos de impresión con nuevas tintas para lograr el control en la medición de la conductividad (o resistividad) del impreso debido a que esta propiedad es la base del buen funcionamiento de los distintos elementos basados en esta tecnología. La resistencia eléctrica está íntimamente relacionada con el volumen impreso de tinta conductora y sus morfología

²PDTs: "Desarrollo de técnicas fotónicas para caracterización de tintas y recubrimientos utilizados en procesos gráficos."

superficial, por lo que su caracterización es un proceso clave para el análisis final del proceso. Teniendo en cuenta esta necesidad han surgido varios trabajos en los últimos años que utilizan técnicas ópticas para caracterizar superficialmente pistas de tinta conductora y no conductora sobre diferente tipo de sustratos y que incluyen la técnica de OCT [62, 43].

En este capítulo se mostrará la aplicación del equipo de CPI-OCT con el *housing* para la caracterización superficial de tintas impresas en sustratos flexibles. Se tratan de muestras mixtas con zonas opacas y transparentes en el ancho de banda de la fuente de luz y del detector, por lo que se emplearán un procedimiento mixto a lo expuesto en el capítulo 4. Se plantea la obtención de topografías de estos elementos impresos, la posibilidad de determinar los volúmenes y áreas impresas junto con parámetros que permiten asegurar una resistividad uniforme y evitar irregularidades en circuitos impresos.

Este capítulo se organizará de la siguiente manera: en primer lugar, se realiza una explicación breve del funcionamiento y características de cada proceso de impresión utilizado para generar la muestras medidas. En segundo lugar, se presentan las configuraciones experimentales empleadas en cada caso junto a los resultados de las topografías de muestras representativas de cada proceso de impresión sobre sustratos flexibles. Para el caso de serigrafía se presenta, a modo de ejemplo, una caracterización con parámetros de rugosidad lineal y superficial realizada con un software de desarrollo propio y que puede extenderse al resto de las muestras. Se incluye el caso de un impreso multicapa con un material dieléctrico depositado sobre la capa de tinta. Por último, se expondrá un caso especial que ofrece un *housing* con dos ventanas con la idea de obtener el volumen de tinta depositado del impreso completo y en tres dimensiones de una muestra de flexografía.

6.1. Impreso por serigrafía

La serigrafía es una técnica simple que consiste en transferir imágenes o patrones por medio de una pantalla de seda o tela metálica muy fina. Esta técnica tiene la capacidad de imprimir sobre cualquier material y permite obtener espesores de tintas en el rango de los 10 a 100 μm [116].

Las muestras en este caso se generaron mediante serigrafía utilizando tinta conductora a base de grafito impresa sobre PET previamente tratado (tratamiento corona³). Esta aplicación fue producto de un trabajo en colaboración con el Departamento de Nanomateriales Funcionales (DNF) perteneciente al INTI (Instituto Nacional de Tecnología Industrial). Las muestras forman parte de un proyecto de este grupo para utilizar los impresos como biosensores que son funcionalizados con distintas técnicas (químicas o físicas) [149, 67]. Para asegurar una correcta funcionalización es importante la caracte-

³Descarga de alta frecuencia que aumenta la adhesión de una superficie de plástico.

rización de la resistividad que está íntimamente relacionada con el espesor y rugosidad superficial en toda el área impresa.

Estas muestras fueron facilitadas por el DNF y los impresos analizados se realizaron en una máquina [Screen printer DEK248](#) en el Centro Galés para la impresión y recubrimiento ([WCPC, Welsh Centre for Printing and Coating](#)), mediante una estada en el marco del proyecto con la Fundación Gutenberg [148]. En este centro se efectuaron una serie de actividades que se enfocaron en el preparado y caracterización de biosensores compuestos por tintas conductoras sobre sustratos flexibles producidos por serigrafía y flexografía. Para la caracterización superficial de los impresos se usaron distintos instrumentos, entre ellos un interferómetro de luz blanca ([Veeco Wyco NT1100](#)) y un microscopio de enfoque infinito ([Alicona](#)). Estos equipos presentan características similares del sistema comercial de la sección 4.2 del capítulo 4 y se considera como punto de partida para la caracterización de este tipo de muestra y que se presenta en esta sección.

6.1.1. Parámetros de rugosidad

Para la caracterización de este tipo de sistemas, se buscó establecer una relación entre el desarrollo de algoritmos propios y las necesidades de potenciales usuarios. Para ello se evaluó la implementación de parámetros lineales y de superficie para la rugosidad generados a partir de los datos medidos y con la idea de seleccionar ciertos factores que caractericen el impreso [168].

Se tomó como base la familia de parámetros de rugosidad que se utilizan comúnmente en este tipo de mediciones en distintas áreas de la industria y se resumen en las normas [ASME B46.1-2002](#), [ISO 4288:1996](#) y [ISO 4287:1997](#). Se toma como convención para cada parámetro de rugosidad lineal el uso de letra R mayúscula para el caso 1D, y la letra S mayúscula para la rugosidad superficial o 2D. Cada parámetro se acompaña con un subíndice que identifica la ecuación que se usó en cada caso [185, 102].

Para este caso se seleccionaron los parámetros de R_a y S_a . El R_a se define como el promedio aritmético del perfil de alturas con respecto a un nivel cero que se toma como base y que se determina con una serie de puntos (x, z) donde x representa la coordenada de abscisas y z el valor de altura correspondiente y se define matemáticamente como:

$$R_a = \frac{1}{l_u} \int_0^{l_u} |z(x)| dx \quad (6.1)$$

Donde $z(x)$ es el perfil lineal medido a lo largo de una distancia l_u . Por analogía se puede extender el valor de R_a para el caso discreto para un cierto número de puntos obtenidos usualmente mediante instrumentos de medición mecánicos u ópticos. Por lo tanto la ecuación 6.1 se transforma en:

$$\tilde{R}_a = \frac{1}{u} \sum_{i=1}^u |z_i| \quad (6.2)$$

Donde z_i es cada ordenada medida y u el número de puntos considerados.

Por otro lado, el parámetro S_a representa el promedio aritmético superficial y es un caso general del R_a . Este parámetro se puede expresar matemáticamente como:

$$S_a = \frac{1}{l_u l_v} \int_0^{l_u} \int_0^{l_v} |z_{(x)} z_{(y)}| dx dy \quad (6.3)$$

Donde l_u y l_v representan el largo de la medida en dos ejes ortogonales entre si formando un área ($l_u l_v$), $z_{(x)}$ es el perfil lineal respecto al eje x y $z_{(y)}$ es el perfil lineal en función del eje y .

De forma análoga al caso anterior, este parámetro se puede definir en forma discreta como:

$$\tilde{S}_a = \frac{1}{uv} \sum_{i=1}^u \sum_{j=1}^v |z_{i,j}| \quad (6.4)$$

Donde u y v representan el número de puntos medidos respectivamente en ejes perpendiculares entre sí y que conforman un área de barrido, respecto a la superficie de la muestra medida. Tanto la medida del valor de \tilde{S}_a como el de \tilde{R}_a puede ser expresada en unidades de longitud (μm).

Como objetivo central en este trabajo se decidió realizar un análisis comparativo entre los resultados en la obtención de estos parámetros, en la misma muestra y aplicando algoritmos de desarrollo propio con los datos medidos por el equipo desarrollado y por un equipo comercial de características similares. Para eso se obtuvieron los dos parámetros (\tilde{R}_a y \tilde{S}_a) partiendo de las mediciones realizadas con el equipo de CPI-OCT y con el equipo comercial (Veeco) mencionados en el capítulo anterior. Se decidió tomar como muestra a analizar los impresos por serigrafía debido a la uniformidad de la superficie y como base para caracterizar circuitos impresos más complejos. A partir de estas mediciones se inició un trabajo en colaboración con el grupo de la Fundación Gutenberg para extender estos parámetros a otros de uso específico y bajo demanda y poder correlacionarlos con variables de proceso en ensayos en máquina como pueden ser el tipo de impresión, la velocidad de impresión, el tipo de tinta y sustrato, entre otras.

6.1.2. Resultados

La configuración del *housing* que se empleó en esta aplicación se esquematiza en la figura 6.1. Se adaptó la muestra impresa al portamuestra ya que el área cubierta por la medición fue una porción de la muestra final del proceso de impresión. De modo que se recortó el impreso en una forma rectangular aproximada a las dimensiones del *housing*.

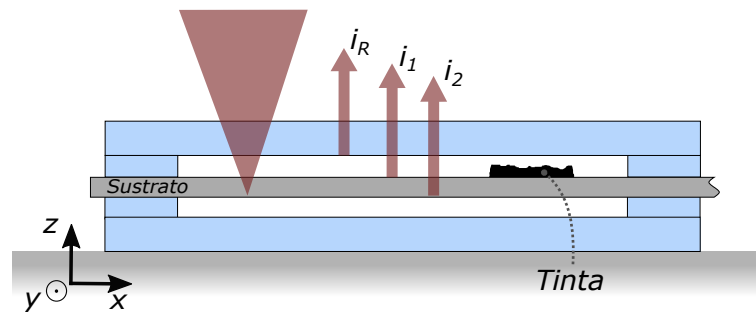


Figura 6.1: Configuración del *housing* para el caso de tintas conductoras sobre sustrato flexible producto del proceso serigráfico y flexográfico.

El sistema impreso presenta una variedad de reflexiones y solo se hizo hincapié en las interfaces que dan información sobre los parámetros que se deseaban medir. Se pudo extraer la topografía de la superficie del impreso a partir de la OPD Δ_{R1} producto de la interferencia entre los haces i_R y i_1 . Por otra parte, se puede obtener información adicional de la tomografía del polímero siguiendo la Δ_{R2} , que solo se podrá determinar en las zonas sin tinta y se omitirá en estos casos. Esto se debe a que los materiales que componen la tinta absorben el haz incidente, por lo que las zonas impresas son opacas a diferencia del polímero que es transparente en ese rango de longitudes de onda.

En este caso se hizo un barrido de un área de $3.5 \text{ mm} \times 8 \text{ mm}$ empleando el equipo de CPI-OCT con el *housing*. La medición se realizó sobre una muestra con un electrodo impreso empleando una tinta a base grafito sobre un sustrato de polímero (PET) de $200 \mu\text{m}$ de espesor.

De acuerdo al procedimiento descrito en la sección 3.2.4 del capítulo 3 se presenta a modo de ejemplo en la figura 6.2(a) una imagen digital que muestra la reconstrucción de la forma y dimensiones de la superficie de un electrodo. En la figura se puede observar 6.2(b) como el proceso de impresión genera una inhomogeneidad en el centro del electrodo. Este tipo de características tiene una fuerte dependencia con el tipo de vehículo⁴. Esto abrió una línea que se espera continuar a futuro y apunta a incorporar el equipo de medición en la misma máquina de impresión.

⁴Barniz utilizado y que es crítico en la definición de las propiedades de la tinta, su penetración, viscosidad, resistencia, secado, tensión superficial, etc.

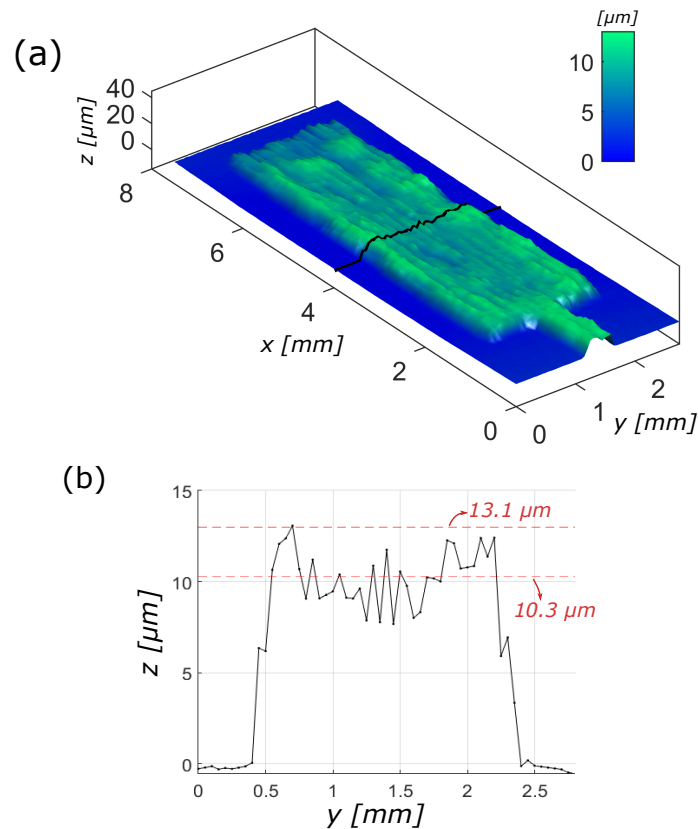


Figura 6.2: Topografía de la superficie de la muestra de serigrafía siguiendo la OPD dada por Δ_{R1} . (a) Imagen 3D de la topografía de la muestra con perfil arbitrario superpuesto. (b) Perfil arbitrario ampliado donde se remarcan la altura media y máxima (línea roja punteada).

Por otra lado, se destaca nuevamente la ventaja que ofrece la técnica en la posibilidad de medir grandes áreas (mayores al cm^2) lo que significa una clara ventaja si se la compara con otras técnicas ópticas con resoluciones espaciales comparables. En este caso la única limitación es el rango del sistema de barrido utilizado como se comentó oportunamente.

6.1.3. Rugosidad lineal y superficial

Como se comentó con anterioridad se estimaron valores de rugosidad para este tipo de impresos mediante los parámetros \tilde{R}_a y \tilde{S}_a . Se representan en la figura 6.3 las imágenes correspondientes a la muestra de un impreso por el método de serigrafía. Estas imágenes se utilizaron para la comparación entre las mediciones realizadas con el sistema de CPI-OCT con el *housing* (6.3(a)) y con el equipo comercial Veeco (6.3(c)).

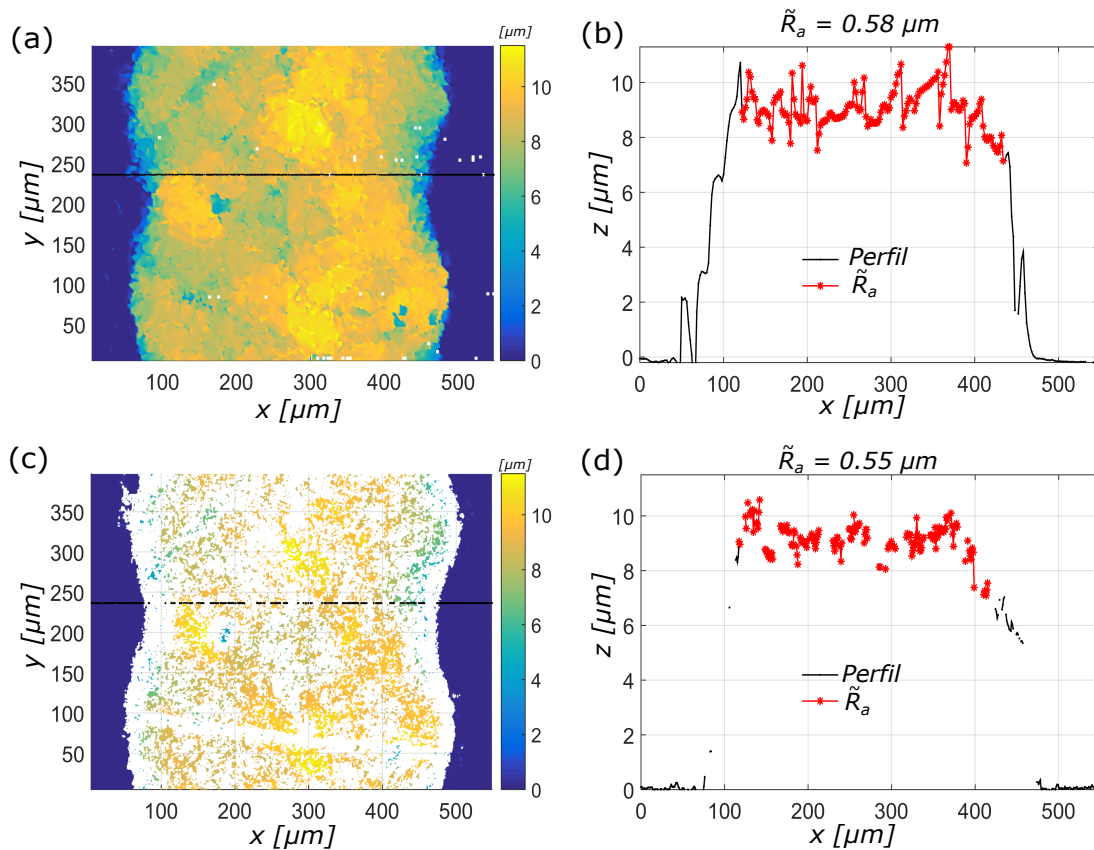


Figura 6.3: (a) Imagen reconstruida a partir de la medición con el sistema de CPI-OCT y el *housing*. (b) Perfil extraído de la medición con el \tilde{R}_a correspondiente. (c) Topografía mediante sistema comercial (Veeco). (d) Perfil extraído de la medición con el \tilde{R}_a correspondiente.

A partir de estas imágenes se estima un valor de \tilde{R}_a con los puntos medidos (en rojo en el figura 6.3(b)) y a partir de la ecuación 6.2. El valor está expresado en micrones y se utiliza solo un perfil de la topografía del área medida. A modo de ejemplo, y para la muestra que se presenta en la figura se obtiene con el equipo CPI-OCT un valor de \tilde{R}_a de $0.58 \mu m$ mientras que para un perfil en la misma zona de la muestra con el equipo comercial se obtiene un valor de $\tilde{R}_a = 0,55 \mu m$ (6.3(d)). Al igual que en este ejemplo, en forma general en las medidas realizadas, se vio que los valores comparativos son similares en todos los casos.

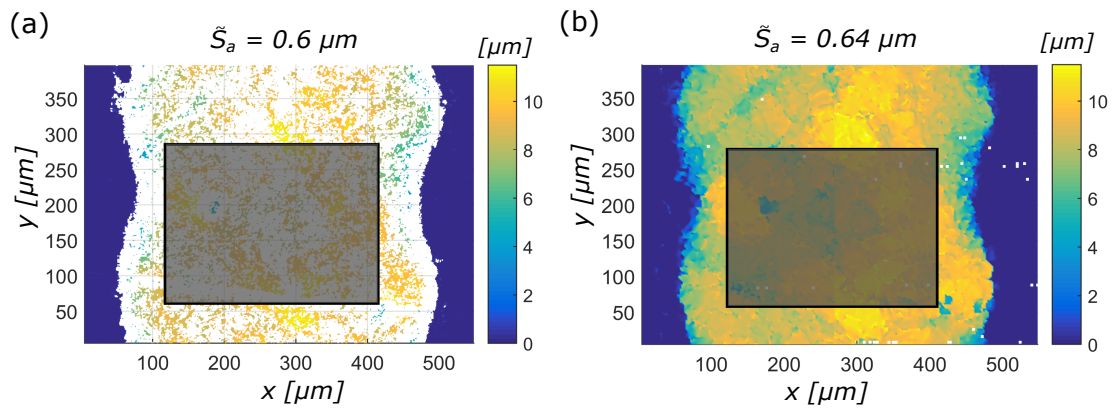


Figura 6.4: (a) Imagen reconstruida con los datos medidos con (a) equipo comercial (Veeco) y (b) equipo de OCT. Se remarcan en negro las zonas contempladas para el cálculo del parámetro \tilde{S}_a en cada caso.

Por otro lado, se realizó un procedimiento similar pero extendiendo una dimensión para poder calcular el parámetro \tilde{S}_a . Empleando los mismo datos con los que se generaron las imágenes de las figuras anteriores se calculó este parámetro de rugosidad superficial para ambos casos. La figura 6.4 muestra las zonas seleccionadas (sombreadas en gris) en la medición con cada equipo y donde se hizo la comparación tomando áreas semejantes. A partir de estas imágenes se obtuvieron valores de \tilde{S}_a , con un valor de $0.63 \mu m$ para el caso de la medición con el equipo comercial (figura 6.3(a)) y un $\tilde{S}_a = 0.66 \mu m$ para la medición con el equipo de OCT (figura 6.3(b)).

Estos resultados nos permiten concluir que es factible aplicar el esquema de medición y los algoritmos desarrollados para determinar los parámetros de rugosidad por lo que consideramos que es viable extenderlo al desarrollo de algoritmos propios y atendiendo necesidades específicas. Se pone de manifiesto una ventaja adicional que está relacionada con la densidad de puntos por unidad de área medida donde en este tipo de muestras el sistema CPI-OCT presenta una mayor densidad respecto al sistema comercial.

6.1.4. Resultados en un impreso multicapa

Un caso interesante surgió al aplicar la técnica y el procedimiento anterior a impresos multicapa. Se presenta a modo de ejemplo el caso de una muestra compuesta por un polímero flexible como sustrato (PET), una tinta conductora a base de plata y una capa de un material dieléctrico que recubre la superficie. Este sistema se describe mediante el esquema de la figura 6.5.

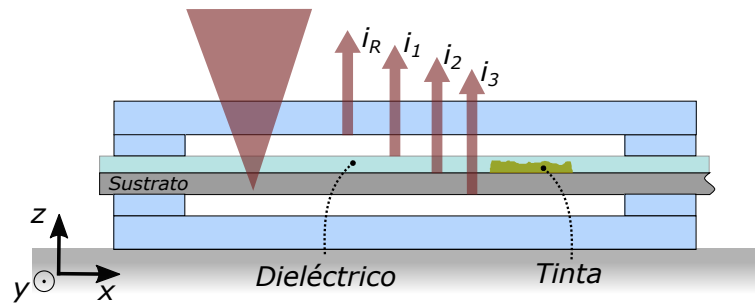


Figura 6.5: Esquema de la muestra multicapa impresa por serigrafía donde se indican las partes que componen la muestra junto con las interfaces consideradas.

A partir de los datos medidos con el equipo propuesto se reconstruyó un perfil tomográfico (*B-scan*) como muestra la figura 6.6. En este caso analizado existe la posibilidad de obtener el valor del espesor del dieléctrico, que estará dado por la diferencia entre la OPD Δ_{R1} y Δ_{R2} asumiendo como conocido el valor de su índice de refracción de grupo.

También puede observarse como la técnica de OCT permite medir el espesor del polímero utilizado como sustrato y la topografía de la superficie de tinta (Δ_{R2}) incluso atravesando el material dieléctrico (Δ_{R3}). Esta característica es la que diferencia a esta técnica respecto a otras técnicas alternativas utilizadas para este tipo de caracterización.

Por otro lado, a partir de la topografía se pueden obtener parámetros adicionales, como se comentó anteriormente, para validar el proceso de impresión. Un ejemplo aplicable en este caso es la medición de las dimensiones del "hundimiento en los bordes" (deformación que aparece al utilizar esta técnica de impresión en los bordes externos de los impresos) y que resulta, en principio, como una consecuencia no deseada.

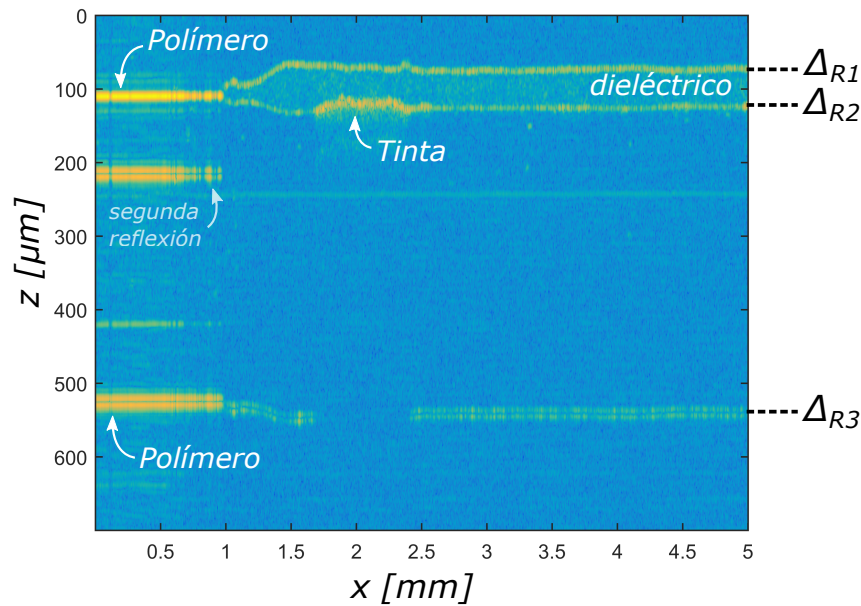


Figura 6.6: Perfil tomográfico de la muestra multicapa impresa con serigrafía a partir de los datos medidos con OCT. Se identifican cada interfaz presente en la muestra.

6.2. Impreso por flexografía

La flexografía es un proceso de impresión directa en el que una plancha entintada aplica la imagen directamente al sustrato. Un rodillo entintado conocido como rodillo *anilox* aplica tinta a las partes elevadas (en relieve) de la placa que luego se transfiere al sustrato. Es un método muy adecuado para imprimir grandes áreas con funcionalidad rotativa de alta velocidad, que se puede aplicar en diversos tipos de sustrato, incluyendo plástico, películas metálicas, cartulina y papel [94]. Usualmente se utiliza para el sector de packaging y diseño pero en los últimos años se ha inclinado a la fabricación de electrónica impresa obteniendo espesores finales de tintas por debajo de los $10 \mu\text{m}$ [104].

En este caso se imprimieron muestras de tinta conductora sobre un sustrato de polímeros tipo PET producto de un trabajo en colaboración con la [Fundación Gutenberg](#) en el marco del ya comentado proyecto en conjunto. Este tipo de dispositivos están orientados a aplicaciones sustentables mediante técnicas aditivas de producción e impresión de componentes electrónicos, como los usados en IoT (Internet de las cosas). En este caso, se buscó como objetivo principal caracterizar las capas de tintas depositadas, a fin de asegurar la consistencia de las variables eléctricas buscadas en los dispositivos producidos a partir de topografías de los impresos.

Para la muestra impresa con flexografía, el polímero que actúa como sustrato tiene un espesor de $100\ \mu\text{m}$ y la tinta es a base de grafito, pero con distinta composición a la utilizada en el impreso de serigrafía. En esta ocasión se produjo un lote en una máquina [Mark Andy 830](#).

6.2.1. Resultados

En este tipo de impreso la configuración del *housing* que se empleó es análoga a la que se esquematiza en la figura 6.1. Para este caso de la muestra de flexografía también el área que abarca la medición es una porción de la muestra que se produce en el proceso de impresión por lo que se recortó a un tamaño rectangular aproximado a las dimensiones del *housing*.

Se tomó una de las muestras generadas en este proceso mediante tres pasadas en máquina y se seleccionó un área de $1.6\ \text{mm} \times 0.8\ \text{mm}$ sobre la muestra. En la instancia de medición, y para poder identificar el electrodo que se está midiendo, se agregó una marca adicional que se realizó con tinta indeleble negra [marca Edding tipo 404](#).

En referencia a la figura 6.7, luego del procesamiento de la señal se reconstruye una imagen, donde se obtiene la variación de la OPD dada por Δ_{R1} . Es posible tener como resultado una imagen como la que se exhibe en la figura 6.7(a). En este caso las superficies presentan mayor irregularidad y se deben obtener características adicionales de la superficie para tener una caracterización completa de la muestra, tanto en una como en dos dimensiones. En estos casos, también es viable analizar perfiles lineales, como el indicado en la figura 6.7(b) para obtener parámetros como la altura de picos y el espesor medio depositado (líneas punteadas en rojo).

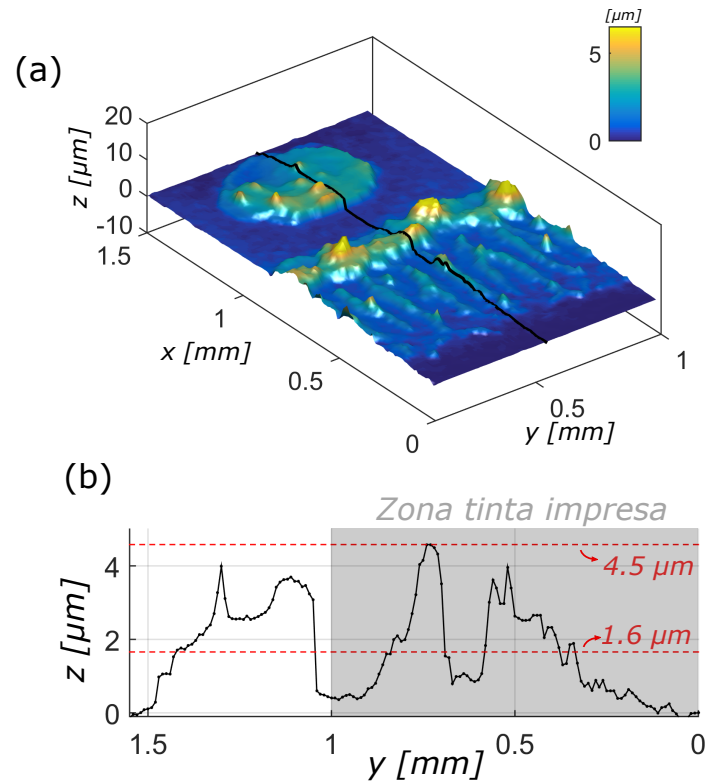


Figura 6.7: Topografía de la superficie de la muestra de flexografía con un punto de referencia con marcador indeleble. (a) Topografía tridimensional de la muestra medida. (b) Perfil seleccionado ampliado y zona de la tinta conductora (sombreado) donde se remarcan la altura media y máxima (línea punteada roja).

A partir de este tipo de mediciones e imágenes se destacaron diversas anomalías en la impresión principalmente la formación de "islas" (llamadas corteza de árbol en la jerga de la imprenta). Esta característica está influenciada por las propiedades reológicas de la tinta y la interacción física con el sustrato.

Otro factor importante que sería posible analizar a partir de estos resultados está vinculado con la caracterización y control del propio proceso de impresión, con efectos como el del fotopolímero (que hace de "sello"), la viscosidad de la tinta, la temperatura y la humedad; algunas de las variables que juegan un rol clave en los impresos finales.

6.3. Impreso por *inkjet*

La impresión por inyección de tinta (*inkjet printing* o *inkjet*), en cambio, es un método con un principio muy diferente a los anteriores [85]. En este método de impresión,

una pequeña gota de tinta, típicamente de 10 a 100 μm de diámetro, se crea y se deposita bajo control digital. De modo que cada patrón es impreso con una secuencia de estas gotas en sustratos que cubren una amplia gama de materiales [27, 191, 41].

