

INVESTIGAÇÃO NAS CONSTANTES ÓPTICAS DE FILMES FINOS

Sergio Brito Mendes

FUNBEC - Divisão de Óptica
Caixa Postal 2089 - CEP 01051
São Paulo - SP

Aplicando o método de curvas envoltórias, desenvolvido por Manifacier e Swanepoel, para a determinação de constantes ópticas em filmes finos, caracterizamos os materiais dielétricos de evaporação com interesse na fabricação de filtros ópticos interferenciais.

Através de medidas espectrofotométricas da transmitância de monocamada depositada em substrato de índice de refração conhecido, o método possibilita a determinação das constantes ópticas do material depositado: índice de refração e espessura do filme.

filmes finos, constantes ópticas

1. INTRODUÇÃO

O sucesso no projeto do sistema adequado de múltiplas camadas dielétricas para a fabricação de filtros interferenciais depende do conhecimento disponível sobre as constantes ópticas dos materiais a empregar.

No projeto de um filtro interferencial são especificados o índice de refração e a espessura de cada camada que compõe o empilhamento de múltiplas camadas.

Especialmente quando se busca um filtro interferencial que apresente um desempenho determinado em larga região espectral, o conhecimento das constantes ópticas, n e k , se torna particularmente importante.

As informações disponíveis na literatura são escassas.

Agrava-se a isto, a dependência apresentada pelas constantes ópticas dos filmes com os parâmetros experimentais.

Neste trabalho são investigadas as constantes ópticas do Ti_2O_3 , a partir do método de curvas envoltórias exposto por Manifacier¹ et al /1/ e Swanepoel /2/, ampliado por Macleod /3/ para a investigação de inhomogeneidade em filmes finos.

O método de curvas envoltórias utiliza medidas de transmitância de um filme depositado sobre substrato de índice de refração conhecido.

2. TEORIA

Um filme fino, considerado homogêneo e isotrópico, pode ser descrito através de seu índice de refração $N = n - ik$, e sua espessura d .

ar	n_0
filme	$N = n - ik, d$
substrato	s
ar	n_0

Figura 1.

Filme depositado
sobre substrato
transparente

A transmitância do sistema formado por um filme de índice de refração $N = n - ik$ e espessura d , depositado sobre um substrato transparente e de índice de refração s , conforme mostra Figura 1, para um feixe de luz com incidência normal e comprimento de onda L , considerando a reflexão da superfície posterior do substrato, é expressa pela equação /2/ :

A x

$$T = \frac{\text{-----}}{\text{-----}} \quad (1)$$

$$B - C x + D x^2$$

onde :

$$A = 16 s, (n^2 + k^2)$$

$$B = ((n+1)^2 + k^2) \cdot ((n+1) \cdot (n+s^2) + k^2)$$

$$C = ((n^2 - 1) + k^2) \cdot (n^2 - s^2 + k^2) - 2k^2(s^2 + 1) \cdot 2 \cos(\omega) +$$

$$- k(2(n^2 - s^2 + k^2) + (s^2 + 1) \cdot (n^2 - 1 + k^2)) \cdot 2 \sin(\omega)$$

$$D = ((n-1)^2 + k^2) \cdot ((n-1) \cdot (n-s^2) + k^2)$$

$$\omega = 4\pi n d / L$$

$$a = 4\pi k / L$$

$$x = \exp(-a d)$$

Considerando uma região espectral em que o material apresente baixa absorção, podemos considerar $k^2 \ll (n - n_0) \cdot (n - s)$. Neste caso, a equação (1) pode ser simplificada para *

