

UNIVERSIDADE ESTADUAL DE CAMPINAS
INSTITUTO DE FÍSICA "GLEB WATAGHIN"

CONSTRUÇÃO DE UM ELIPSÔMETRO FOTOMÉTRICO AUTOMÁTICO

ALVARO JOSÉ DAMIÃO
TESE APRESENTADA AO INSTITUTO
DE FÍSICA PARA OBTENÇÃO DO
TÍTULO DE MESTRE

AGOSTO DE 1982

A meus pais.

A G R A D E C I M E N T O S

Ao Prof. José B. Salzberg, que como orientador tornou possível este trabalho. Agradeço à sua atenção e dedicação.

Ao Prof. Helmut H. Dispert, pela colaboração prestada com a execução da interface de tomada de dados e na execução deste projeto.

Ao Prof. Eliseo Gallego, como iniciador deste projeto e ao Prof. Guillermo Cabrera, pelas discussões da parte matemática.

Ao pessoal da oficina mecânica e de desenho, por seus serviços.

A Profa. Iris Torriani e Prof. Márcia Fantini, pelos espectros de Raios X e discussão sobre as amostras.

E a todos que de alguma maneira colaboraram ou incentivaram a execução deste trabalho.

A todos meu muito obrigado.

- R E S U M O -

Neste trabalho descrevemos a teoria e a construção de um Elipsômetro Fotométrico Automático e a sua aplicação à medida das partes real e imaginária da constante dielétrica de um filme de ouro em todo espectro visível.

O instrumento é controlado por um microcomputador que também é usado para redução de dados.

Incluimos também uma discussão da precisão e sensibilidade do instrumento, mostrando também como os resultados das medidas são independentes da intensidade da luz incidente.

- A B S T R A C T -

In this work we describe the theory and the construction of an Automatic Photometric Elipsometer and its application to the measurement of the real and the imaginary part of the dielectric constant of an Au thin film over the visible spectrum.

The instrument is controlled by a microcomputer which is also used for data reduction.

We also include a discussion of the precision and the sensibility of the instrument, showing that the results are independent of the intensity of the incident light.

I N T R O D U Ç Ã O

A elipsometria teve recentemente grande desenvolvimento com a automação do processo de medida. Existe um grande número de trabalhos publicados, tanto sobre as aplicações do aparelho quanto sobre sua otimização.

Para uma introdução à elipsometria, o início deste trabalho dá uma noção básica do que seja um elipsômetro, mostra a representação matemática da onda eletromagnética e dos elementos ópticos do aparelho.

Vem a seguir a natureza da medida a ser realizada, a instrumentação óptica necessária, a classificação dos aparelhos de acordo com a óptica que utilizam e uma comparação entre eles.

Temos a análise da luz polarizada através da Transformada de Fourier e a redução de dados. Isso para o elipsometro construído : que tem analisador rodando. São obtidas as equações elipsométricas.

A descrição do aparelho acompanha o feixe de luz, mostra a mecânica e a eletrônica envolvidas em cada elemento óptico.

O final do trabalho mostra a análise de um filme fino de ouro e os resultados obtidos.

As referências não estão numeradas da maneira usual. A numeração mostra a ordem dos trabalhos a serem lidos por quem de seje um conhecimento maior deste tipo de elipsômetro.

Não é objetivo deste trabalho a descrição minuciosa da mecânica ou eletrônica envolvidas na construção. Também não contém algoritmos e descrição profunda da parte computacional. Esta descrição será feita em trabalho a ser publicado.

Í N D I C E

ELIPSOMETRIA	01
Análise da Luz Polarizada	14
Elipsômetro Fotométrico Automático	15
Redução de Dados	18
Calibração	23
Construção e Operação do Elipsômetro	30
A Amostra e sua Medida	38
Apêndice	48

- E L I P S O M E T R I A -

O QUE É ELIPSOMETRIA:

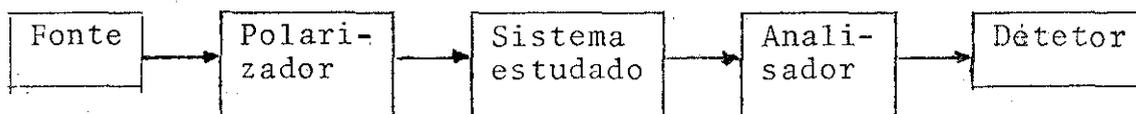
Como definição grosseira, podemos dizer que a elipsometria é uma técnica para medir o estado de polarização da luz. Mais definitivamente, podemos dizer que a elipsometria nos dá a informação de como um sistema óptico modifica um estado de polarização.

O princípio de funcionamento de um elipsômetro está na mudança do estado de polarização que um feixe luminoso sofre quando interage com a matéria.

Se medirmos o estado inicial e final da polarização da luz, quando da interação entre luz e sistema óptico, poderemos chegar à lei de transformação da polarização (por esse sistema óptico), através da matriz de Jones (ou ainda de Muller).

Poderemos estudar o processo interno do sistema (ou a mostra) através do comportamento externo que será obtido com a matriz de Jones (ou Muller)^{2.º}

O diagrama do arranjo operacional de um elipsômetro genérico é:



Uma fonte produz luz bem colimada, monocromática ou quase monocromática; a luz passa através de um polarizador, que nos dá o controle sobre o estado de polarização que incidirá no sistema a ser estudado. A seguir a luz interage com o sistema estudado, sofrendo uma mudança no seu estado de polarização. Então o feixe de luz passa através de um polarizador/analizador e atinge um fotodetetor.

Assumimos que a interação da luz com a matéria é linear e conserva a frequência.

A mudança do estado de polarização da luz na interação com a matéria ou com o sistema estudado, pode-se dar por um dos seguintes processos ou combinação deles:

a) Reflexão (ou refração): quando a luz é refletida (ou refratada) na interface entre dois meios ópticos distintos com mudança abrupta no estado de polarização.

b) Transmissão: quando há uma mudança contínua enquanto a luz atravessa um meio que apresenta anisotropia óptica (refrativa, de absorção ou ambas).

c) Espalhamento: quando uma onda luminosa atravessa meios com inhomogeneidade espacial no índice de refração, causada por centros de espalhamento como aerosol e emulsões. Aqui temos uma mudança significativa na colimação do feixe incidente, pois o espalhamento se dá num largo range de ângulos sólidos.

Portanto, dependendo de qual dos modos de interação acima prevaleça na modificação do estado de polarização, teremos:

- a) Elipsometria de superfície ou reflexão.
- b) Elipsometria de transmissão. (Polarimetria).
- c) Elipsometria de espalhamento.

A Elipsometria de reflexão é, reconhecidamente, uma técnica importante no estudo de superfícies e filmes finos, desde o tempo de Drude.^{2,1} Dentre as muitas aplicações da elipsometria de reflexão estão: medidas das propriedades ópticas dos materiais e sua dependência com a frequência; os materiais podem estar na fase líquida ou sólida, podem ser isotrópicos ou anisotrópicos, e até filmes finos.

Podemos estudar os fenômenos de superfície que envolvem o crescimento de filmes finos partindo de uma sub camada atômica (por oxidação⁶, deposição, adsorção ou difusão de impurezas ou remoção das mesmas); também podemos fazer medidas de fatores físicos que afetam as propriedades ópticas tais como campo elétrico e magnético, "stress" e temperatura.

A elipsometria de transmissão é importante como método analítico de físico-química.²² Faz medidas em amostras (gás, líquido, sólido) da rotação óptica natural (OR) e dicroísmo circular (CD), birrefringência linear (LB) e dicroísmo linear (LD) e mais comumente, birrefringência elíptica (EB), anisotropia óptica induzida como fotoelasticidade, efeito Faraday, Kerr e Cotton-Montton, entre outros.

A elipsometria de espalhamento²³ tem largo uso: Aplicação industrial na medida da densidade e distribuição de tamanho ou partículas em soluções coloidais e aerosol; aplicações meteorológicas; temos também aplicações na astronomia.

O termo Elipsômetro começou a ser usado por Rothen²⁴ como um instrumento óptico para medida de filmes finos por reflexão de luz polarizada.

FORMULAÇÃO MATRICIAL DE JONES:

Vejamos como uma onda plana TE monocromática que incide em um sistema óptico não depolarizante, será modificada por esse mesmo sistema:

Sejam dois sistemas de coordenadas cartesianas colocadas, respectivamente, logo antes e logo depois do nosso sistema óptico (x, y, z , para antes e x', y', z' , para depois). Estando o primeiro sistema (x, y) perpendicular ao vetor de Poynting da

onda incidente (k) e (x',y') perpendiculares ao vetor de Poynting emergente (k').

Teremos então:

$$E_{x'} = T_{11} E_x + T_{12} E_y$$

$$E_{y'} = T_{21} E_x + T_{22} E_y$$

que rearranjaremos:

$$\begin{bmatrix} E_{x'} \\ E_{y'} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} T_{11} & T_{12} \\ T_{21} & T_{22} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} E_x \\ E_y \end{bmatrix}$$

ou:

$$\vec{E}_{x',y'} = T \vec{E}_{x,y}$$

onde T é chamado matriz de Jones do sistema óptico, sendo os elementos T_{ij} , em geral, complexos.

Assim expressamos a lei de interação entre uma onda incidente e o sistema óptico como uma transformação matricial linear da representação da onda de Jones.

A matriz de Jones é função:

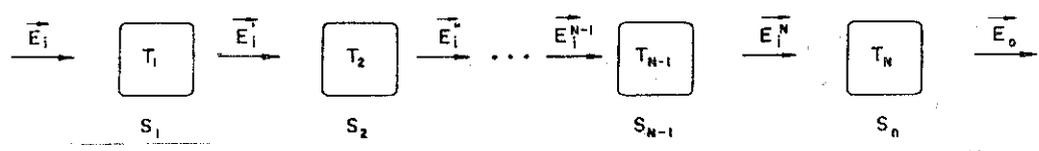
- (1) do sistema óptico em consideração
- (2) da frequência da onda incidente
- (3) da orientação do sistema óptico com respeito à onda incidente.
- (4) de localização do sistema de coordenadas de entrada e saída $z=0$ e $z'=0$ respectivamente.

(5) orientação azimutal das coordenadas (x,y) e (x',y') em relação à onda incidente e emergente.

(6) da onda que está sendo observada, se mais de uma onda for gerada pelo sistema.

