

MEDIDOR ÓPTICO DE ESPESSURAS DE FILMES FINOS DE CARBONO

Nobuko Ueta, Marília Emura*, Dirceu Pereira, Ernesto Silvio Rossi Jr.**,
Luiz Carlos Chamon e Cely Paula da Silva**

Universidade de São Paulo, Departamento de Física Nuclear
C.P. 20516 - 01498-970 - São Paulo, SP

RESUMO

Foi desenvolvido um medidor óptico de espessura de filmes finos de carbono, utilizados como trocadores de carga do feixe de ions do acelerador Pelletron.

Para efeito de calibração, as medidas absolutas de espessura foram realizadas por espalhamento de Rutherford com um feixe de ^{16}O de 20 MeV.

O medidor desenvolvido é de precisão adequada e de fácil manejo no uso continuado.

1. INTRODUÇÃO

Filmes finos de carbono obtidos por evaporação em vácuo são utilizados como trocadores de carga do feixe de ions de aceleradores tipo Tandem. A durabilidade e a eficiência de transmissão do feixe são qualidades essenciais dos filmes de carbono, que dependem drasticamente do método de fabricação e da espessura do filme^{1,2)}. Filmes de carbono com espessuras da ordem de 3 a 5 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ apresentam transmissão máxima para vários ions, produzindo diferentes estados de carga³⁾.

A determinação da espessura do filme antes de ser montado no terminal de alta tensão é importante para melhorar a eficiência de operação do acelerador Pelletron.

Existem muitos métodos de determinação da espessura⁴⁾ entre os quais citamos o gravimétrico, através do uso de uma balança analítica, o de perda de energia de partículas α , o medidor de massa através da medida de frequência de oscilação de um cristal de quartzo e métodos ópticos^{1,2)}.

O método gravimétrico é utilizado no laboratório com sérias restrições quando se quer determinar massas muito pequenas. A cor da lâmina, com carbono depositado sobre um determinado material solúvel, dá uma medida aproximada razoável. A escolha do método óptico baseou-se na facilidade de operação, baixo custo e confiabilidade, testados em medidas preliminares.

* FAPESP - processo nº 88/4274-4

** FAPESP

+ Texas Instruments Inc.

2. DESCRIÇÃO DO MÉTODO

O método baseia-se essencialmente na medida da transmitância óptica dos filmes de carbono, devidamente montados sobre suportes apropriados de aço inoxidável.

Como fonte de luz é utilizada uma lâmpada de incandescência de 90 Watts. Os suportes com os filmes de carbono são posicionados numa haste com um sulco, dotado de esferas e molas que garantem a estabilidade mecânica, dentro de um módulo especialmente projetado. No painel traseiro do módulo esta localizado o fototransistor TIL 81⁺, cuja resposta é linear com a luminosidade incidente. Na figura 1 está apresentado um desenho esquemático da montagem. O fototransistor é ligado como fotodiodo polarizado externamente com uma fonte de tensão de 9 v. Um multiteste foi utilizado para as leituras de voltagens na saída do circuito do fototransistor.

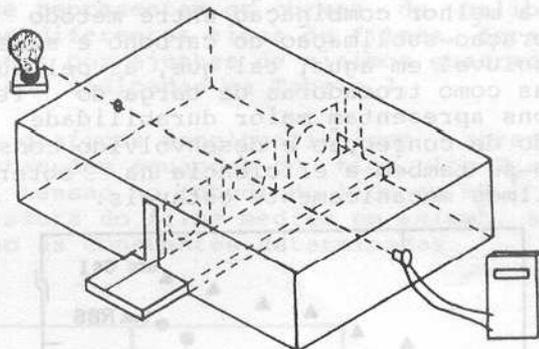


Figura 1 - Desenho esquemático da montagem, onde se vê uma lâmpada de incandescência, os filmes nos seus respectivos suportes e o fotodiodo acoplado a um multimetro.

É necessário relacionar as medidas de transmissão luminosa, proporcionais às voltagens medidas através do fototransistor, às correspondentes espessuras dos filmes em $\mu\text{g}/\text{cm}^2$.

As medidas absolutas das espessuras dos filmes foram efetuadas, por sua vez, utilizando-se um feixe de ions de baixa energia, de modo que o espalhamento elástico pode ser considerado de natureza coulombiana, possibilitando o cálculo exato da seção de choque esperada.