A x

$$T = \frac{\text{-----}}{\text{-----}} \quad (2)$$

$$B - C x \cos(\omega) + D x^2$$

onde :

$$A = 16 n^2 s$$

$$\omega = 4\pi n d / L$$

$$B = (n+1)^3 \cdot (n+s^2)$$

$$a = 4\pi k / L$$

$$C = 2(n^2 - 1) \cdot (n^2 - s^2)$$

$$x = \exp(-a d)$$

$$D = (n-1)^3 \cdot (n-s^2)$$

A equação (2) representa uma função oscilatória, cujos extremos são obtidos para $\cos(u) = +1$ ou $\cos(u) = -1$. Tomemos o caso em que $C > 0$ ou $n > s$. A função envoltória aos máximos é então, descrita por :

$$T_{\max} = \frac{A x}{B - C x + D x^2} \quad (3)$$

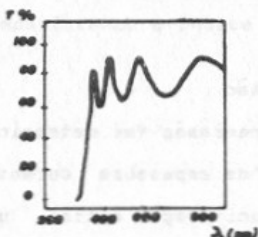
e a função envoltória aos mínimos :

$$T_{\min} = \frac{A x}{B + C x + D x^2} \quad (4)$$

Fisicamente, considerando o caso em que o índice de refração do filme é maior que o índice de refração do substrato ($n > s$), a função de máximos representa a transmitância de filme com espessura óptica de múltiplos inteiros de meia onda e a função de mínimos representa filme com espessura óptica de múltiplos ímpares de quarto de onda.

Figura 2.

Transmitância experimental



A Figura 2 apresenta a curva de transmitância de um filme de espessura óptica $n(L).d = 843 \text{ nm}$, para $L = 563 \text{ nm}$.

A cada comprimento de onda L podemos definir $T_{\max}$ e $T_{\min}$ através da curva envoltória, com expressões analíticas representadas pelas equações (3) e (4), respectivamente.

As equações (3) e (4) podem ser transformadas de forma a nos fornecer as constantes ópticas do filme n , k e $d/2$:

$$n = \left(Y + (Y^2 - s^2)^{\frac{1}{2}} \right)^{\frac{1}{2}} \quad (5)$$

onde:

$$Y = 2s \frac{T_{\max} - T_{\min}}{T_{\max} \cdot T_{\min}} + \frac{s^2 + 1}{2}$$

A espessura do filme é determinada através do comprimento de onda em que os extremos de transmissão ocorrem: $\cos(u) = +1$ ou $\cos(u) = -1$, ou ainda, $4\pi n d / L = m\pi$, o que nos fornece:

$$d = \frac{m L}{4 n(L)} \quad (6)$$

onde:

m = ordem do pico de transmissão

A ordem m do pico de transmissão foi determinada através do próprio processo de controle de espessura durante a deposição, realizado pelo método de monitoração óptica, o qual permite determinar o número de quartos de onda correspondente a espessura

óptica (n.d) do filme.

O coeficiente de extinção é calculado através da variável auxiliar x :

$$x = \frac{F - (F^2 - (n^2 - 1)^3 \cdot (n^2 - s^4))^{\frac{1}{2}}}{(n - 1)^3 \cdot (n - s^2)} \quad (7)$$

onde :

$$F = \frac{8 n^2 s}{T_i} \quad e \quad T_i = \frac{2 T_{max} \cdot T_{min}}{T_{max} + T_{min}}$$

O índice de refração do substrato s foi determinado através da transmitância de uma lâmina sem recobrimento. Neste caso, a transmitância, considerando a reflexão da superfície posterior, é expressa por /2/ :

$$T = \frac{2 s}{s^2 + 1}$$

o que invertendo, nos fornece o índice de refração do substrato :

$$s = \frac{1}{T} + \left(\frac{1}{T^2} - 1 \right)^{\frac{1}{2}} \quad (8)$$

3. EXPERIMENTO

O filme investigado foi depositado em lâminas de vidro de

dimensão 18 X 18 mm e espessura 0.2 mm.

O evaporador empregado foi o Balzers BAK 600. A evaporação foi realizada via feixe de elétrons. A taxa de evaporação foi mantida aproximadamente constante em 0.2 nm/s.

O material de evaporação empregado foi o Ti_2O_3 , fornecido pela Balzers, com grau de pureza de 99.9 %.

A temperatura do substrato durante a deposição foi ajustada para 250°C, e observamos uma flutuação menor que 10°C em torno do valor de ajuste.