Entre las aplicaciones que han empleado esta técnica, se pueden mencionar: circuitos impresos [157, 59], guías de ondas [38] y dispositivos de microfluidica impresos en papel [164], entre otros. Surge un punto de contacto entre los temas tratados en este trabajo de tesis entre la impresión con esta técnica y la microfluidica en medios porosos que se estudiará en el capítulo 8. Estos temas encierran elementos sinérgicos entre ellos [96] y podrían ser la base de futuros experimentos. Dentro de las aplicaciones presentadas para este tipo de impresos se destacan una serie de mediciones en colaboración con el laboratorio de NanoFab de la [Fundación Argentina de Nanotecnología \(FAN\)](#) con la idea de caracterizar determinadas muestras en papel producto de la impresión *inkjet* mediante una impresora semi-industrial [Ceradrop](#).

6.3.1. Resultados

En este caso se presentan resultados obtenidos en impresos realizados con tinta de plata sobre papel, tal como se esquematiza en la figura 6.8. Este tipo de muestra presenta características diferentes a los casos anteriores y mayor dificultad en la caracterización dado que los espesores tienen un valor cercano al límite de detección de la técnica y la tinta esta en absorbida por el sustrato.

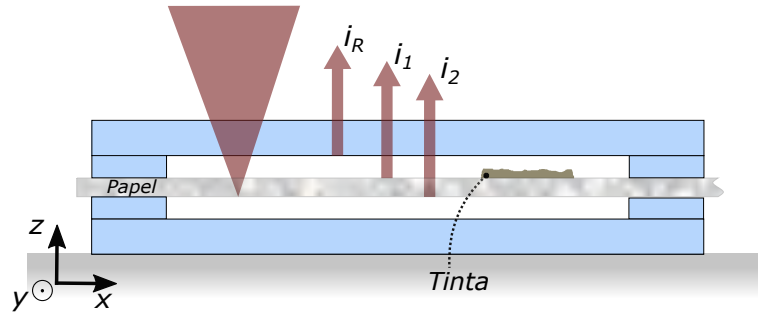


Figura 6.8: Esquema de la muestra impresa por *inkjet* con detalle de las partes que la componen y las reflexiones consideradas.

En función de los datos medidos de la muestra impresa por el proceso *inkjet* se obtuvo digitalmente la imagen mostrada en la figura 6.9. Se genera por inspección un perfil tomográfico (*B-scan*) siguiendo el procedimiento habitual para el caso de muestras con dimensiones cercanas al límite de resolución de la técnica. En esta imagen puede apreciarse que la zona donde la tinta está presente no registra un cambio en el relieve. Esto se debe a que la tinta está parcialmente embebida en el sustrato (papel).

Por esta razón se decidió realizar la caracterización agregando una variable más, la amplitud de la señal de interferencia. La amplitud está directamente relacionada con el cambio en la reflectividad y la penetración del haz de luz incidente en la muestra.

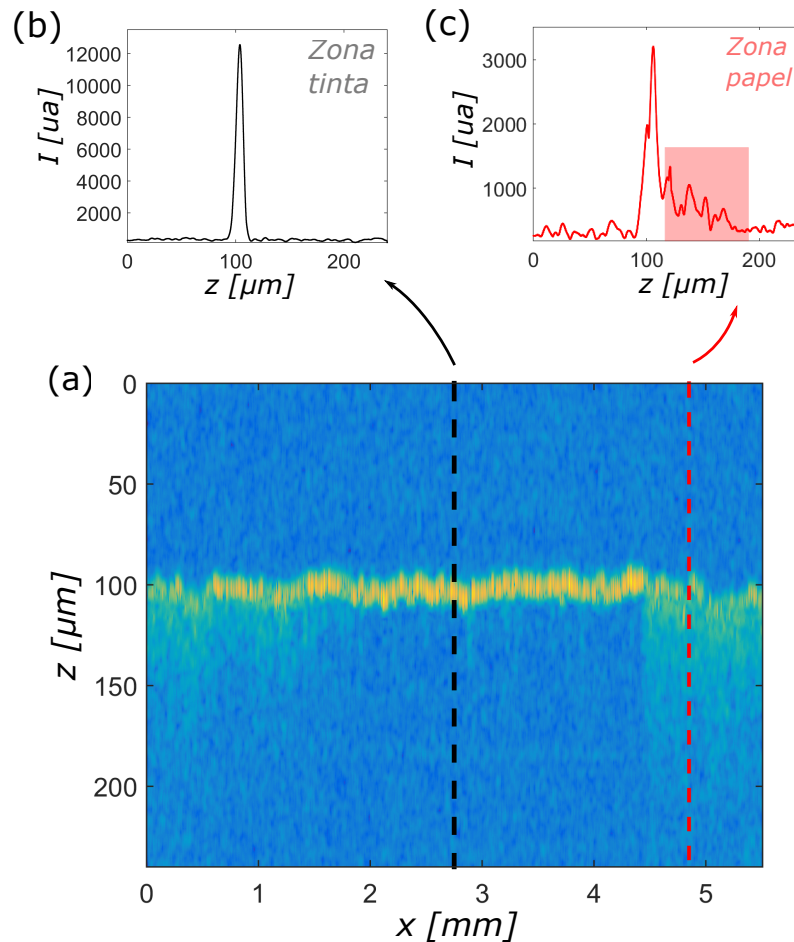


Figura 6.9: (a) Perfil tomográfico de la muestra impresa por *inkjet*. Se remarca en línea la topografía. Se incluyen el *A-scan* correspondiente a (b) la zona de tinta y (c) a la zona de papel.

La imagen reconstruida de la figura 6.9(a) exhibe un *A-scan* para dos zonas: una zona de papel (bordes) y una zona con tinta depositada (centro). Cada uno presenta compartimientos diferentes y esto es consecuencia de la diferencia en reflectividad y absorción que se manifiesta en dos efectos. El primero es un cambio en la amplitud del pico de la señal de interferencia, que disminuye con la cantidad de tinta depositada (6.9(b)). Y, el segundo, se relaciona con un aumento en el número de reflexiones internas registrándose un mayor número de picos a mayor profundidad sobre el sustrato (figura

6.9(c)). Esto último se remarca en la figura 6.9(c) con un sombreado rojo donde se aprecia la presencia de un mayor número de picos en la zona de papel respecto a la zona impresa.

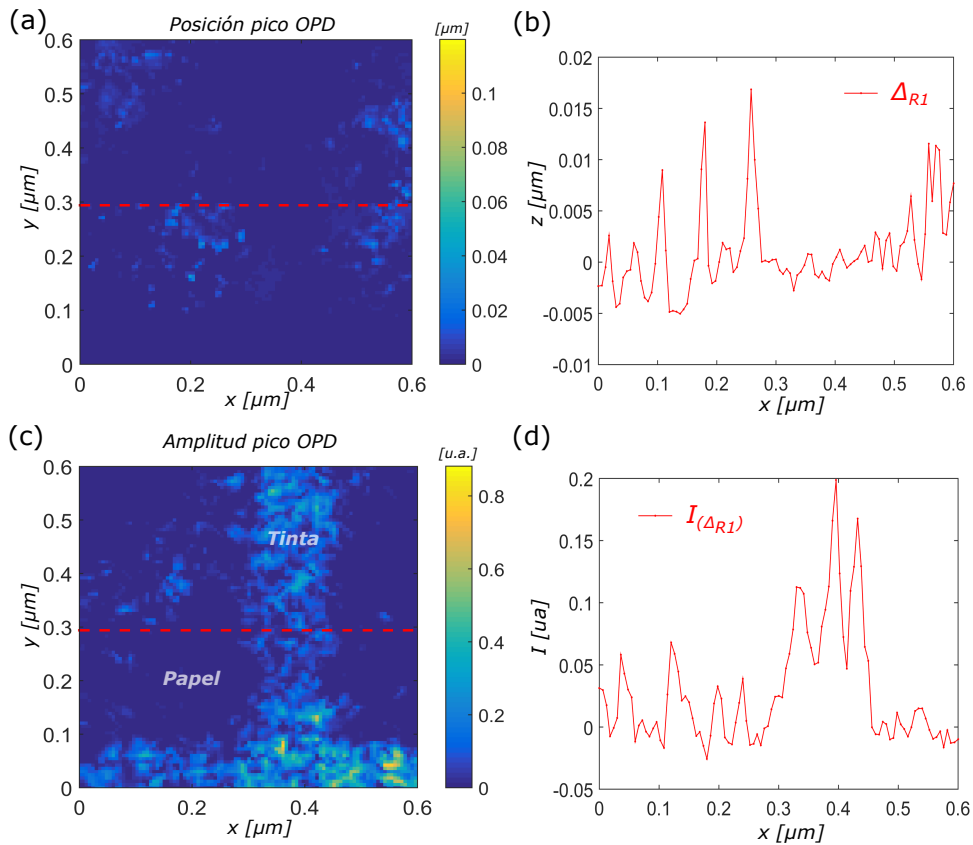


Figura 6.10: Mapa que representa la muestra impresa en papel por *inkjet*. (a) Posición del pico máximo (Δ_{R1}) y (b) Perfil extraído de la imagen generada. (c) Amplitud del pico en CZT que corresponde a la OPD Δ_{R1} , es decir, $I_{(\Delta_{R1})}$. (d) Perfil extraído de la imagen generada.

Por lo tanto, en este caso al no poder medir en forma directa el espesor de la tinta se propuso caracterizar la impresión analizando la diferencia en amplitud en dos dimensiones. Para ello, se propuso generar un mapa de amplitudes de la OPD de interés con $I_{(\Delta_{R1})}$ en la zona medida. A modo comparativo, se contempla también la posición máxima del pico (Δ_{R1}). Como resultado se muestra en la figura 6.10 este método de caracterización que permite discernir entre las zonas impresas y no impresas con la posibilidad de estimar el área depositada de tinta.

En este caso se llegó en el análisis hasta este punto y se podría considerar como una buena aproximación para estudiar la absorción de tinta del sustrato poroso y la

capacidad de recubrimiento en las zonas impresas. Además, se podría avanzar en la determinación de volumen si se pudiera encontrar una correlación entre el número de picos y la penetración de la luz en el sustrato.

6.4. Caso especial: *housing* con dos ventanas

Como se mencionó anteriormente la estimación de volumen de tinta depositada es de mucho interés en la medición de resistencia eléctrica en aplicaciones como la electrónica impresa. En todos los tipos de tinta analizados en este trabajo la alta reflectividad y absorción impiden obtener tomografías en forma directa y no es posible medir la interfaz tinta-sustrato. Este hecho se confirmó en una serie de mediciones de absorción donde se incluyeron muestras con todas las tintas y todos los procesos de impresión considerados en este trabajo. Las mediciones se realizaron en el Centro de Investigaciones en Bionanociencias (CIBION) y se utilizó un espectrómetro UV-Vis-NIR SHIMADZU UV-3600 en un rango de longitudes de onda entre 185 y 3300 nm. Analizando los espectros de extinción obtenidos, se concluyó que no existe una ventana de transparencia en ese rango para ninguna de las tintas conductoras utilizadas en los impresos analizados.

Como consecuencia de esto se presenta en esta sección, una alternativa para la obtención del volumen de tinta depositado con una medición con un *housing* con dos ventanas y en dos etapas. En la primera, se mide la parte superior de la muestra (interfaz tinta-aire) y, en la segunda, la parte inferior (interfaz tinta-sustrato). De esta manera, gracias a la versatilidad que brinda el *housing* se efectúan dos mediciones independientes que luego se pueden integrar de manera tal que permiten reconstruir una símil tomografía del impreso. Desde esta imagen y aplicando algoritmos numéricos sería posible obtener el volumen de tinta depositado y la interfaz tinta-sustrato, entre otros parámetros.

6.4.1. Resultados

A modo de ejemplo se presenta una medición donde se obtienen dos topografías independientes con la idea de estimar el volumen de tinta en un impreso en PET siguiendo el proceso mencionado. Para ello se realiza un doble barrido de la muestra con ayuda del *housing* con dos ventanas: En el primer barrido se realizó con el *housing* sin invertir (configuración A), y el segundo barrido con el *housing* invertido (configuración B).

Con el *housing* en la configuración A se consigue la topografía dada por el parámetro Δ_{R1} en función de la reflexión entre la superficie de referencia i_R y la reflexión de la muestra i_1 (ver figura 6.11(a)). Este punto coincide con el expuesto en los casos anteriores.

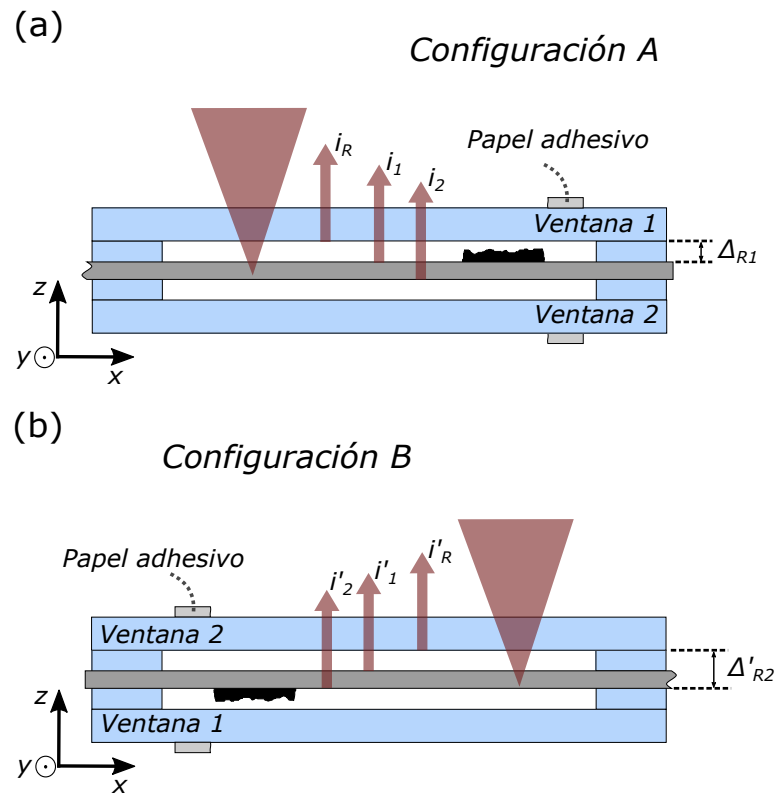


Figura 6.11: Configuración del *housing* utilizado en este caso particular. Se remarcan las partes más relevantes en (a) su configuración A (*housing* sin invertir) y (b) en su configuración B (*housing* invertido).

En cambio, para la configuración B se invierte el *housing* para poder medir la muestra y se mide a OPD dada por Δ'_{R2} que es la superposición de las reflexiones en las interfaces i'_R e i'_2 , y permite obtener una imagen de la interfaz tinta-sustrato (figura 6.11(b)).

Es importante contar con un punto de referencia común que permita integrar ambas imágenes y obtener una única imagen de la muestra. Para esto se encerró el área de medición con un trozo de papel adhesivo en forma de "L" y de ambos lados de la muestra haciendo coincidir los bordes. A partir de esta referencia es posible ensamblar las superficies medidas de ambos lados y por separado en cada configuración, e integrarlas en una sola imagen. Cabe aclarar que se despreciaron los cambios por las variaciones del índice de refracción principalmente en la configuración B, dado que la reflexión i'_2 está afectada por el índice del polímero que se tomó para estas mediciones con un valor constante e igual a 1.5.

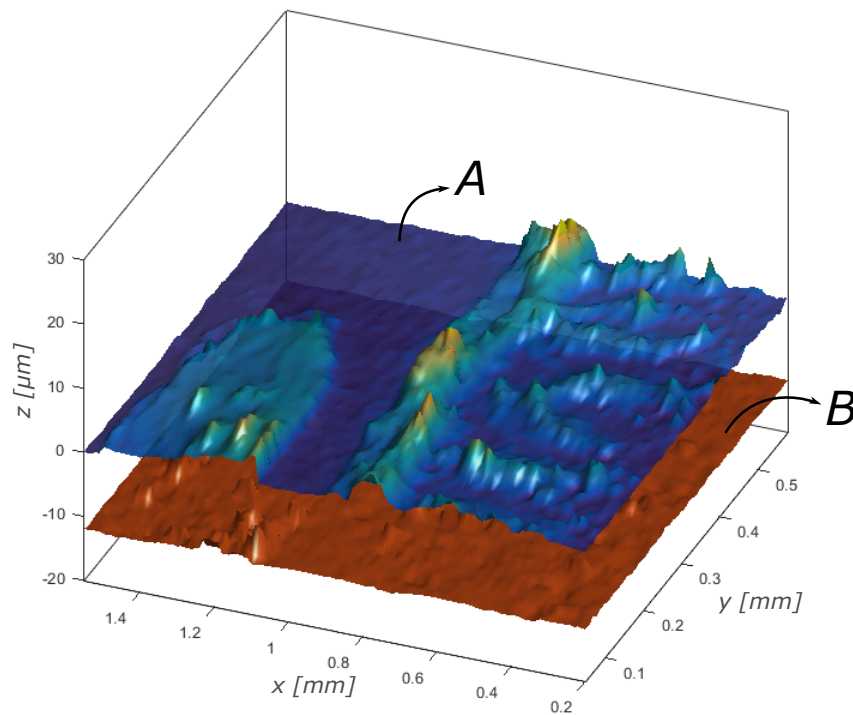


Figura 6.12: Reconstrucción de la muestra medida a partir de los datos adquiridos con OCT. Topografía superior a partir de Δ_{R1} (en colores) empleando la configuración A y la superficie inferior mediante Δ'_{12} (en naranja) utilizando la configuración B.

Siguiendo este procedimiento se generaron dos imágenes que se muestran juntas en la figura 6.12. Se marcan como A para el caso de la topografía correspondiente a la medición con el *housing* sin invertir (configuración A), y se etiqueta como B a la topografía obtenida de la medición con el *housing* invertido (configuración B).

Esta implementación es posible ya que la muestra se trata de un sistema compuesto tanto por un material transparente como por uno opaco lo que permite la integración de las mediciones a partir de la interfaz de la primera cara del sustrato y la segunda, que es común en ambas configuraciones. Por tanto, la versatilidad que brinda el *housing* para obtener este tipo de imágenes genera una ventaja a la hora de medir el volumen de materiales opacos como los circuitos impresos. Este hecho resulta ser de interés con las configuraciones presentadas porque permite contemplar la totalidad del impreso con la posibilidad de estimar el espesor de tinta conductora en tres dimensiones.

6.5. Conclusiones

Se mostró que el equipo de OCT de camino común con el portamuestras diseñado tipo *housing* ofrece ventajas al medir circuitos impresos en sustratos flexibles. Se propone como un método nuevo y adecuado para la caracterización topográfica de tintas conductoras incluyendo sistemas multicapas con la posibilidad de obtener perfiles que permiten caracterizar la rugosidad superficial y el espesor de la capa de tinta depositada en la impresión con serigrafía y con flexografía. En el caso de la medición con serigrafía los resultados de la comparación con un equipo comercial son alentadores en función del número de puntos reales medidos y la buena aproximación respecto a la rugosidad tanto lineal como superficial empleando ambos equipos.

Para el caso de la muestra impresa por *inkjet* se encontró un desafío a la hora de medir el espesor final depositado en el sustrato poroso. Sin embargo, se derivó hacia un método que permitió identificar zonas impresas y zonas no impresas abriendo la posibilidad de realizar mediciones cualitativas en productos de este tipo de impresión.

Por último, se planteó un procedimiento especial para medir una muestra empleando un *housing* con dos ventanas y complementar la estimación del espesor de tinta impreso en su totalidad con potenciales aplicaciones.

Un hecho a resaltar es que las áreas involucradas en todos los casos analizados son amplias y cubre una gran porción de la muestra analizada gracias al sistema de barrido del equipo de OCT y que provee una gran potencialidad para la medición de este y otros tipos de sistemas impresos.

Capítulo 7

Blanco de producción de neutrones ablacionado

Los blancos en la producción de neutrones (NPT, *Neutron Production Target*) se basan en materiales sólidos a los cuales se bombardean con partículas cargadas aceleradas y en esas colisiones se generan haces de neutrones [99]. Los NPT están destinados a la Terapia por Captura Neutrónica en Boro (BNCT, *Boron Neutron Capture Therapy*) proveniente de un reactor nuclear o un acelerador de partículas [174]. El objetivo primordial en BNCT es depositar una dosis de radiación altamente localizada en células tumorales, produciendo un daño selectivo en ellas, minimizando al mismo tiempo la dosis entregada al tejido normal que lo alberga. Esta capacidad de poder generar daño localizado a escala de células individuales es lo que diferencia a la BNCT de las demás modalidades radioterapéuticas.

Los NPT consisten básicamente en un sustrato metálico con un recubrimiento a base de hidrógeno en forma de deuterio o tritio. Las variaciones en el proceso de fabricación de los NPT pueden introducir cambios en su contenido de hidrógeno y su distribución en profundidad en el blanco. La interacción buscada en la generación del haz de neutrones tiene un rango corto de penetración en la muestra y por este motivo es necesario conocer la concentración de hidrógeno y asegurar que el contenido de hidrógeno alcance el nivel de aceptación una vez que el blanco se haya fabricado. Existen diversos métodos para hacer una caracterización precisa de la concentración de hidrógeno, pero no permiten contar con un modo práctico y mucho menos accesible [10]. Recientemente la técnica ablación láser inducida por plasma (LIBS, *Laser Induced Breakdown Spectroscopy*) se ha convertido en una técnica capaz de estimar concentraciones relativas de los elementos componentes para este tipo de muestras [106, 30, 8, 11].

En este capítulo se presentan resultados obtenidos dentro de un trabajo en colaboración con el grupo de Subgerencia de Tecnología y Aplicaciones de Aceleradores y la División Difusión de la Comisión Nacional de Energía Atómica (CNEA) con la finalidad de medir blancos ablacionados para determinar parámetros superficiales críticos de la

ablación y utilizar la técnica de OCT como método complementario de la técnica LIBS. El objetivo final es desarrollar un método binario que permita la evaluación de los NPT en forma rápida y sencilla de manera de poder hacer una determinación como "muestra aceptada" o "muestra rechazada", de acuerdo al contenido de hidrógeno (como deuterio, en este caso) presente en la muestra en los primeros micrones de profundidad cercanos a la superficie.

Se mostrará el estudio de la morfología de un NPT tratado con LIBS mediante el sistema de CPI-OCT y el *housing*. Se propone esta implementación como método para caracterizar superficies ablacionadas determinando el tamaño, la forma y la profundidad máxima de los cráteres generados en función de la energía y potencia de cada pulso, la características del haz en el punto de enfoque y el número de pulsos utilizados. Para ello se plantea obtener un mapeo topográfico de las muestras analizadas y un posterior análisis mediante imágenes en tres dimensiones a partir de los datos medidos y el procesamiento digital correspondiente.

Complementariamente, basándose en el cálculo del volumen extraído por LIBS en la superficie del recubrimiento, se propone una manera de estudiar el proceso de la redeposición del material producto de la ablación buscando establecer una base para futuras colaboraciones y extender este tipo de estudios a otras aplicaciones donde se utiliza la técnica LIBS.

7.1. Descripción de la muestra

Los blancos de producción de neutrones a base de hidrógeno analizados consisten en un sustrato de aluminio pulido a espejo al que posteriormente se le deposita una capa de deuteruro de titanio de aproximadamente $1 \mu\text{m}$ de espesor mediante la técnica de Deposición Física de Vapor (PVD, *Physical Vapour Deposition*).

El tratamiento con la técnica de LIBS se basa en el uso de un láser de estado sólido Nd:YAG (*Neodymium-doped yttrium aluminium garnet*), el cuál produce pulsos láser con energías entre 5 y 250 *mJ*, con una duración temporal que va desde algunos nanosegundos a los microsegundos y un diámetro de *spot* en el plano focal entre 40-80 μm . Durante la ablación la muestra se ubica dentro de una cámara con atmósfera inerte, que puede adaptarse para tener vacío estático o dinámico. La detección del espectro generado por el plasma se realiza con un espectrómetro CCD y un software que recoge las señales digitalizadas. Las zonas de la muestra que fueron analizadas incluyen los casos para 1, 2 y 4 disparos (o pulsos) con LIBS.

7.2. Configuración del *housing*

Para este caso se empleó el *housing* en el sistema de CPI-OCT como muestra el esquema de la figura 7.1(a). El objetivo es caracterizar la topografía del recubrimiento que se detalla en el zoom de la figura 7.1(b). Se midieron zonas en el mismo blanco que corresponden a diferentes cantidad de disparos LIBS y que se seleccionaron por inspección a partir de datos brindados por los grupos de este trabajo en conjunto.

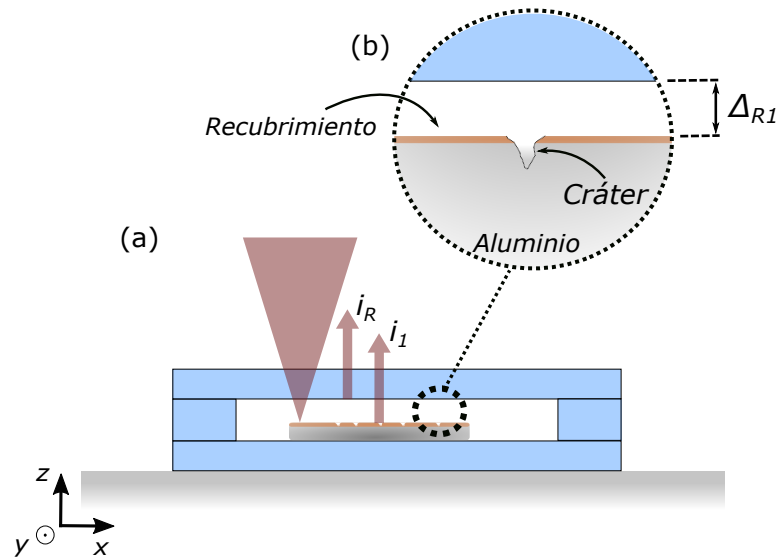


Figura 7.1: (a) Corte transversal de la muestra analizada donde se indica las interfaces de interés y (b) las partes que la componen.

Un aspecto que no ha podido aclararse en esta ocasión, y queda abierto para un trabajo futuro, es la posibilidad de que el espesor del recubrimiento pueda ser medido utilizando la misma señal de interferencia. Dado que los espesores en las muestras ensayadas son cercanos a la resolución espacial del sistema no hay evidencia para afirmarlo a partir de las mediciones realizadas. Por esta razón no se considerará para el análisis y solo se presentan resultados de la topografía de la superficie con la OPD indicada como Δ_{R1} .

El área barrida en cada zona fue de $600 \mu m \times 600 \mu m$ con un paso de $6 \mu m$, esto es, la distancia entre puntos consecutivos. Luego, con el conjunto de datos y el procedimiento descrito en la sección 3.2.4 del capítulo 3, se armó una serie de imágenes tridimensionales.

En la siguiente sección se mostrarán los resultados de una medición típica de un NPT y una descripción del procesamiento de datos realizado para obtener los parámetros de interés sobre el cráter, que para este caso fueron: 1. la profundidad del cráter, 2. la

topografía de la zona ablacionada, 3. un análisis de la redistribución de material después de la ablación.

7.3. Resultados

Las dimensiones cercanas al micrón en el espesor del recubrimiento y una superficie pulida en el sustrato permiten asumir que la superficie de la muestra antes de la ablación es plana. Por esta razón para el análisis de las topografías de los cráteres se determina previamente un plano base con puntos medidos fuera del cráter. Este plano será utilizado como referencia del nivel cero de altura. Esta metodología se asumió en todas las mediciones realizadas para este caso de estudio.

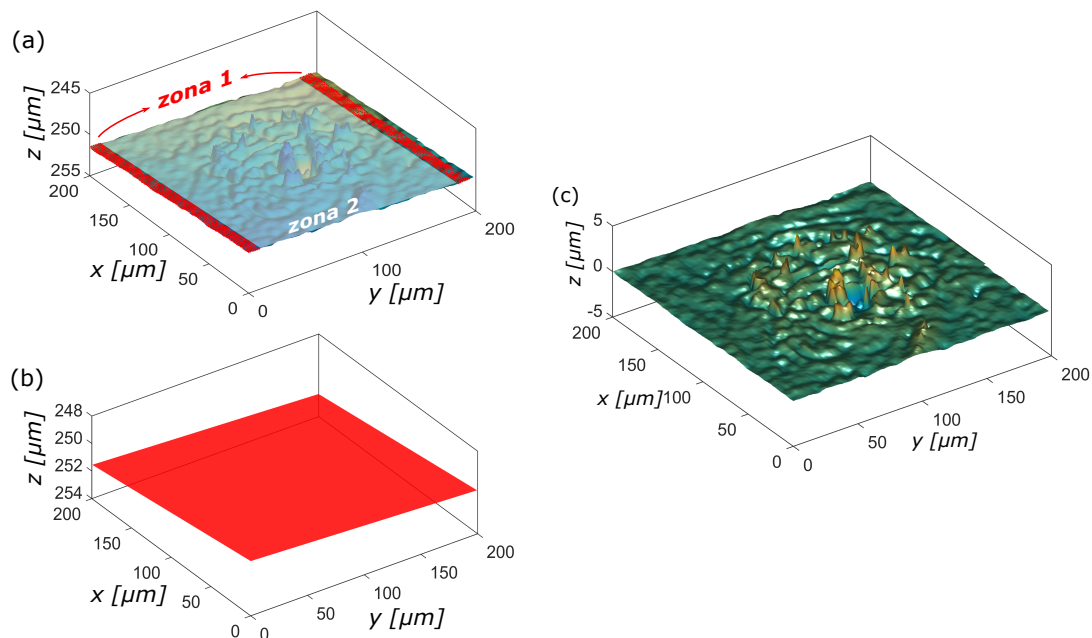


Figura 7.2: Imágenes del proceso de compensación. (a) Datos "crudos" donde se remarcan la zona que excluye el cráter (zona 1, en rojo) y la zona que incluye al cráter (zona 2, en blanco). (b) Plano generado a partir de los puntos seleccionados con la zona 1. (c) Imagen reconstruida con los datos compensado la inclinación.

Para la determinación del plano base a partir de las imágenes obtenidas de la superficie de la muestra se establecieron dos zonas: una primera zona que excluye el cráter, *zona 1* (dada en dos porciones), que se utilizó para generar la superficie base. Y una segunda zona, *zona 2*, que contiene la región del cráter (figura 7.2(a) y (b)).

La superficie base fue utilizada para asignar la posición de los puntos de la superficie de la muestra en la región del cráter, antes de la ablación. Cada punto de esta región se consideró como "valor cero de profundidad" en la estimación de los parámetros del cráter. La elección de que puntos pertenecen a la *zona 1* y cuales a la *zona 2* dentro del total de puntos obtenidos en una topografía se realizó por inspección de la imagen debido a que los límites entre ambas regiones no presentaban bordes definidos en las zonas analizadas.