Filmes confeccionados por diferentes métodos apresentam características ópticas distintas. Assim, a calibração do sistema, que relaciona intensidades luminosas transmitidas pelos filmes com as suas espessuras, foi efetuada para alguns tipos diferentes.

A mesma montagem poderá ser utilizada para filmes de diferentes materiais, com espessuras tais que a transmissão de luz seja mensurável, desde que se efetue a respectiva calibração.

3. CARACTERÍSTICAS ÓPTICAS DOS FILMES DE CARBONO

São utilizados no acelerador filmes de carbono confeccionados por evaporação em alto vácuo (10^{-7} a 10^{-8} Pa) pelo método de bombardeamento eletrônico e pelo método de arco de carbono. No primeiro método, um feixe eletrônico é focalizado eletrostaticamente sobre uma pastilha de carbono puro, aquecendo-o localmente até que ocorra a sublimação. No método do arco faz-se passar corrente elétrica através de eletrodos de carbono^{6,7}). O carbono sublimado é depositado sobre substratos de vidro previamente tratados e recobertos com uma fina camada de um detergente especial ou de um sal solúvel em água. O detergente (RBS ou então betain) é espalhado sobre as lâminas de vidro de forma conveniente. O sal solúvel é depositado por evaporação em vácuo feita previamente. Um trabalho sistemático mostrou a melhor combinação entre método de evaporação-sublimação do carbono e substância solúvel em água, tal que, as películas usadas como trocadoras de carga do feixe de íons apresentam maior durabilidade. O método de confecção é desenvolvido considerando-se também a eficiência na obtenção de filmes mecanicamente estáveis.

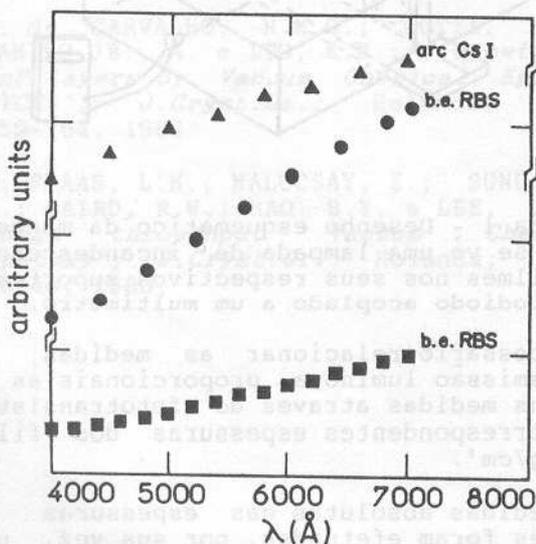


Figura 2 - Espectro de transmissão óptica de diferentes filmes de carbono

Medidas do espectro de absorção óptica obtidas para alguns casos estão ilustradas na Figura 2 e são, em linhas gerais, semelhantes às encontradas na literatura⁸).

Foi utilizado um espectrofotômetro Micronal* na região de luz visível. Obviamente, espessuras diferentes de filmes de um determinado tipo obedecem à lei de Beer-Lambert. As diferenças observadas nos espectros refletem as características ópticas dos filmes.

4. MÉTODO EXPERIMENTAL DA MEDIDA ABSOLUTA DA ESPESSURA DOS FILMES: ARRANJO E PRECISÃO DAS MEDIDAS

Medidas de espessura absoluta dos filmes foram efetuadas numa câmara de espalhamento instalada junto ao acelerador Pelletron. Foram montados nove detectores de barreira de superfície sobre um suporte projetado especialmente para a obtenção simultânea de medidas de seção de choque em intervalos angulares de 5° , sistema de laboratório⁹). Diante de cada detector existe um sistema de colimação com aberturas menores para detectores posicionados em ângulos mais dianteiros.

Foi utilizado um feixe de ^{16}O de 20 MeV de energia sobre os alvos de carbono, cujas espessuras foram determinadas através da relação:

$$Y = N_{\text{feixe}} \left(\frac{d\sigma}{d\Omega} \right)_{\text{Ruth}} \Delta\Omega N_{\text{alvo}} \quad (1)$$

Y é o número de partículas espalhadas num determinado ângulo θ , por um determinado núcleo.

N_{feixe} é o número de partículas de ^{16}O incidentes, medidas em um copo de Faraday, que garante a coleção total do feixe.