A pressão parcial de oxigênio, para a deposição reativa, foi estabelecida em 1.5 (10⁻⁴) Torr.

Foram realizados 03 processos (A,B,C), em que os parâmetros experimentais foram reproduzidos. De cada processo foram analisadas 03 amostras (1,2,3) que possuíam posições aproximadamente equivalentes (espessura e ângulo de deposição) na câmara de evaporação.

A transmitância das amostras foi analisada no espectrofotômetro Perkin-Elmer de duplo feixe e com precisão de leitura de 0.1 %. Os dados experimentais de comprimento de onda e transmitância, foram obtidos a partir das curvas fornecidas pelo registrador gráfico acoplado ao espectrofotômetro.

4. RESULTADOS

Os resultados para o índice de refração estão representados no Gráfico 1. A curva de dispersão do material, variação do índice de refração em função do comprimento de onda, foi ajustada por uma expressão de Cauchy :

$$n = A_0 + \frac{A_1}{L^2} + \frac{A_2}{L^4}$$

onde :

A_0, A_1, A_2 = constantes

L = comprimento de onda (nm)

Os valores obtidos para as constantes foram :

$$A_0 = 2.28993116$$

$$A_1 = 9.69592079 \text{ E } + 03$$

$$A_2 = 6.27732691 \text{ E } + 09$$

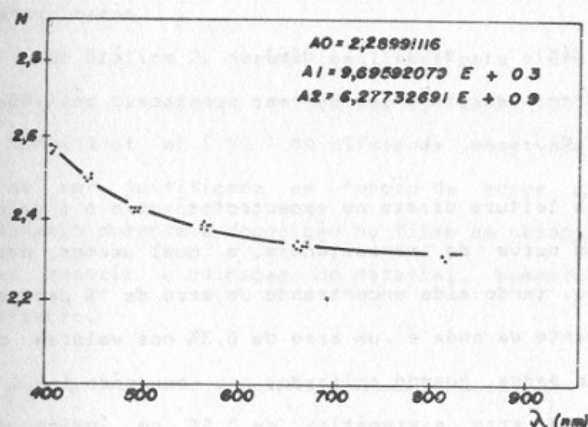


Gráfico 1.

Índice de refração das amostras

O desvio padrão dos pontos experimentais para a curva de ajuste foi calculado em 0.009 ou 0.4%. O maior desvio que os pontos experimentais apresentaram à curva de ajuste foi de 0.02, ou seja, 0.9%.

A propagação dos erros experimentais no cálculo do índice de refração é expresso pela equação /1/ :

$$\frac{d(n)}{n} = \frac{d(T)}{T} \left(\frac{T_{\max} + T_{\min}}{T_{\max} - T_{\min}} \right) \cdot \frac{1}{f(n, n_0, s)} \quad (9)$$

onde :

$$f(n, n_0, s) = \frac{2 (n^2 - n_0^2) \cdot (n^2 + n_0^2)}{(n^2 - n_0^2) \cdot (n^2 - s^2)}$$

O erro na espessura pode ser calculado através da equação (6) :

$$\frac{d(d)}{d} = \frac{d(L)}{L} + \frac{d(n)}{n} \quad (10)$$

O erro entre a leitura direta no espectrofotômetro e o valor obtido a partir da curva de transmitância, o qual usamos para cálculo, foi medido, tendo sido encontrando um erro de 1% para os valores de comprimento de onda e um erro de 0.3% nos valores de transmissão. Estes dados, quando aplicados nas equações (9) e (10), fornecem um erro sistemático de 0.5% no índice de refração e de 1.5% na espessura. Acrescentando a estes resultados, o desvio padrão encontrado nas diversas amostras, obtivemos a incerteza nas medidas efetuadas : $n \pm 0.9\%$ e $d \pm 2\%$.