Para la determinación numérica de este plano base se utilizó una interpolación mediante Matlab® utilizando los datos medidos incluidos en cada porción de lo que se denominó *zona 1*. Para esto se interpolaron los valores medidos con una grilla equiespaciada en el plano $x - y$ y se obtuvo finalmente la imagen compensada que se exhibe en la figura 7.2(c). Repitiendo este procedimiento se obtuvieron los valores de profundidad de cada punto medido sobre el cráter y solo con ese conjunto de puntos se trabajó en el análisis de la región ablacionada. El mismo procedimiento se aplicó a zonas tratadas con distintos números de disparos con LIBS.

Con estos datos se generaron las imágenes de la figura 7.3 para los tres casos considerados. En estas gráficas se presentan las topografías reconstruidas a partir de los datos medidos y un perfil que pasa por el centro de la zona del cráter. Esto se repite para cada caso a modo de comparación respecto a las profundidades en función del número de disparos.

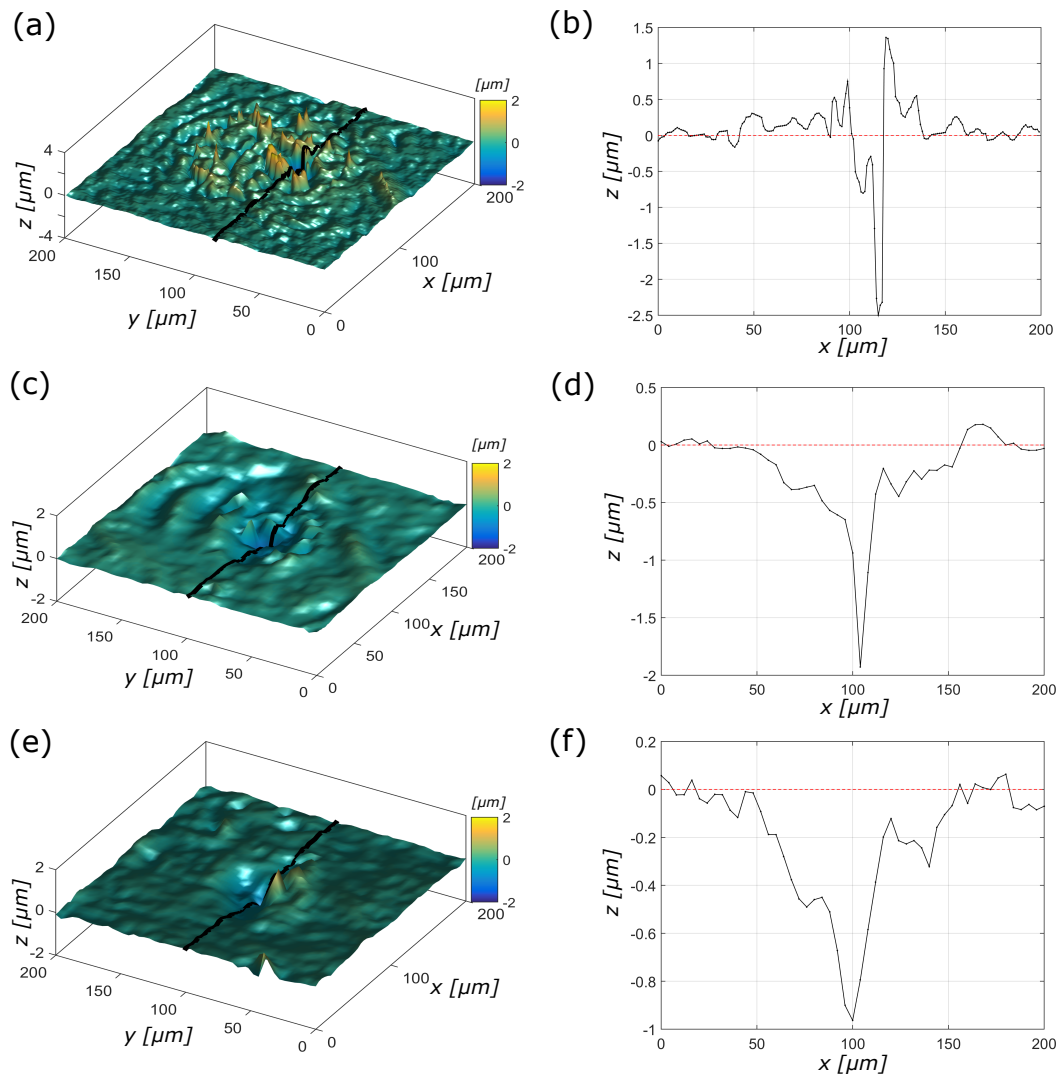


Figura 7.3: Imágenes generadas a partir de los datos medidos donde se extrae un perfil representativo de cada muestra. (a) 4 disparos. (b) 2 disparos. (c) 1 disparo.

En el gráfico de la 7.4 se resumen las profundidades máximas obtenidas en cada cráter medido en función del número de disparos. En este caso específico de la muestra de NPT se pudo determinar que con un solo disparo es suficiente para caracterizar el blanco en función a las especificaciones en LIBS como la fluencia, el ancho de pulso y las condiciones de enfoque. Por lo tanto, en el caso de realizar la ablación empleando más de un disparo la profundidad del cráter generado es mayor que el espesor del recubrimiento de titanio y la determinación si es una muestra aceptada o rechazada sería incorrecta. De esta manera, se demuestra que la aplicación de este método que combina ambas técnicas

(OCT + LIBS) permite la caracterización rápida de este tipo de blancos.

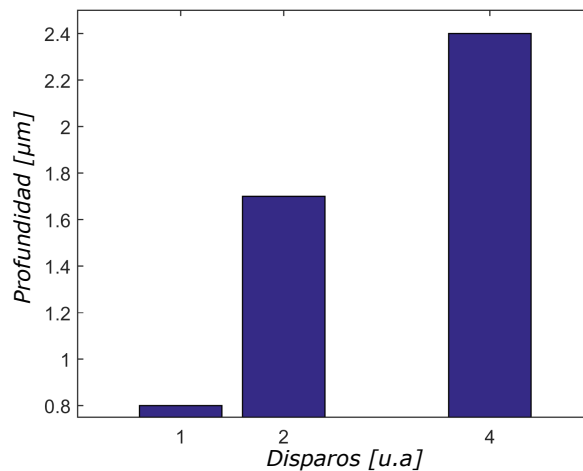


Figura 7.4: Gráfica que representa el número de disparos en función de la profundidad lograda mediante LIBS.

Por otro lado, si bien las técnicas de ablación producidas por láseres de Nd-YAG que emplean anchos de pulsos en el rango de los nanosegundos y los microsegundos están ampliamente establecidas, es un tema aún abierto en lo que se refiere al estudio de características superficiales del cráter y áreas circundantes resultantes del proceso de ablación. Con esta idea se planteó, como objetivo complementario, el estudio del material redepositado después de la ablación como un primer paso en la idea a futuro de aplicar la técnica de OCT al estudio del proceso de ablación.

En las mediciones realizadas en este trabajo se observó que si bien las condiciones del pulso de ablación son iguales, con el aumento de la cantidad de disparos láser que inciden sobre el mismo punto de la muestra la cantidad depositada como subproducto resultante varía considerablemente. Es decir, que al tratar la superficie con el láser se produce un depósito de material sobre la superficie ablacionada donde las características y cantidad de material varían significativamente con el número de disparos. Esto puede evidenciarse especialmente si se observan los bordes del cráter en la figura 7.3(a) y (c). Para apreciar esta redeposición de material en la muestra como subproducto del proceso de ablación se optó por comparar volúmenes de los cráteres medidos en función del número de disparos.

7.4. Deposición como subproducto de la ablación

Existen en la literatura una gran variedad de métodos para obtener los parámetros de interés de la superficie a partir de imágenes tridimensionales [140, 162]. En este caso se

adoptó como criterio la parametrización de los puntos obtenidos para poder efectuar un posterior procesado y análisis de los mismos.

Se utilizaron algoritmos para tratar la superficie en forma numérica y en el caso de la estimación del volumen a partir de los datos se planteó calcular el área de cortes transversales de la superficie del cráter y luego multiplicar cada una por su espesor (figuras 7.5(a) y (b)). Se eligió el método del trapecio y se aplicó en dos sentidos: en un sentido 1 tomando cortes transversales a lo largo del eje x y, en un sentido 2 considerando cortes transversales según el eje y . Esto se hizo debido a que no hay un sentido predeterminado para el cálculo de modo que aplicando este criterio sería posible conocer si los valores obtenidos presentan un orden de magnitud semejante.

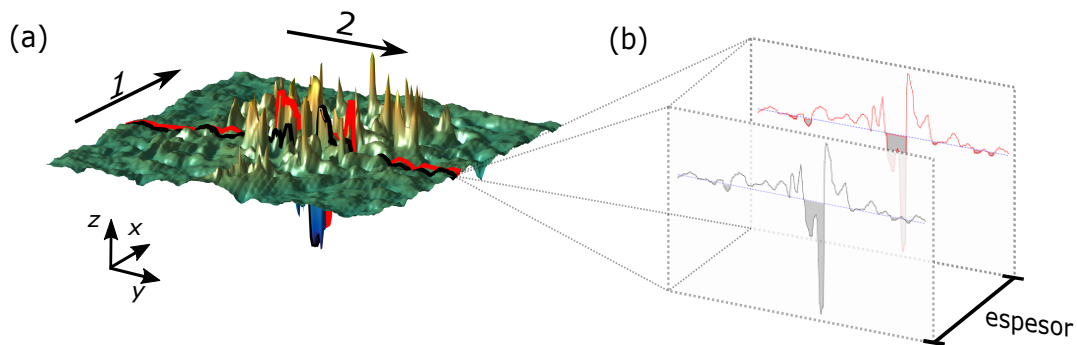


Figura 7.5: Esquema del procedimiento para la integración numérica de la muestra medida. (a) Zona del cráter que se consideró para el cálculo de volumen. (b) Detalle de cada perfil y el espesor contemplado para la integración.

El cálculo de los volúmenes se realizó para cada caso medido en función del número de disparos LIBS. Luego, se compilaron los resultados en la tabla 7.1 donde se exponen los valores obtenidos en ambos sentidos de integración junto a una diferencia relativa porcentual entre los dos sentidos de integración.

Muestra	Volumen 1 [μm^3]	Volumen 2 [μm^3]	Diferencia rel. [%]
Cráter 1 disparo	1185.8	969.6	20
Cráter 2 disparos	2031	2246.6	10
Cráter 4 disparos	600.5	583.9	1.55

Tabla 7.1: Resumen de cálculos de volumen de los cráteres de LIBS.

Las diferencias obtenidas a partir de las mediciones son aceptables para la densidad de puntos que se tiene. Se puede observar en los resultados en la tabla 7.1 que el volumen disminuye a mayor número de disparos lo que se puede inferir en este sistema como una redistribución de material sobre la superficie por el proceso de ablación. Este hecho

se puede tomar como una primera aproximación y punto de partida para explorar este comportamiento en diferentes tipos de muestras ablacionadas.

7.5. Conclusiones

Se pudo obtener la topografía de los cráteres generados por la técnica LIBS en un blanco de producción de neutrones con una adecuada resolución espacial mediante la implementación del equipo de CPI-OCT y el *housing* pudiéndose obtener imágenes 3D de la muestra. Se confeccionaron algoritmos para determinación de un plano base y a partir de allí la superficie del cráter con lo que se obtiene una ventaja significativa en el uso del esquema de OCT de camino común propuesto evitando tener en cuenta la inclinación relativa entre la superficie de la primer cara del portaobjetos (superficie de referencia para la señal de interferencia) y la superficie de la muestra. Esto evita requerimientos de paralelismo y de posición relativa entre ambas superficies de la misma manera que se detalló en el capítulo 4. Se destacan las ventajas constructivas del *housing* que da la posibilidad a futuro de usar el mismo esquema para combinar OCT y LIBS.

Respecto al análisis de las mediciones, ha sido posible establecer que la combinación de las técnicas de OCT y LIBS permiten una evaluación rápida de los blancos NPT. En particular para los casos analizados se mostró que conociendo las condiciones del pulso láser de excitación se puede establecer previamente el número de pulsos necesario para hacer el análisis de concentración de hidrógeno. En el caso de las muestras analizadas, se concluyó que un número mayor a un disparo genera una profundidad en el cráter que supera el recubrimiento. Por otra parte, si bien se esperaba observar una tendencia creciente del volumen ablacionado con el número de disparo, se observó en este sistema una redeposición del material ablacionado que produce una disminución del volumen final. Esta redeposición es un punto crítico que puede ser estudiado con más detalle a partir de los datos ya medidos o desde nuevas mediciones optimizando los métodos numéricos utilizados para la estimación de volumen y características superficiales del cráter generado.

Capítulo 8

Imbibición capilar en silicio poroso

La imbibición capilar se presenta en varios campos como la detección bioquímica [76], aplicaciones de energía [90, 16] y la microfluidica basada en papel [105]. Dentro de este área, se abarca una gran parte de operaciones como ser la cromatografía con las muy utilizadas pruebas de flujo lateral [75, 73] y la impresión *inkjet* que está creciendo por su relativa simplicidad, velocidad y gran variedad de aplicaciones [35, 77]. Tal y como se comentó brevemente en el capítulo 6 en este punto se encuentra una conexión entre la imbibición y los circuitos impresos de tintas conductoras. Existen potenciales aplicaciones que se centran en microsistemas como sensores compuestos tanto por dispositivos de microfluidica en papel como por circuitos impresos [187], siendo estos sistemas posibles candidatos para mediciones con el equipo desarrollado en este trabajo.

El estudio de estructuras porosas con morfología conocida permite examinar propiedades de fluidos en condiciones de fuerte confinamiento espacial y modelar su comportamiento en la micro y nano escala. Alternativamente, el llenado capilar de este tipo de materiales con fluidos simples puede proporcionar información sobre el tamaño de sus poros [32, 40]. Sin embargo, muchos medios porosos tienen una geometría compleja que da lugar a variaciones de las propiedades locales del medio y la presión capilar en la interfaz móvil [70] lo que produce un ensanchamiento del frente líquido debido a que coexisten regiones de poros con diferente grado de llenado durante el proceso de imbibición [83, 56, 31]. Extensas simulaciones de imbibición espontánea en redes de poros alargados con radios aleatorios han demostrado que el ensanchamiento del frente es proporcional a la posición del frente líquido [71, 145, 175]. Por lo tanto, un análisis del ensanchamiento del frente líquido puede proporcionar información importante, difícilmente accesible de otra manera, sobre la geometría de poros del medio poroso considerado.

El desarrollo de una técnica experimental capaz de una determinación precisa de la posición y forma del frente de líquido que avanza permite una mejor comprensión de este fenómeno. Típicamente se emplean técnicas como la tomografía de rayos X, la tomografía con neutrones y la resonancia magnéticas, entre otras [184]. En los últi-

mo años se han implementado técnicas ópticas utilizando procesamiento de imágenes o interferometría láser que emplean una fuente en el infrarrojo con la ventaja de no requerir esquemas sofisticados ni equipamiento costoso ya que no precisan fuentes de altas energías [4, 171, 57, 132]. El uso de la técnica de OCT para este tipo de mediciones es novedosa y no tiene antecedentes. No obstante, trabajos recientes han mostrado implementaciones de esta técnica en aplicaciones de microfluidica como la caracterización de microestructuras y el comportamiento de fluidos en dispositivos microfluídicos, que demuestran la utilidad de este método para estudiar sistemas similares [141, 188, 28].

En este capítulo se abordará la caracterización de la imbibición capilar de muestras de silicio poroso nanoestructurado (PS) de diferente porosidad aplicando el sistema de OCT de camino común en su modalidad dinámica. La alta resolución espacial que presenta el equipo en su conjunto permite determinar el perfil distribución del frente del líquido en función del tiempo con una medición en detalle dentro de la matriz porosa. Utilizando esta información y un modelo hidrodinámico simple para el flujo capilar se propone un método para determinar la distribución del tamaño de los poros en las muestras de PS analizadas.

8.1. Fabricación de muestras de silicio poroso

El grupo de muestras analizadas fueron fabricadas por el Instituto de Física del Litoral (IFIS). Para la fabricación de las muestras se empleó una celda electroquímica que consta de un recipiente de teflón donde una oblea de silicio cristalino (Si-c) actúa como ánodo y un alambre de platino actúa como cátodo, como se esquematiza en la figura 8.1. Empleando esta celda, la estructura PS se forma en la superficie del Si-c que está expuesta a una solución de [1 HF (50%):2 EtOH] cuando una corriente fluye a través del cátodo y el ánodo.

El espesor de la capa de PS depende del tiempo total del proceso durante el cuál la corriente fluye a través de la celda electroquímica. Las muestras en este caso fueron fabricadas en dos etapas donde en cada etapa se produce una única capa de aproximadamente 15 micrones y se cambia el electrolito para asegurar uniformidad en profundidad. Las muestras se prepararon utilizando densidades de corriente constantes de 19 a 76 mA/cm^2 , en modo galvanostático (a intensidad constante). La corriente se aplica en pulsos de corriente constante de 10 segundos de duración separados con pausas de 3 segundos entre pulsos donde no se suministra corriente. Este procedimiento permite que la composición de la solución sea más estable durante el anodizado y permite obtener capas porosas más uniformes.

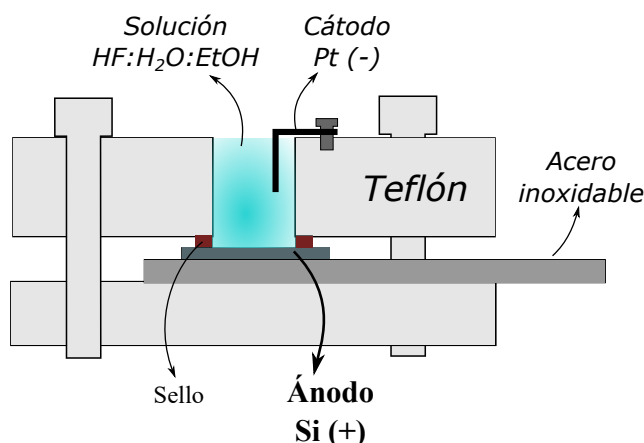


Figura 8.1: Esquema de la celda electroquímica utilizada para el anodizado de las obleas de Si-c. Para producir el anodizado, el negativo de la fuente de corriente externa debe ir conectado al cátodo de platino, mientras que el positivo se conecta al ánodo de Si-c.

Cada muestra generada se diferencia por la porosidad que presenta luego del anodizado. La porosidad (p) corresponde a una medida de espacio vacío en el material como la fracción de volumen de huecos sobre el volumen total, por lo que tendrá siempre un valor entre 0 y 1 y, a veces, en forma más conveniente como un porcentaje entre 0 y 100%. En los casos estudiados en este trabajo las porosidades resultantes en las películas se encuentran en un rango entre 60% y 80% y debido al método de fabricación utilizado los poros están orientados en la dirección perpendicular a la superficie.

Para tener una estimación de las dimensiones típicas de los radios de los poros se decidió emplear un análisis por imágenes de microscopía SEM (*Scanning Electron Microscopy*, Microscopio de barrido electrónico) que fueron realizadas en el Centro de Microscopías Avanzadas (CMA) en la Universidad de Buenos Aires (UBA) (figura 8.2). A partir de este análisis se pudo determinar que los valores típicos de los radios en las muestras están en un rango entre 4 a 16 nm.

En la figura 8.2(a) se presenta una imagen en un SEM del silicio poroso en vista de planta de la membrana porosa donde se pueden apreciar características topológicas de la estructura porosa real muy compleja y tortuosa⁵. Mientras que en la figura 8.2(b) se exhibe una imagen lateral de misma donde pueden distinguirse la morfología de los poros.

⁵Esto se refiere a la presencia de recodos y ondulaciones irregulares en la estructura del PS.

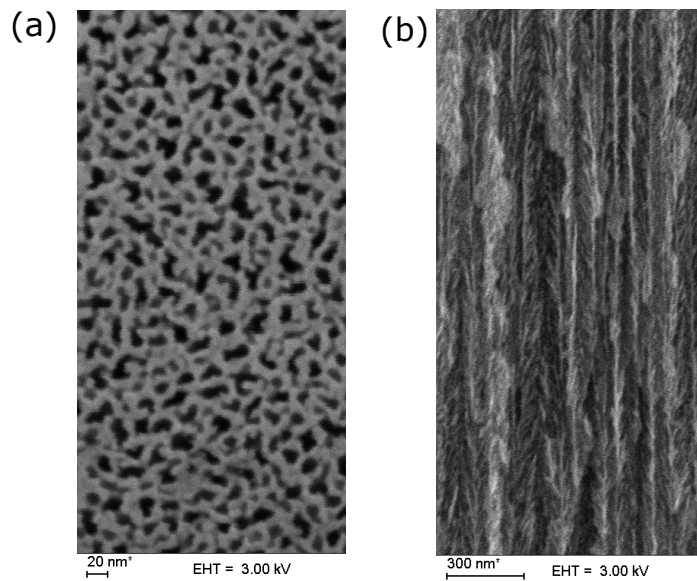


Figura 8.2: Imágenes SEM de la muestra correspondiente a 38 mA/cm^2 . (a) Vista de planta y (b) Vista lateral.

Después de la fabricación de la capa porosa, las muestras se sellan en la parte superior con una película termoplástica de acetato de etil-vinilo (EVA) controlando la calefacción y evaluando en simultáneo ligeras variaciones del espectro de reflectancia durante el calentamiento. Para ello primero se deposita un film de EVA sobre un sustrato de vidrio el cual luego se apoya unos segundos sobre la muestra de silicio poroso con el fin de obtener un sellado correcto de la parte superior de los poros y obligando a la imbibición a avanzar transversalmente a los poros. En este caso este vidrio que soporta el EVA y a su vez el PS actuará como la ventana si se considera el diseño del *housing* explicado en el capítulo 4. El sistema en su conjunto se ejemplifica en el esquema de la figura 8.3.

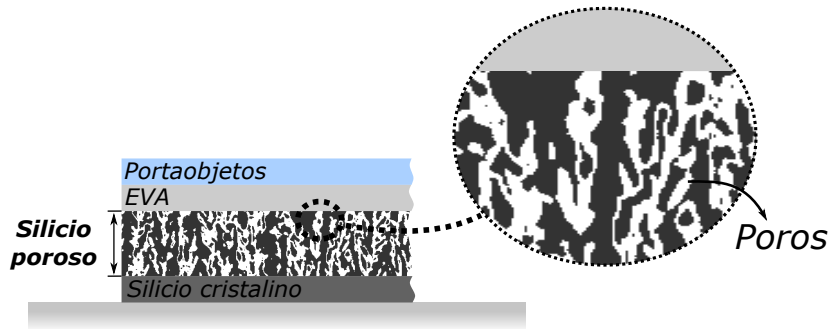


Figura 8.3: Muestra de silicio poroso y partes que la componen.

8.2. Teoría del proceso de imbibición

La imbibición ocurre cuando un fluido humectante desplaza un fluido menos humectante en un medio poroso por fuerzas capilares. En sistemas con una longitud mucho mayor que el diámetro de poro el frente del líquido avanza formando una interfaz continua y se describe comúnmente a través de la ecuación de Washburn [180]. Se detalla el modelo correspondiente en función de consideraciones teóricas necesarias en el apéndice C.

En el modelo de Washburn se propone un conjunto de capilares idénticos no interconectados como un modelo simplificado de la estructura porosa como muestra la figura 8.4(a). Si se considera al material de estudio como un conjunto de capilares de largo l , paralelos y horizontales. Se asigna como eje x a la dirección de flujo donde $x = 0$ indica la ubicación del reservorio de líquido. La dinámica de la posición del frente del líquido para un poro está dada por:

$$x^2 = \left[\frac{\gamma r \cos(\theta)}{2\mu} \right] t = wt \quad (8.1)$$

Donde γ es la tensión superficial, θ es el ángulo de contacto, μ es la viscosidad, r es el radio de un capilar equivalente y t es el tiempo. El factor w es una especie de coeficiente de difusión (con unidades m^2s^{-1}) que caracteriza el sistema fluido-sustrato y depende de parámetros físicos del fluido y del radio de cada tubo.

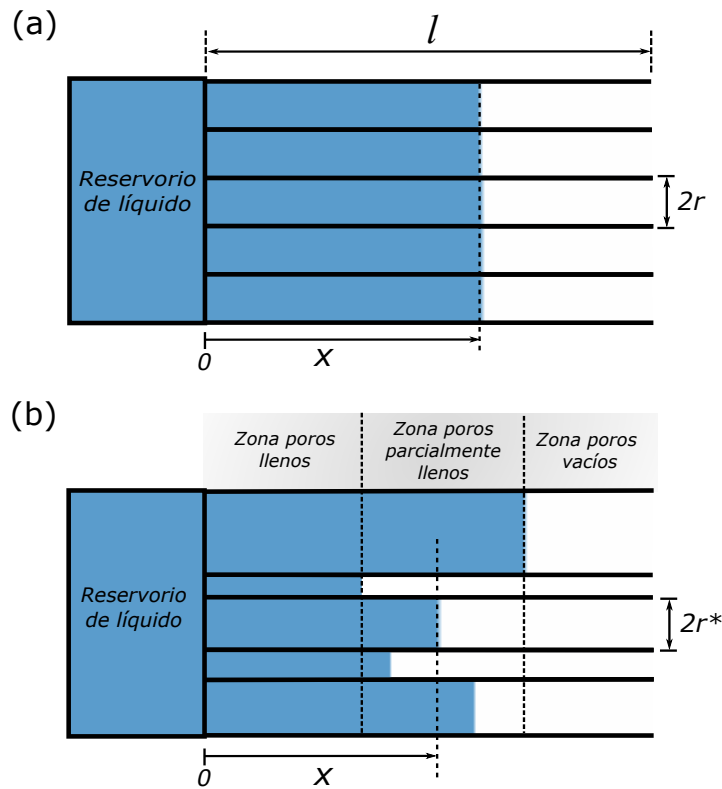


Figura 8.4: Esquema representativo de un corte transversal de un conjunto de tubos (a) monodispersos (idénticos) y (b) polidispersos, donde se marcan los parámetros más relevantes. l : longitud del tubo, x : eje horizontal paralelo a la dirección de flujo en los porosa, r : radio de tubo, r^* : radio de poro particular.

La existencia de un ensanchamiento del frente de líquido en el proceso de imbibición indica una dispersión en los radios del conjunto de poros [58]. Para el análisis de la fracción de llenado en una posición dada x y tiempo t es conveniente definir el valor de un radio de poro particular r^* para el cual la posición frontal del líquido es exactamente x en el tiempo t . Recurriendo a la ecuación 8.1 esta consideración se puede expresar como,

$$r^* = \frac{2\mu}{\gamma \cos\theta} \frac{x^2}{t} \quad (8.2)$$

En función de esta consideración durante el proceso de imbibición se diferencian tres zonas: una zona de poros completamente llenos, una zona de poros parcialmente llenos y una zona de poros totalmente vacíos. Todos los poros con radio mayor que r^* estarán completamente llenos, mientras que los poros más pequeños estarán vacíos, como se esquematiza en la figura 8.4(b).

Una magnitud apropiada para estimar la relación entre poros llenos y vacíos en una determinada posición x de la muestra y a un determinado tiempo t es la fracción de llenado ($f(x,t)$) que se define como la relación entre el área de la sección transversal ⁶ de poros completamente llenos (poros más grandes que r^*) y el área total de poros. Es decir:

$$f(x,t) = \frac{\int_{r^*}^{\infty} N(r)dr}{\int_0^{\infty} N(r)dr} \quad (8.3)$$

Donde $N(r)$ es la función densidad de probabilidad ponderada con la sección transversal (normalizada respecto a r^2) de la distribución de tamaños de los poros a lo largo de toda la sección en la posición x y al tiempo t . El numerador de la expresión 8.3 representa los poros mayores a r^* , o sea, los poros completamente llenos. Y el denominador es el factor de normalización que permite obtener el valor de f entre 0 (todos los poros vacíos) y 1 (todos los poros llenos).

Es importante tener en cuenta que en este modelo la fracción de llenado no depende de x y t en forma independiente sino de la variable r^* (ecuación 8.2). Esto quiere decir que a partir de la posición y tiempo es posible encontrar un valor de r^* a partir del modelo hidrodinámico.

Derivando la ecuación 8.3 con respecto a esta variable, se obtiene:

$$N_A = -\frac{df(x,t)}{dr^*} = -\frac{df(r^*)}{dr^*} \quad (8.4)$$

Donde $N_A(r^*) = N(r^*) / \int_0^{\infty} N(r)dr$ y representa la función densidad de probabilidad normalizada, ponderada con la sección transversal y evaluada en r^* . De esta manera, midiendo el perfil de la fracción de llenado es posible estimar la distribución del tamaño de poros a través de la derivada del perfil de fracción de llenado.

8.3. Índice de refracción en medios porosos

Como se vio oportunamente la OPD es un parámetro que involucra el índice de refracción de grupo multiplicado por el espesor del medio por donde el haz de luz se propaga. Por lo general, el PS se modela como un material compuesto conformado por una matriz de silicio cristalino (Si-c) con inclusiones cilíndricas irregulares que, en este estudio, están inicialmente llenas con aire y luego se van llenando progresivamente de líquido. El tamaño característico de estas estructuras es mucho menor que la longitud de onda central de la fuente de luz y, por lo tanto, la teoría del medio efectivo se puede utilizar para describir su índice de refracción [3]. De esta manera, es factible considerar el medio poroso como ópticamente "transparente" y describir su índice de refracción

⁶en dirección perpendicular al eje x

de grupo a partir de distintos modelos. Una descripción detallada de la teoría utilizada se presenta en el apéndice B donde se describe en detalle los principales modelos propuestos en la literatura y se deja abierta la posibilidad de extender el tema.

8.3.1. Aproximación de medio efectivo

Se han desarrollado varios modelos para predecir las propiedades ópticas de este material [167] entre los que se encuentra el modelo de Bruggeman y el modelo de Looyenga⁷. El más apropiado desde un punto de vista topológico para este tipo de materiales porosos es el modelo de Looyenga [110, 167] que se empleó en este trabajo para modelar el índice de refracción del medio efectivo, η_{ef} . En este modelo, se supone una mezcla aleatoria, homogénea e isotrópica de dos o más materiales. Las alteraciones en el campo local es despreciable y la variación de la permitividad local es pequeña en comparación con la permitividad dieléctrica. La función dieléctrica efectiva es un promedio ponderado de las de los constituyentes y para tres constituyentes, conformados en este caso por una mezcla de Si-c, aire y líquido (etanol), es posible derivar una fórmula explícita para determinar la permitividad efectiva [143].