Se ao invés de um único sistema óptico, tivermos um conjunto deles, faremos o produto matricial colocando, sempre à esquerda, as matrizes que representam cada sistema óptico, como segue:

Alteração de uma onda luminosa por sistemas ópticos



E_i são os vetores que representam a onda luminosa, S_i são os sistemas ópticos e T_i sua representação matricial.

$$E_{inter} = T_1 E_i$$

$$E' = T_2 E_{inter} = T_2 T_1 E_i$$

portanto:

$$E_o = T_n \dots T_2 T_1 E_i$$

Sistemas Ópticos Básicos

Veremos agora a interação da onda luminosa com alguns sistemas ópticos básicos e sua representação matricial.

Quando a onda luminosa percorre um espaço d dentro de um material isotrópico, sendo λ o comprimento de onda e n o índice de refração do material, ela sofrerá um retardo igual a $2\pi nd/\lambda$

$$\begin{bmatrix} E_{x'} \\ E_{y'} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} e^{-j 2\pi nd/\lambda} & 0 \\ 0 & e^{-j 2\pi nd/\lambda} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} E_x \\ E_y \end{bmatrix}$$

(alteração fase)

Esse sistema é chamado retardador isotrópico ("isotropic retarder" ou "phase plate").

Uma onda luminosa (ou sua componente) atravessa um sistema óptico birrefringente (linear e uniaxialmente), numa direção perpendicular ao seu eixo óptico. Se a onda está linearmente polarizada, numa direção paralela ao plano de incidência, experimentará um índice de refração n_e e viajará com velocidade c/n_e , onde c é a velocidade da luz no vácuo. Se a onda estiver perpendicular a anterior, o índice de refração será n_o e a velocidade c/n_o . n_o e n_e são os chamados índices de refração ordinário e extraordinário respectivamente.

$$\begin{bmatrix} E_{x'} \\ E_{y'} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} e^{-j 2 \pi n_e d / \lambda} & 0 \\ 0 & e^{-j 2 \pi n_o d / \lambda} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} E_x \\ E_y \end{bmatrix}$$

Se nosso sistema óptico absorve parte da intensidade ou ainda, absorve de maneira diferente a intensidade da componente paralela ao eixo óptico do que a perpendicular a ele, temos:

$$\begin{bmatrix} E_{x'} \\ E_{y'} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} e^{-j 2 \pi d n_e / \lambda} e^{-2 \pi d k_e / \lambda} & 0 \\ 0 & e^{-j 2 \pi d n_o / \lambda} e^{-2 \pi d k_o / \lambda} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} E_x \\ E_y \end{bmatrix}$$

ou

$$\begin{bmatrix} E_{x'} \\ E_{y'} \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} \rho_1 e^{-j \delta_1} & 0 \\ 0 & \rho_2 e^{-j \delta_2} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} E_x \\ E_y \end{bmatrix}$$

onde: $\rho_1 = e^{-2\pi dk_e/\lambda}$

$$\rho_2 = e^{-2\pi dk_o/\lambda}$$

$$\delta_1 = 2\pi d n_e/\lambda$$

$$\delta_2 = 2\pi d n_o/\lambda$$

k_o , k_e são os coeficientes de extinção ordinário e extraordinário, respectivamente.

Temos ainda materiais que tem poder rotatório óptico, por serem opticamente ativos. Sendo sua atividade óptica natural ou induzida.

Sua representação é:

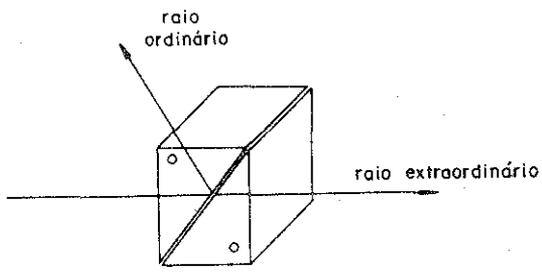
$$T = e^{-j 2\pi nd/\lambda} \begin{bmatrix} \cos(\alpha d) & \text{sen}(\alpha d) \\ -\text{sen}(\alpha d) & \cos(\alpha d) \end{bmatrix}$$

Polarizadores:

Dentre os materiais encontrados na natureza, um cristal que apresenta alta birrefringência é a calcita. Sabemos então que qualquer superfície lisa de calcita é um polarizador²⁵. Sempre teremos dois feixes polarizados emergindo do cristal de calcita. A luz emerge em pontos ligeiramente distintos com luz linearmente polarizada com direções mutuamente perpendiculares. Mas, a menos que o feixe incidente seja muito fino ou que o cristal de calcita seja muito grande, os feixes emergentes estarão praticamente superpostos. E na região de superposição não há polarização, pois as duas ondas emergentes somam-se sem relação de fase sistemática.

Para superar esse problema, podemos utilizar o sistema inventado por Glan-Foucault. Temos duas peças de calcita em forma de prismas com um ângulo de abertura de aproximadamente $38,5^\circ$.[?] Estão cortados de maneira que o eixo geométrico do prisma seja para-

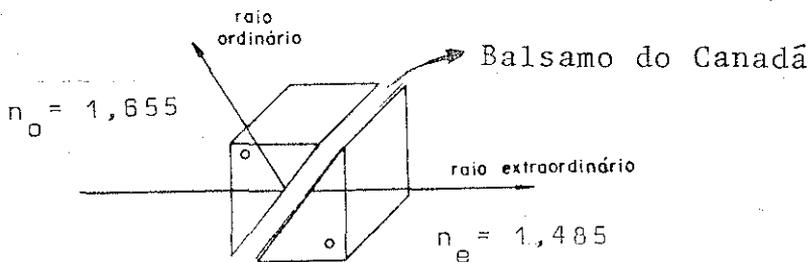
lelo ao eixo óptico. As peças se unem de modo que o lado maior de cada peça fique separado por uma camada mínima de ar quando forem colocados juntos.



o Direção do eixo óptico

Temos que, quando um feixe colimado de luz não polarizada atravessa uma face do prisma (em um ponto normal à superfície) decompõe-se em dois feixes chamados ordinário e extraordinário. Da do o ângulo de abertura escolhido para o prisma, um dos raios sofre reflexão total, enquanto o outro atravessa e é transmitido. Como a calcita é transparente desde 2.300 Å no ultra violeta até 15 microns no infra vermelho, e o polarizador de Glan-Foucault é constituído somente de calcita, ele pode ser utilizado em uma escala espectral bastante larga. Tem-se, porém, o inconveniente de que a luz deve incidir em um ângulo máximo de 7° com a normal.

A diferença entre este polarizador de Glan-Foucault e o de Glan-Thompson é que o de Glan-Thompson tem um cimento transparente de índice de refração menor ou igual a 1,485, unindo os dois prismas.



o Direção do eixo óptico

Na figura, a espessura do cimento está exagerada, o cimento utilizado é o Balsamo do Canadá

Elipsometria: (natureza das medidas, instrumentação óptica, classificação e comparação entre aparelhos).

O que iremos medir com a elipsometria é algum aspecto - (físico, óptico, elétrico, químico, etc.) de um estado, de uma amostra ou sistema óptico. O que estaremos medindo é a relação entre um estado de polarização que incide e um que emerge de uma amostra.²⁶

Existem cinco fases distintas em uma medida elipsométrica:

- (1) prover um estado de polarização incidente.
- (2) interagí-lo com o sistema a ser medido (reflexão ou espalhamento).
- (3) medir o estado de polarização que emerge.
- (4) determinar o conjunto de parâmetros que descrevem o estado de polarização (Δ , Ψ ; matriz de Jones ou Muller)
- (5) inferir o estado (físico, ... , etc.) do sistema que estamos estudando.

O que precisamos então para um elipsômetro é transformar uma fonte de fótons em um gerador de estado(s) de polarização, e os detetores em detetores de estado de polarização. E a maneira disso ser feito é que irá classificar o elipsômetro construído.

Os elipsômetros podem ser:

- de zero ("null ou compensating instrument")
- Fotométricos ("intensity-measuring instrument") -
(ou radiométricos, quando operam fora do visível).
- Pulsados
- Espectroscópico
- Outros

Assim classificados, vejamos os arranjos possíveis para a determinação do estado de polarização. Estes arranjos têm como componentes: analisadores; retardadores; moduladores de azimute; moduladores de fase e depolarizadores ('coherence removers') que juntamente com o detetor, determinam total ou parcialmente o estado de polarização. A medida de polarização é completa se medirmos o vetor de Stokes $S = (S_0, S_1, S_2, S_3)$ a partir de um único sinal detetado. Sendo que S_0 pode ser medido absolutamente ou não, dependendo da maneira como o detetor é calibrado.

Estaremos usando a convenção proposta na última conferência de Elipsometria.²⁷

Dentre os sistemas que usam elementos ópticos rodando (chamados RE = 'rotating - element'), a fim de modular o sinal a ser detectado, o sistema que tem um analisador rodando ('rotating analyser') é o mais antigo e mais simples. A intensidade que atinge o detetor, varia com o azimute do analisador segundo a equação:

$$2 I = a_0 + a_2 \cos 2A + b_2 \sin 2A$$

Os tres coeficientes dão uma determinação parcial do vetor de Stokes:

$$S = \{ a_0, a_2, b_2, S_3 \}$$

Determinando, portanto, somente três dos parâmetros de Stokes; se colocarmos um retardador ('retarder') com ângulo de retardamento δ , com o eixo rápido alinhado com o eixo de referência x . Dando agora S_2 como $S_2 \cos \delta + S_3 \sin \delta$, uma segunda medida feita com $\delta = 90^\circ$, nos dá uma determinação parcial do vetor de Stokes:

$$S = \{ a_0, a_2, S_2, b_2 \}$$

Não colocando o retardador, a aplicação espectroscópica do R.A. é limitada pelas características de transmissão do analisa-

dor e da sensibilidade do detetor.

Se utilizarmos um analisador rodando e um fixo, teremos características semelhantes a um R.A., diferindo no fato de termos duas frequências no sinal detetado; dado o segundo polarizador, o detetor vê luz com um único estado de polarização.

$$4I = a_0 + \sum_{n=1}^2 (a_{2n} \cos 2nA + b_{2n} \sen 2nA)$$

Assumindo que o analisador fixo está colocado a 0^0 , temos:

$$S = \left\{ a_0 - a_4 ; \frac{2}{3} (a_2 - a_0 + 2a_4); 0,4 (2b_2 + b_4), S_3 \right\}$$

Uma aplicação desse aparelho é a espectroscopia (de polarização) no infra-vermelho, onde são difíceis as medidas de intensidade.