$\left(\frac{d\sigma}{d\Omega} \right)$ é a seção de choque de espalhamento de Rutherford.

$\Delta\Omega$ é o ângulo sólido subtendido pelo detector.

N_{alvo} é o número de partículas alvo por unidade de área presentes na reação.

N_{alvo} por sua vez está diretamente relacionado com a espessura t procurada, medida usualmente em $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ através da expressão:

$$N_{\text{alvo}} = \frac{t \cdot N_{\text{av}}}{M_{1,2}\text{C}} \quad (2)$$

onde $M_{1,2}\text{C}$ é a massa molecular do carbono, t é a espessura do alvo e N_{av} é o número de Avogadro.

* Micronal - Espectrômetro Digital B342.

Na energia escolhida, o espalhamento é praticamente coulombiano e a seção de choque $\left(\frac{d\sigma}{d\Omega}\right)$ pode ser calculada usando-se parâmetros de modelo óptico da literatura¹⁰.

N_{feixe} foi obtido através da medida da carga coletada no copo de Faraday num integrador de corrente Brookhaven Instruments Corporation (BIC), cuja calibração foi verificada. Foi admitido como estado de carga mais provável o valor determinado experimentalmente através da razão entre o feixe sem atravessar o alvo e atravessando o alvo.

Os ângulos sólidos medidos geometricamente utilizando a abertura do colimador, que efetivamente define a área sensível do detector, são mostrados na tabela 1.

TABELA 1

Detector	Ângulo sólido (sr)
1 a 3	6.0×10^{-3}
4 a 6	1.06×10^{-4}
7 a 9	1.66×10^{-4}

Y foi medido acumulando-se espectros do espalhamento elástico obtidos através de equipamentos eletrônicos convencionais. Os espectros armazenados no computador VAX são transferidos em disquetes e analisados posteriormente através do programa Plex¹¹. Em cada espectro é feita a identificação do pico correspondente ao espalhamento elástico do ^{16}O em ^{12}C através de cálculo de cinemática da reação. O número total de contagens correspondentes é calculado diretamente após análise efetuada na tela do microcomputador. A figura 3 mostra um espectro típico.

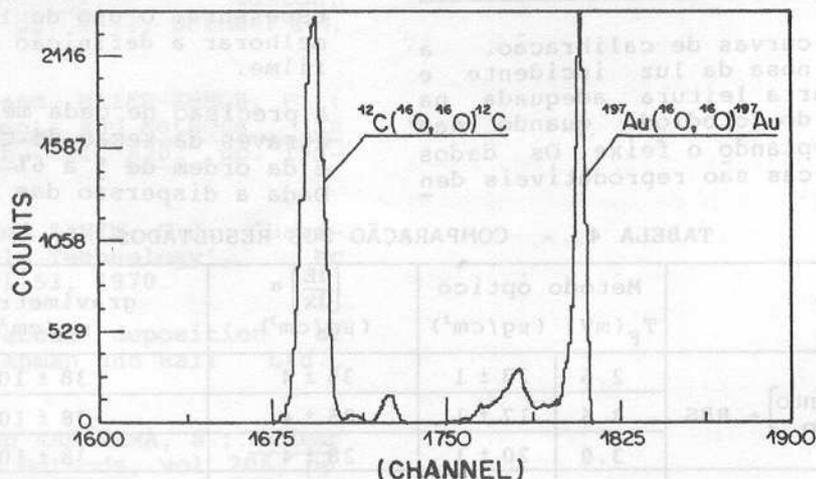


Figura 3 - Espectro típico obtido com detector de barreira de superfície.

A precisão dos valores calculados da espessura varia conforme o ângulo em que o detector se encontra. Na tabela 2 estão os valores médios dos erros nas diferentes grandezas medidas.

TABELA 2 - Erros nas medidas

Grandeza	Erro percentual
$\Delta\Omega$	4 a 5
N_{feixe}	desprezível
$\left(\frac{d\sigma}{d\Omega}\right)$	carbono: 1 a 2 ouro: desprezível
y	desprezível
TOTAL	- 5 a 6

5. RESULTADOS E DISCUSSÃO

O sistema foi calibrado para filmes confeccionados por bombardeamento eletrônico usando RBS. evaporação em arco de carbono usando CsI, RBS+CsI e somente RBS como substâncias solúveis sobre substratos de vidro previamente polidos. A figura 4 mostra a curva de calibração do sistema óptico para um tipo de filme. As equações que representam as curvas de calibração dos diferentes tipos de filmes, foram obtidas por ajustes de mínimos quadrados e estão indicadas na Tabela 3.