Si se desprecia la absorción óptica, es decir, considerando $\eta_{\text{ef}} = \epsilon_{\text{ef}}^{1/2}$ (donde ϵ_{ef} es la permitividad efectiva), el índice de refracción de una mezcla de estos tres medios diferentes se expresa como una función no lineal dada por:

$$\eta_{\text{ef}}^{2/3} = \eta_{\text{si}}^{2/3}(1-p) + \eta_{\text{air}}^{2/3}p(1-f) + \eta_{\text{liq}}^{2/3}pf \quad (8.5)$$

Donde η_{si} , η_{air} y η_{liq} son los índices de refracción de Si-c, PS vacío (Si-c + aire) y PS completamente lleno (Si-c + líquido), respectivamente.

⁷Se comparan ambos modelos contra el modelo lineal propuesto en la sección B.3.1 del apéndice correspondiente.

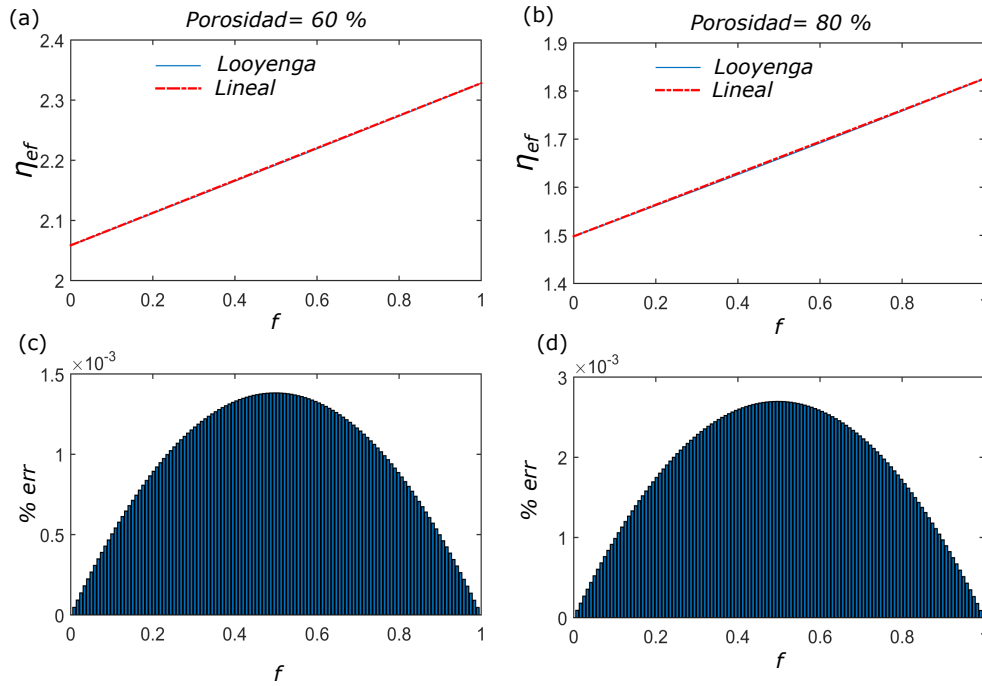


Figura 8.5: Gráficas de η_{ef} como una función de la fracción de llenado para dos porosidades diferentes ($p = 60\%$ y 80%), considerando (a) el modelo de Looyenga y (b) el lineal ; (c) y (d) muestran el error relativo entre ambos modelos en función de la fracción de llenado para las mismas porosidades.

En las figuras 8.5(a) y (b) se grafica η_{ef} , dado en la ecuación 8.5 en función de la fracción de llenado (f) de PS para dos porosidades diferentes ($p = 60\%$ y $p = 80\%$) cuando se produce la imbibición con etanol. El modelo lineal que conecta los valores extremos (es decir, $f = 0$ y $f = 1$) también se graficó para comparar. Por lo tanto, se deducen las siguientes relaciones:

$$\begin{aligned} a_{ef} &= [\eta_{ef}]_{f=0} = \left[n_{si}^{2/3} (1-p) + \eta_{air}^{2/3} p \right]^{3/2} \\ b_{ef} &= [\eta_{ef}]_{f=1} = \left[\eta_{si}^{2/3} (1-p) + \eta_{liq}^{2/3} p \right]^{3/2} \end{aligned} \quad (8.6)$$

Y la función lineal que relaciona η_{ef} y f se puede expresar como:

$$\eta_{ef,L} = a_{ef} + (b_{ef} - a_{ef})f. \quad (8.7)$$

A su vez, las figuras 8.5 (c) y (d) muestran la diferencia entre ambos modelos, para las mismas porosidades consideradas anteriormente, expresada como el error relativo dado por:

$$e_{\text{rel}} = \frac{\eta_{\text{ef}} - \eta_{\text{ef,L}}}{\eta_{\text{ef}}} \times 100 \%. \quad (8.8)$$

En función de la gráfica de la figura 8.5 se observa una discrepancia máxima de 0,15% respecto al modelo de Looyenga y que muestra que el modelo lineal es una aproximación suficientemente buena. Se observaron comportamientos similares considerando diferentes porosidades dentro del rango contemplado.

8.3.2. Índice de refracción de grupo efectivo

En OCT, donde la fuente de luz presenta un ancho de banda significativo (típicamente entre 20 y 100 nm), la diferencia del camino óptico depende del índice de refracción de grupo $\tilde{\eta}$ (ecuación 2.1). Entonces, si se considera que la absorción óptica es despreciable y diferenciando la ecuación (8.7) con respecto a λ , multiplicando por λ_0 y restando esto de la ecuación (8.7) se obtiene:

$$\tilde{\eta}_{\text{ef}} = \eta_{\text{ef}} - \lambda_0 \frac{d\eta_{\text{ef}}}{d\lambda} = \left(a_{\text{ef}} - \lambda_0 \frac{da_{\text{ef}}}{d\lambda} \right) + \left[(b_{\text{ef}} - a_{\text{ef}}) - \lambda_0 \frac{d(b_{\text{ef}} - a_{\text{ef}})}{d\lambda} \right] f. \quad (8.9)$$

Teniendo en cuenta la definición del índice de refracción de grupo (ecuación 2.1), la expresión anterior se puede reescribir como:

$$\tilde{\eta}_{\text{ef}} = \tilde{a}_{\text{ef}} + (\tilde{b}_{\text{ef}} - \tilde{a}_{\text{ef}})f. \quad (8.10)$$

Esta expresión muestra que la aproximación lineal también se puede extender al índice de grupo efectivo. Por lo tanto, se puede hacer referencia sin ambigüedades al índice de refracción de grupo efectivo $\tilde{\eta}_{\text{ef}}$ simplemente como índice de refracción efectivo η_{ef} .

8.4. Imbibición y señal de OCT

La idea general para la implementación de la técnica de OCT en el estudio del proceso de imbibición de las muestras de PS es medir la señal de interferencia entre las superficies superior e inferior de la capa porosa haciendo barridos a lo largo del eje x cuando el haz incide sobre la muestra en dirección del eje y (figura 8.7). De esta manera, se obtienen perfiles donde los poros pueden estar completamente llenos, parcialmente llenos o completamente vacíos, que dependerán de la posición x y el tiempo t en que se efectúe la medición durante la imbibición.

El objetivo es emplear una medición en modalidad dinámica para monitorear un cambio en la OPD debido a la variación de índice de refracción del medio poroso y así

obtener información sobre el proceso. Para ello se empleó el sistema CPI-OCT con un dispositivo de llenado diseñado *ad hoc* como se esquematiza en la figura 8.6(a). Este elemento permite introducir la muestra y luego el líquido (en este caso con etanol) con ayuda de una jeringa para conseguir una imbibición uniforme en toda la capa porosa (ver fotografía de la figura 8.6(b)).

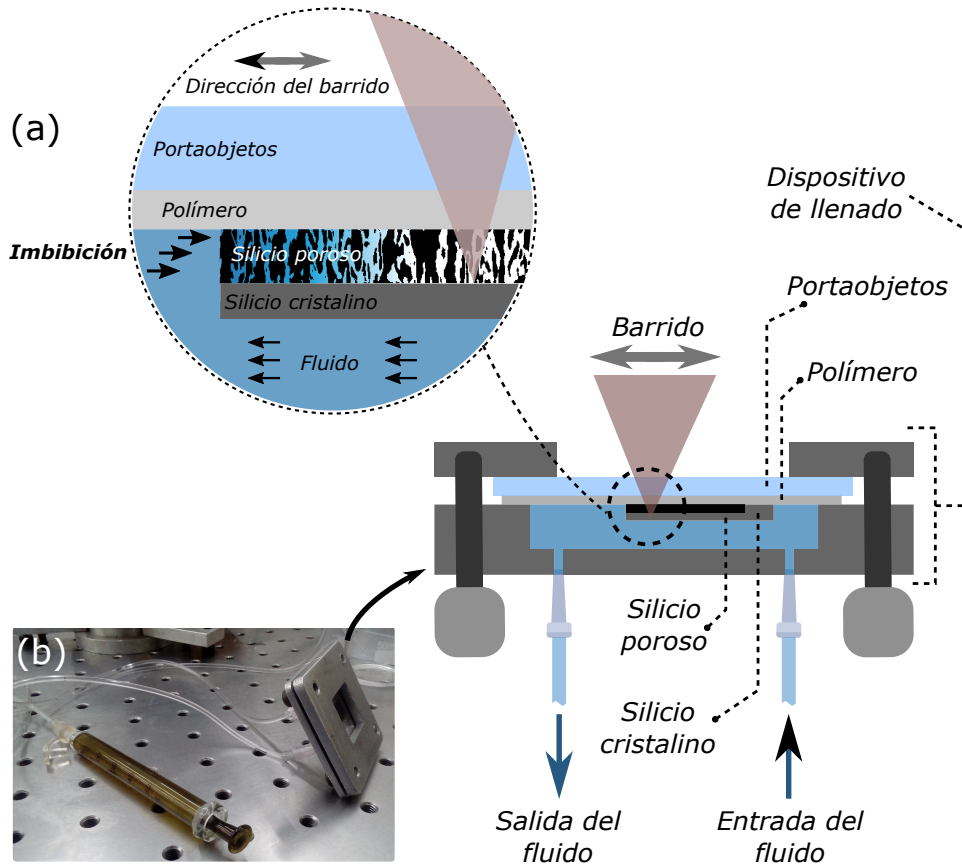


Figura 8.6: (a) Esquema del dispositivo de llenado empleado y detalle de las partes que lo componen (b) Fotografía del dispositivo y una jeringa para alimentación del líquido.

Una vez que la luz láser incide sobre la muestra, la señal de interferencia se genera por la superposición de todas las haces que se reflejan en cada interfaz de la muestra. Dado que la OPD entre las diferentes reflexiones tiene valores bien diferenciados es posible considerar solo el término de interés. Así se mide la diferencia de camino óptico, que evoluciona en las diferentes condiciones de saturación a lo largo de la capa (identificada por la posición x). Como se indicó anteriormente la OPD de interés surge de la superposición de los haces reflejados en la interfaz polímero/PS y PS/Si-c, cuyas intensidades se representan como i_2 e i_3 , respectivamente (figura 8.7). El valor de la OPD

correspondiente se denota como Δ_{23} y se hará referencia a este parámetro simplemente como Δ por simplicidad.

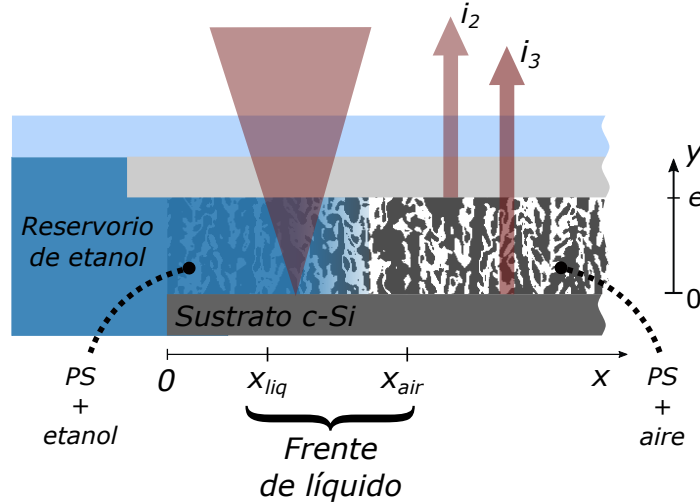


Figura 8.7: Esquema en detalle de la muestra analizada en el proceso de imbibición donde se identifican las interfaces de interés (i_2 y i_3) y el espesor de la capa porosa e .

Cuando el fluido penetra en la muestra y los poros se llenan parcialmente, se establece un nivel de saturación dependiente de la posición del frente del líquido. En cada instante, se diferencian tres regiones a lo largo de la dirección dada por el eje x en el esquema y que coincide con la dirección del flujo del líquido. Para eso se define a x_{liq} y x_{air} como las posiciones que determinan los límites de cada región, donde para $x < x_{liq}$ todos los poros están embebidos con líquido (primera región) y para $x > x_{air}$ todos están "vacíos", es decir llenos de aire (segunda región). La tercera región donde $x_{liq} < x < x_{air}$ representa el ensanchamiento del frente líquido, donde ambos fluidos (líquido + aire) coexisten dentro de la estructura PS.

En el momento en que el líquido entra a la estructura acción capilar se evidencia un aumento en el valor de Δ por un cambio en el índice de refracción ya que se considera el espesor de la capa porosa constante. La expresión de la OPD para una sección transversal de la capa en una posición x se puede considerar como:

$$\Delta_{(x)} = \int_0^e \eta_{ef(x,y)} dy = \hat{\eta}_{ef(x)} e \quad (8.11)$$

Donde e es el valor del espesor de la capa porosa, η_{ef} es el índice de refracción efectivo en la posición y y $\hat{\eta}_{ef}$ es el índice de refracción efectivo medio en la posición x . En la expresión 8.11 queda explícita la relación entre la OPD y el índice de refracción a partir del modelo de medio efectivo correspondiente.

Ahora bien, para cuantificar el proceso de imbibición se precisa relacionar la variación de OPD con una función que brinde información en cada instante sobre el grado de saturación. Para ello se recurre a la fracción de llenado ($f(x,t)$) que se definió previamente y que mide la fracción de poros llenos y vacíos en una determinada posición x de la muestra y a un determinado tiempo t . Por lo tanto, utilizando un modelo de medio efectivo es posible obtener la relación entre el índice de refracción de grupo de cada uno de los elementos presentes en la muestra, la porosidad y la fracción de llenado que tienen en cuenta la proporción presente de cada elemento y de esa manera establecer una relación con la OPD medida.

A partir la expresión de la ecuación 8.11 junto con el modelo de línea propuesto (ecuación 8.7), la OPD se puede expresar en un punto x y a un tiempo t como:

$$\Delta_{L(x)} = \{\hat{\eta}_{si}(1-p) + \hat{\eta}_{air}p[1-f(x)] + \hat{\eta}_{liq}pf(x)\}e \quad (8.12)$$

Donde $\Delta_{L(x)}$ es la OPD empleando el modelo lineal propuesto para el índice. Aquí la fracción de llenado $f(x)$ representa las regiones de saturación desde $f=0$, para $x > x_{air}$, hasta $f=1$ para $x < x_{liq}$. En este modelo se asume que las fluctuaciones de porosidad son insignificantes a lo largo de x y por lo tanto se toma un valor de p constante.

Finalmente, la OPD (Δ_L) se puede representar de forma dinámica como una función de la posición y el tiempo y resulta:

$$\Delta_{L(x,t)} = \{\hat{\eta}_{si}(1-p) + \hat{\eta}_{air}p[1-f(x,t)] + \hat{\eta}_{liq}pf(x,t)\}e \quad (8.13)$$

Usando la aproximación de la ecuación 8.13 es posible obtener el perfil de fracción de llenado del frente de líquido en la capa PS midiendo $\Delta_{L(x,t)}$ en tres condiciones de saturación diferentes: completamente lleno ($f(x,\infty) = 1$), parcialmente lleno y vacío ($f(x,0) = 0$). Teniendo en cuenta esta consideración se obtiene la fracción de llenado a partir de Δ_L como:

$$f(x,t) = \frac{\Delta_L(x,t) - \Delta_L(x,0)}{\Delta_L(x,\infty) - \Delta_L(x,0)}, \quad (8.14)$$

Donde $\Delta_L(x,t)$ es la diferencia de camino óptico en la posición x cuando $x_{liq} < x < x_{air}$, $\Delta_L|_{(f=0)}$ se obtiene cuando $x > x_{air}$ y $\Delta_L|_{(f=1)}$ es medida con la condición para $x < x_{liq}$. Esta ecuación se puede verificar mediante sustitución directa utilizando la ecuación 8.13. Es importante remarcar que esta expresión es válida independientemente de los valores particulares de espesor, porosidad e índices de refracción efectivos del sistema como consecuencia de normalizar con respecto al tiempo y posición donde comienza el proceso de imbibición.

8.5. Resultados

Como se vio anteriormente, en el momento en que el líquido entra en la estructura porosa por acción capilar existe un corrimiento de la OPD Δ correspondiente al cambio de índice de refracción efectivo de la capa porosa. En la figura 8.8(b) se muestra este cambio en la OPD en un punto x arbitrario.

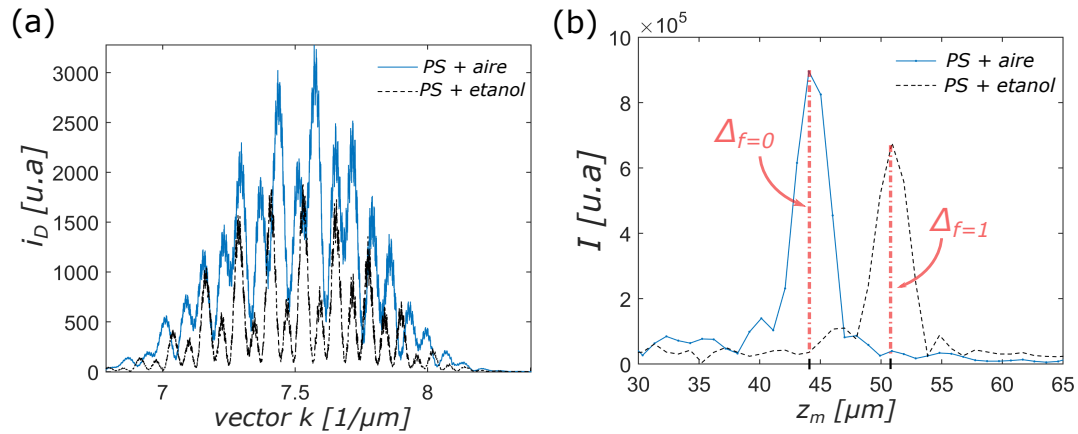


Figura 8.8: (a) Señal de interferencia para el caso de PS con aire (línea azul) y PS con etanol (línea negra discontinua). (b) CZT de la señal de interferencia con el corrimiento del pico de la OPD Δ por el proceso de imbibición cuando el PS está vacío ($f = 0$) y lleno ($f = 1$).

Para realizar la medición del proceso de imbibición se detecta el cambio de la OPD Δ a lo largo de una línea en dirección al eje x , desde el borde donde se encuentra el reservorio ($x = 0$) hacia el centro de la capa porosa ($x > x_{air}$) cubriendo una distancia l . Para obtener cada una de estos perfiles de OPD en función de la posición se realizan barridos consecutivos empleando el sistema de OCT de camino común en su modalidad dinámica tal y como se describió en la sección 5 del capítulo 5. Como la velocidad de avance del líquido es inferior a la velocidad del barrido del sistema de OCT (la relación es de aproximadamente 2 órdenes de magnitud), el perfil de llenado no presentará cambios importantes en cada barrido por lo que se lo considera cuasi-instantáneo.

Las mediciones se realizaron utilizando el esquema de la figura 8.6 contemplando cuatro muestras de diferente porosidad. A modo de ejemplo se muestra en la figura 8.9 la medición del proceso empleando el sistema de CPI-OCT en la muestra de $38 \text{ mA}/\text{cm}^2$.

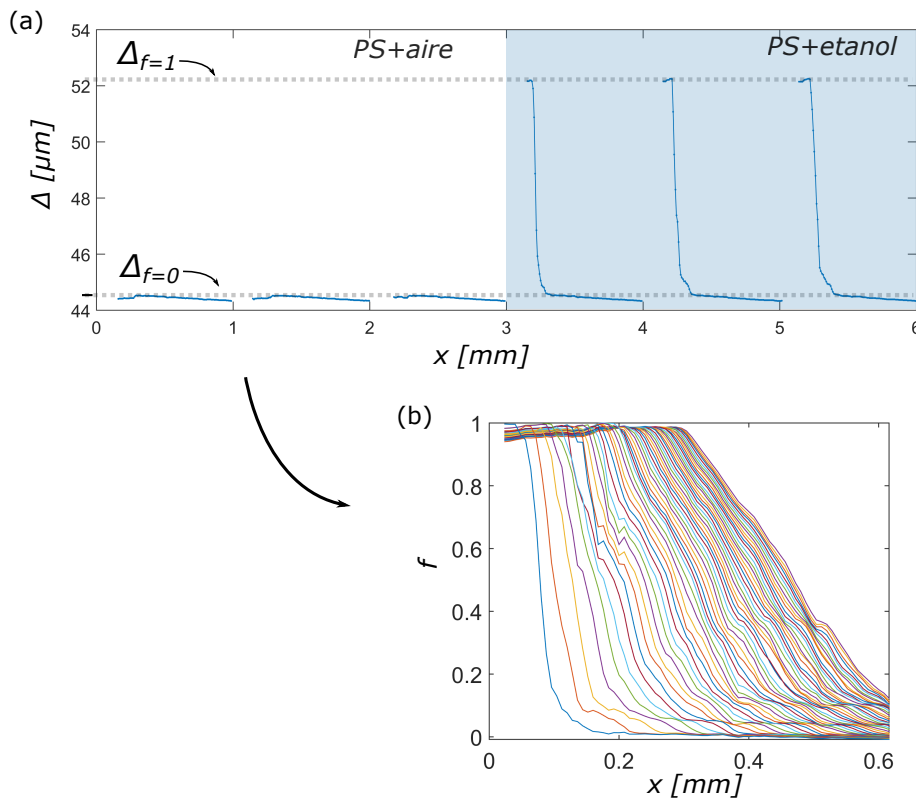


Figura 8.9: (a) Representación de la medición en modalidad dinámica con OCT a partir de la OPD en función de la posición x durante la imbibición. (b) Perfiles de llenado a partir de la figura (a) luego de compensar y normalizar respecto al inicio del proceso de imbibición.

En la figura 8.9(a) se presenta una serie de seis perfiles medidos en distintos instantes de tiempo que muestran el comienzo del proceso de imbibición con etanol y la muestra sin líquido al inicio del experimento. En el gráfico el eje de ordenadas representa la variación de la OPD de interés y el eje de abscisas la posición x que se obtiene a partir de los *encoders* del sistema de barrido empleando solo uno de los dos motores (ver Modalidad dinámica sección 5.4 del capítulo 5).

Se asigna cada perfil un tiempo t formando un conjunto de perfiles de la OPD Δ que corresponden a posiciones x donde $0 < x < l$. Cada perfil corresponde a un barrido completo en x y que en este caso tienen un largo de $l = 1$ mm. Aquí se puede apreciar que en los primeros tres perfiles medidos (detrás de la línea punteada) no hay variación de la OPD dado que el PS está "vacío" (PS + aire). En cambio, para los perfiles posteriores (a partir de la línea punteada) se puede distinguir el salto en el valor de la OPD que evidencia el comienzo del proceso de imbibición en el medio poroso (PS + etanol).

Para representar la evolución del frente de líquido se utiliza un gráfico como el de

la figura 8.9(b) donde se superponen todos los perfiles medidos en los distintos barridos sobre el mismo sector de la muestra. En este conjunto de datos se compensa la posición cuando comienza la imbibición y se expresa la OPD como fracción de llenado según la expresión 8.14. Una vez definido el esquema de medición del proceso de imbibición se puede avanzar con el análisis de los datos medidos aplicando modelos hidrodinámicos para obtener información de la morfología de la estructura porosa como se detalla a continuación.

8.5.1. Aplicación de modelo hidrodinámico

La aplicación de un modelo hidrodinámico en este caso permite encontrar una relación entre el frente de líquido y un factor que brinda información de los tamaños de poros de la estructura [70].

A partir de los perfiles medidos de OPD en función de la posición acumulada (8.9(b)) se genera un nuevo conjunto de datos en función de una nueva variable que representa el valor de tiempo asignado a cada uno de los perfiles, relacionando la distancia total recorrida y el tiempo que le lleva al sistema de barrido cubrir la distancia L . A partir de esto se reconstruyen los datos de la figura 8.9(b) en un gráfico tridimensional del frente del líquido en la capa de PS como la fracción de llenado (f) en función de la posición y del tiempo, como se ilustra en la figura 8.10(a).

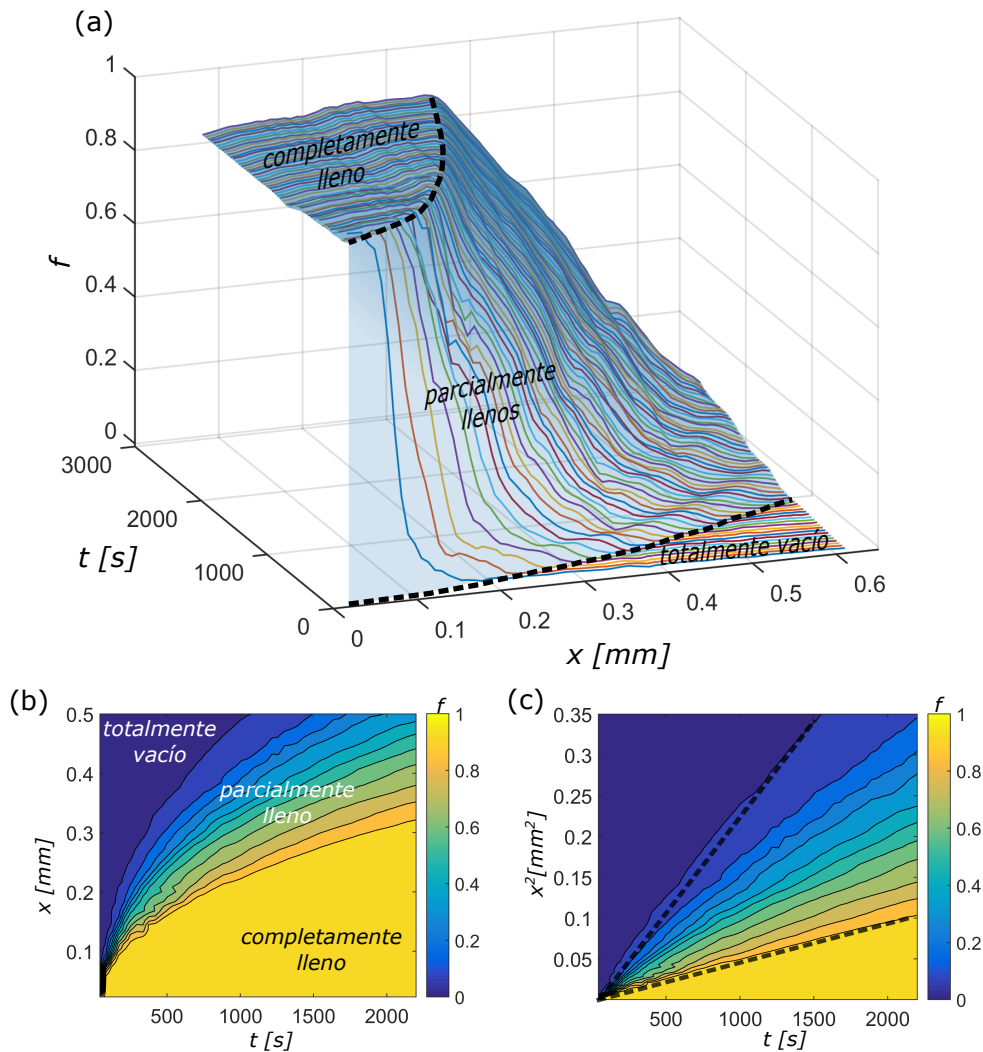


Figura 8.10: (a) Imagen 3D que representa la variación de la fracción de llenado en función de la posición y del tiempo. Los datos corresponden a una muestra de PS de 38 mA/cm^2 . (b) Gráfico en colores de la muestra de PS de 38 mA/cm^2 en 2D que evidencia el comportamiento según la ley de Washburn (equivalente a la figura 8.10) y (c) Linealización de los datos del gráfico de colores (b) con pendiente comparativa.

La imagen exhibe una región saturada de líquido que avanza a un ritmo decreciente con el tiempo y se distinguen tres zonas donde el PS presenta diferentes regiones en función de la fracción de llenado. La zona de saturación está precedida por una región de llenado intermedia que se ensancha a medida que avanza el líquido. Este hecho se destaca en las figuras 8.10(b) y 8.10(c) que son gráficos de contorno a partir de los mis-

mos datos. La primera es una representación en dos dimensiones de la variación de la fracción de llenado que se indica con una escala de colores (figura 8.10(b)) en función de la posición (eje de ordenadas) y el tiempo (eje de abscisas) que muestran claramente el ensanchamiento del frente líquido y se evidencia que la dinámica de llenado sigue un comportamiento tipo Washburn. Esto último se puede corroborar a partir de la figura 8.10(c), que muestra un comportamiento lineal en una gráfica x^2 vs t , que es el comportamiento típico de Washburn dado por la ecuación 8.1. Este hecho se enfatiza usando líneas rectas punteadas como guía y se calculó la pendiente de la línea que delimita la región saturada con un valor de $w = 4 \cdot 10^{-11} \text{ m}^2/\text{s}$. Este valor es comparable al obtenido en sistemas similares por Ceratti *et al.*[32] y Vincent *et al.* [175] donde se utilizó análisis de imagen para inferir la posición del frente líquido. Es importante señalar que a diferencia del método utilizado en Ceratti *et al.* y Vincent *et al.*, la técnica de OCT proporciona el perfil de la fracción de llenado de manera cuantitativa.

8.5.2. Determinación de tamaños de poros

Para poder aplicar el modelo hidrodinámico y establecer una relación entre los datos obtenidos (figura 8.9(b)) y una distribución del tamaño de poros dentro de la estructura del PS se deben acondicionar los datos presentados anteriormente usando el modelo de Washburn. Para ello se dividió cada perfil por la raíz del tiempo resultando en una posición normalizada por este modelo y que se definió como una nueva variable x_w . De esta manera, se genera la imagen de la figura 8.11(a) que muestra que con este cambio de variable todos los perfiles presentan un comportamiento común. En el mismo gráfico se indica, en línea discontinua, la curva promedio de todos los frentes que se toma como una "curva maestra" donde los perfiles colapsan indicando que el ensanchamiento del frente líquido es efectivamente proporcional a \sqrt{t} .