Podemos ter um compensador rodando e um analisador fixo⁸ (RCFA = 'rotating compensator + fixed analyser') que nos darão o mais simples arranjo, que nos dão a determinação, de uma só vez dos quatro parâmetros de Stokes. Seja C o azimute do compensador:

$$2I = a_0 + \sum_{n=1}^2 (a_{2n} \cos 2nC + b_{2n} \sen 2nC)$$

Se o compensador for uma lâmina de quarto de onda e $A = 0^0$,

$$\text{de } 2I = a_0 + \sum_{n=1}^2 (a_{2n} \cos 2nC + b_{2n} \sen 2nC)$$

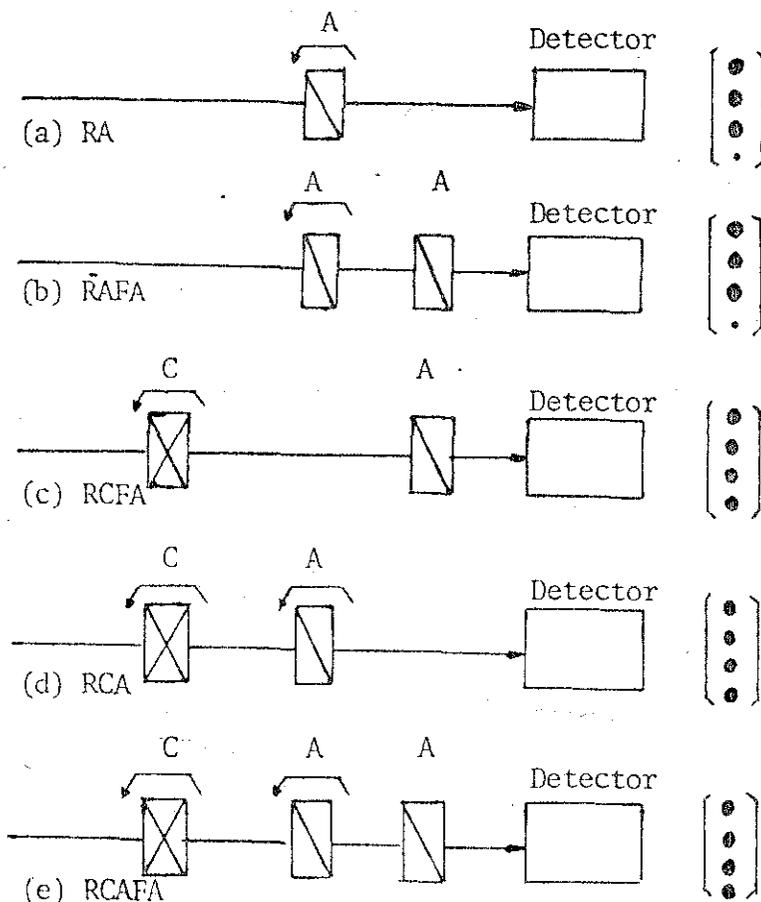
$$\text{tiramos: } S = \left\{ a_0 - a_4 , 2a_4 , 2b_4 , b_2 \right\}$$

A determinação de S fica mais complicada quando o compensador tem imperfeições.¹⁸

Temos a seguir dois quadros comparando os elipsômetros RE, os parâmetros determinados e as características, dando uma idéia do que é hoje a elipsometria. São somente elipsômetros RE, e suas iniciais significam:

- R.A. - Rotação do analisador - Rotating Analyser
 R.A.F.A. - Rotação do analisador + analisador fixo - Rotating Analyser + Fixed Analyser
 R.C.F.A. - Rotação do compensador + analisador fixo - Rotating Compensator + Fixed Analyser
 R.C.A. - Rotação do compensador e analisador - Rotating Compensator + Rotating Analyser
 R.C.A.F.A. - o anterior + analisador fixo

Elipsômetros RE



Características do Elipsômetro

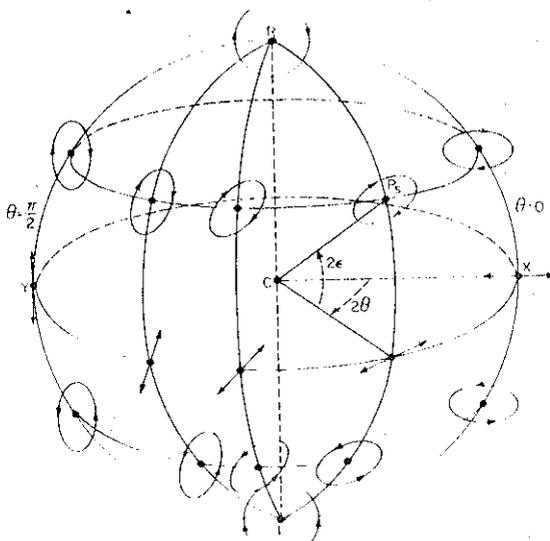
	Número de elementos variáveis	Elipsômetro completo	Elementos Acromáticos ou autocalibrados	Estado de polarização constante detetada	Sinal processado: analógico, digital ou híbrido
RA	1		a		a, d, h
RAFA	1		a	x	a, d
RHFA	1			x	a, d
RCFA	1	x		x	a, d
RCA	2	x	sc		a, d
RCAFA	2	x	sc	x	a, d
RDFA	1		a	x	a, d
OA	1			x	a,
OCFA	2	x		x	a,
OCA	2	x	sc	x	a,
PM	1			x	a,
DPM	2	x		x	a,

Nota: A: analisador H: lâmina de meia-onda
 C: compensador O: oscilador
 D: depolarizador DPM: PM duplo
 PM: modulador de fase R: rodando
 F: fixo

ANÁLISE FOTOELÉTRICA DA LUZ POLARIZADA

Sabemos que a luz polarizada pode ser definida por um conjunto de parâmetros, por exemplo, os parâmetros de Stokes; ou então, outros conjuntos de parâmetros poderão ser usados, como: grau de polarização, azimute e diferença de fase. Qualquer conjunto de parâmetros pode ser relacionado com o outro conjunto, ou seja, um conjunto pode ser representado em função do outro.

Devemos lembrar também que o estado de polarização da luz mais provável é o estado de polarização elíptica.²⁵ Na representação da esfera de Poincarê, os estados de polarização circular ocupariam os pólos, a linha do equador estaria ocupada por estados de polarização linear, sendo que o restante da superfície da esfera será utilizado para representar os estados de polarização elíptica.²⁰



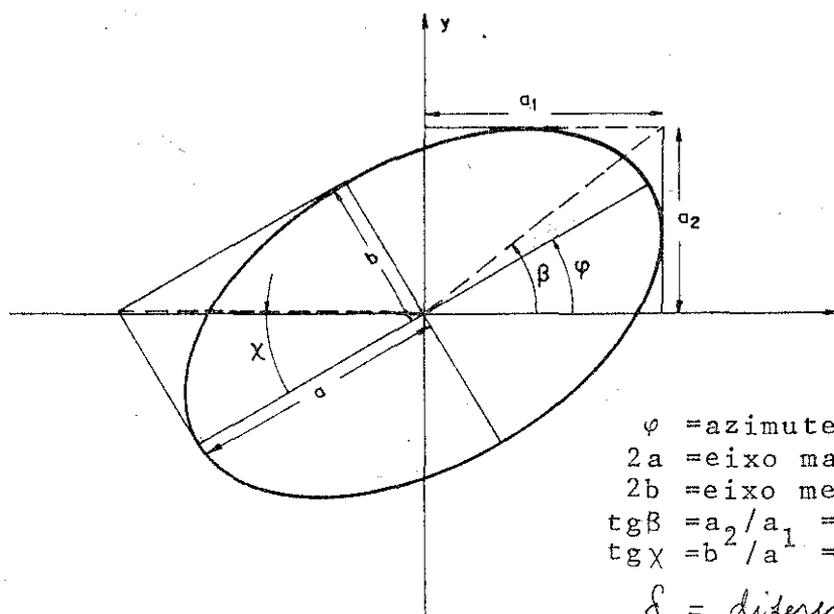
ESFERA DE POINCARÊ

ELIPSÔMETRO FOTOMÉTRICO AUTOMÁTICO

Temos dois tipos de elipsômetros fotométricos, e essa divisão se faz de acordo com o tipo de detecção do estado de polarização refletido, usado pelo aparelho. Uma maneira dessa detecção ser feita é usar um elemento piezobirrefringente como $mo^{2,8,29}$ modulador; outra maneira é utilizar um prisma (polarizador) rodando.³ Os dois tipos têm grande precisão,¹⁷ mas o que tem analisador rodando¹⁰ é mais simples e relativamente insensível ao comprimento de onda utilizado,¹⁶ quando se faz a varredura.¹²

Como as equações elipsométricas são complexas, a utilização de um computador para a redução de dados, assim como a aquisição dos mesmos, é necessária para o uso do aparelho. A análise fotométrica é facilitada pelo uso do método da transformada de Fourier. Veremos a seguir como isto pode ser feito.

A representação matemática de uma elipse e algumas relações importantes devem ser lembradas:



φ =azimute da elipse
 $2a$ =eixo maior
 $2b$ =eixo menor
 $\text{tg}\beta = a_2/a_1 = \text{razão das amplitudes}$
 $\text{tg}\chi = b/a_1 = \text{razão dos semi-eixos}$

δ = diferença de fase das ondas polarizadas

$$a^2 + b^2 = a_1^2 + a_2^2 \quad ; \quad ab = a_1 a_2 \sin \delta$$

$$a^2 + b^2 = (a_1^2 - a_2^2) \cos 2\varphi + 2a_1 a_2 \sin 2\varphi \cos \delta$$

Assumindo que o analisador é um polarizador ideal, a intensidade do feixe que o atravessa é uma função do seu azimute α , sendo o azimute medido a partir do eixo x ³⁰.

$$I = \frac{1}{2} (a_1^2 \cos^2 \alpha + a_2^2 \sin^2 \alpha + a_1 a_2 \sin 2\alpha \cos 2\delta)$$

Que podemos escrever como:

$$I = C_1 + C_2 \cos^2(\alpha - \varphi)$$

onde

$$C_1 = \frac{1}{2} (a^2 + b^2)$$

$$C_2 = \frac{1}{2} (a^2 - b^2)$$

Sendo que C_1 , C_2 e φ constituem um conjunto completo de parâmetros que representam um estado de polarização.

Com três medidas de intensidade relativa, para três azimutes diferentes do polarizador, teremos três equações e três incógnitas, um sistema de equações que pode nos dar C_1 , C_2 e φ .

Podemos tomar também uma série de medidas da intensidade relativa, cada uma para um valor diferente de α (azimute do polarizador), de onde iremos tirar os valores de nossas incógnitas pela análise de Fourier, que é equivalente a um "fitting" por mínimos quadrados.