Os gráficos monologarítmicos apresentam retas com equações do tipo $\log T_F = ax + b$. T_F tensão no fotodiodo lido em mV, x espessura do filme medido em $\mu\text{g}/\text{cm}^2$. a e b são as constantes determinadas.

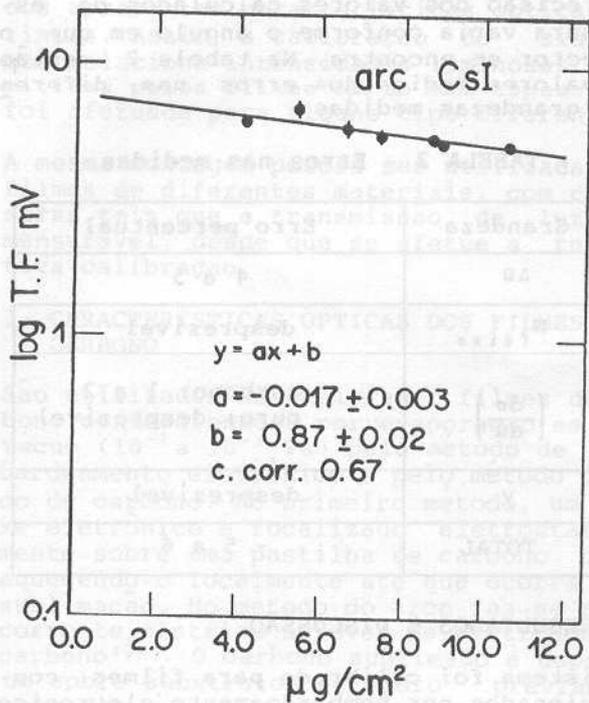


Figura 4 - Ajuste da reta de calibração para filmes de carbono confeccionados pelo método de arco.

TABELA 3 - Calibração do sistema

Tipo do filme	$\log T_F (mV) = ax(\mu g/cm^2) + b$
b.e. RBS	$-(0,064 \pm 0,001)x + 1,04 \pm 0,06$
arco. CsI	$-(0,017 \pm 0,003)x + 0,87 \pm 0,02$
arco. RBS+CsI	$-(0,037 \pm 0,005)x + 1,01 \pm 0,02$
arco. RBS	$-(0,024 \pm 0,008)x + 0,96 \pm 0,02$

Na obtenção das curvas de calibração, a intensidade luminosa da luz incidente é ajustada para dar a leitura adequada na tensão de saída do fotodiodo quando não há filme interceptando o feixe. Os dados das medidas ópticas são reprodutíveis den-

tro de aproximadamente 1%. Um valor típico utilizado é 78 V na lâmpada incandescente e 9 V no fotodiodo. A calibração do sistema está afetada principalmente pelo erro experimental na determinação da espessura absoluta através do espalhamento nuclear. Por sua vez, o termo que mais afeta essa medida é o ângulo sólido do detector. Embora a região do alvo atingida pelo feixe chegue a ter alguns milímetros de diâmetro, podemos aproximar o alvo por um ponto, dadas as demais dimensões envolvidas no cálculo do ângulo sólido.

Na tabela 4 mostramos a comparação entre os valores obtidos para a espessura de filmes grossos de carbono por diferentes métodos. No método óptico foram utilizadas as equações da tabela 3 adequadas para filmes mais finos.

As medidas de espessura por perda de energia estão afetadas de um erro extra que é a aproximação efetuada considerando-se a perda de energia igual para ^{16}O em C e nos demais materiais.

Os principais contaminantes são O, Si e Au.

6. CONCLUSÃO

As calibrações foram obtidas para espessuras adequadas ao uso como trocadores de carga do feixe de íons. Extrapolações para espessuras muito maiores necessitam medidas mais adequadas, já que dificilmente pode-se garantir a linearidade para essas regiões. Aparentemente, a formação da película pode apresentar mudanças fundamentais de comportamento óptico dependendo da espessura acumulada.