Asumiendo que las propiedades físicas (tensión superficial, ángulo de contacto y viscosidad) del líquido, en este caso etanol, son constantes durante todo el proceso y teniendo en cuenta el comportamiento mostrado en la figura 8.11(a), es posible establecer una relación entre los datos obtenidos y una distribución del tamaño de los poros dentro de la estructura de PS. Para eso fue conveniente representar los perfiles de fracción de llenado obtenidos para diferentes barridos en función de la variable reducida r^* , ya definida en la ecuación 8.2. Con esta nueva variable se generó un nuevo set de curvas que resulta en un cambio de escala que contempla el conjunto de propiedades del líquido empleado. Mediante este procedimiento se obtuvo la relación entre el radio promedio (r^*) de la estructura y la fracción de llenado (f).

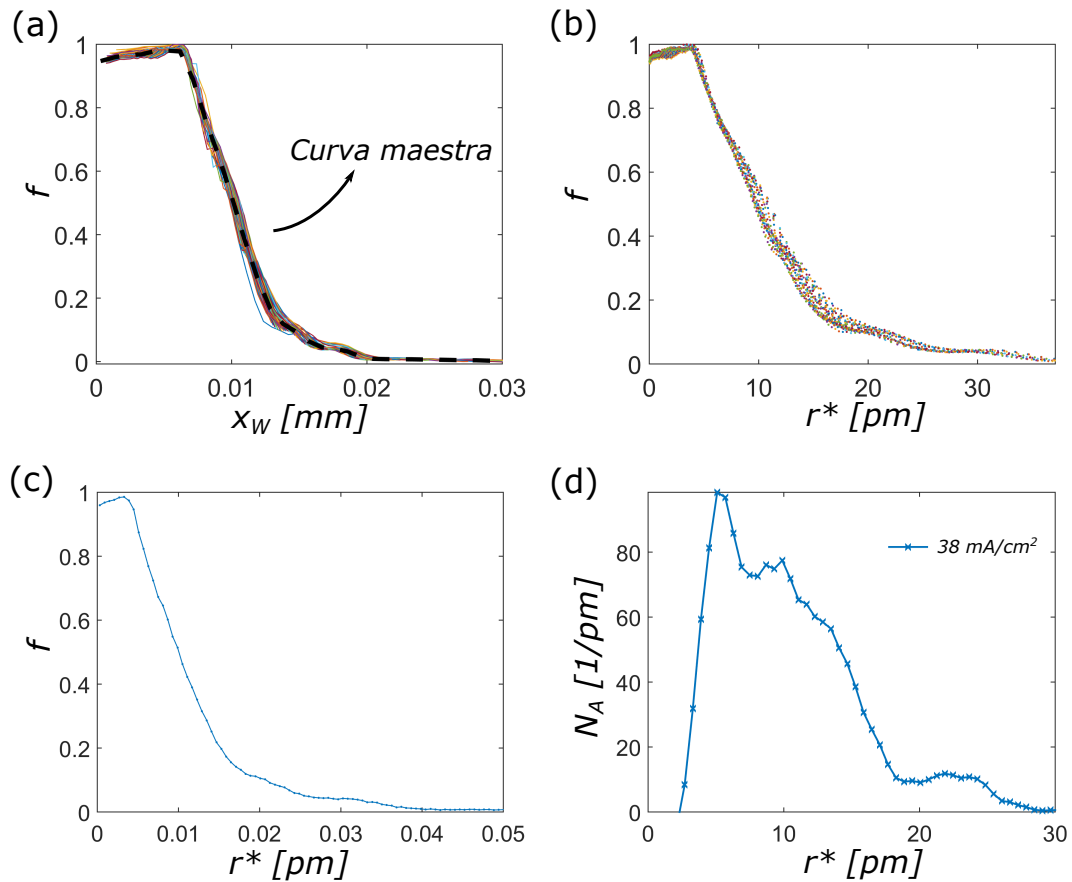


Figura 8.11: (a) Curvas normalizadas con ley de Washburn junto con curva maestra (línea negra discontinua). (b) Curvas reescaladas por la ecuación Ley de Washburn. (c) Curva promedio a partir de los perfiles de la figura (b). (d) Distribución del tamaño de poro como la derivada de la curva promedio correspondiente a la muestra de 38 mA/cm^2 .

Finalmente, si se toma el promedio de todos los frentes mostrados en la figura 8.11(b) se puede estimar una curva promedio y que representará a dicha muestra (figura 8.11(c)). Como se indicó en la sección 8.2, esta información puede ser útil para determinar la distribución del tamaño de poro de la capa de PS usando la ecuación 8.4. Por lo tanto, a partir de la derivada de esta curva se encontró la distribución de tamaños más probable para el caso de la muestra de 38 mA/cm^2 y que se exhibe en la figura 8.11(d).

Este procedimiento se repitió para las demás muestras de diferentes porosidades. A partir de los datos medidos se obtuvieron las curvas maestras promedio para dichas muestras de PS y se graficaron en la figura 8.12(a). Se puede apreciar la diferencias entre

los frentes promedios de cada muestra respecto a su densidad de corriente (diferente porosidad) en función de un radio promedio (r^*).

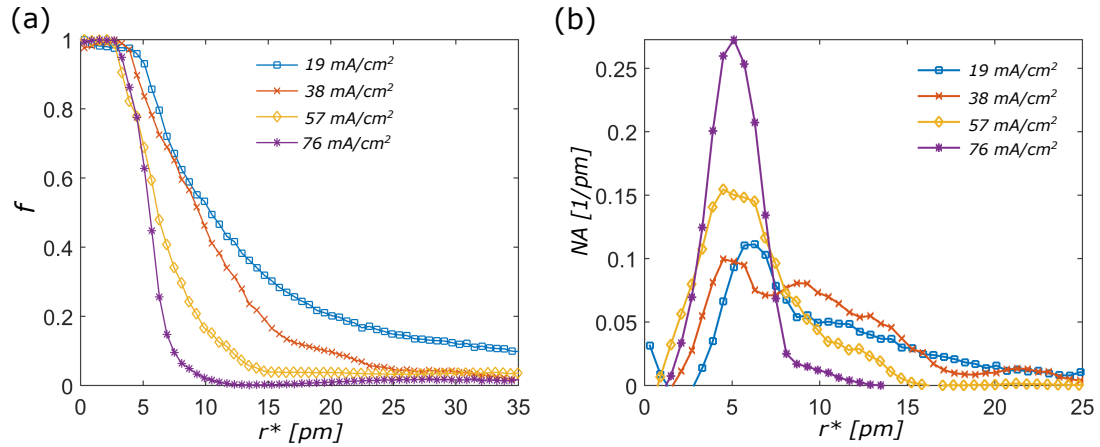


Figura 8.12: (a) Frentes de llenado de muestras de diferente densidad de corriente con porosidad en el rango entre 60-80%. (b) Distribución del tamaño de poro de cada muestra.

La figura 8.12(b) exhibe la función densidad de probabilidad en función del radio particular, r^* , para cada muestra. Esto representa la distribución de radios equivalente para cada estructura porosa analizada. Se puede observar que los valores obtenidos caen en un rango de los picómetros, muy por debajo de los valores esperados.

Se advirtió oportunamente, a partir de las imágenes SEM (figura 8.2), que los poros presentan una forma tortuosa pudiendo recorrer una distancia mayor a la que se esperaría en un poro recto. Por otro lado, desde la imagen SEM de vista de planta (8.13(a)) puede apreciarse que un poro representativo de la estructura tiene constricciones que podrían afectar el flujo capilar.

Para tener en cuenta estas características en un modelo hidrodinámico, se propone el uso de un radio efectivo r_{ef} para representar un capilar recto equivalente que produce la misma tasa de imbibición medida. Para tener en cuenta el efecto de la tortuosidad se define un parámetro $\tau = x_{ef}/x$, donde x_{ef} es la distancia real recorrida por el fluido a lo largo del poro y x es la distancia recta medida a lo largo de la dirección del flujo principal como se identifica en la figura 8.13(a).

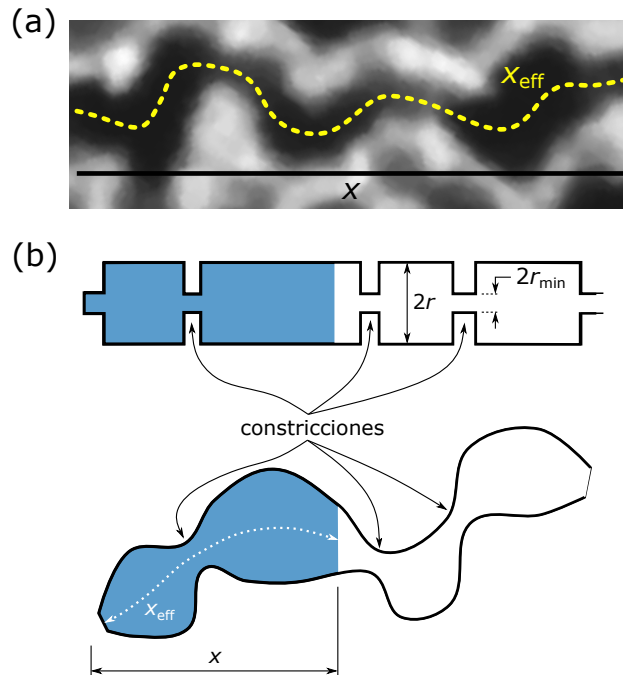


Figura 8.13: Analogía para contemplar características morfológicas de la estructura porosa. (a) Zoom de poro representativo a partir de imagen SEM (b) esquema para modelo de tubos con constricciones.

Existe la posibilidad de modelar el medio poroso mediante un modelo simple de un conjunto tubos paralelos tortuosos con cierta distribución de radios o contemplar una configuración de tubos con constricciones, es decir, tubos con radios que varían de manera intermitente a lo largo de su longitud como esquematiza la imagen de la figura 8.13(b).

Teniendo en cuenta tanto la tortuosidad como las constricciones, se obtiene un radio efectivo dado por [17]:

$$r_{ef} = \frac{r}{\tau^2 \left(\frac{r}{r_{min}}\right)^4} \quad (8.15)$$

Donde τ es la tortuosidad, r es el radio del poro y r_{min} es el radio de la constricción (o cuello) del mismo.

Ahora bien, en cuanto a la función densidad de probabilidad N_A (ecuación 8.4) en este caso será una nueva función que depende de este radio r_{ef} . Es factible proceder con el cálculo de $N_A(r_{ef})$ en función del radio efectivo r_{ef} y representar la distribución de tamaños de poros equivalente como se explicó previamente.

Por lo tanto, los valores anómalos pequeños de r^* obtenidos de las distribuciones de tamaño de poro pueden explicarse considerando la dependencia de r con la tortuosidad

y la relación con el radio de la constricción a partir del r_{ef} mediante la ecuación 8.15. Desde el punto de vista del modelo fluidodinámico, el efecto se condensa en un factor τ^2 , o alternativamente en un factor $(r/r_{min})^4$. Incluso una tortuosidad y constricciones moderadas en la topología de poros producen grandes cambios en el tamaño de poro y, por lo tanto, en la dinámica del proceso. Sin embargo, la situación real debería implicar una combinación de ambos efectos y serán la base para futuros modelos y experimentos.

8.6. Extensión a dos capas porosas

En función de las mediciones satisfactorias para el caso de una capa porosa se planteó extender la aplicación a un sistema compuesto por dos capas de diferente porosidad. Para este tipo de sistemas la imbibición del líquido debido a la acción capilar consiste en dos frentes cuya dinámica se ve afectada por la manera en que ambas capas están interconectadas en la interfaz [18, 12, 2].

Como se explicó en la sección anterior, la determinación de la dinámica del llenado capilar en este tipo de estructuras porosas y, en particular, del perfil de la fracción de llenado a lo largo del frente de líquido se puede utilizar como método para caracterizar la distribución del tamaño de poros de la estructura [71, 146].

Mediante el sistema CPI-OCT descrito anteriormente el objetivo en este caso es obtener la dinámica de llenado capilar de películas de silicio poroso de doble capa (dL-PS) y comparar su comportamiento hidrodinámico frente a muestras de silicio poroso de una sola capa (sL-PS) que presenten la misma porosidad pero por separado.

Este nuevo grupo de muestras consta de películas de PS que se obtuvieron mediante anodización electroquímica de silicio cristalino de la misma manera que el caso expuesto en la sección anterior. Se fabricaron dos muestras de sL-PS con 13 mA/cm^2 y 25 mA/cm^2 para el caso de las muestra de sL-PS. En cuanto a la nueva muestra de dL-PS se fabricó en una única etapa pero empezando con un valor de densidad de corriente (13 mA/cm^2) y luego cambiándolo a otro (25 mA/cm^2). Se repitió el sellado de cada muestra en la parte superior con una película de acetato de etilvinilo (EVA) mediante calentamiento controlado para lograr una imbibición de forma transversal a los poros. La muestra dL-PS resultante corresponde a un sistema como el que se esquematiza en la figura 8.14(a).

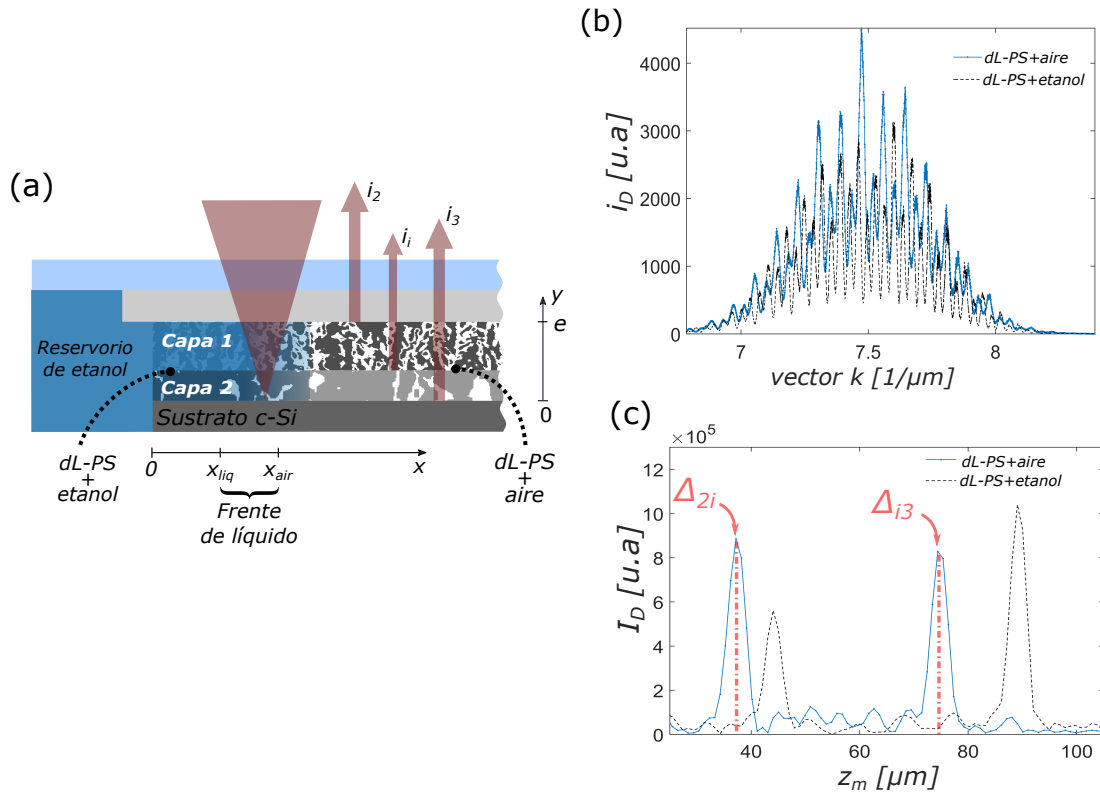


Figura 8.14: (a) Muestra de dL-PS donde se indican las partes más importantes y las reflexiones contempladas. (b) Señal de interferencia digital generada por la superposición de las reflexiones indicadas para cada caso. (c) *A-scan* correspondiente a la muestra analizada donde se remarcan las interfaces presentes.

Debido a que cada interfaz de la muestra contribuye a la señal de interferencia de manera independiente (figura 8.14(b)) se generan términos adicionales que se traducen en picos bien diferenciados en el espacio transformado al aplicar la *CZT* a dicha señal. En la figura 8.14(c) se identifica cada capa con un pico en el *A-scan* en función de la profundidad de la muestra.

Se hace hincapié en las OPD que brindan información de interés que en este caso corresponden a Δ_{2i} y Δ_{i3} . Donde la OPD Δ_{2i} representa el término de interferencia producto de las reflexiones de la interfaz del polímero (EVA) y la primera capa porosa (i_2) con la interfaz primera capa y segunda capa (i_i). Mientras que la OPD Δ_{i3} está dada por la interferencia entre la reflexión que produce la primera capa porosa y la segunda capa porosa (i_i) con la segunda capa y el silicio cristalino (i_3).

De esta manera, la medición con OCT dio la posibilidad de aislar cada capa y observar simultáneamente el proceso de imbibición de cada capa de la muestra de dL-PS por separado. El procedimiento empleado fue el mismo que en el caso anterior salvo que

ahora se consideraron cuatro mediciones diferentes: se miden dos muestras, cada una con una capa porosa (sL-PS), y una muestra compuestas de dos capas porosas (dL-PS). Se estudió la imbibición de cada muestra en particular con el sistema CPI-OCT en su modalidad dinámica y se obtuvieron curvas para cada caso analizado (figura 8.15).

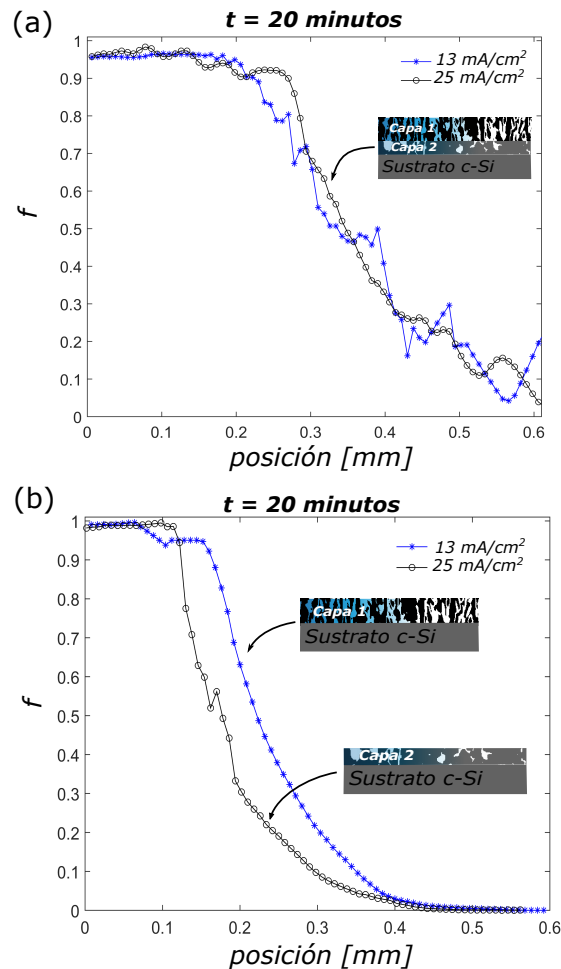


Figura 8.15: Comparación de frentes de líquido en una muestra de dL-PS a lo largo de 20 minutos de imbibición. (a) Frentes de muestra de dL-PS para 13 mA/cm^2 y 25 mA/cm^2 (b) Frentes de muestra tomadas a lo largo de 20 minutos de imbibición para sL-PS de 13 mA/cm^2 y de 25 mA/cm^2 .

En primer lugar, se midió la muestra dL-PS que contiene las dos capas de diferente porosidad. Recurriendo a la ecuación 8.14 se obtuvo el frente de avance del líquido en el proceso de imbibición a los 20 minutos desde su inicio. Y en segundo lugar, se realizaron dos mediciones de dos muestras de sL-PS que presentaban la mismas porosidades que la muestra anterior y se representó el frente de de líquido para el mismo tiempo.

Se puede apreciar en la figura 8.15 como se da el proceso de imbibición tanto de la muestra de dL-PS de 13 mA/cm^2 y de 25 mA/cm^2 , como de las dos muestras de sL-PS con las mismas corrientes (mismas porosidades) pero por separado. Si se realiza una comparación entre el caso de la muestra de dL-PS 8.15(a) y el caso para las dos muestras de sL-PS se puede observar que, a partir de los perfiles (azul y negro), en el caso de la muestra dL-PS los frentes avanzan más rápido respecto al caso de las capas simples en las muestras sL-PS (8.15(b)). Como primera aproximación esto podría atribuirse a la interacción de ambas capas en su interfaz de contacto. Por otro lado, se sigue manteniendo el comportamiento de mayor velocidad de avance para poros más pequeños (menor porosidad, menor corriente) en concordancia con los resultados presentados en el caso de una sola capa de la sección anterior.

8.7. Conclusiones

Se puede concluir que la aplicación de OCT en su modalidad dinámica permitió medir cuantitativamente el frente de avance de líquido durante el proceso de imbibición con una adecuada resolución espacial. A partir del perfil de llenado medido se pudo extraer información de la morfología del medio poroso dando la posibilidad de predecir el proceso de imbibición en un nuevo medio poroso o bien con un medio poroso conocido extraer propiedades físicas (ángulo de contacto, viscosidad, tensión superficial, etc.) de un líquido simple o complejo algunas de ellas inaccesibles por otros métodos.

En cuanto a los resultados obtenidos, los bajos valores (en el orden del picómetro) obtenidos por las mediciones de OCT se justificaron contemplando la tortuosidad que presenta el medio poroso o bien por constricciones en un modelo de tubos donde la resistencia capilar está controlada por los "cuellos", mientras que la fuerza impulsora (presión capilar) está determinada por los "abultamientos" en los capilares.

En la extensión a la muestra de PS de dos capas porosa, se destaca que la técnica de OCT de camino común brindó la posibilidad de identificar las OPD de las capas individuales de cada muestra pudiendo monitorear por separado la imbibición de las capas individualmente pudiendo abarcar fenómenos de llenado capilar más complejos. Este primer intento dio indicios que la dinámica de llenado siguió un comportamiento de Washburn en ambas capas pero con una mayor difusividad en la capa con tamaños de poro más pequeños. En cuanto al proceso de imbibición, en la muestra dL-PS se evidenció una velocidad mayor que en las muestras sL-PS separadas que podría atribuirse a las interacciones entre capas en la interfaz que las conecta. Esta implementación aún está en estudio y queda como una potencial línea de trabajo para el análisis de nuevos sistemas porosos multicapas.

Conclusiones generales

En esta tesis se presentó el desarrollo de un interferómetro de camino común basado en la técnica de tomografía óptica coherente con un portamuestra incorporado. Se demostró que este sistema en su conjunto es apto para la caracterización de materiales y procesos dinámicos y que con la implementación del accesorio denominado *housing* se logró una disminución de partes móviles del sistema experimental, la posibilidad de ampliar la aplicabilidad de la técnica y el desarrollo de diseños de bajo costo que podrían ser implementados como equipo de uso industrial.

El trabajo realizado con el sistema propuesto mostró las potenciales aplicaciones en diversos materiales siempre motivadas por una necesidad específica que en algunos casos generó una colaboración con los usuarios y que podría terminar en una transferencia concreta. En ese sentido se demostró la aplicación en la caracterización de circuitos impresos en sustratos flexibles y se concluyó una primera etapa de trabajo con muy buenos resultados en la colaboración con la Fundación Gutenberg. En el caso de materiales tratados por ablación láser se demostró la factibilidad como sistema para caracterizar la topografía y su utilización como método de caracterización de blancos como complemento de la técnica de LIBS en un trabajo en colaboración con grupos de la Comisión Nacional de Energía Atómica. En el estudio de medios líquidos se avanzó con los primeros pasos en el estudio del cambio de índice de refracción para evaluar el curado de una resina por irradiación UV y la caracterización de topografías y tomografías de gotas mostrando que pueden extenderse al estudio de procesos dinámicos. Finalmente, se demostró la factibilidad como técnica de caracterización del proceso de imbibición en un medio poroso en colaboración con el Instituto de Física del Litoral. Este primer paso mostró una alternativa novedosa en el estudio de este tipo de sistemas con ventajas importantes con respecto a técnicas alternativas iniciando una nueva línea de trabajo en el grupo que continuará en los próximos años.

En resumen, este trabajo completó una primer etapa en el desarrollo de un nuevo sistema de tomografía óptica, con un gran potencial para transformarse en un equipo transferible y accesible para la industria nacional y que puede aportar soluciones novedosas a necesidades concretas tanto en el medio socio-productivo como en el área de investigación.

Trabajo a futuro

En función de lo presentado en esta tesis se plantean diversas ideas para trabajos futuros, como continuación de lo tratado en este trabajo. Se proponen posibles mejoras y adaptaciones tanto en el equipo desarrollado como en la caracterización de materiales y procesos dinámicos incluso para complementar con otras técnicas interferométricas.

Posibles adaptaciones para el equipo

Como primera instancia se exponen posibles funcionalizaciones de la ventana de vidrio para aprovechar al máximo su versatilidad. En función de las líneas de investigación tratadas en esta tesis se proponen las siguientes adaptaciones :

1. Emplear una ventana con una forma controlada o con una característica medible controlada (por ejemplo en su índice de refracción) para generar un *encoder* físico, o sea, un mapa de posiciones en dos direcciones con la idea de disminuir el tiempo de medición, mejorar la resolución y simplificar la configuración experimental.
2. Incorporar elementos ópticos en la superficie de la ventana para mejorar el enfoque sobre la muestra (como por ejemplo microlentes).
3. Patrón de alturas de diseño propio. Ya existe un diseño creado en colaboración con la División de Microfabricación de la CNEA.

En cuanto al punto 1 se plantea la idea de fabricar con polímeros (tipo PDMS por ejemplo) una ventana en forma de "cuña" donde exista una variación espacial de espesor de la misma o una especie de máscara con marcas dadas por cambios de índice con láser pulsado con el objetivo de generar un mapa de posiciones que permita efectuar mediciones sin la necesidad de parar en cada punto y no precisar sistemas de barrido costosos ni sofisticados. Esta adaptación propone reemplazar la ventana utilizada actualmente por un elemento modificado, como se exponen en las figuras 8.16(a) y (c). Cada una de estas implementaciones permitirían obtener un perfil de posiciones en el eje z en función de x con una separación δx a partir de la OPD Δ_{RS} de la ventana en cuestión y

como se simula en las imágenes de la figuras 8.16(b) y (d). Esto es posible extrapolarlo a dos dimensiones y generar un mapa de posiciones en un plano paralelo al plano $x - y$. La desventaja principal de esta configuración es que debería ser un accesorio fijo para poder aprovechar el mapa obtenido a partir de una primera medición.

Actualmente, el sistema de posicionamiento que emplea el equipo de CPI-OCT permite abarcar grandes áreas pero a costo de un tiempo considerable para cada medición comparado principalmente contra equipos comerciales. Por otra parte, este sistema puede ser fácilmente reemplazable por algún componente para barrer áreas con gran velocidad como lo es un **escáner galvanométrico** [108, 55]. Además de la implementación de una configuración de OCT tipo "full field" que emplea una cámara como detector con la posibilidad de medir toda un área de una sola vez [172, 126]. Sin embargo en ambos casos será necesario estudiar la relación de compromiso entre el área a medir y la resolución lograda por el equipo respecto al costo involucrado.

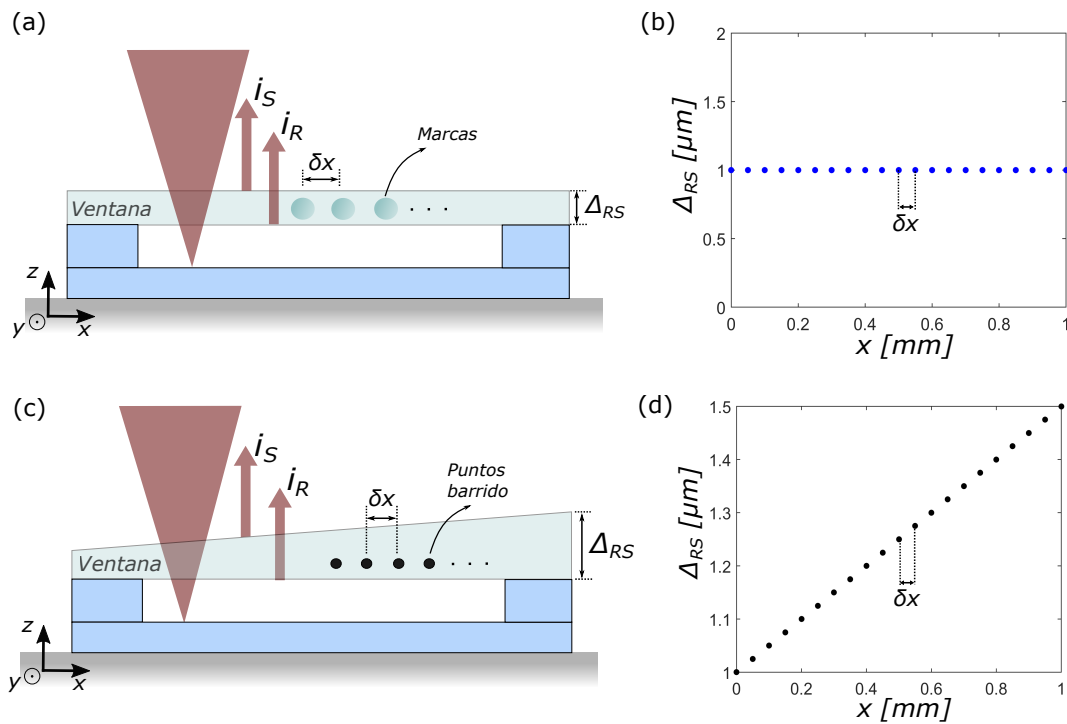


Figura 8.16: (a) Esquema de ventana con marcas para mapear la posición. (b) Simulación del mapa de posiciones que se puede generar. (c) Esquema de una ventana en forma de cuña donde se indican los puntos del barrido. (d) Gráfico mediante simulación del mapa de OPD para producir el mapa de posiciones en dos dimensiones.