Reescrevendo a equação acima, teremos:

$$I_i = k_0 + k_1 \cos 2\alpha_i + k_2 \sin 2\alpha_i, \quad \alpha_i = 10^\circ, 20^\circ, \dots, 180^\circ.$$

$$\text{Onde : } k_0 = C_1 \quad \text{ou} \quad C_1 = k_0$$

$$k_1 = C_2 \cos^2 \varphi \quad \text{ou} \quad C_2 = (k_1^2 + k_2^2)^{1/2}$$

$$k_2 = C_2 \sin^2 \varphi \quad \text{ou} \quad \text{tg} 2\varphi = k_2/k_1$$

As constantes de Fourier k_i podem ser obtidas por soma direta (soma simples) do sistema de equações índice i , da página anterior :

$$k_0 = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n I_i$$

$$k_1 = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n I_i \cos 2\alpha_i$$

$$k_2 = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n I_i \sin 2\alpha_i \quad ; \alpha_i = 10^\circ, \dots, 180^\circ.$$

Como $\text{tg} 2\varphi = \text{tg} 2(\varphi + \pi/2)$, temos duas soluções para φ . Devemos escolher aquela para a qual o máximo de intensidade relativa é medido.

Assim poderemos determinar os parâmetros de polarização necessários para o nosso sistema.

Devemos observar que se dividirmos toda a equação por k_0 (que representa a intensidade média medida), estaremos normalizando os coeficientes de Fourier ; desta maneira deixaremos de depender da intensidade relativa da medida.

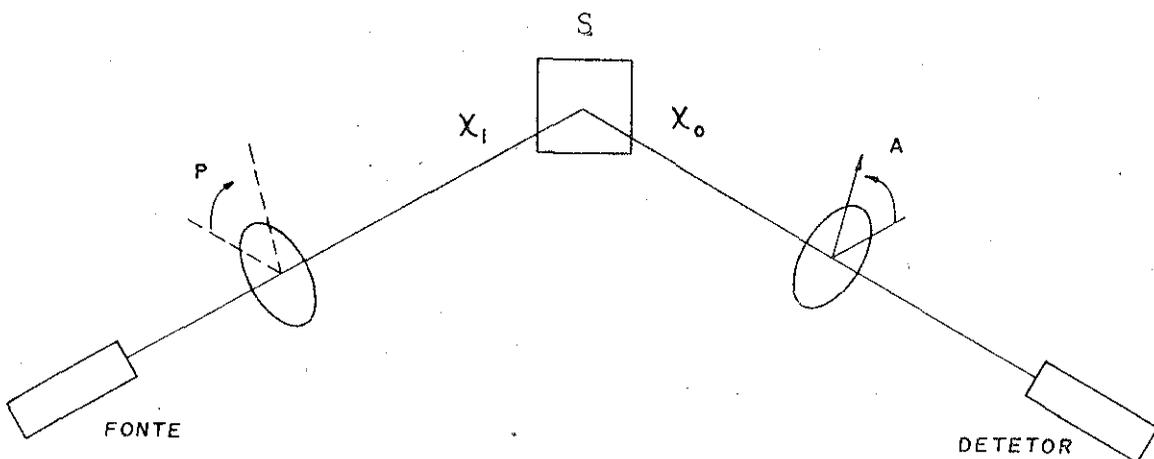
Como já podemos analisar o estado de polarização da luz, vejamos como determinar as equações elipsométricas.

Redução de dados:

Queremos calcular ρ , razão de reflectância, onde $\rho = r_{//} / r_{\perp}$, de uma superfície refletora. O que temos são os coeficientes Fourier (já normalizados), que foram tirados da fase e amplitude que incidiram em nosso detetor.

Vejamos como era nosso estado de polarização inicial, como a polarização inicial foi alterada e como devemos tê-la detetada:

Lembrando esquematicamente o nosso arranjo:



- X_i - polarização inicial
- X_o - polarização final
- F - fonte
- P - polarizador
- A - analisador[†]
- D - detetor
- S - sistema óptico (amostra)

Seja X_{AO} o estado de polarização que atinge o analisador A. Quando rodamos o analisador de um ângulo A, a polarização que emerge X_A está relacionada com X_{AO} por:

[†] - O analisador está girando no sentido anti-horário quando olhamos contra o sentido do feixe,

$$X_A = \frac{\operatorname{tg} A + X_{AO}}{1 - (\operatorname{tg} A) X_{AO}} \quad (\text{R.1})$$

Se I_0 é a intensidade do feixe que sai do sistema óptico S e está no estado de polarização X_0 , temos que a intensidade detetada I_D será:

$$I_D = k I_0 \frac{X_0 X_0^* X_A X_A + X_0 X_A^* + X_0^* X_A + 1}{X_0 X_0^* X_A X_A + X_0 X_0^* + X_A X_A^* + 1} \quad (\text{R.2})$$

onde: X^* é o complexo conjugado de X

k é a transmissão máxima do polarizador (quando $X_0 = X_A$)

Então poderemos determinar X_0 pela variação do azimute do sinal detetado quando giramos A . Substituindo na equação anterior o valor de X_A :

$$I_D = \bar{I}_D \left(1 + \alpha \cos 2A + \beta \operatorname{sen} 2A \right) \quad (\text{R.3a})$$

$$\alpha = \frac{(1 - |X_0|^2)(1 - |X_{AO}|^2) + 4 \operatorname{Re}(X_0) \operatorname{Re}(X_{AO})}{(1 + |X_0|^2)(1 + |X_{AO}|^2) + 4 \operatorname{Im}(X_0) \operatorname{Im}(X_{AO})} \quad (\text{R.3b})$$

$$\beta = \frac{2 \operatorname{Re}(X_0)(1 - |X_{AO}|^2) - 2 \operatorname{Re}(X_{AO})(1 - |X_0|^2)}{(1 + |X_0|^2)(1 + |X_{AO}|^2) + 4 \operatorname{Im}(X_0) \operatorname{Im}(X_{AO})} \quad (\text{R.3c})$$

$$\bar{I}_D = \frac{1}{2} k' I_0 \frac{(1 + |X_0|^2)(1 + |X_{AO}|^2) + 4 \operatorname{Im}(X_0) \operatorname{Im}(X_{AO})}{(1 + |X_0|^2)(1 + |X_{AO}|^2)} \quad (\text{R.3d})$$

I_D - intensidade detetada

α e β - coeficientes Fourier

Vejamos um exemplo:

$X_{AO} = 0$ - estado de polarização linear com o analisador cruzado.

$$\alpha = \frac{1 - |X_0|^2}{1 + |X_0|^2} \quad \beta = \frac{2 \operatorname{Re}(X_0)}{1 + |X_0|^2} \quad (\text{R.4})$$

o que implica que:

$$|X_0| = \left(\frac{1 - \alpha}{1 + \alpha} \right)^{1/2} \quad \text{e} \quad \operatorname{Re}(X_0) = \frac{\beta}{1 + \alpha} \quad (\text{R.5})$$

podemos escrever X_0 como:

$$X_0 = \operatorname{Re}(X_0) \pm j \left\{ |X_0|^2 - [\operatorname{Re}(X_0)]^2 \right\}^{1/2} \quad (\text{R.6a})$$

que nos dá:

$$X_0 = \frac{1}{1 + \alpha} \left\{ \beta \pm j (1 - \alpha^2 - \beta^2)^{1/2} \right\} \quad (\text{R.6b})$$

O que nos mostra novamente que com este sistema PSA não podemos distinguir estados X_0 de X_0^* , pois eles nos dão os mesmos coeficientes Fourier. Isto irá implicar na indeterminação do sinal de E (ângulo de elipticidade). Essa indeterminação, conforme dito anteriormente, pode ser levantada com a inclusão de um compensador no sistema.

Vejamos como obter ρ a partir de nossos dados: devemos ter a intensidade como função da posição do azimute do polarizador e do analisador.

$$I = I(A, P)$$

Temos que a luz que atravessa um cristal de atividade óptica γ , tem como modos normais:

$$E_u = E_u (x_A + i \gamma_A y_A) \quad (\text{R.7a})$$

$$E_v = E_v (y_A + i \gamma_A x_A) \quad (\text{R.7b})$$

γ_A = coeficiente de atividade óptica

Sendo que $\gamma_A > 0$ para cristais com atividade óptica à direita e $\gamma_A < 0$ para cristais com atividade óptica à esquerda, quando usamos a convenção $e^{-i\omega t}$.

$$\gamma_A^{\lambda} = 0,0010 \frac{hw}{eV}, \quad hw \text{ é a energia do fóton.}$$

Podemos tomar como referência para A, o azimute do polarizador, a referência mecânica ou uma referência no programa do computador.

Seja A_s o azimute do analisador tal que seu eixo \hat{x}_A esteja paralelo ao plano de incidência; seja a = razão entre o eixo menor e o maior da elipse e Q o azimute dessa elipse que representa o estado de polarização incidente no analisador.

$$I \propto E^2 \quad (R.8)$$

$$E = \begin{bmatrix} E_u \\ E_v \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 1 & -i\gamma_A \\ 0 & 0 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \cos(A-Q) & \sin(A-Q) \\ -\sin(A-Q) & \cos(A-Q) \end{bmatrix} \begin{bmatrix} 1 \\ ia \end{bmatrix} \vec{E}$$

Tendo sido usada a representação de Jones²⁰, o que implica:

$$I = 1 + \frac{(1-a^2)(1-\gamma_A^2)}{(1+a\gamma_A)^2 + (a+\gamma_A)^2} (\cos 2Q \cos 2A + \sin 2Q \sin 2A) \quad (R.9)$$

$$= 1 + \alpha \cos 2A + \beta \sin 2A \quad (R.10)$$

onde α e β são os coeficientes Fourier obtidos anteriormente e que serão determinados experimentalmente. Temos, então, os parâmetros a e Q determinados a partir de α e β :

$$a = \frac{-2\gamma_A\xi \pm (1-\gamma_A^2)(1-\xi^2)^{1/2}}{(1+\xi) - \gamma_A^2(1-\xi)} \quad (R.11)$$

$$Q = \frac{1}{2} \operatorname{tg}^{-1} \left(\frac{\beta}{\alpha} \right) + \frac{\pi}{2} u(-\alpha) \operatorname{sinal}(\beta) \quad (R.11)$$

$$u(\alpha') = 0, \text{ se } \alpha' < 0$$

$$1, \text{ se } \alpha' \geq 0$$

$$\text{sinal}(x) = \begin{cases} -1, & \text{se } x < 0 \\ 1, & \text{se } x \geq 0 \end{cases}$$

$$\xi = (\alpha^2 + \beta^2)^{1/2} \geq 0$$

através de a e Q poderemos obter X_0 e com a informação de X_i obteremos ρ .