5. DISCUSSÃO

O erro na medida do índice de refração apresenta forte dependência com a diferença entre a transmissão máxima e mínima,

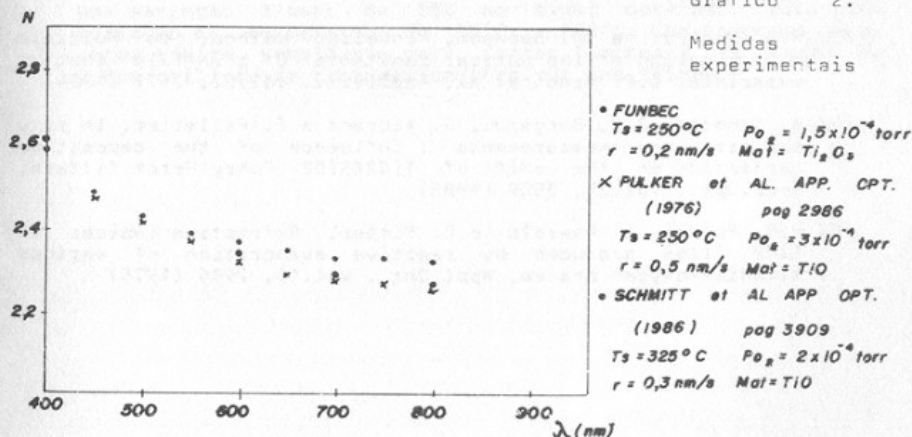
como pode ser observado pela equação (9). Considerando que a diferença entre a transmissão máxima e mínima é determinada pela diferença entre os índices de refração do filme e do substrato, concluímos que o método empregado fornece melhores resultados para filmes com índice de refração não próximo ao do substrato.

Uma limitação do método é a região de absorção dos materiais, pois os cálculos basearam-se em filme com baixo coeficiente de extinção. Os resultados encontrados para o coeficiente de extinção apresentaram grande dispersão, necessitando assim de medidas mais precisas para sua determinação.

No Gráfico 2, nossos resultados para o índice de refração do Ti_2O_3 são comparados com medidas efetuadas por Pulker et al (4) e Schmitt et al (5). A diferença observada entre as medidas pode ser justificada em função da menor pressão parcial de oxigênio durante a deposição do filme em nosso experimento, o que faz reduzir a oxidação do material, aumentando seu índice de refração.

Gráfico 2.

Medidas experimentais



6. CONCLUSÕES

O método das curvas envoltórias empregado na determinação das constantes ópticas de filmes finos apresentou resultados satisfatórios nas medidas de índice de refração e espessura.

A precisão alcançada pelo método justifica sua utilização na caracterização dos principais materiais de evaporação de um laboratório de filmes finos, fornecendo informações valiosas para o projeto de filtros interferenciais.

Aplicação também importante será no estudo da influência dos parâmetros experimentais (taxa de deposição, temperatura do substrato e pressão parcial de oxigênio) sobre as constantes ópticas dos filmes.

7. BIBLIOGRAFIA

- /1/ J.C. Manifacier, J. Gasiot e J.P. Fillard, A simple method for the determination of the optical constants n , k and the thickness of a weakly absorbing thin film, J.Phys.E:Sc.Instr., vol.9, 1002 (1976)
- /2/ R. Swanepoel, Determination of the thickness and optical constants of amorphous silicon, J.Phys.E:Sc.Instr., vol.16, 1214 (1983)
- /3/ H.A. Macleod e R. Swenson, Envelope method, em Multiple determination of the optical constants of thin-film coating materials, D.P. Arndt et al, Appl.Opt., vol.23, 3571 (1984)
- /4/ B. Schmitt, J.P. Borgogno, G. Albrand e E. Pelletier, In situ and air index measurements : influence of the deposition parameters on the shift of TiO_2/SiO_2 Fabry-Perot filters, Appl.Opt., vol.25, 3909 (1986)
- /5/ H.K. Pulker, G. Paesold e E. Ritter, Refractive indices of TiO_2 films produced by reactive evaporation of various titanium-oxygen phases, Appl.Opt., vol.15, 2985 (1976)