Respecto al punto 2, es factible emplear microlentes sobre una ventana de polímero que incluya un arreglo de microlentes con el fin de mejorar la recolección de luz en

casos de muestras complejas ya sea porque no presenten buena reflectividad o en el caso de muestras opacas que presenten bordes muy abruptos incluso para citometría de flujo [78, 101]. Esto se podría implementar con una configuración similar a la presentada en la imagen de la figura 8.16(a) pero en este caso se debería aplicar técnicas como litografía blanda para generar esta ventana funcionalizada con microlentes como se esquematiza en la figura 8.17(a). En el zoom de la figura puede observarse como podría enfocarse mejor la luz a partir de esta implementación y explorando otras [134].

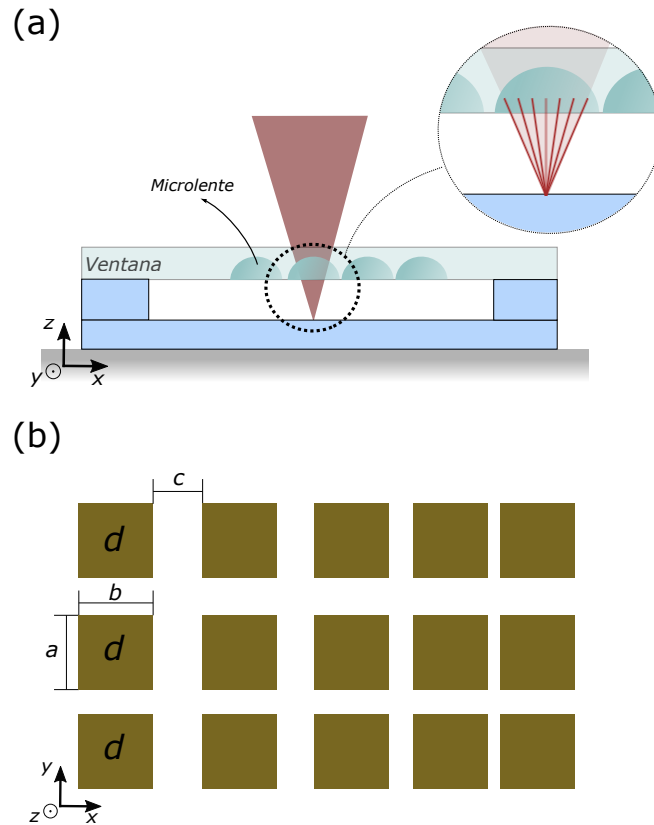


Figura 8.17: (a) Esquema de la ventana con el agregado de microlentes y un zoom con el enfoque que generaría sobre la muestra. (b) Esquema en vista de planta del diseño del patrón propuesto con las cotas más importantes.

Por último, en cuanto al punto 3 se proyecta la fabricación de un patrón de diseño personalizado como se comentó en la sección 4.2 del capítulo 4. El desarrollo se basó en un patrón semejante a los que proveen algunas empresas del área de la optoelectrónica (Thorlabs y Filmetrics) específicamente para resolución lateral en técnicas de microscopía pero en este caso se contemplarían, principalmente, diferentes alturas formando un patrón óptimo para el objetivo planteado. Se propone realizar una muestra mediante tres

litografías donde se busca generar una muestra repitiendo el patrón que se esquematiza en la figura 8.17(b). En este caso a es el largo y b es el ancho de cada rectángulo (a y b pueden tener el mismo valor), c es la separación de cada rectángulo con el siguiente y decrece según el eje x ; y d es la altura de cada rectángulo y tendrá un valor diferente en cada etapa del proceso litográfico. Este patrón podría tomarse como base para examinar la resolución axial como se planteó y evaluar también la resolución lateral mediante la separación c entre cada rectángulo. Este tipo de muestra se podría aplicar para futuros análisis de la fase [177] con la idea de aumentar la sensibilidad en la obtención de la OPD, o para establecer con valores palpables la resolución espacial en OCT e incluso extender a otras técnicas (microscopia confocal, holografía, etc.).

Experimentos a futuro

Como parte de futuros trabajos respecto a las aplicaciones incluidas en este trabajo se pueden considerar:

- Para el primer intento de la caracterización del curado de una resina a partir del cambio de índice de refracción se pretende englobar procesos que permitan representar y estudiar este tipo de fenómenos de forma dinámica y continua.
- Para el caso de impresos de tintas conductoras en sustratos flexibles se tiene la idea de desarrollar algoritmos de compensación e interpolación numérica incluyendo mediciones dinámicas y en máquina. Además de implementar algoritmos de *machine learning* para encontrar el mejor plano de compensación entre los puntos medidos.
- En cuanto a la medición de imbibición se plantea abordar el caso de reservorio finito. Para cumplir con esta suposición de manera experimental se plantea a futuro un experimento usando la misma configuración y procedimiento aplicado el equipo de OCT de camino común y el *housing* utilizando el alcohol como en los casos analizados y seguidamente otro líquido con mayor viscosidad como aceite, a fin de generar una especie de "tapón" y reproducir el caso de reservorio finito.

Apéndice A

Portamuestra impreso

La simpleza del *housing* permitió, de manera complementaria, diseñar con facilidad carcasas para alojar la ventana (referencia interna) empleando impresión 3D. Se generaron dispositivos partir de diseños en *Solidworks* como esquematiza la figura A.1.

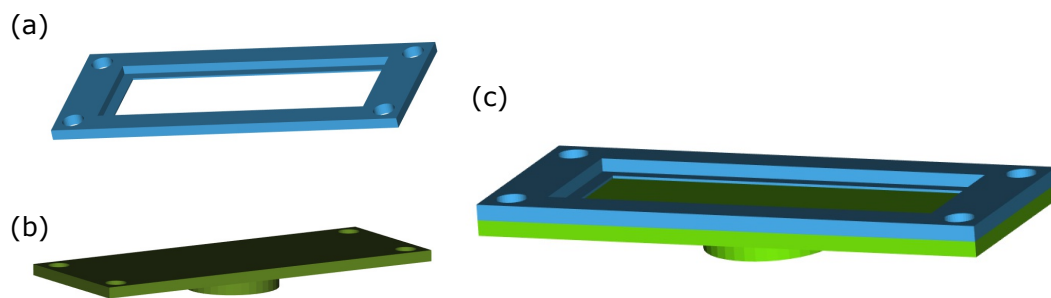


Figura A.1: Imagen tridimensional que representa un símil *housing* para imprimir en 3D. (a) Portaventana con capacidad de alojar un portaobjetos y una altura de unos 500 micrones (respecto a la base), (b) Base con extremo para anexas a la platina. (c) Sistema con la parte inferior y superior unidas.

Esto posibilita la optimización y flexibilización del *housing* para otros sistemas que no se han tratado en este trabajo incluyendo como un potencial componente en sistemas compactos impresos en 3D.

Apéndice B

Teorías de medio efectivo

A partir de un enfoque clásico del comportamiento dieléctrico de la materia se dirigirá la atención a los medios heterogéneos en general. Para empezar, en esta sección se analizará el modelo mas simple para una mezcla dieléctrica. Luego se introducirá la relación de Clausius-Mossotti y empleando como referencia el trabajo de Aspnes y Banhgeyi [13, 14]. Se obtendrán a partir de dicha expresión los modelos de medio efectivo analizados durante las mediciones experimentales y sus respectivas simulaciones.

La interacción de las ondas electromagnética con un material compuesto formado por diferentes elementos componentes embebidos en un medio huésped, puede ser descrito por los modelos denominados de medio efectivo que permiten el calculo de la permitividad macroscópica resultante ϵ_{ef} .

Estudios cuantitativos sobre las propiedades dieléctricas de mezclas comenzaron a surgir a mediados de 1800. La teoría del magnetismo de Simeon-Denis Poisson ayudó a Octavio F. Mossotti [123] a formular ecuaciones para el efecto de una inclusión dieléctrica y su entorno.

Rudolf Clausius, más conocido por su trabajo en el estudio del calor, también estaba interesado en la electrodinámica, y estudió la constante dieléctrica relativamente efectiva de una colección de moléculas. En su libro Clausius [36] da una derivación clara de la constante dieléctrica efectiva y su proporcional al número de moléculas por unidad de volumen. La literatura posterior utiliza ampliamente el nombre de la fórmula Clausius-Mossotti para esta relación.

B.1. Medio efectivo

Los distintas componentes que forman el material heterogéneo se conocen por varios nombres: las fases dispersas comúnmente se llaman inclusiones, y el entorno *host*, o matriz. En el esquema de la figura B.1 se muestran los componentes de un medio heterogéneo hipotético que presentan un tamaño característico mucho menor que la longitud

de onda de la luz incidente.

Sin embargo, existe un límite donde las permitividades efectivas pierden su significado (límite cuasiestático) y se puede estimar como: $\frac{\lambda}{2\pi} > \delta$. Dónde δ es una medida del tamaño característico de la inclusión, y λ es la longitud de onda de la campo. Este aspecto se debe tener en cuenta en el estudio de cada tipo de mezcla dado.

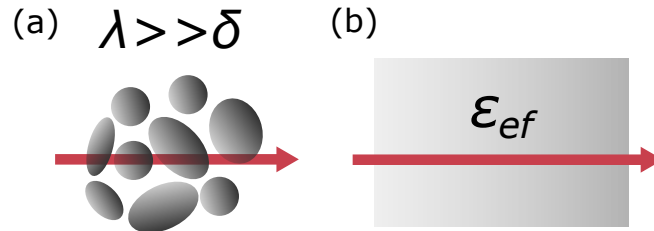


Figura B.1: Esquema de la relación entre (a) longitud de onda y el tamaño característico de la fase dispersa con (b) el medio efectivo equivalente.

Suponiendo que se está en presencia de un material que cumple la condición de $\lambda \gg \delta$ es posible considerar como sistemas equivalentes el esquema de la figura B.1a y el esquema de la figura B.1b. En consecuencia, es posible asociar una permitividad macroscópica efectiva que puede obtenerse a partir de las permitividades de cada una de las dos componentes y considerar el material como ópticamente transparente.

B.2. Permitividad efectiva

La forma clásica de determinar la permitividad efectiva de una mezcla surge a partir de la relación constitutiva clásica para un material dieléctrico $D = \epsilon E + P$ [155], donde D es el flujo eléctrico, E es el campo eléctrico y P es la polarización eléctrica; pero evaluando el promedio espacial en dimensiones muchos mayores que las de las dimensiones características que tienen las inhomogeneidades del material. De esta forma se puede definir la permitividad efectiva como,

$$\langle D \rangle = \epsilon_{ef} \langle E \rangle = \epsilon_0 \langle E \rangle + \langle P \rangle \quad (\text{B.1})$$

Donde el promedio espacial de cualquier función $f(r)$ se realiza sobre un volumen representativo de la muestra es conocido como:

$$\langle f \rangle = \frac{1}{V_{mix}} \int_{V_{mix}} f(r) dV \quad (\text{B.2})$$

La densidad de polarización eléctrica promedio $\langle P \rangle$ inducida está relacionada con la densidad del momento dipolar en la mezcla. Para el caso en que se tengan N especies componentes distintas se tiene que:

$$\langle \mathbf{P} \rangle = \sum_{i=1}^N n_i p_{mi} \quad (\text{B.3})$$

Donde p_{mi} es el momento dipolar y n_i el número de dipolos correspondiente a la componente i de la mezcla.

El siguiente paso es establecer una relación que permita vincular la densidad de polarización media con el campo eléctrico medio. Aunque es relativamente sencillo conocer la relación entre el momento dipolar y el campo externo microscópico sobre un solo dipolo, el cálculo se complejiza cuando se tiene que tener en cuenta la contribución de las partículas vecinas y la aleatoriedad de la mezcla. Por lo tanto en una mezcla, especialmente cuando es densa, no se puede asumir que el campo que excita una inclusión será el mismo que se asume si la inclusión es libre del efecto de cualquier vecino (ver figura B.2).

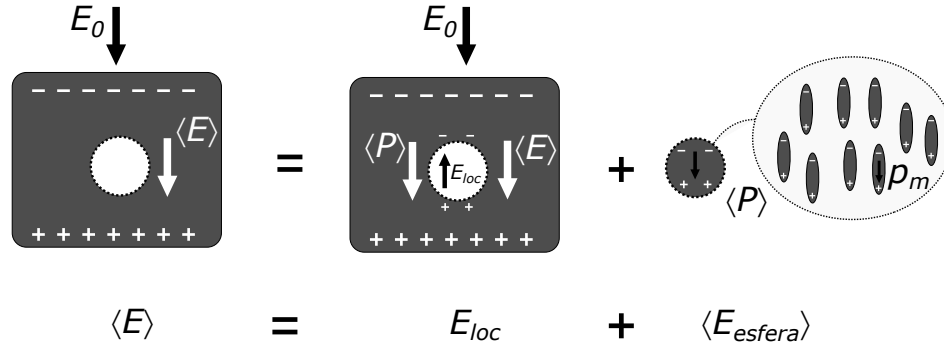


Figura B.2: Interpretación física para calcular el campo E_L excitando una sola inclusión, el entorno se sustituye por la polarización media $\langle \mathbf{P} \rangle$. Esquema adaptado desde [160].

Ahora bien, si se considera como base un medio heterogéneo que está compuesto por dos fases y que cada una contribuye al campo eléctrico total, se puede considerar que la polarización circundante da una contribución adicional al campo local que modifica el campo promedio externo y que depende de la forma de la cavidad según,

$$\langle E \rangle = E_{loc} + \frac{L}{\epsilon_h} \langle P \rangle \quad (\text{B.4})$$

Donde L es el factor de despolarización y depende de la geometría de la inclusión. Las inclusiones con forma de elipsoides, esferas, cilindros y discos tienen una propiedad interesante, tienen una solución analítica y el vector polarización es uniforme dentro del volumen de la inclusión [88, 95].

Un dato interesante es que la relación entre el campo local y el externo sin tener en cuenta la contribución de las inclusiones vecinas es el inverso del obtenido por la ecuación B.4 ⁸.

La relación entre el momento dipolar y el campo sigue siendo la polarizabilidad α ,

$$p_m = \alpha E_{loc} \quad (\text{B.5})$$

Para el caso de una esfera $L = \frac{1}{3}$ y mediante la combinación de las ecuaciones se obtiene la permitividad efectiva,

$$\epsilon_{ef} = \epsilon_h + \frac{n\alpha}{1 - \frac{n\alpha}{3\epsilon_h}} \quad (\text{B.6})$$

Esta última expresión B.6 se conoce como ecuación de Clausius-Mossotti (CM). La importancia de esta simple ecuación radica en que se relaciona la polarizabilidad, una propiedad atómica; con la permitividad, que depende de la manera en la cual los átomos están ensamblados (formando una molécula). En otras palabras, las mediciones en la escala macroscópica, que producen las constantes ópticas de un material, brindan información de parámetros microscópicos como las polarizabilidades moleculares o atómicas. Este hecho se puede implementar con aplicaciones orientadas a caracterizar dinámicamente ciertos sistemas complejos donde la esencia del proceso se traduce en un cambio de índice de refracción que puede ser representado con este tipo de modelos.

B.2.1. Modelo simétrico de Bruggeman

Se dio un gran paso en las teorías de los medios efectivos en la década de 1930 cuando se publicaron varios estudios de Dirk Anton George Bruggeman [25]. Bruggeman propuso nuevos enfoques de mezcla que condujeron a reglas de mezcla que eran cualitativamente diferentes en comparación con los principios de homogeneización precedentes.

Al repetir la derivación de CM y para el caso de una esfera se tiene que el medio heterogéneo más simple es uno en el que a los medios materiales se les asignan aleatoriamente dos polarizabilidades diferentes α_a y α_b . Entonces,

$$\frac{\epsilon_{ef} - \epsilon_h}{\epsilon_{ef} + 2\epsilon_h} = n_a \alpha_a + n_b \alpha_b \quad (\text{B.7})$$

Donde ϵ_{ef} es la función dieléctrica efectiva del compuesto y se considera ϵ_h como el medio continuo (*host*) que actúa de huésped de la partículas de la fase dispersa (ver figura B.3).

⁸La ecuación 3.8 del libro de Sihvola [155] es el recíproco de la ecuación 3.22a del libro de Stenzel [160]

Si las fases separadas "1" y "2" no están mezcladas en escala atómica, sino que consiste en regiones lo suficientemente grandes como para poseer su propia identidad dieléctrica se define la función dieléctrica como,

$$\frac{\epsilon_{ef} - \epsilon_h}{\epsilon_{ef} + 2\epsilon_h} = v_1 \frac{\epsilon_1 - \epsilon_h}{\epsilon_1 + 2\epsilon_h} + v_2 \frac{\epsilon_2 - \epsilon_h}{\epsilon_2 + 2\epsilon_h} \quad (\text{B.8})$$

Donde $v_1 = \frac{n_1}{(n_1+n_2)}$ y $v_2 = \frac{n_2}{(n_1+n_2)}$ son las fracciones en volumen de las fases presentes⁹.

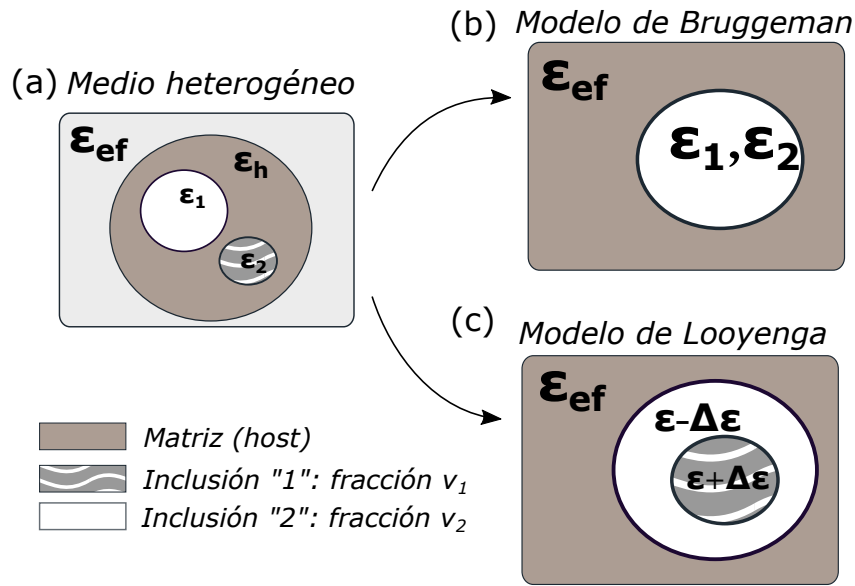


Figura B.3: (a) Representación esquemática para dos fases ("1" y "2") en un medio heterogéneo general. Modelos derivados de (b) Bruggeman y (c) Looyenga.

Para los casos en que v_1 y v_2 son comparables, donde no está claro cuál es el medio anfitrión. Una alternativa es simplemente hacer la elección auto-consistente $\epsilon_h = \epsilon_{ef}$. Entonces la ec B.8 se reduce a

$$0 = v_1 \frac{\epsilon_1 - \epsilon_{ef}}{\epsilon_1 + 2\epsilon_{ef}} + v_2 \frac{\epsilon_2 - \epsilon_{ef}}{\epsilon_2 + 2\epsilon_{ef}} \quad (\text{B.9})$$

Esta es la expresión de Bruggeman [25], comúnmente llamada aproximación de medio efectivo (EMA). La ecuación B.9 se refiere a la estructura de mezcla aleatoria donde se insertan dos fases, "1" y "2", en el medio efectivo en sí mismo como se esquematiza en la figura B.2a.

⁹La expresión B.8 se puede encontrar en bibliografía como el medio efectivo de Lorentz-Lorenz.

B.2.2. Modelo de Looyenga

Basándose en el trabajo de Banhegyi [14] la ecuación B.7 que corresponde al modelo simétrico de Bruggeman es idéntica a la ecuación que rige el modelo propuesto por Böttcher [23]. Entonces, la ecuación B.9 se puede reescribir como

$$v_2 = \frac{\varepsilon_{ef} - \varepsilon_1(2\varepsilon_{ef} + \varepsilon_2)}{3\varepsilon(\varepsilon_1 - \varepsilon_2)} \quad (\text{B.10})$$

Partiendo de la expresión B.9 Looyenga [110] propone otro modelo dentro del grupo de los modelos de métodos integrales basado en cambios incrementales.

La figura B.3c esquematiza este modelo donde el dieléctrico efectivo es construido a partir de dos componentes con permitividades $\varepsilon_1 \rightarrow \varepsilon - \delta\varepsilon$ y $\varepsilon_2 \rightarrow \varepsilon + \delta\varepsilon$ y fracciones volumétricas v_1^* y v_2^* , respectivamente. Es decir que en esta nueva consideración la fracción en volumen del segundo componente es una función dada por:

$$v_2(\varepsilon) = (1 - v_2^*)v_2(\varepsilon - \delta\varepsilon) + v_2^*v_2(\varepsilon + \delta\varepsilon) \quad (\text{B.11})$$

Despejando v_2^* de la expresión anterior y reemplazando las expresiones de las series de Taylor de dicha función se obtiene,

$$v_2^* = \frac{1}{2} - \frac{1}{4}\delta\varepsilon \frac{v_2''}{v_2} \quad (\text{B.12})$$

Luego, si se aplica la expresión anterior a la ecuación B.10 (ecuación de Böttcher), es decir, con $v_2 = v_2^*$, $\varepsilon_1 = \varepsilon - \delta\varepsilon$ y $\varepsilon_2 = \varepsilon + \delta\varepsilon$, resulta

$$v_2^* = \frac{1}{2} + \frac{\delta\varepsilon}{6\varepsilon} \quad (\text{B.13})$$

Igualando las expresiones B.12 y B.13 e integrando con las constantes dieléctricas de los dos componentes originales, a saber, $v_2 = 0$, $\varepsilon = \varepsilon_1$ y $v_2 = 1$, $\varepsilon = \varepsilon_2$; se obtiene:

$$\varepsilon = [(\varepsilon_2^{\frac{1}{3}} - \varepsilon_1^{\frac{1}{3}}) + \varepsilon_1^{\frac{1}{3}}]^3 \quad (\text{B.14})$$

En resumen, los modelos de Bruggeman (simétrico) y de Looyenga son,

$$0 = v_1 \frac{\epsilon_1 - \epsilon_{ef}}{\epsilon_1 + 2\epsilon_{ef}} + v_2 \frac{\epsilon_2 - \epsilon_{ef}}{\epsilon_2 + 2\epsilon_{ef}} \quad \text{"Bruggeman"} \quad (\text{B.15})$$

$$0 = \epsilon_1^{\frac{1}{3}} v_1 + \epsilon_2^{\frac{1}{3}} v_2 - \epsilon_{ef} \quad \text{"Looyenga"} \quad (\text{B.16})$$

Así queda demostrado que ambos modelos pueden derivarse de la ecuación de Clausius-Mossotti para el caso de partículas esferoides.

B.3. Extensión a medios porosos

Un material poroso se puede tratar como un material con una permitividad efectiva y aplicar estos modelos. Se debe definir la porosidad, para cuantificar la cantidad de huecos en la estructura, mediante la siguiente expresión,

$$\phi = \frac{V_V}{V_T} = \frac{v_2}{v_1 + v_2} \quad (\text{B.17})$$

Donde V_V es el volumen vacío en la estructura porosa (en este caso es aire) y V_T es el volumen total del medio considerado. Si se toma como "2" a la fracción de espacios "vacíos".

Ahora bien, se considera como matriz el silicio y como inclusión el aire para el caso vacío y el etanol para el caso lleno. Se define un parámetro f que representa la fracción de llenado en la estructura, es decir, la porción de poros llenos donde en el caso vacío $f = 0$ y en el caso lleno $f = 1$.

Lejos de la zona de resonancia de los materiales que componente el medio, se puede despreciar el término imaginario asociado a la absorción de cada material y por lo tanto el índice de refracción η esta dado por $\epsilon = \eta^2$.

Y finalmente, con estas últimas consideraciones se pueden reescribir las ecuaciones B.15 y B.16 obteniéndose:

$$0 = (1 - \phi) \frac{\eta_{si}^2 - \eta_{ef}^2}{\eta_{si}^2 + 2\eta_{ef}^2} + \phi (1 - f) \frac{\eta_{air}^2 - \eta_{ef}^2}{\eta_{air}^2 + 2\eta_{ef}^2} + \phi f \frac{\eta_{liq}^2 - \eta_{ef}^2}{\eta_{liq}^2 + 2\eta_{ef}^2} \quad \text{"Bruggeman"} \quad (\text{B.18})$$

$$0 = (1 - \phi) \eta_{si}^{\frac{2}{3}} + \phi (1 - f) \eta_{air}^{\frac{2}{3}} + \phi f \eta_{liq}^{\frac{2}{3}} - \eta_{ef}^{\frac{2}{3}} \quad \text{"Looyenga"} \quad (\text{B.19})$$

Donde ϕ es la porosidad, f es la fracción de llenado y η_{air} , η_{si} y η_{liq} son los índices refracción del aire, silicio y liquido, respectivamente.

B.3.1. Comparación de modelo de Bruggeman y Looyenga

Se efectuaron simulaciones para dos valores de porosidad de 60% y 0.8% comparando ambos modelos, Bruggeman y Looyenga, contra un modelo lineal ya que ambos se emplean para modelar medios porosos como el caso del silicio. Esta comparación se hizo con el objetivo de poner a prueba el modelo de Looyenga a fin de emplearlo por su simplicidad matemática.

En el caso del modelo lineal propuesto se pretende obtener de forma mucho mas simple la fracción de llenado del material a partir de los datos de la OPD. Este modelo es una función lineal entre el índice de refracción (η) y la fracción de llenado (f) y se puede expresar matemáticamente como:

$$0 = (1 - \phi)\eta_{si}^2 + \Phi(1 - f)\eta_{air}^2 + \phi f\eta_{liq}^2 - \eta_{ef}^2 \quad (B.20)$$

Aquí se toma la fracción de llenado f como un parámetro que oscila entre los valores $f = 0$, para el caso en el que el medio poroso está vacío (sin líquido), y $f = 1$ para el caso en el que el medio poroso está completamente lleno. Mediante simulaciones numéricas en MatLab® se comparó el modelo lineal contra los modelos de Bruggeman y Looyenga. Se generaron los gráficos de la figura B.4.

En la figura B.4a y b, puede observarse una diferencia apreciable (zoom en cada imagen) respecto al modelo de Bruggeman que la aproximación lineal realizada para dos valores de porosidad distintas. En cambio, en el modelo de Looyenga se observa una mejor aproximación contra el modelo lineal el cuál es representado por las figuras B.4c y d. De esta manera se optó por emplear el modelo de Looyenga para los cálculos en vista de que la diferencia entre el modelo lineal es menor que el modelo de Bruggeman para el rango de porosidades de las muestras analizadas en este trabajo.

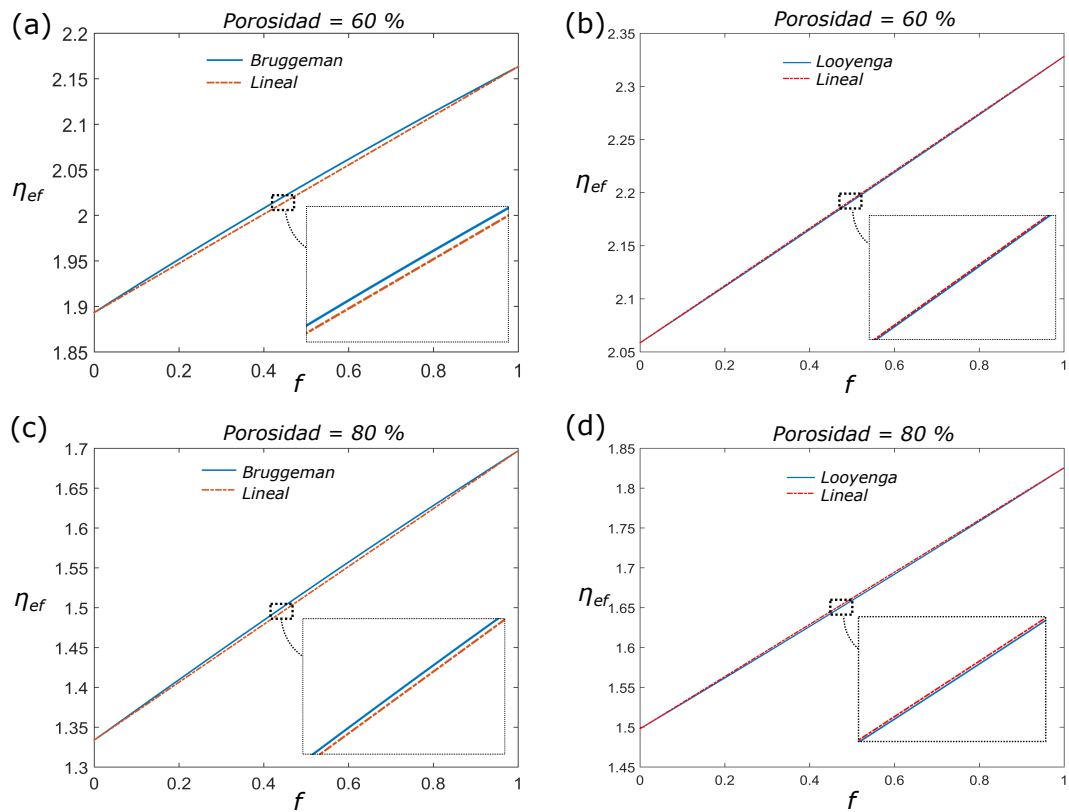


Figura B.4: Simulaciones en Matlab de los modelos para dos porosidades distintas. (a) y (c) Índice de refracción de grupo efectivo en función de la fracción de llenado para el modelo de Bruggeman contra el modelo lineal. (b) y (d) Índice de refracción de grupo efectivo en función de la fracción de llenado para el modelo de Looyenga contra el modelo lineal.

Apéndice C

Modelos hidrodinámicos

Se han sugerido varios modelos para explicar el mecanismo de imbibición por acción capilar en medios porosos, principalmente, en papel. Se destacan los trabajos de Lucas [111], Washburn [180] y Bosanquet [22] que modelan el medio poroso como un haz de capilares en los cuales un líquido fluye por acción capilar. Aquí, la velocidad del movimiento es controlada por la viscosidad del líquido y es descripta por la ecuación de Poiseuille. La penetratividad del líquido fue definida como la tensión superficial dividido el coeficiente de viscosidad, y la velocidad del movimiento del frente del líquido, ubicado a una distancia horizontal del reservorio, sería un movimiento parabólico dada por la ecuación de Lucas-Washburn.

C.1. Modelo de Lucas-Washburn

El llenado capilar de medios porosos se ha estudiado mediante el modelado de Washburn [180], asimilando el medio poroso a un conjunto de capilares rectos, independientes y uniformes como muestra en detalle la figura C.1. En este modelo se asume que esta presión capilar es constante a lo largo del llenado. Tres años antes, Lucas publicó un trabajo donde realizó una deducción similar [111].