A luz refletida pelo sistema óptico pode ter seu estado de polarização representado por um produto de matrizes de Jones, tal que:

$$\begin{bmatrix} E_x \\ E_y \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} r_{11} & 0 \\ 0 & r_{\perp} \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \cos(P - P_s) & -\text{sen}(P - P_s) \\ \text{sen}(P - P_s) & \cos(P - P_s) \end{bmatrix} \begin{bmatrix} 1 \\ i\gamma_p \end{bmatrix} \bar{E} \quad (\text{R.13})$$

onde γ_p é a atividade óptica do polarizador, P é o ângulo de azimute de \hat{x}_p (eixo principal do polarizador), P_s é o análogo do A_s para o polarizador.

Da equação R.9 :

$$E_x = E' [\cos(Q - A_s) - ia \text{sen}(Q - A_s)] \quad (\text{R.14})$$

$$E_y = E' [\text{sen}(Q - A_s) + ia \cos(Q - A_s)] \quad (\text{R.15})$$

onde E' é fator de escala.

teremos então:

$$\rho = \frac{r_{\perp}}{r_{11}} = \text{tg } \Psi e^{i\Delta}$$

$$= \frac{(\cotg(Q - A_s) - ia)(\text{tg}(P - P_s) + i\gamma_p)}{(1 + ia \cotg(Q - A_s))(1 - i\gamma_p \text{tg}(P - P_s))} \quad (\text{R.16})$$

$$a = a(\alpha, \beta)$$

$$Q = Q(\alpha, \beta)$$

Portanto teremos ρ calculado a partir dos valores de a e β e dos valores P_s e A_s obtidos da calibração, como veremos a seguir.

Calibração¹

Para calibrarmos o nosso aparelho temos que determinar A_S e P_S , os azimutes definidos pelo plano de incidência da superfície refletora S.

Suponhamos, inicialmente que $A_S \approx P_S \approx 0$. Os sistemas que tem analisadores girando não podem ser calibrados por métodos que dependam diretamente da fase, como nos elipsômetros de zero, que usam ajustes independentes do azimute do polarizador e analisador. Então, o método utilizado é tal que faz uma medida indireta da dependência da fase, mantendo algumas características da calibração de elipsômetros de zero.

Para um sistema ideal, a luz refletida pela superfície de um meio absorvente estará linearmente polarizada, se o vetor p de polarização da luz que incide, estiver paralelo ao plano de incidência, sendo então detetada uma modulação de 100% (a componente ac é igual ao dc de background). Essa modulação de 100% não acontece quando a polarização incidente não é paralela ao plano de incidência, tendo-se, portanto uma modulação menor que 100%. Assim a posição do polarizador, P_S , pode ser encontrada quando um certo azimute dá 100% de modulação; tendo-se então:

$$P = P_S \quad (\text{ou } P = P_S + \pi/2 \text{ e } A_S = \text{tg}^{-1} \frac{\beta}{\alpha} \quad P = P_S)$$

Na prática, P_S não pode ser determinado dessa maneira, pois a atividade óptica dos polarizadores¹⁵ muda o azimute de máxima (agora não necessariamente 100%) de modulação do valor P_S . Temos também, que o nível de modulação depende quadraticamente de P nas vizinhanças de P_S , e esse funcional é fraco para dar sensibilidade suficiente.

Poderemos remover a primeira dificuldade calculando a relação entre P_S e o azimute de máxima modulação observada. A se-

gunda é removida fitando-se a função quadrática que dá P em função da modulação. Faz-se, então, medidas da modulação em função da posição do polarizador em torno da modulação máxima. A função modulação da amplitude usada é residual, estando definida em termos dos coeficientes medidos α e β .

$$R(P) = 1 - \alpha^2 - \beta^2 \quad (\text{R.16 a})$$

quando R(P) tende a zero a modulação aproxima-se de 100%.

Podemos calcular R(P) em função de P na vizinhança do máximo, através da matriz de Jones do nosso sistema:

$$\begin{bmatrix} E_u \\ E_v \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 1 & -i\gamma_A \\ 0 & 0 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} \cos(A - A_S) & \sin(A - A_S) \\ -\sin(A - A_S) & \cos(A - A_S) \end{bmatrix} \begin{bmatrix} r_{11} & 0 \\ 0 & r_1 \end{bmatrix} \times \\ \times \begin{bmatrix} \cos(P - P_S) & -\sin(P - P_S) \\ \sin(P - P_S) & \cos(P - P_S) \end{bmatrix} \begin{bmatrix} 1 \\ i\gamma_P \end{bmatrix} \bar{E} \quad (\text{R.17})$$

Usando $I \propto (E_u)^2$ para primeira ordem em γ_A e γ_P

$$I \propto 1 + \alpha' \cos 2(A - A_S) + \beta' \sin 2(A - A_S) \quad (\text{R.18a})$$

$$\alpha' = \left(\text{tg}^2 \Psi \cos^2(P - P_S) - \sin^2(P - P_S) \right) / D \quad (\text{R.18b})$$

$$\beta' = \left(\text{tg} \Psi \cos \Delta \sin 2(P - P_S) - 2\gamma_P \sin \Delta \right) / D \quad (\text{R.18c})$$

$$D = \text{tg}^2 \Psi \cos^2(P - P_S) + \sin^2(P - P_S) - 2\gamma_A \text{tg} \Psi \sin \Delta \times \\ \times \sin 2(P - P_S) \quad (\text{R.18d})$$

Tomando as equações acima juntamente com as equações R.9 e R.16 a

$$R(P) = 1 - \alpha'^2 - \beta'^2 \quad (\text{R.19})$$

Próximo ao máximo de modulação temos $|P - P_S| \ll 1$, expandindo em segunda ordem:

$$R(P) \Big|_{P \cong P_S} \cong 4(P - P_S) \cotg^2 \Psi \operatorname{sen} \Delta (P - P_S) - 2(\gamma_A \operatorname{tg} \Psi + \gamma_P \cos \Delta) \quad (R.20)$$

Seja P_1 o ponto para o qual $P \cong P_S$, onde a modulação é maximizada, isto é, onde $R(P)$ tem um mínimo. A equação anterior fica:

$$P_S = P_1 - (\gamma_A \operatorname{tg} \Psi + \gamma_P \cos \Delta) / \operatorname{sen} \Delta \Big|_{P \cong P_S} \quad (R.21)$$

que é o que queremos: uma relação entre P_1 e P_S .

Temos ainda:

$$A_1 = \frac{1}{2} \operatorname{tg}^{-1} \left(\frac{\beta}{\alpha} \right) \Big|_{P \cong P_S} \quad (R.22)$$

$$A_S = A_1 - (\gamma_P \cotg \Psi + \gamma_A \cos \Delta) / \operatorname{sen} \Delta \quad (R.23)$$

Para o caso $P = P_S + \pi/2$, definimos $(P_2 + \pi/2)$ como sendo o valor de P tal que $P \cong P_S + \pi/2$.

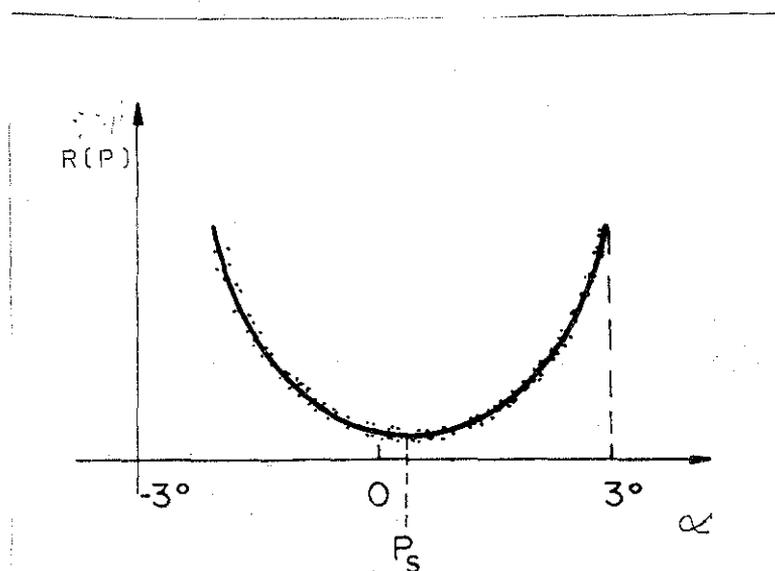
Teremos:

$$P_S \cong P_2 + (\gamma_A \cotg \Psi + \gamma_P \cos \Delta) / \operatorname{sen} \Delta \Big|_{P \cong P_S + \pi/2} \quad (R.24)$$

$$A_S \cong A_2 + (\gamma_P \operatorname{tg} \Psi + \gamma_A \cos \Delta) / \operatorname{sen} \Delta \quad (R.25)$$

Devemos usar um processo estatístico para fitar a curva $R(P)$ para encontrar seu mínimo e daí P_1 e A_1 .

Sendo que o processo escolhido foi fitar através de mínimos quadrados, pois a função é de segundo grau e muito suave.



Temos na figura a função $R(P)$ x ângulo de azimute do polarizador. A função é bastante suave quando estamos próximos ao zero de azimute. Ainda deve ser levado em conta o efeito da atividade óptica do polarizador, o que irá deslocar levemente o valor de P_s (mínimo da curva) .

Uma maneira alternativa é calcular A_s e P_s diretamente dos valores A_1 , P_1 , A_2 e P_2 :

$$P_s = \frac{P_1 + P_2}{2} + \gamma \frac{A \cotg 2\Psi}{\text{sen } \Delta}$$

$$A_s = \frac{A_1 + A_2}{2} - \gamma_p \frac{\cotg \Psi}{\text{sen } \Delta}$$

e teremos:

$$A = \left[(A_1 + A_2) \cos \Delta - (P_1 - P_2) \cos 2\Psi \right] / D_1$$

$$p = \left[(P_1 - P_2) \cos \Delta - (A_1 - A_2) \text{cossec} 2\Psi \right] / D_1$$

$$D_1 = 2 (\cos^2 \Delta - \text{cossec}^2 \Psi)$$

Vamos analisar agora como transformar os valores medidos experimentalmente (a_2 e b_2) nos valores α e β que usaremos em nossos cálculos.

A intensidade detetada, conforme explicado anteriormente, foi transformada em voltagem, que foi convertida em sinal digital. Esse sinal foi registrado a cada pulso do sincronismo mecânico.