A medida do coeficiente de absorção da luz em função do comprimento de onda mostra que a utilização de luz de menores comprimentos de onda daria uma inclinação maior na curva de absorção em função da espessura. O uso de luz ultravioleta pode melhorar a definição da espessura do filme.

A precisão de cada medida de espessura através da seção de choque de Rutherford é da ordem de 5 a 6% (conforme Tabela 2). Dada a dispersão das medidas de transmi-

TABELA 4 - COMPARAÇÃO DOS RESULTADOS

Tipo	Método óptico		$\left(\frac{dE}{dx}\right)_\alpha$ ($\mu g/cm^2$)	gravimetria ($\mu g/cm^2$)
	$T_F (mV)$	($\mu g/cm^2$)		
[bombardeamento] eletrônico + RBS	2.5	23 ± 1	35 ± 4	38 ± 10
	3.6	17 ± 1	25 ± 4	38 ± 10
	3.0	20 ± 1	28 ± 4	38 ± 10
arco + CsI	1.7	38 ± 2	39 ± 4	50 ± 10
	1.5	41 ± 2	47 ± 5	50 ± 10

tância, entretanto, a precisão final fica entre 5% e 15% conforme o tipo de confecção. Mesmo assim, a facilidade de uso, a reprodutibilidade e o baixo custo tornaram o projeto útil e adequado.

Acreditamos assim que para a medida de espessuras entre 3 e 12 $\mu\text{g}/\text{cm}^2$, região para a qual o medidor foi calibrado, a precisão obtida é perfeitamente aceitável.

Os erros na determinação absoluta da espessura dos alvos em $\mu\text{g}/\text{cm}^2$ são de aproximadamente 5 a 6%.

7. AGRADECIMENTOS

Agradecemos ao Prof. Oscar Sala pela sugestão do tema e pelo contínuo apoio; a Wanda Gabriel Pereira Engel e a José Carlos de Abreu que, pacientemente, confeccionaram cuidadosamente todos os alvos de carbono; a FINEP, FAPESP e CNPq pela ajuda financeira.

NOTA ADICIONAL:

Parte deste trabalho foi aceito para ser apresentado na XVI Conferência Internacional da "International Nuclear Target Development Society", - 21-25 de setembro de 1992, Legnaro, Italia.

8. BIBLIOGRAFIA

1. DEN HARTOG, P.; THOMAS, G.; HENNING, W.; PARDO, R.; YNTEMA, J.; MAIER-KOMOR, P. and TOLFREE, D.; Proceedings of the Third International Conference on Electrostatic Accelerator Technology, pp. 168-171, 1981.
2. JAKLOVSKY, J.; "Preparation of nuclear targets for particle accelerators", Proceedings of the World Conference on the International Nuclear Target Development Society, Boston, Massachusetts, pp. 1-72, October 1-3, 1979.
3. DOLLINGER, G. and MAIER-KOMOR, P.; Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, vol. A282 pp. 153-160, 1989.
4. PLISKIN, W.A. and ZANIN, S.J.; "Handbook of Thin Film Technology", McGraw Hill, pp. 1-53, 1970.
5. HOLLAND, L.; "Vacuum deposition of Thin Films", Chapman and Hall Ltd., p. 94, 1970.
6. TAKEUCHI, S. and KANAZAWA, S.; Nuclear Instruments and Methods, vol. 206, pp. 331-333, 1983.

7. SUGAI, I.; HATTORI, T.; MUTO, H.; TAKAHASHI, Y.; KATO, H. and YAMAZAKI, K.; Nuclear Instruments and Methods in Physics Research, vol. A282, pp. 164-268, 1989.
 8. MAIER-KOMOR, P.; RANZINGER, E. and MUNZER, H.; Nuclear Instruments and Methods, vol. 200, pp. 5-11, 1982.
 9. ROSSI JR., E.S.; Tese de Mestrado, IFUSP, 1991.
 10. VILLARI, A.C.C.; Tese de Doutorado, IFUSP, 1987.
 11. RIBAS, R.V.; Comunicação interna.
 12. ECKERTOVÁ, L.; "Physics of Thin Films" Cap. 3, Plenum Press, 1986.
- PLISKIN, W.A. e ZANIN, S.; "Film Thickness and Composition" - Cap. 11 do Handbook of Thin Film Technology - Editores Maissel e Glang - McGraw Hill, 1970.