El modelo de Lucas-Washburn (Washburn) predice que la dinámica de avance del frente de líquido es el resultado del balance entre la fuerza capilar (P_c) y la fuerza viscosas (P_v). Donde en cada tubo la fuerza capilar se produce en el frente del líquido y la fuerza viscosa se genera en el cuerpo del mismo [47]. La presión hidrostática debida al peso de dicha columna de fluido es despreciable por estar en posición horizontal.

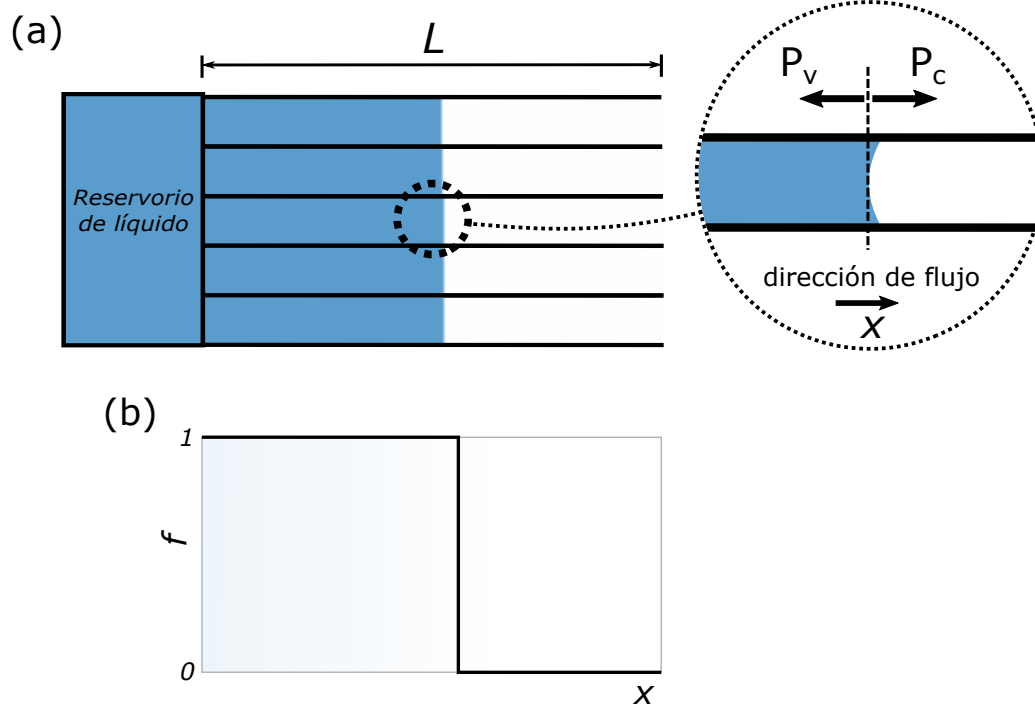


Figura C.1: (a) Esquema de tubos análogo a la Ley de Washburn con detalle de las presiones involucradas en la imbibición. (b) Perfil del frente de líquido en la imbibición para este modelo.

En cada tubo, el fluido presenta una interfaz líquido-gas (denominada menisco) que se genera por la interacción del sistema líquido-sólido-gas. Este menisco formado dentro de cada tubo capilar, impone una fuerza impulsora que sigue la ley de Young-Laplace y se expresa matemáticamente según,

$$\Delta P = \gamma \left(\frac{1}{R_1} + \frac{1}{R_2} \right) \quad (\text{C.1})$$

Por otro lado, la velocidad del movimiento es controlada por la viscosidad del líquido y está dada por la ecuación de Poiseuille según,

$$Q = \frac{\Delta P \pi r^4}{8L\eta} \quad (\text{C.2})$$

Cada tubo se llena con un líquido newtoniano de viscosidad μ y tensión superficial γ , donde la dinámica del proceso de llenado está gobernado por una fuerza impulsora dada por la ley de Young-Laplace. En estado estacionario y con un número de Reynolds¹⁰

¹⁰es un número adimensional que relaciona las fuerzas inerciales (o convectivas) y las fuerzas viscosas presentes en un fluido.

muy pequeño ($Re \ll 1$), se puede emplear la ley de Poiseuille y relacionar dicha fuerza impulsora con el caudal según,

$$Q = \frac{\pi\gamma r^3 \cos\theta_E}{4\mu x} \quad (\text{C.3})$$

Como el caudal se define como $Q = vA = \frac{dx}{dt}(\pi r^2)$ se puede reescribir la expresión anterior para obtener la siguiente ecuación,

$$\frac{dx}{dt} = \frac{\pi\gamma r \cos(\theta_E)}{4\mu x} \quad (\text{C.4})$$

Si se integra la ecuación C.4 anterior con la condición que $l(0) = 0$ y $l \ll L$, resulta que para un tiempo t , la distancia recorrida por el frente de líquido viene dada por,

$$x(t) = \sqrt{\left[\frac{\pi\gamma r \cos(\theta_E)}{4\mu}\right] \sqrt{t}} = \sqrt{wt} \quad (\text{C.5})$$

Donde se define un factor w que tiene unidades de $\frac{m^2}{s}$. Aquí puede verse claramente que este resultado es análogo a los procesos difusivos, y por lo tanto el factor w puede considerarse como un coeficiente de difusividad del líquido en el tubo capilar.

C.2. Modelos complementarios

El modelo de Washburn ha demostrado ser robusto y se ha encontrado experimentalmente en la dinámica de imbibición de microcanales de diferentes geometrías y medios porosos que pesar de sus limitaciones se encuentra ampliamente difundido y utilizado. Sin embargo, si todos los tubos son iguales claramente no existiría ensanchamiento del frente de líquido en el proceso de imbibición y para que esto ocurra debe existir una dispersión en los radios del conjunto de tubos.

Los medios porosos rara vez se pueden interpretar en términos de un solo diámetro equivalente o diámetro capilar hidráulico debido a la complejidad de los medios porosos. La estructura de estos medios es probablemente mejor modelada por redes tridimensionales de tubos capilares de diferentes diámetros que se distribuyen a través de la red [61].

Henderson sugirió un modelo de capilares no conectados de diferentes tamaños en paralelo [144]. Este modelo conduce a un gradiente de presiones capilares donde el frente es continuo pero presenta un ensanchamiento durante la imbibición. Donde el líquido viaja más lentamente por los tubos finos y más rápidamente por los gruesos, tal como lo predice el modelo de Washburn.

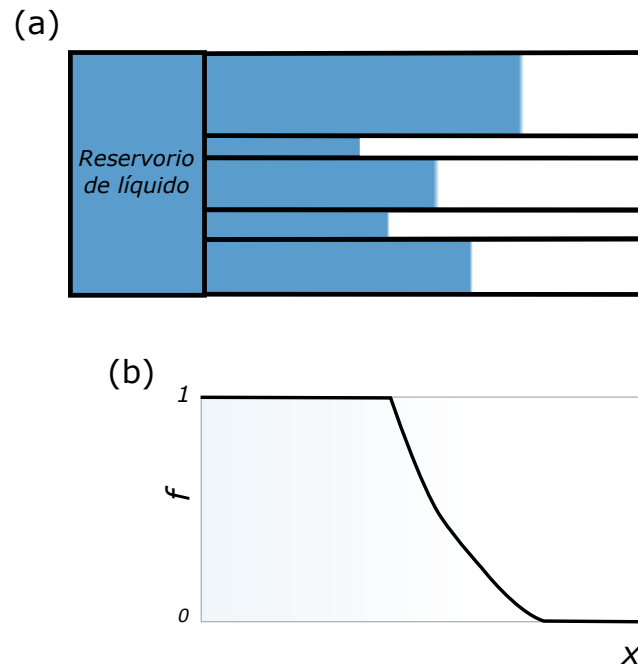


Figura C.2: (a) Esquema análogo al modelo de tubos polidispersos. (b) Perfil del frente de líquido para este modelo.

Este modelo combina la dinámica que propone el modelo de Washburn contemplando la dispersión del frente mediante una distribución de radios del conjunto de tubos capilares equivalente a la estructura porosa pero este modelo se encuentra lejos de considerar todos los casos posibles.

Ahora bien, el modelo con un conjunto de tubos polidispersos permite explicar el comportamiento observado en resultados experimentales como es el caso de OCT y brinda información sobre la estructura porosa para generar una distribución de poros equivalente con la misma tasa de imbibición. Sin embargo, si bien este modelo reproduce eficientemente el frente de imbibición resultan ser incompleto a la hora de describir el caso particular de un reservorio finito de líquido.

C.2.1. Modelo de tubos interconectados

Se han propuesto modelos aún más complejos para incluir posibles interconexiones entre los poros [144, 125, 54]. En estos modelos, la posición del frente de líquido crece como \sqrt{t} y son aplicados experimentalmente para la imbibición en papel pero representan un avance considerable con respecto a los modelos anteriores. Lo interesante de este tipo de modelos es que abarcan el caso especial de reservorio finito.

Basándose en estos modelos, Ruoff propone una geometría idealizada de un haz de

tubos capilares de diferente diámetro que se encuentran conectados lateralmente a lo largo de toda su longitud como se ilustra en la figura C.3.

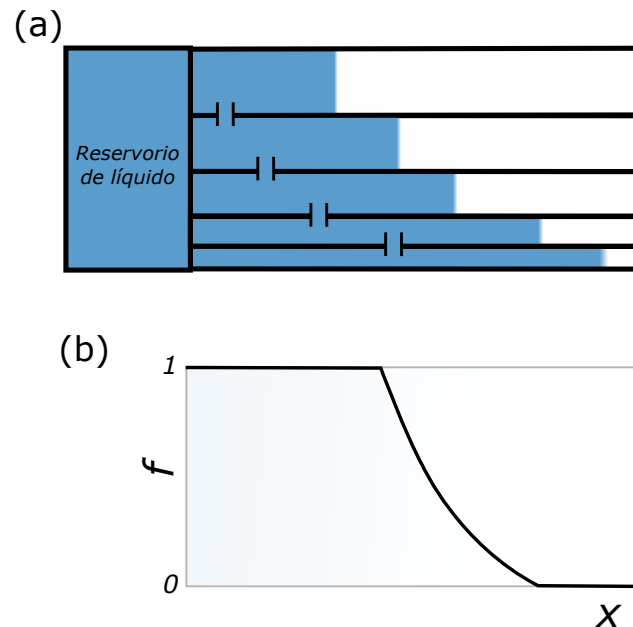


Figura C.3: (a) Esquema análogo al modelo propuesto por Ruoff *et. al.*. (b) Perfil del frente de líquido para este modelo.

Para el caso particular donde se agota el reservorio de líquido se ilustra en la figura C.4 donde se puede inferir como esto modifica la dinámica de la imbibición.

En la figura C.4a y b, se observa que para los caso de los modelo de Washburn y Henderson (tubos polidispersos) en el momento en que se acaba la fuente de líquido la dinámica se ve interrumpida en el mismo momento. En cambio, en el caso del modelo de tubos interconectados (modelo de Ruoff) se observa en la figura C.4c que a pesar que se agota el reservorio el frente sigue avanzando.

Se deduce que el frente avanzan de forma proporcional a \sqrt{t} similar al régimen de Washburn, pero en este caso el menisco del tubo de menor radio viaja más rápido ya que el tubo grande funciona como reservorio del pequeño. Por lo tanto, el menisco pequeño avanza como Washburn, pero con respecto a un nuevo sistema de referencia que se mueve con el menisco grande.

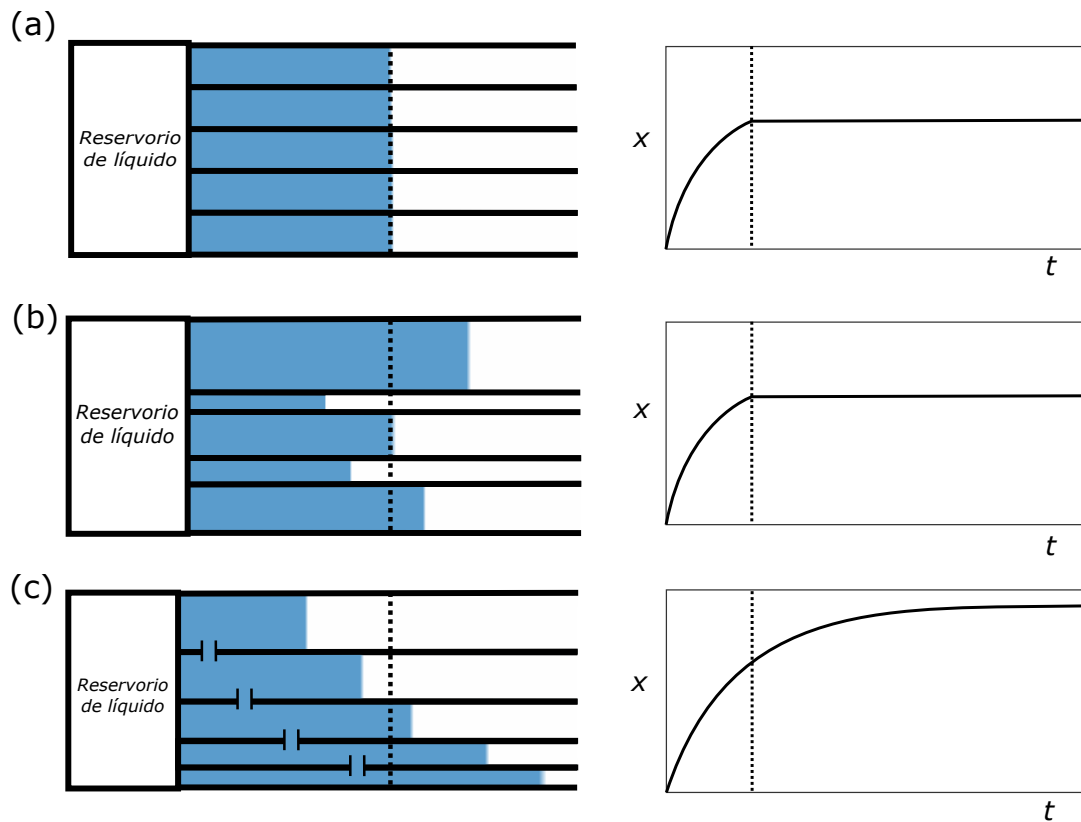


Figura C.4: Esquema que compara los casos de reservorio finito entre los modelos de: (a) tubos idénticos (Washburn), (b) tubos polidispersos (Henderson) y (c) tubos polidispersos interconectados (Ruoff).

Trabajos recientes de imbibición en papel [18, 40, 56] encuentran en este modelo una gran potencialidad ya que permite explicar el ensanchamiento del frente y, por sobre todo, este caso particular de un reservorio finito; pudiéndose diferenciar de otros modelos y para explicar el proceso de imbibición en diferentes estructuras porosas incluyendo el silicio poroso mono y multicapa.

Bibliografía

- [1] B. Abbas and M. Alshikh Khalil. An experimental method for determination of the refractive index of liquid samples using michelson interferometer. *Acta Physica Polonica A*, 129(1):59–63, January 2016.
- [2] Abdul Salam Abd, Elsiddig Elhafyan, Abdul Rafey Siddiqui, Wajdi Alnoush, Martin J. Blunt, and Nayef Alyafei. A review of the phenomenon of counter-current spontaneous imbibition: Analysis and data interpretation. *Journal of Petroleum Science and Engineering*, 180:456–470, September 2019.
- [3] Leandro Acquaroli. *Propiedades ópticas de silicio poroso nanoestructurado*. PhD thesis, Doctorado en Tecnología química, 2012.
- [4] Leandro N. Acquaroli, Raúl Urteaga, Claudio L. A. Berli, and Roberto R. Koropecski. Capillary filling in nanostructured porous silicon. *Langmuir*, 27(5):2067–2072, March 2011.
- [5] Steven G. Adie, Xing Liang, Brendan F. Kennedy, Renu John, David D. Sampson, and Stephen A. Boppart. Spectroscopic optical coherence elastography. *Optics Express*, 18(25):25519, November 2010.
- [6] Desmond C. Adler, Shu-Wei Huang, Robert Huber, and James G. Fujimoto. Photothermal detection of gold nanoparticles using phase-sensitive optical coherence tomography. *Optics Express*, 16(7):4376, March 2008.
- [7] Murtaza Ali and Renuka Parlapalli. Signal processing overview of optical coherence tomography systems for medical imaging. *Texas Instrum.*, 01 2010.
- [8] Fernando Alvira, Fernando Ramirez Rozzi, and Gustavo Torchia. A new method for relative sr determination in human teeth enamel. *Journal of Anthropological Sciences*, 89:1–12, 2011.
- [9] V. Antonucci, M. Giordano, A. Cusano, J. Nasser, and L. Nicolais. Real time monitoring of cure and gelification of a thermoset matrix. *Composites Science and Technology*, 66(16):3273–3280, December 2006.

- [10] Manuel Suarez Anzorena, Alma A. Bertolo, Leonardo Gagetti, Pedro A. Gavio-la, Mariela F. del Grosso, and Andrés J. Kreiner. Damage evaluation of proton irradiated titanium deuteride thin films to be used as neutron production targets. *Applied Surface Science*, 443:68–73, June 2018.
- [11] Carlos E. Ararat-Ibarguen, Andres Lucia, Carolina Corvalan, Nicolas Di Lalla, Manuel J. Iribarren, Carlos A. Rinaldi, and Rodolfo Pérez. Laser induced break-down spectroscopy application to reaction-diffusion studies in nuclear materials. *Spectrochimica Acta Part B: Atomic Spectroscopy*, 166:105798, April 2020.
- [12] S. Ashraf, G. Visavale, S. S. Bahga, and J. Phirani. Spontaneous imbibition in parallel layers of packed beads. *The European Physical Journal E*, 40(4), April 2017.
- [13] D.E. Aspnes. Optical properties of thin films. *Thin Solid Films*, 89(3):249–262, March 1982.
- [14] G. Banhegyi. Comparison of electrical mixture rules for composites. *Colloid & Polymer Science*, 264(12):1030–1050, December 1986.
- [15] Dhimiter Bello, Judy Sparer, Carrie A. Redlich, Karim Ibrahim, Meredith H. Stowe, and Youcheng Liu. Slow curing of aliphatic polyisocyanate paints in automotive refinishing: A potential source for skin exposure. *Journal of Occupational and Environmental Hygiene*, 4(6):406–411, April 2007.
- [16] Viatcheslav Berejnov, Ned Djilali, and David Sinton. Lab-on-chip methodologies for the study of transport in porous media: energy applications. *Lab on a Chip*, 8(5):689, 2008.
- [17] Claudio L. A. Berli, Magalí Mercuri, and Martín G. Bellino. Modeling the abnormally slow infiltration rate in mesoporous films. *Physical Chemistry Chemical Physics*, 19(3):1731–1734, 2017.
- [18] J Bico and D Quéré. Precursors of impregnation. *Europhysics Letters (EPL)*, 61(3):348–353, February 2003.
- [19] Hans R. Bilger and Taufiq Habib. Knife-edge scanning of an astigmatic gaussian beam. *Applied Optics*, 24(5):686, March 1985.
- [20] T. A. Birks, W. J. Wadsworth, and P. St. J. Russell. Supercontinuum generation in tapered fibers. *Optics Letters*, 25(19):1415, October 2000.
- [21] Z. Bor, K. Osvay, B. Rácz, and G. Szabó. Group refractive index measurement by michelson interferometer. *Optics Communications*, 78(2):109 – 112, 1990.

- [22] C.H. Bosanquet. LV. on the flow of liquids into capillary tubes. *The London, Edinburgh, and Dublin Philosophical Magazine and Journal of Science*, 45(267):525–531, March 1923.
- [23] C. J. F. Böttcher. The dielectric constant of crystalline powders. *Recueil des Travaux Chimiques des Pays-Bas*, 64(2):47–51, September 1945.
- [24] Mark E Brezinski. *Optical coherence tomography: principles and applications*. Elsevier, 2006.
- [25] D. A. G. Bruggeman. Berechnung verschiedener physikalischer konstanten von heterogenen substanzen. i. dielektrizitätskonstanten und leitfähigkeiten der mischkörper aus isotropen substanzen. *Annalen der Physik*, 416(7):636–664, 1935.
- [26] Ricardo Cabrera, Manuela Gabriel, Laura C. Estrada, and Roberto Etchenique. Direct measurement of two-photon action cross section. *Analytical Chemistry*, 91(9):5968–5972, March 2019.
- [27] Paul Calvert. Inkjet printing for materials and devices. *Chemistry of Materials*, 13(10):3299–3305, October 2001.
- [28] S.L. Campello, W.P. dos Santos, V.F. Machado, C.C.B.O. Mota, A.S.L. Gomes, and R.E. de Souza. Micro-structural information of porous materials by optical coherence tomography. *Microporous and Mesoporous Materials*, 198:50–54, November 2014.
- [29] Yaoyu Cao, Zongsong Gan, Baohua Jia, Richard A. Evans, and Min Gu. High-photosensitive resin for super-resolution direct-laser-writing based on photoinhibited polymerization. *Optics Express*, 19(20):19486, September 2011.
- [30] Juan Carricondo, Martín Iofrida, Carlos Ararat, Manuel Iribarren, and Carolina Corvalán. Laser induced – breakdown spectroscopy for quantitative sn analysis in zr based alloys. *Procedia Materials Science*, 9:129–134, 2015.
- [31] Luisa G. Cenchá, Raul Urteaga, and Claudio L. A. Berli. Interferometric technique to determine the dynamics of polymeric fluids under strong confinement. *Macromolecules*, 51(21):8721–8728, October 2018.
- [32] D. R. Ceratti, M. Faustini, C. Sinturel, M. Vayer, V. Dahirel, M. Jardat, and D. Grosso. Critical effect of pore characteristics on capillary infiltration in mesoporous films. *Nanoscale*, 7(12):5371–5382, 2015.

- [33] Hsu-Chih Cheng and Yi-Cheng Liu. Simultaneous measurement of group refractive index and thickness of optical samples using optical coherence tomography. *Applied Optics*, 49(5):790, February 2010.
- [34] Yong-Jin Cho, Tae-Eun Kim, and Bogim Gil. Correlation between refractive index of vegetable oils measured with surface plasmon resonance and acid values determined with the AOCS official method. *LWT - Food Science and Technology*, 53(2):517–521, October 2013.
- [35] A. Clarke, T. D. Blake, K. Carruthers, and A. Woodward. Spreading and imbibition of liquid droplets on porous surfaces. *Langmuir*, 18(8):2980–2984, April 2002.
- [36] R. Clausius. *Die Mechanische Behandlung der Electricität*. Vieweg Teubner Verlag, 1879.
- [37] J.W. Cooley, P.A.W. Lewis, and P.D. Welch. Historical notes on the fast fourier transform. *Proceedings of the IEEE*, 55(10):1675–1677, 1967.
- [38] W.ROYALL COX, TING CHEN, and DONALD J. HAYES. Micro-optics fabrication by ink-jet printers. *Optics and Photonics News*, 12(6):32, June 2001.
- [39] Sílvia Manuela Ferreira Cruz, Luís A. Rocha, and Júlio C. Viana. Printing technologies on flexible substrates for printed electronics. In *Flexible Electronics*. InTech, July 2018.
- [40] Brian M. Cummins, Rukesh Chinthapatla, Frances S. Ligler, and Glenn M. Walker. Time-dependent model for fluid flow in porous materials with multiple pore sizes. *Analytical Chemistry*, 89(8):4377–4381, March 2017.
- [41] Gerard Cummins and Marc P.Y. Desmulliez. Inkjet printing of conductive materials: a review. *Circuit World*, 38(4):193–213, November 2012.
- [42] A Cusano, G Breglio, M Giordano, A Calabrò, A Cutolo, and L Nicolais. Optoelectronic characterization of the curing process of thermoset-based composites. *Journal of Optics A: Pure and Applied Optics*, 3(2):126–130, January 2001.
- [43] Jakub Czajkowski, Tuukka Prykäri, Erkki Alarousu, Jaakko Palosaari, and Risto Myllylä. Optical coherence tomography as a method of quality inspection for printed electronics products. *Optical Review*, 17(3):257–262, May 2010.
- [44] Masahiko Daimon and Akira Masumura. Measurement of the refractive index of distilled water from the near-infrared region to the ultraviolet region. *Applied Optics*, 46(18):3811, May 2007.

- [45] Marcos A. de Araújo, Rubens Silva, Emerson de Lima, Daniel P. Pereira, and Paulo C. de Oliveira. Measurement of gaussian laser beam radius using the knife-edge technique: improvement on data analysis. *Applied Optics*, 48(2):393, January 2009.
- [46] Johannes F. de Boer, Rainer Leitgeb, and Maciej Wojtkowski. Twenty-five years of optical coherence tomography: the paradigm shift in sensitivity and speed provided by fourier domain OCT [invited]. *Biomedical Optics Express*, 8(7):3248, June 2017.
- [47] Pierre-Gilles de Gennes, Françoise Brochard-Wyart, and David Quéré. *Capillarity and Wetting Phenomena*. Springer New York, 2004.
- [48] Kokou Dorkenoo, A. J. van Wonderen, Hervé Bulou, Michelangelo Romeo, Olivier Crégut, and Alain Fort. Time-resolved measurement of the refractive index for photopolymerization processes. *Applied Physics Letters*, 83(12):2474–2476, September 2003.
- [49] Wolfgang Drexler and James G. Fujimoto, editors. *Optical Coherence Tomography*. Springer Berlin Heidelberg, 2008.
- [50] Wolfgang Drexler and James G. Fujimoto, editors. *Optical Coherence Tomography*. Springer International Publishing, 2015.
- [51] Wolfgang Drexler, Mengyang Liu, Abhishek Kumar, Tschackad Kamali, Angelika Unterhuber, and Rainer A. Leitgeb. Optical coherence tomography today: speed, contrast, and multimodality. *Journal of Biomedical Optics*, 19(7):071412, July 2014.
- [52] Wolfgang Drexler, Uwe Morgner, Ravi K. Ghanta, Franz X. Kärtner, Joel S. Schuman, and James G. Fujimoto. Ultrahigh-resolution ophthalmic optical coherence tomography. *Nature Medicine*, 7(4):502–507, April 2001.
- [53] Roshan Dsouza, Hreesh Subhash, Kai Neuhaus, Ramakrishna Kantamneni, Paul M. McNamara, Josh Hogan, Carol Wilson, and Martin Leahy. Assessment of curing behavior of light-activated dental composites using intensity correlation based multiple reference optical coherence tomography. *Lasers in Surgery and Medicine*, 48(1):77–82, November 2015.
- [54] F.A.L Dullien, M.S El-Sayed, and V.K Batra. Rate of capillary rise in porous media with nonuniform pores. *Journal of Colloid and Interface Science*, 60(3):497–506, July 1977.

- [55] Virgil-Florin Duma, Patrice Tankam, Jinxin Huang, Jungeun Won, and Jannick P. Rolland. Optimization of galvanometer scanning for optical coherence tomography. *Applied Optics*, 54(17):5495, June 2015.
- [56] Emanuel Elizalde. *Llenado capilar de microcanales y estructuras nanoporosas*. PhD thesis, Doctorado en Tecnología química, 2017.
- [57] Emanuel Elizalde, Raúl Urteaga, and Claudio L. A. Berli. Precise capillary flow for paper-based viscometry. *Microfluidics and Nanofluidics*, 20(10), September 2016.
- [58] Emanuel Elizalde, Raúl Urteaga, Roberto R. Koropecski, and Claudio L. A. Berli. Inverse problem of capillary filling. *Physical Review Letters*, 112(13), April 2014.
- [59] Alejandro H. Espera, John Ryan C. Dizon, Qiyi Chen, and Rigoberto C. Advincula. 3d-printing and advanced manufacturing for electronics. *Progress in Additive Manufacturing*, 4(3):245–267, February 2019.
- [60] Tapio Fabritius, Risto Myllylä, Shuichi Makita, and Yoshiaki Yasuno. Wettability characterization method based on optical coherence tomography imaging. *Optics Express*, 18(22):22859, October 2010.
- [61] Irving Fatt et al. The network model of porous media. *Published in Petroleum Transactions, AIME*, 207:144–181, 1956.
- [62] Xiaobing Feng, Rong Su, Tuomas Happonen, Jian Liu, and Richard Leach. Fast and cost-effective in-process defect inspection for printed electronics based on coherent optical processing. *Optics Express*, 26(11):13927, May 2018.
- [63] Adolf F. Fercher. Optical coherence tomography. *Journal of Biomedical Optics*, 1(2):157, 1996.
- [64] Xavier Fernàndez-Francos, Sergei G. Kazarian, Xavier Ramis, and Àngels Serra. Simultaneous monitoring of curing shrinkage and degree of cure of thermosets by attenuated total reflection fourier transform infrared (ATR FT-IR) spectroscopy. *Applied Spectroscopy*, 67(12):1427–1436, December 2013.
- [65] Gina S. Fiorini, Moonbin Yim, Gavin D. M. Jeffries, Perry G. Schiro, Sarah A. Mutch, Robert M. Lorenz, and Daniel T. Chiu. Fabrication improvements for thermoset polyester (TPE) microfluidic devices. *Lab on a Chip*, 7(7):923, 2007.
- [66] M. Frigo and S.G. Johnson. FFTW: an adaptive software architecture for the FFT. In *Proceedings of the 1998 IEEE International Conference on Acoustics, Speech and Signal Processing, ICASSP '98 (Cat. No.98CH36181)*. IEEE, 1998.