Devemos então levar em conta a atenuação do sinal ac da voltagem digital registrada em relação ao sinal ac da intensidade incidente. Chamemos essa atenuação $1/\eta$ (atenuação relativa). Temos que considerar também o ângulo de atraso entre esses componentes devido ao processamento do sinal pelo sistema.

Então temos:

$$I = I_0 (1 + \alpha \cos 2A + \beta \text{sen } 2A)$$

$$= k V_0 \left[1 + \eta a_2 \cos 2(A + A_F) + \eta b_2 \text{sen } 2(A + A_F) \right]$$

onde k é uma constante de proporcionalidade e V_0 é o valor médio do sinal. Portanto:

$$\alpha = \eta (a_2 \cos 2A_F + b_2 \sin 2A_F)$$

$$\beta = \eta (-a_2 \sin 2A_F + b_2 \cos 2A_F)$$

Para obtermos η usamos os dados obtidos na calibração, quando temos 100% de modulação, então:

$$R(P) = 1 - \alpha^2 - \beta^2$$

Seja : $r_j = 1 - a_{2j}^2 - b_{2j}^2$; uma função resíduo, onde o índice j indica a j -ésima posição do polarizador e a_{2j} e b_{2j} são os coeficientes Fourier.

$$\begin{aligned} r(P) &= 1 - \eta^{-2} (\alpha^2 + \beta^2) \\ &= (1 - \eta^{-2}) + \eta^{-2} R(P) \end{aligned}$$

$$\text{quando } P_j \rightarrow P_s \quad R(P) \rightarrow 0$$

$$r_{\min} = 1 - \eta^{-2}$$

De onde poderemos tirar o valor da atenuação η .

Para o analisador, temos:

$$(A_1 + A_F) = \frac{1}{2} \operatorname{tg}^{-1} \left(\frac{b_2}{a_2} \right)_{P=P_1}$$

então:

$$(A_s + A_F) = (A_1 + A_F) - (\gamma_p \cotg \Psi + \gamma_A \cos \Delta) / \operatorname{sen} \Delta$$

alternativamente para A_2 :

$$(A_s + A_F) = (A_2 + A_F) + (\gamma_p \operatorname{tg} \Psi + \gamma_A \cos \Delta) / \operatorname{sen} \Delta$$

Lembremos agora alguns resultados importantes que devem levar A_F em conta:

$$(Q + A_F) = \frac{1}{2} \operatorname{tg}^{-1} \frac{b_2}{a_2} + \frac{\pi}{2} u(-a_2) \operatorname{sinal}(b_2)$$

$$a = -2 \gamma_A \xi \pm (1 - \gamma_A^2)(1 - \xi)^{1/2} / (1 + \xi) - \gamma_A^2(1 - \xi)$$

$$\xi = \eta(a_2^2 + b_2^2)^{1/2}$$

Portanto temos finalmente que :

$$\rho = \operatorname{tg} \Psi e^{i\Delta}$$

$$= \frac{(\operatorname{cotg}(Q + A_F) - (A_S + A_F) - ia)(\operatorname{tg}(P - P_S) + iy_p)}{(1 + ia \operatorname{cotg}(Q + A_F) - (A_S + A_F))(1 - iy_p \operatorname{tg}(P - P_S))}$$

Temos então a função dielétrica complexa dada por :

$$\epsilon = \epsilon_1 + i \epsilon_2 = \left(\frac{1 + \rho}{1 - \rho} \right)^2 \operatorname{sen}^2 \Phi \operatorname{tg}^2 \Phi + \operatorname{sen}^2 \Phi$$

Onde Φ é o ângulo de incidência.

CONSTRUÇÃO DE UM ELIPSÔMETRO E SUA OPERAÇÃO

A construção do aparelho pode ser dividida em quatro partes principais, estando obviamente todas elas interligadas. Estas partes são: óptica, mecânica, eletrônica e computação. Faremos a descrição da parte óptica acompanhando o feixe de luz, e à medida que forem aparecendo (com a parte óptica), as demais partes serão descritas. (Veja esquema na próxima página)

Inicialmente temos a fonte de luz, que é uma lâmpada de filamento de tungstênio de 150 Watts de potência, que possui um refletor. Está colocada num "housing" preparado para operar com lâmpadas de Xe de alta pressão, inclusive.

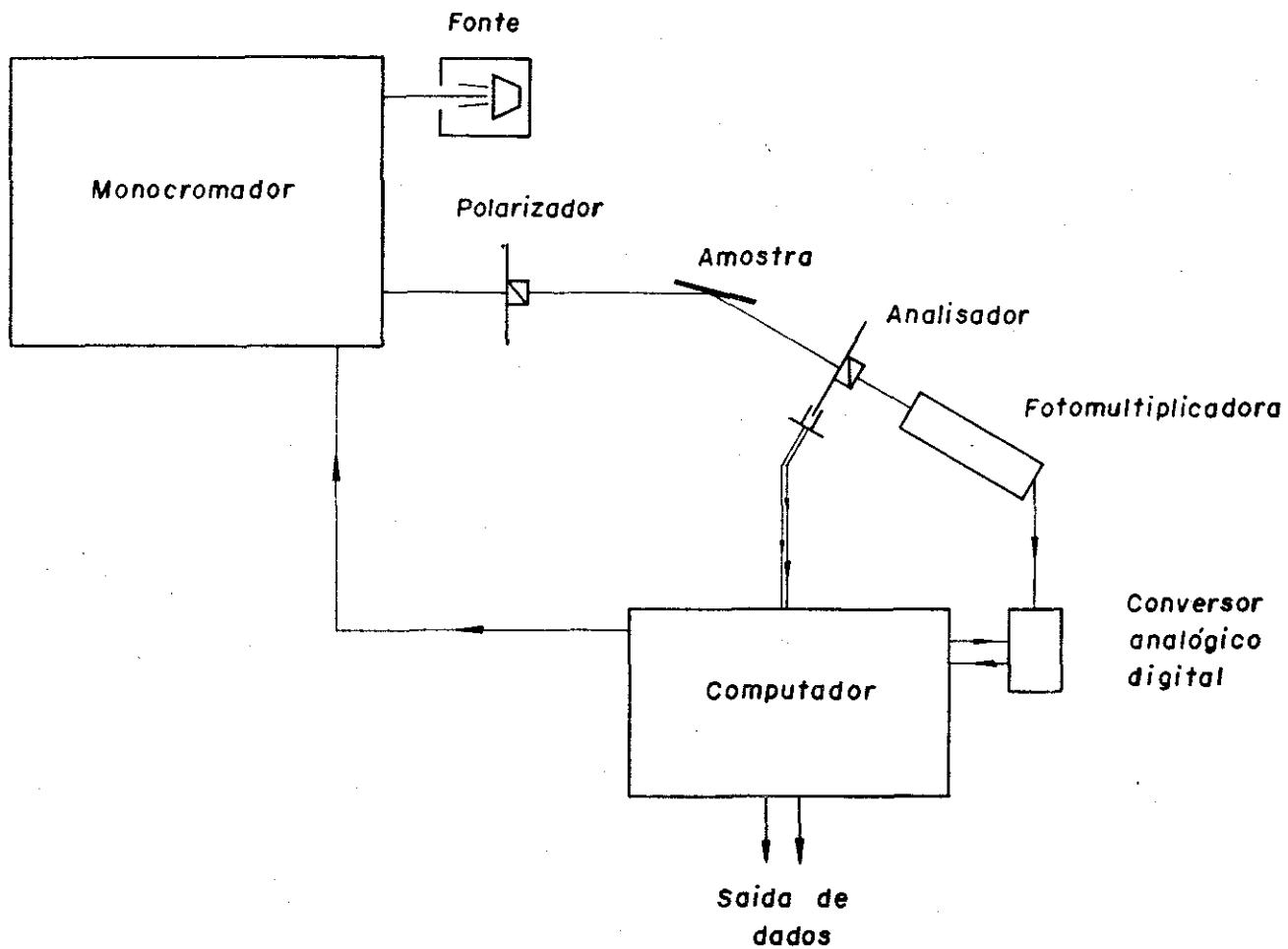
O feixe de luz atravessa a seguir um monocromador, que é fabricado pela "SPEX", com arranjo tipo Czerny-Turner, de um metro de comprimento, sendo que a luz percorrerá quatro metros no seu interior, o que nos dá uma resolução de 16 angstroms.

A seguir temos o primeiro polarizador, montado coaxialmente numa coroa que tem 250 dentes (fios). Essa coroa é movida por um motor passo-a-passo através de um parafuso sem-fim de um fio, sendo necessário 48 pulsos para que o motor realize uma volta completa: o que nos dá uma redução da ordem de 12.000 pulsos por volta completa do polarizador. Isso nos dá uma resolução de $0,03^\circ$ que é equivalente a pouco menos de $2'$ (dois minutos de grau), no azimute do polarizador.

Os pulsos de controle do motor (sentido de giro e quantidade do avanço) são gerados pelo microcomputador, como veremos mais a frente.

Através de um teste externo, usando um laser de He-Ne, verificamos que o conjunto voltava à mesma posição inicial (mesmo azimute do polarizador), quando comandado pelo computador a realizar três voltas completas. Isso garantiu um ótimo controle no azi-

Esquema do Elipsômetro Fotométrico Automático



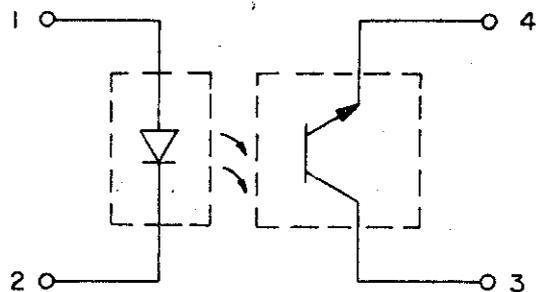
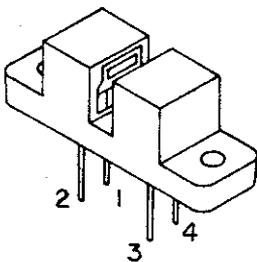
mute do polarizador.

Continuando, o feixe de luz quasi-monocromático e agora linearmente polarizado, incide sobre a amostra com um ângulo de 70° , ângulo este que está acima do ângulo de Brewster.

O conjunto polarizador + porta amostras, está apoiado (fixo) na mesma base, cujo posicionamento sobre uma mesa de aço é garantido por bases (pés) magnéticas. No porta amostras a amostra fica apoiada em dois parafusos micrométricos que permitem o ajuste fino do alinhamento.

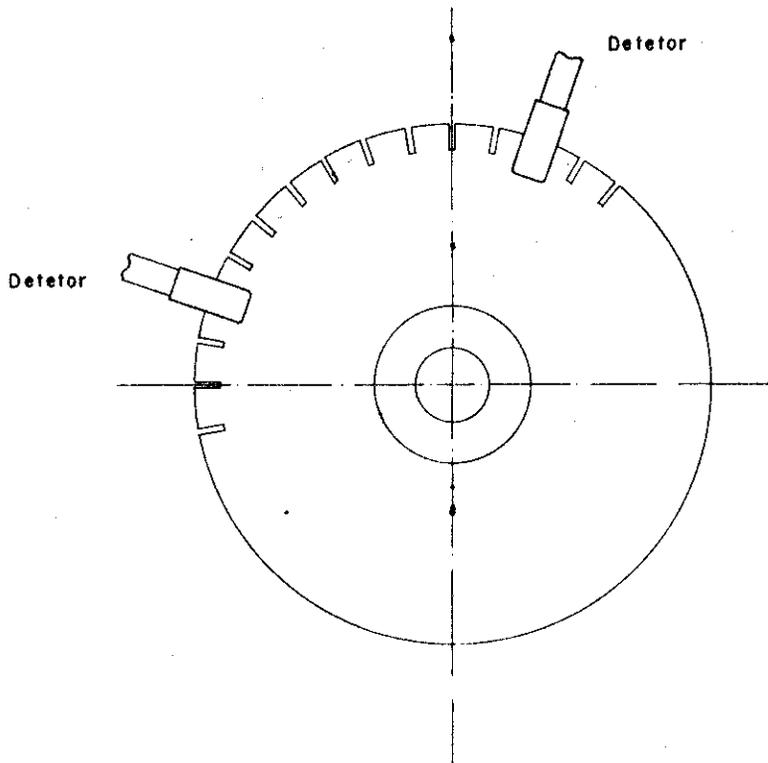
Agora a luz com seu estado de polarização alterado irá atingir o analisador. O analisador está montado coaxialmente a uma roda dentada, conforme esquema abaixo. O apoio do conjunto é feito em um rolamento, que facilita o seu giro. É tracionado através de uma polia por um motor ac, a 1800 r.p.m.,. O motor foi escolhido de maneira a não introduzir nenhuma vibração no sistema. Sua alimentação é feita de maneira a não introduzir ruído elétrico no microcomputador.

O controle do azimute do analisador é feito por um sistema de detecção, sensível aos dentes da roda onde está colocado. Os detectores são constituídos de um diodo emissor de luz de um lado e de um transistor sensível a essa luz, de outro. Quando temos a passagem dente-buraco (veja esquema), é emitido um sinal pelo transistor ou seja, há uma transição no nível de saída do sistema .



Temos um dente a cada 10 graus, ou seja, 36 dentes para uma volta completa, o que nos dará 36 pulsos de indicação de uma transição dente-buraco.

A roda tem ainda, um dente mais comprido que os demais, e um detector (semelhante ao primeiro) colocado de maneira a contar voltas completas. Uma medida só é considerada completa e correta, se tivermos 36 pulsos do primeiro detector entre cada pulso do segundo detector. Esse contrôle é feito por uma subrotina de aquisição de dados.

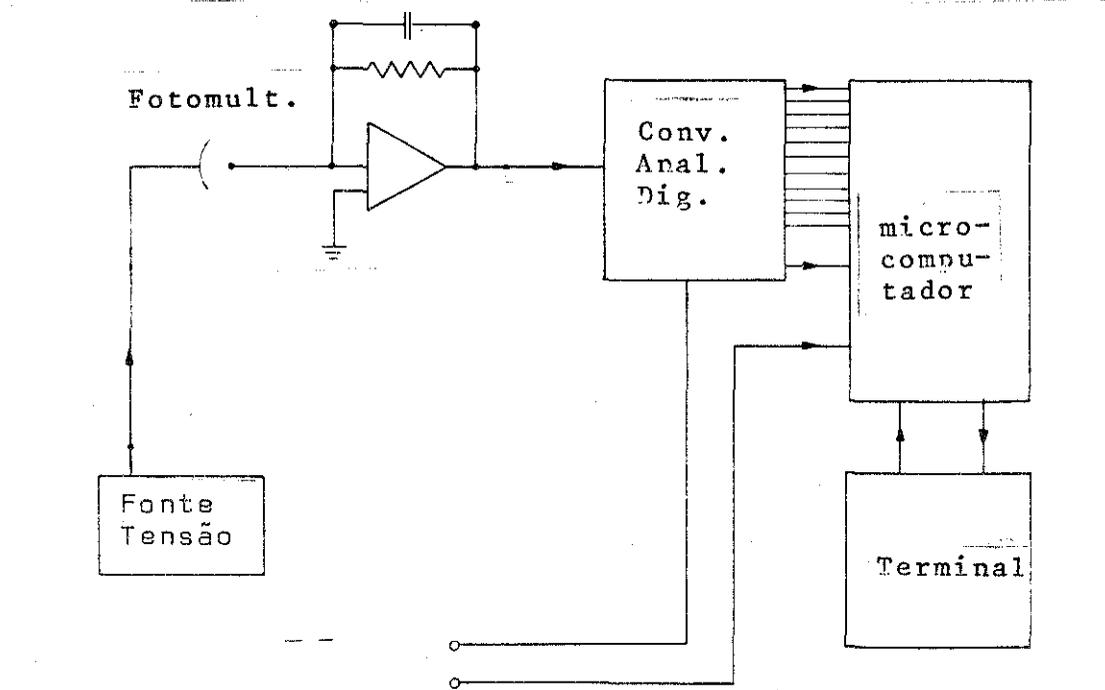


Esquema da roda dentada, onde está colocado o analisador.

Podemos também observar o posicionamento dos dois detectores. O analisador está colocado no lugar do eixo, e o apoio do conjunto se faz num rolamento colocado externamente.

Finalmente, a luz que foi analisada atinge a fotomultiplicadora. É uma fotomultiplicadora "R.C.A." , S20 ; trabalha normalmente com tensões da ordem de mil volts, que dá uma saída de 50 microampères em média.

A corrente que sai da fotomultiplicadora é transformada em tensão através de um amplificador operacional.



Essa tensão é transformada num número digital através de um conversor analógico/digital de 12 bits; isso nos dá uma resolução na conversão de ordem de uma parte em 4 mil. Essa conversão é feita a cada pulso vindo roda dentada que tem o analisador. Este número é armazenado numa certa posição da memória do microcomputador, o conversor envia um pulso indicando ao micro que a conversão foi feita, e o micro armazena.

É neste último conjunto de transformações que aparecem o atraso de fase na medida e a atenuação do sinal. O primeiro ocorre do atraso que existe entre o tempo de o dente passar pelo detetor e a conversão do sinal. O segundo acontece durante a transformação corrente-voltagem-digital, sendo a correção dos efeitos destes fatores feita na redução de dados, com dados tirados da calibração. Estes dados corrigirão os valores medidos daí em diante.

O microcomputador utilizado foi desenvolvido no próprio Instituto de Física, assim como a interface que permite a aquisição de dados.

O programa do computador foi dividido em subrotinas com funções específicas, facilitando e otimizando o seu uso.

Podemos, através do programa, controlar o número de voltas do analisador que utilizaremos para a aquisição de um dado. É obvio que quanto maior o número de voltas, melhor é a estatística da medida. Podemos optar entre uma e duzentos e cinquenta e cinco rotações. Trabalhando com as 255 rotações, o tempo necessário para uma medida será de, no máximo, 9 segundos. Esse tempo será tanto menor quanto menor for o número de rotações; isso torna o aparelho ótimo para medidas dinâmicas de processos físicos ou químicos. Por exemplo, monitorar oxidações.

O ângulo de incidência é fator de máxima importância, sendo 67 graus o valor mais encontrado na literatura. A medida deste ângulo deve ser feita com a máxima precisão possível, pois o resultado da função dielétrica vai com o quadrado da tangente do ângulo de incidência e um erro de 1 grau implicaria num erro de 10% na medida.

A condição para um bom alinhamento¹⁴ do sistema é dada pela simetria embutida no aparelho. A cada rotação de 180° do polarizador voltamos a gerar o mesmo estado de polarização anterior, ou seja, temos uma simetria de 180° . Então exigimos que a medida de intensidade relativa entre pontos que difiram um do outro por uma rotação de 180° do polarizador ou do analisador, seja menor do que 0,1%.

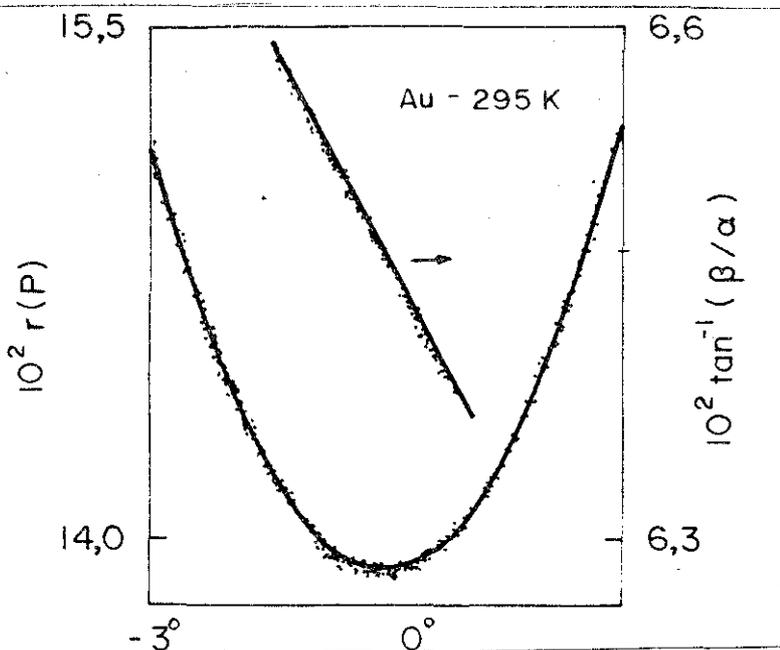
Voltando à programação do computador, temos uma subrotina preparada para mostrar os resultados de uma medida. Assim poderemos comparar cada medida com a que está 180° depois, e iremos verificar se a condição de bom alinhamento é satisfeita.

Outra subrotina faz a transformada de Fourier dos dados obtidos, guardando os valores a_2 e b_2 da transformada.