- [67] Octavio Garate, Lionel Veiga, Anahí V. Medrano, Gloria Longinotti, Gabriel Ybarra, and Leandro N. Monsalve. Waterborne carbon nanotube ink for the preparation of electrodes with applications in electrocatalysis and enzymatic biosensing. *Materials Research Bulletin*, 106:137–143, October 2018.
- [68] H.H. Gilgen, R.P. Novak, R.P. Salathe, W. Hodel, and P. Beaud. Submillimeter optical reflectometry. *Journal of Lightwave Technology*, 7(8):1225–1233, 1989.
- [69] María González González, Juan Carlos Cabanelas, and Juan Baselga. Applications of FTIR on epoxy resins - identification, monitoring the curing process, phase separation and water uptake. In *Infrared Spectroscopy - Materials Science, Engineering and Technology*. InTech, April 2012.
- [70] S. Gruener, Z. Sadjadi, H. E. Hermes, A. V. Kityk, K. Knorr, S. U. Egelhaaf, H. Rieger, and P. Huber. Anomalous front broadening during spontaneous imbibition in a matrix with elongated pores. *Proceedings of the National Academy of Sciences*, 109(26):10245–10250, June 2012.
- [71] Simon Gruener, Helen E. Hermes, Burkhard Schillinger, Stefan U. Egelhaaf, and Patrick Huber. Capillary rise dynamics of liquid hydrocarbons in mesoporous silica as explored by gravimetry, optical and neutron imaging: Nano-rheology and determination of pore size distributions from the shape of imbibition fronts. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 496:13–27, May 2016.
- [72] Guangying Guan, Matthias Hirsch, Zeng Hai Lu, David T.D. Childs, Stephen J. Matcher, Ruth Goodridge, Kristian M. Groom, and Adam T. Clare. Evaluation of selective laser sintering processes by optical coherence tomography. *Materials & Design*, 88:837–846, December 2015.
- [73] Weijin Guo, Jonas Hansson, and Wouter van der Wijngaart. Capillary pumping independent of the liquid surface energy and viscosity. *Microsystems & Nanoeengineering*, 4(1), March 2018.
- [74] Michalina Góra, Piotr Targowski, Antoni Rycyk, and Jan Marczak. Varnish ablation control by optical coherence tomography. *Laser Chemistry*, 2006:1–7, 2006.
- [75] Jonas Hansson, Hiroki Yasuga, Tommy Haraldsson, and Wouter van der Wijngaart. Synthetic microfluidic paper: high surface area and high porosity polymer micropillar arrays. *Lab on a Chip*, 16(2):298–304, 2016.
- [76] Farid A. Harraz. Porous silicon chemical sensors and biosensors: A review. *Sensors and Actuators B: Chemical*, 202:897–912, October 2014.

- [77] Richard K. Holman, Michael J. Cima, Scott A. Uhland, and Emanuel Sachs. Spreading and infiltration of inkjet-printed polymer solution droplets on a porous substrate. *Journal of Colloid and Interface Science*, 249(2):432–440, May 2002.
- [78] Gregor Holzner, Ying Du, Xiaobao Cao, Jaebum Choo, Andrew J. deMello, and Stavros Stavrakis. An optofluidic system with integrated microlens arrays for parallel imaging flow cytometry. *Lab on a Chip*, 18(23):3631–3637, 2018.
- [79] Zhilin Hu, Yinsheng Pan, and Andrew M. Rollins. Analytical model of spectrometer-based two-beam spectral interferometry. *Applied Optics*, 46(35):8499, December 2007.
- [80] D Huang, E. Swanson, C. Lin, J. Schuman, W. Stinson, W Chang, M. Hee, T Flotte, K Gregory, C. Puliafito, and al. et. Optical coherence tomography. *Science*, 254(5035):1178–1181, November 1991.
- [81] Hao Huang, Yongyang Huang, Willie Lau, H. Daniel Ou-Yang, Chao Zhou, and Mohamed S. El-Aasser. Integrating optical coherence tomography with gravimetric and video analysis (OCT-gravimetry-video method) for studying the drying process of polystyrene latex system. *Scientific Reports*, 8(1), August 2018.
- [82] Yongyang Huang, Hao Huang, Zhiyu Jiang, Lanfang Li, Willie Lau, Mohamed El-Aasser, Hsin-Chiao Daniel Ou-Yang, and Chao Zhou. Nondestructive characterization of drying processes of colloidal droplets and latex coats using optical coherence tomography. In *Optical Coherence Tomography and Its Non-medical Applications*. IntechOpen, May 2020.
- [83] Patrick Huber. Soft matter in hard confinement: phase transition thermodynamics, structure, texture, diffusion and flow in nanoporous media. *Journal of Physics: Condensed Matter*, 27(10):103102, February 2015.
- [84] G. Humbert, W. Wadsworth, S. Leon-Saval, J. Knight, T. Birks, P. St. J. Russell, M. Lederer, D. Kopf, K. Wiesauer, E. Breuer, and D. Stifter. Supercontinuum generation system for optical coherence tomography based on tapered photonic crystal fibre. *Optics Express*, 14(4):1596, 2006.
- [85] Ian M. Hutchings and Graham D. Martin, editors. *Inkjet Technology for Digital Fabrication*. John Wiley & Sons, Ltd, November 2012.
- [86] Niels M. Israelsen, Christian R. Petersen, Ajanta Barh, Deepak Jain, Mikkel Jensen, Günther Hanneschläger, Peter Tidemand-Lichtenberg, Christian Pedersen, Adrian Podoleanu, and Ole Bang. Real-time high-resolution mid-infrared optical coherence tomography. *Light: Science & Applications*, 8(1), January 2019.

- [87] Joseph A. Izatt, Eric A. Swanson, James G. Fujimoto, Michael R. Hee, and Gabrielle M. Owen. Optical coherence microscopy in scattering media. *Optics Letters*, 19(8):590, April 1994.
- [88] J. D. Jackson and Ronald F. Fox. Classical electrodynamics, 3rd ed. *American Journal of Physics*, 67(9):841–842, September 1999.
- [89] Deokmin Jeon, Unsang Jung, Kibeom Park, Pilun Kim, Sangyeob Han, Hyosang Jeong, Ruchire Eranga Wijesinghe, Naresh Kumar Ravichandran, Jaeyul Lee, Youngmin Han, Mansik Jeon, and Jeehyun Kim. Vision-inspection-synchronized dual optical coherence tomography for high-resolution real-time multidimensional defect tracking in optical thin film industry. *IEEE Access*, 8:190700–190709, 2020.
- [90] David Juncker, Heinz Schmid, Ute Drechsler, Heiko Wolf, Marc Wolf, Bruno Michel, Nico de Rooij, and Emmanuel Delamarche. Autonomous microfluidic capillary system. *Analytical Chemistry*, 74(24):6139–6144, December 2002.
- [91] Satya R. Kachiraju and Don A. Gregory. Determining the refractive index of liquids using a modified michelson interferometer. *Optics & Laser Technology*, 44(8):2361–2365, November 2012.
- [92] Jin U. Kang and Abner Rodriguez. Fourier domain common-path fiber OCT with tunable reference: analysis and optimization. In *2007 Quantum Electronics and Laser Science Conference*. IEEE, May 2007.
- [93] S. Kedenburg, M. Vieweg, T. Gissibl, and H. Giessen. Linear refractive index and absorption measurements of nonlinear optical liquids in the visible and near-infrared spectral region. *Optical Materials Express*, 2(11):1588, October 2012.
- [94] Helmut Kipphan, editor. *Handbook of Print Media*. Springer Berlin Heidelberg, 2001.
- [95] Charles Kittel. *Introduction to Solid State Physics*. Wiley, 8 edition, 2004.
- [96] Hyojin Ko, Jumi Lee, Yongjun Kim, Byeongno Lee, Chan-Hee Jung, Jae-Hak Choi, Oh-Sun Kwon, and Kwanwoo Shin. Active digital microfluidic paper chips with inkjet-printed patterned electrodes. *Advanced Materials*, 26(15):2335–2340, January 2014.
- [97] Antti I. Koponen and Sanna Haavisto. Analysis of industry-related flows by optical coherence tomography—a review. *KONA Powder and Particle Journal*, 37(0):42–63, January 2020.

- [98] A. M. Kowalewicz, T. R. Schibli, F. X. Kärtner, and J. G. Fujimoto. Ultralow-threshold kerr-lens mode-locked Ti:Sapphire laser. *Optics Letters*, 27(22):2037, November 2002.
- [99] Andres Juan Kreiner, Javier Bergueiro, Daniel Cartelli, Matias Baldo, Walter Castell, Javier Gomez Asoia, Javier Padulo, Juan Carlos Suárez Sandín, Marcelo Igarzabal, Julian Erhardt, Daniel Mercuri, Alejandro A. Valda, Daniel M. Minsky, Mario E. Debray, Hector R. Somacal, María Eugenia Capoulat, María S. Herrera, Mariela F. del Grosso, Leonardo Gagetti, Manuel Suarez Anzorena, Nicolas Canepa, Nicolas Real, Marcelo Gun, and Hernán Tacca. Present status of accelerator-based BNCT. *Reports of Practical Oncology & Radiotherapy*, 21(2):95–101, March 2016.
- [100] Manuel H. De la Torre-Ibarra, Pablo D. Ruiz, and Jonathan M. Huntley. Double-shot depth-resolved displacement field measurement using phase-contrast spectral optical coherence tomography. *Optics Express*, 14(21):9643, October 2006.
- [101] Janne Lauri, Meng Wang, Matti Kinnunen, and Risto Myllylä. Measurement of microfluidic flow velocity profile with two doppler optical coherence tomography systems. In Gerard L. Coté and Alexander V. Priezzhev, editors, *Optical Diagnostics and Sensing VIII*. SPIE, February 2008.
- [102] Richard Leach, editor. *Optical Measurement of Surface Topography*. Springer Berlin Heidelberg, 2011.
- [103] R. A. Leitgeb, W. Drexler, A. Unterhuber, B. Hermann, T. Bajraszewski, T. Le, A. Stingl, and A. F. Fercher. Ultrahigh resolution fourier domain optical coherence tomography. *Optics Express*, 12(10):2156, 2004.
- [104] Jaakko Leppäniemi, Olli-Heikki Huttunen, Himadri Majumdar, and Ari Alastalo. Flexography-printed In_2O_3 semiconductor layers for high-mobility thin-film transistors on flexible plastic substrate. *Advanced Materials*, 27(44):7168–7175, October 2015.
- [105] Xu Li, David R. Ballerini, and Wei Shen. A perspective on paper-based microfluidics: Current status and future trends. *Biomicrofluidics*, 6(1):011301, March 2012.
- [106] Jiwei Liu, Yang Liu, Xiubo Qin, and Boyu Wang. Surface characteristics of titanium deuteride film implanted with deuterium ion beam. *Vacuum*, 99:62–67, January 2014.

- [107] Ping Liu, Roger M. Groves, and Rinze Benedictus. Optical coherence elastography for measuring the deformation within glass fiber composite. *Applied Optics*, 53(22):5070, August 2014.
- [108] Xiumei Liu, Michael J. Cobb, and Xingde Li. Rapid scanning all-reflective optical delay line for real-time optical coherence tomography. *Optics Letters*, 29(1):80, January 2004.
- [109] Xuan Liu and Jin U. Kang. Compressive SD-OCT: the application of compressed sensing in spectral domain optical coherence tomography. *Optics Express*, 18(21):22010, October 2010.
- [110] H. Looyenga. Dielectric constants of heterogeneous mixtures. *Physica*, 31(3):401–406, 1965.
- [111] Richard Lucas. Ueber das zeitgesetz des kapillaren aufstiegs von flüssigkeiten. *Kolloid-Zeitschrift*, 23(1):15–22, July 1918.
- [112] Selin Manukyan, Hans M. Sauer, Ilia V. Roisman, Kyle A. Baldwin, David J. Fairhurst, Haida Liang, Joachim Venzmer, and Cameron Tropea. Imaging internal flows in a drying sessile polymer dispersion drop using spectral radar optical coherence tomography (SR-OCT). *Journal of Colloid and Interface Science*, 395:287–293, April 2013.
- [113] Grant D Martin. Chirp z-transform spectral zoom optimization with matlab. *Technical report*, 11 2005.
- [114] A. McIlhagger, E. Archer, and R. McIlhagger. Manufacturing processes for composite materials and components for aerospace applications. In *Polymer Composites in the Aerospace Industry*, pages 59–81. Elsevier, 2020.
- [115] L. Merad, M. Cochez, S. Margueron, F. Jauchem, M. Ferriol, B. Benyoucef, and P. Bourson. In-situ monitoring of the curing of epoxy resins by raman spectroscopy. In *3rd France-Russia Seminar*. EDP Sciences, 2007.
- [116] Sari Linnea Merilampi, Toni Bjorninen, Antti Vuorimaki, Leena Ukkonen, Pekka Ruuskanen, and Lauri Sydanheimo. The effect of conductive ink layer thickness on the functioning of printed UHF RFID antennas. *Proceedings of the IEEE*, 98(9):1610–1619, September 2010.
- [117] Gerald Mitteramskogler, Robert Gmeiner, Ruth Felzmann, Simon Gruber, Christoph Hofstetter, Jürgen Stampfl, Jörg Ebert, Wolfgang Wachter, and Jürgen Laubsheimer. Light curing strategies for lithography-based additive manufacturing of customized ceramics. *Additive Manufacturing*, 1-4:110–118, October 2014.

- [118] Shikhar Mohan, Eiji Kato, James K. Drennen, and Carl A. Anderson. Refractive index measurement of pharmaceutical solids: A review of measurement methods and pharmaceutical applications. *Journal of Pharmaceutical Sciences*, 108(11):3478–3495, November 2019.
- [119] Suche Moon and Eun Seo Choi. VCSEL-based swept source for low-cost optical coherence tomography. *Biomedical Optics Express*, 8(2):1110, January 2017.
- [120] Eneas Morel, Jorge R. Torga, Pablo M. Tabla, and Marcelo Sallese. Reduction of measurement errors in OCT scanning. In Ole Bang and Adrian Podoleanu, editors, *2nd Canterbury Conference on OCT with Emphasis on Broadband Optical Sources*. SPIE, March 2018.
- [121] Eneas N Morel and Jorge R Torga. Dynamic detection of thicknesses in polymer deformation based on the optical coherence interferometry technique. *Open Physics Journal*, 2(1):11–16, July 2015.
- [122] Eneas Nicolás Morel, Marina Verónica Gutierrez, Hernán Miguel Miranda, Edgardo Luis Sambrano, and Jorge Román Torga. Optical coherence tomography-based scanning system for shape determination, wall thickness mapping, and inner inspection of glass containers. *Applied Optics*, 52(9):1793, March 2013.
- [123] O. F. Mossotti. "discussione analitica sull'influenza che l'azione di un mezzo dielettrico ha sulla distribuzione dell'elettricità alla superficie di più corpi elettrici disseminati in esso". *R.D. Camera*, pages 49–74, 1850.
- [124] Eneas N. and Jorge R. Spectral low coherence interferometry: A complete analysis of the detection system and the signal processing. In *Interferometry - Research and Applications in Science and Technology*. InTech, March 2012.
- [125] J. Naar and J.H. Henderson. An imbibition model - its application to flow behavior and the prediction of oil recovery. *Society of Petroleum Engineers Journal*, 1(02):61–70, June 1961.
- [126] Amir Nahas, Morgane Bauer, Stéphane Roux, and A. Claude Boccara. 3d static elastography at the micrometer scale using full field OCT. *Biomedical Optics Express*, 4(10):2138, September 2013.
- [127] Alexandra Nemeth, Gunther Hanneschlager, Elisabeth Leiss, Karin Wiesauer, and Michael Leitner. Optical coherence tomography – applications in non-destructive testing and evaluation. In *Optical Coherence Tomography*. InTech, March 2013.

- [128] Ilpo Niskanen, Janne Lauri, Jukka Rätty, Rauno Heikkilä, Henrikki Liimatainen, Taro Hashimoto, Tapio Fabritius, Kaitao Zhang, and Masayuki Yokota. Monitoring drying process of varnish by immersion solid matching method. *Progress in Organic Coatings*, 136:105299, November 2019.
- [129] Arthur Nitkowski, Kyle Preston, Nicolás Sherwood-Droz, Bradley S. Schmidt, and Arsen R. Hajian. On-chip spectrometer for low-cost optical coherence tomography. In Joseph A. Izatt, James G. Fujimoto, and Valery V. Tuchin, editors, *Optical Coherence Tomography and Coherence Domain Optical Methods in Biomedicine XVIII*. SPIE, March 2014.
- [130] A. V. Oppenheim and R. W. Schaffer. *Discrete-time signal processing*. Prentice Hall, 1989.
- [131] Sergio Ortiz, Damian Siedlecki, Laura Remon, and Susana Marcos. Optical coherence tomography for quantitative surface topography. *Applied Optics*, 48(35):6708, December 2009.
- [132] Tiago Franca Paes, Antonio Fernando Beloto, Ellen Christine De Souza Galvão, and Luiz Angelo Berni. Simple method for measuring the porosity, thickness and refractive index of porous silicon, based on the fabry-pérot interference spectrum. *Revista Brasileira de Aplicações de Vácuo*, 35(3):117, February 2017.
- [133] Jae Seok Park, Zhongping Chen, Myung Yung Jeong, and Chang-Seok Kim. Double common-path interferometer for flexible optical probe of optical coherence tomography. *Optics Express*, 20(2):1102, January 2012.
- [134] Stephane Perrin, Hongyu Li, Sylvain Lecler, and Paul Montgomery. Unconventional magnification behaviour in microsphere-assisted microscopy. *Optics & Laser Technology*, 114:40–43, June 2019.
- [135] Swantje Pietsch, Anna Peter, Patrick Wahl, Johannes Khinast, and Stefan Heinrich. Measurement of granule layer thickness in a spouted bed coating process via optical coherence tomography. *Powder Technology*, 356:139–147, November 2019.
- [136] Adrian Gh. Podoleanu and David A. Jackson. Noise analysis of a combined optical coherence tomography and a confocal scanning ophthalmoscope. *Applied Optics*, 38(10):2116, April 1999.
- [137] Rohit Prasankumar and Antoinette Taylor. Recent developments in spatially and temporally resolved optical characterization of solid-state materials. In *Optical Techniques for Solid-State Materials Characterization*, pages 663–702. CRC Press, July 2011.

- [138] Lucas Ramos De Pretto, Marcello Magri Amaral, Anderson Zanardi de Freitas, and Marcus Paulo Rael. Nondestructive evaluation of fused filament fabrication 3d printed structures using optical coherence tomography. *Rapid Prototyping Journal*, 26(10):1853–1860, October 2020.
- [139] L. Rabiner, R. Schafer, and C. Rader. The chirp z-transform algorithm. *IEEE Transactions on Audio and Electroacoustics*, 17(2):86–92, June 1969.
- [140] Qazi I. Rahman and Gerhard Schmeisser. Characterization of the speed of convergence of the trapezoidal rule. *Numerische Mathematik*, 57(1):123–138, December 1990.
- [141] D.R. REYES, M. HALTER, and J. HWANG. Dimensional metrology of lab-on-a-chip internal structures: a comparison of optical coherence tomography with confocal fluorescence microscopy. *Journal of Microscopy*, 259(1):26–35, April 2015.
- [142] Jonathan E. Roth, Jennifer A. Kozak, Siavash Yazdanfar, Andrew M. Rollins, and Joseph A. Izatt. Simplified method for polarization-sensitive optical coherence tomography. *Optics Letters*, 26(14):1069, July 2001.
- [143] G. Roussy. Derivation of an explicit formula for determining the effective permittivity of a three-component composite. *Journal of Microwave Power and Electromagnetic Energy*, 36(1):57–62, January 2001.
- [144] Arthur L. Ruoff, George H. Stewart, Hyung Kyu Shin, and J. Calvin Giddings. Diffusion of liquids in unsaturated paper. *Kolloid-Zeitschrift*, 173(1):14–20, November 1960.
- [145] Zeinab Sadjadi and Heiko Rieger. Scaling theory for spontaneous imbibition in random networks of elongated pores. *Physical Review Letters*, 110(14), April 2013.
- [146] M. Sallese, J. Torga, E. Morel, N. Budini, and R. Urteaga. Optical coherence tomography measurement of capillary filling in porous silicon. *Journal of Applied Physics*, 128(2):024701, July 2020.
- [147] Marcelo Sallese, Julia Fossatti, Leandro Monsalve, and Eneas Morel y Jorge Torga. *Caracterización topográfica de tintas conductoras impresas sobre polímeros flexibles mediante tomografía óptica coherente*. In *SAP 2019 Proceedings*, Oct 2019.
- [148] Marcelo D. Sallese, Pablo Tabla, Eneas Morel, Jorge Torga, Mónica Mosquera, and Julia Fossatti. Optical method for the measurement of thickness and the

- profile of printed conductive inks in flexographic production machines. *WCPC Annual Technical Conference and Exhibition*, Swansea, Reino Unido, November 2016.
- [149] Francisco Salomon, Salvador Tropea, Diego Brengi, Ariel Hernandez, Diego Alamon, Matias Parra, Gloria Longinotti, Gabriel Ybarra, Paulina Lloret, Mijal Mass, Mariano Roberti, Matias Lloret, Laura Malatto, Carlos Moina, Liliana Fraigi, Luciano Melli, Maria Eugenia Cortina, Diego Rey Serantes, Juan E. Ugalde, Andres Ciocchini, and Diego J. Comerci. Smartphone controlled platform for point-of-care diagnosis of infectious diseases. In *2014 IEEE 9th IberoAmerican Congress on Sensors*. IEEE, October 2014.
- [150] J M Schmitt, A Knuttel, M Yadlowsky, and M A Eckhaus. Optical-coherence tomography of a dense tissue: statistics of attenuation and backscattering. *Physics in Medicine and Biology*, 39(10):1705–1720, October 1994.
- [151] J.M. Schmitt. Optical coherence tomography (OCT): a review. *IEEE Journal of Selected Topics in Quantum Electronics*, 5(4):1205–1215, 1999.
- [152] U. Sharma, J.U. Kang, and N.M. Fried. Fizeau optical coherence tomography: sensitivity optimization and system analysis. In *(CLEO). Conference on Lasers and Electro-Optics, 2005*. IEEE, 2005.
- [153] Muhammad Shirazi, Mansik Jeon, and Jeehyun Kim. Structural analysis of polymer composites using spectral domain optical coherence tomography. *Sensors*, 17(5):1155, May 2017.
- [154] Muhammad Shirazi, Kibeom Park, Ruchire Wijesinghe, Hyosang Jeong, Sangyeob Han, Pilun Kim, Mansik Jeon, and Jeehyun Kim. Fast industrial inspection of optical thin film using optical coherence tomography. *Sensors*, 16(10):1598, September 2016.
- [155] Ari Sihvola. *Electromagnetic Mixing Formulas and Applications*. IET, January 1999.
- [156] Kanwarpal Singh, Daisuke Yamada, and Guillermo Tearney. Common path side viewing monolithic ball lens probe for optical coherence tomography. *Sovremennye tehnologii v medicine*, 7(1):29–33, March 2015.
- [157] Ashok Sridhar. *An inkjet printing-based process chain for conductive structures on printed circuit board materials*. PhD thesis, 2010.
- [158] V. Srinivasan, V. Pamula, K. Rae, M. Pollack, J. Izatt, and R. Fair. 3-d imaging of moving droplets for microfluidics using optical coherence tomography. 2003.

- [159] Vivek J. Srinivasan, Tony H. Ko, Maciej Wojtkowski, Mariana Carvalho, Allen Clermont, Sven-Erik Bursell, Qin Hui Song, Janis Lem, Jay S. Duker, Joel S. Schuman, and James G. Fujimoto. Noninvasive volumetric imaging and morphometry of the rodent retina with high-speed, ultrahigh-resolution optical coherence tomography. *Investigative Ophthalmology & Visual Science*, 47(12):5522, December 2006.
- [160] Olaf Stenzel. *The Physics of Thin Film Optical Spectra*. Springer International Publishing, 2016.
- [161] D. Stifter. Beyond biomedicine: a review of alternative applications and developments for optical coherence tomography. *Applied Physics B*, 88(3):337–357, August 2007.
- [162] J. Stoer and R. Bulirsch. *Introduction to Numerical Analysis*. Springer New York, 2002.
- [163] Jenny Stritzel, Maik Rahlves, and Bernhard Roth. Refractive-index measurement and inverse correction using optical coherence tomography. *Optics Letters*, 40(23):5558, November 2015.
- [164] Wenjing Su, Benjamin S. Cook, Yunnan Fang, and Manos M. Tentzeris. Fully inkjet-printed microfluidics: a solution to low-cost rapid three-dimensional microfluidics fabrication with numerous electrical and sensing applications. *Scientific Reports*, 6(1), October 2016.
- [165] A Suhadolnik. An optical fibre interferometric refractometer. *Measurement Science and Technology*, 18(5):1205–1208, March 2007.
- [166] E. A. Swanson, D. Huang, C. P. Lin, C. A. Puliafito, M. R. Hee, and J. G. Fujimoto. High-speed optical coherence domain reflectometry. *Optics Letters*, 17(2):151, January 1992.
- [167] W. Theiß. Optical properties of porous silicon. *Surface Science Reports*, 29(3-4):91–192, January 1997.
- [168] Tamara Tomašegović, David Beynon, Tim Claypole, and Sanja Mahović Poljaček. Tailoring the properties of deposited thin coating and print features in flexography by application of UV-ozone treatment. *Journal of Coatings Technology and Research*, 13(5):815–828, June 2016.
- [169] Peter H. Tomlins, Will M. Palin, Adrian C. Shortall, and Ruikang K. Wang. Time-resolved simultaneous measurement of group index and physical thickness during photopolymerization of resin-based dental composite. *Journal of Biomedical Optics*, 12(1):014020, 2007.

- [170] Daniel Türk, Ralph Kussmaul, Markus Zogg, Christoph Klahn, Adriaan B. Spierings, Holger Könen, Paolo Ermanni, and Mirko Meboldt. Additive manufacturing with composites for integrated aircraft structures. *International SAMPE Technical Conference*, 2016.
- [171] Raúll Urteaga, Leandro N. Acquaroli, Roberto R. Koropecski, Abel Santos, María Alba, Josep Pallarés, Lluís F. Marsal, and Claudio L. A. Berli. Optofluidic characterization of nanoporous membranes. *Langmuir*, 29(8):2784–2789, February 2013.
- [172] L. Vabre, A. Dubois, and A. C. Boccard. Thermal-light full-field optical coherence tomography. *Optics Letters*, 27(7):530, April 2002.
- [173] Andrei B. Vakhtin, Daniel J. Kane, William R. Wood, and Kristen A. Peterson. Common-path interferometer for frequency-domain optical coherence tomography. *Applied Optics*, 42(34):6953, December 2003.
- [174] A. Valda, D. M. Minsky, A. J. Kreiner, A. A. Burlon, and H. Somacal. Development of a tomographic system for online dose measurements in BNCT (boron neutron capture therapy). *Brazilian Journal of Physics*, 35(3b), September 2005.
- [175] Olivier Vincent, Bastien Marguet, and Abraham D. Stroock. Imbibition triggered by capillary condensation in nanopores. *Langmuir*, 33(7):1655–1661, February 2017.
- [176] Xue Wan, Lan Luo, Yanju Liu, and Jinsong Leng. Direct ink writing based 4d printing of materials and their applications. *Advanced Science*, page 2001000, June 2020.
- [177] Ruikang K. Wang, Sean Kirkpatrick, and Monica Hinds. Phase-sensitive optical coherence elastography for mapping tissue microstrains in real time. *Applied Physics Letters*, 90(16):164105, April 2007.
- [178] Xinyu Wang, Chunping Zhang, Lianshun Zhang, Lingling Xue, and Jianguo Tian. Simultaneous refractive index and thickness measurements of bio tissue by optical coherence tomography. *Journal of Biomedical Optics*, 7(4):628, 2002.
- [179] Yue Wang, Nathan D. Shemonski, Steven G. Adie, Stephen A. Boppart, and Michael F. Insana. Dynamic method of optical coherence elastography in determining viscoelasticity of polymers and tissues. In *2013 35th Annual International Conference of the IEEE Engineering in Medicine and Biology Society (EMBC)*. IEEE, July 2013.

- [180] Edward W. Washburn. The dynamics of capillary flow. *Physical Review*, 17(3):273–283, March 1921.
- [181] Adam Wax, Changhuei Yang, Vadim Backman, Maxim Kalashnikov, Ramachandra R. Dasari, and Michael S. Feld. Determination of particle size by using the angular distribution of backscattered light as measured with low-coherence interferometry. *Journal of the Optical Society of America A*, 19(4):737, April 2002.
- [182] Nicolás Weiss, Ton G. van Leeuwen, and Jeroen Kalkman. Simultaneous and localized measurement of diffusion and flow using optical coherence tomography. *Optics Express*, 23(3):3448, February 2015.
- [183] Julia Welzel. Optical coherence tomography in dermatology: a review. *Skin Research and Technology: Review article*, 7(1):1–9, 2001.
- [184] Charles J. Werth, Changyong Zhang, Mark L. Brusseau, Mart Oostrom, and Thomas Baumann. A review of non-invasive imaging methods and applications in contaminant hydrogeology research. *Journal of Contaminant Hydrology*, 113(1-4):1–24, April 2010.
- [185] Daid Whitehouse. Surfaces and their measurement. Kogan Page Science, Oxford, 2002.
- [186] Philip Wijesinghe, Robert A McLaughlin, David D Sampson, and Brendan F Kennedy. Parametric imaging of viscoelasticity using optical coherence elastography. *Physics in Medicine and Biology*, 60(6):2293–2307, February 2015.
- [187] Amy Wu, Lisen Wang, Erik Jensen, Richard Mathies, and Bernhard Boser. Modular integration of electronics and microfluidic systems using flexible printed circuit boards. *Lab Chip*, 10(4):519–521, 2010.
- [188] C. Xi, D. L. Marks, D. S. Parikh, L. Raskin, and S. A. Boppart. Structural and functional imaging of 3d microfluidic mixers using optical coherence tomography. *Proceedings of the National Academy of Sciences*, 101(20):7516–7521, May 2004.
- [189] Chien-Hung Yeh, Chi-Wai Chow, Jiun-Yu Sung, Ping-Chun Wu, Wha-Tzong Whang, and Fan-Gang Tseng. Measurement of organic chemical refractive indexes using an optical time-domain reflectometer. *Sensors*, 12(1):481–488, January 2012.
- [190] Chih-Ta Yen, Jen-Fa Huang, Ming-Jia Wu, Yu-Fan Lee, Chia-Tsai Huang, Shu-Fan Huang, and Hsu-Chih Cheng. Simultaneously measuring the refractive index and thickness of an optical sample by using improved fiber-based optical coherence tomography. *Optical Engineering*, 53(4):044108, April 2014.

- [191] ZhouPing Yin, YongAn Huang, NingBin Bu, XiaoMei Wang, and YouLun Xiong. Inkjet printing for flexible electronics: Materials, processes and equipments. *Chinese Science Bulletin*, 55(30):3383–3407, October 2010.
- [192] Robert C. Youngquist, Sally Carr, and D. E. N. Davies. Optical coherence-domain reflectometry: a new optical evaluation technique. *Optics Letters*, 12(3):158, March 1987.
- [193] S. Yun, G. Tearney, B. Bouma, B. Park, and Johannes de Boer. High-speed spectral-domain optical coherence tomography at 13 μm wavelength. *Optics Express*, 11(26):3598, December 2003.
- [194] Jianfeng Zhong, Shuncong Zhong, Qiukun Zhang, and Ligang Yao. Two-dimensional optical coherence tomography for real-time structural dynamical characterization. *Optics and Lasers in Engineering*, 66:74–79, March 2015.