Temos uma subrotina que tira dos resultados de uma medida, os efeitos da luz residual (do ambiente); a chamada corrente de escuro. Essa medida é feita fechando-se a entrada do monocromador, sendo então registrados os valores da intensidade residual para cada uma das trinta e seis posições do azimute do analisador, sendo esses valores subtraídos quando se faz uma medida.

Há uma subrotina que cuida do azimute do polarizador, podendo este ser girado no sentido horário ou anti-horário, de acordo com o comando dado. Durante o processo da medida, faz-se com que o giro se dê no mesmo sentido, evitando assim o efeito de folgas mecânicas.

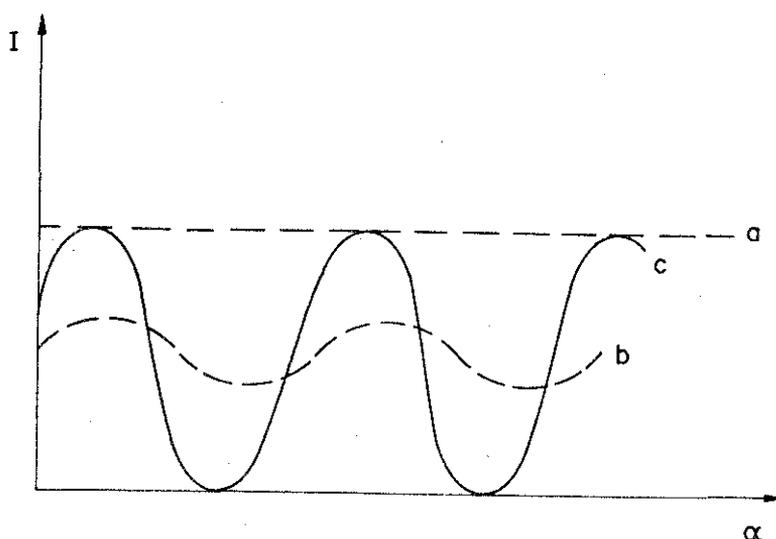
A calibração é feita por uma subrotina que usa algumas das subrotinas já citadas. Nossos resultados serão mais exatos à medida que aumentarmos o número de pontos para o processo de mínimos quadrados da calibração. Tomamos então 200 pontos entre -3 graus e +3 graus em relação ao possível máximo de modulação.



Existe também uma subrotina que faz a correção da atividade óptica dos polarizadores. Se deixarmos de usá-la, iremos introduzir um erro da ordem de 1%, no máximo, na medida.

A última subrotina faz cálculos elipsométricos, realiza uma medida e dá como respostas: a função dielétrica complexa, $\epsilon = \epsilon_1 + i\epsilon_2$ e as variáveis elipsométricas Δ e ψ , podendo também dar o índice de refração n e o índice de absorção k .

Para realizar uma medida precisamos medir a corrente de escuro e a seguir fazer a calibração. Para iniciar a calibração devemos encontrar o máximo de modulação da intensidade relativa. Vejamos um esquema de como varia a modulação com o estado de polarização e com o azimute do analisador.



Intensidade x posição do azimute do polarizador (α).
 a) luz depolarizada, b) luz polarizada, c) luz polarizada com 100% de modulação.

Então para encontrar o máximo de modulação, conectamos a saída da fotomultiplicadora a um osciloscópio; variando o azimute do polarizador, iremos procurando o máximo de modulação. Só quando o encontrarmos é que começaremos a calibração propriamente dita.

A AMOSTRA E SUA MEDIDA

Para a verificação do funcionamento do instrumento construído e de seu desempenho, foi feita a medida da função dielétrica complexa, de um filme fino de ouro. O filme foi feito por evaporação do ouro sobre uma superfície de vidro.

A escolha do filme de ouro deveu-se à não oxidação do mesmo, permitindo que a medida fosse feita sem a necessidade do controle da atmosfera e a grande literatura sobre filmes de ouro.

Alguns dados sobre o filme de ouro: o fio evaporado tinha pureza da ordem de 99,9999%; o substrato estava distante da fonte de evaporação, para maior uniformidade do filme e para livrá-lo de tensões. A evaporação foi feita a 5×10^{-5} torr. e suficientemente rápido para evitar a interação do material evaporado com a atmosfera residual.

A medida da função dielétrica do filme foi feita a temperatura ambiente (20°C); o ângulo de azimute do polarizador era de 30° , sendo este valor utilizado : i) pela alta intensidade do sinal medido, ii) por estar distante do valor zero deste ângulo, o que torna sua tangente diferente de zero. O ângulo de incidência era de $67,5^{\circ}$, que está acima do ângulo de Brewster. Como o ângulo de incidência mais o de reflexão somam 135° , o feixe de luz incidente será desviado 45° em relação a projeção da direção inicial; este fato permite uma medida externa deste ângulo com precisão (temos um triângulo isóceles).

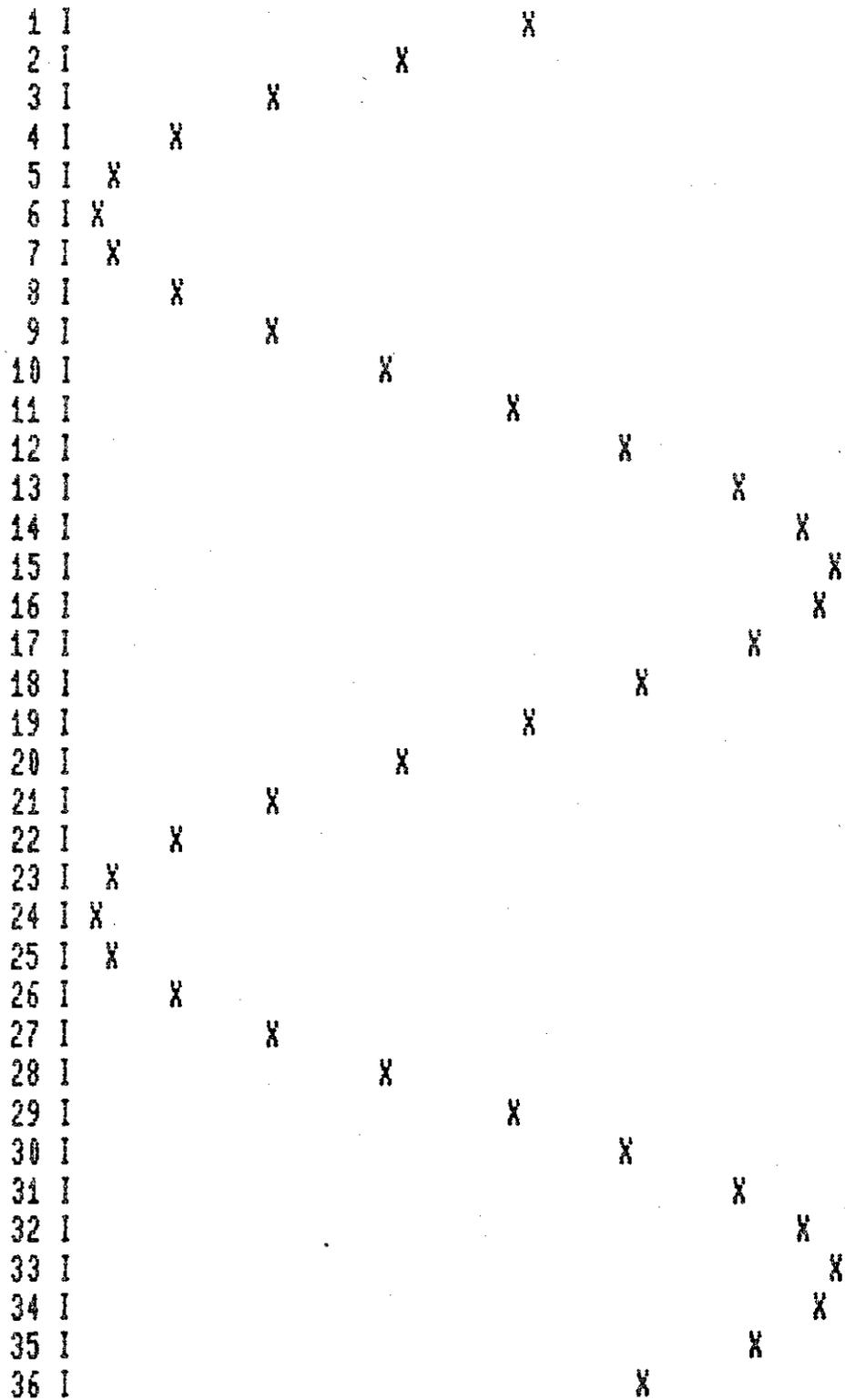
A calibração foi feita a 5.800 angstroms, estando este ponto no meio do espectro a ser medido. Isto por que o feixe de luz que sai do monocromador, sofre um pequeno desvio na sua direção, entre o menor e o maior comprimento de onda utilizado, e o

estará prejudicado se a calibração for feita num dos extremos do espectro.

Outros fatores são importantes na calibração, como a obtenção de cada um dos duzentos pontos utilizados no "fitting". Cada ponto é tirado da função resíduo, que depende da transformada de Fourier dos 36 pontos medidos, um a cada 10° , numa volta completa do analisador. Podemos ter flutuações durante a medida¹³, erros que vão aparecendo ao acaso. Para que isso não interfira na medida, devemos fazer uma média entre várias medidas. Tomamos 255 rotações mecânicas (510 rotações do polarizador, pois cada rotação do polarizador equivale a meia rotação mecânica) e então fazemos uma média dos valores encontrados para cada ponto e daí a transformada de Fourier. Na página 40 está o valor médio da intensidade para uma medida típica, a cada 10° de azimute do analisador; assim como os valores da transformada de Fourier. Na página 41 temos uma tabela com os valores correspondentes. São 255 rotações, com 36 medidas cada, 9180 medidas que dão A_2 e B_2 a cada nove segundos.

Uma vez feita a calibração, leva-se o monocromador até o comprimento de onda desejado.

Para o filme de ouro foram obtidas as curvas mostradas no gráfico da página 42. Deve-se observar que o erro estatístico não está registrado neste gráfico, por ele ser muito menor que a largura da linha utilizada. O erro estatístico está registrado na figura da página 43. Estes dados, tomados a 5.800 angstroms mostram os parâmetros envolvidos em uma medida completa. São 13 conjuntos de medidas, feitas sob a mesma condição, dando uma idéia do erro estatístico típico encontrado na medida. Como pode ser observado, este erro não é significativo, mas temos ainda os erros sistemáticos.⁵



A2: .18127510 B2: -.94472790
 A2: .18059541 B2: -.94692236

> RE
 \ DD

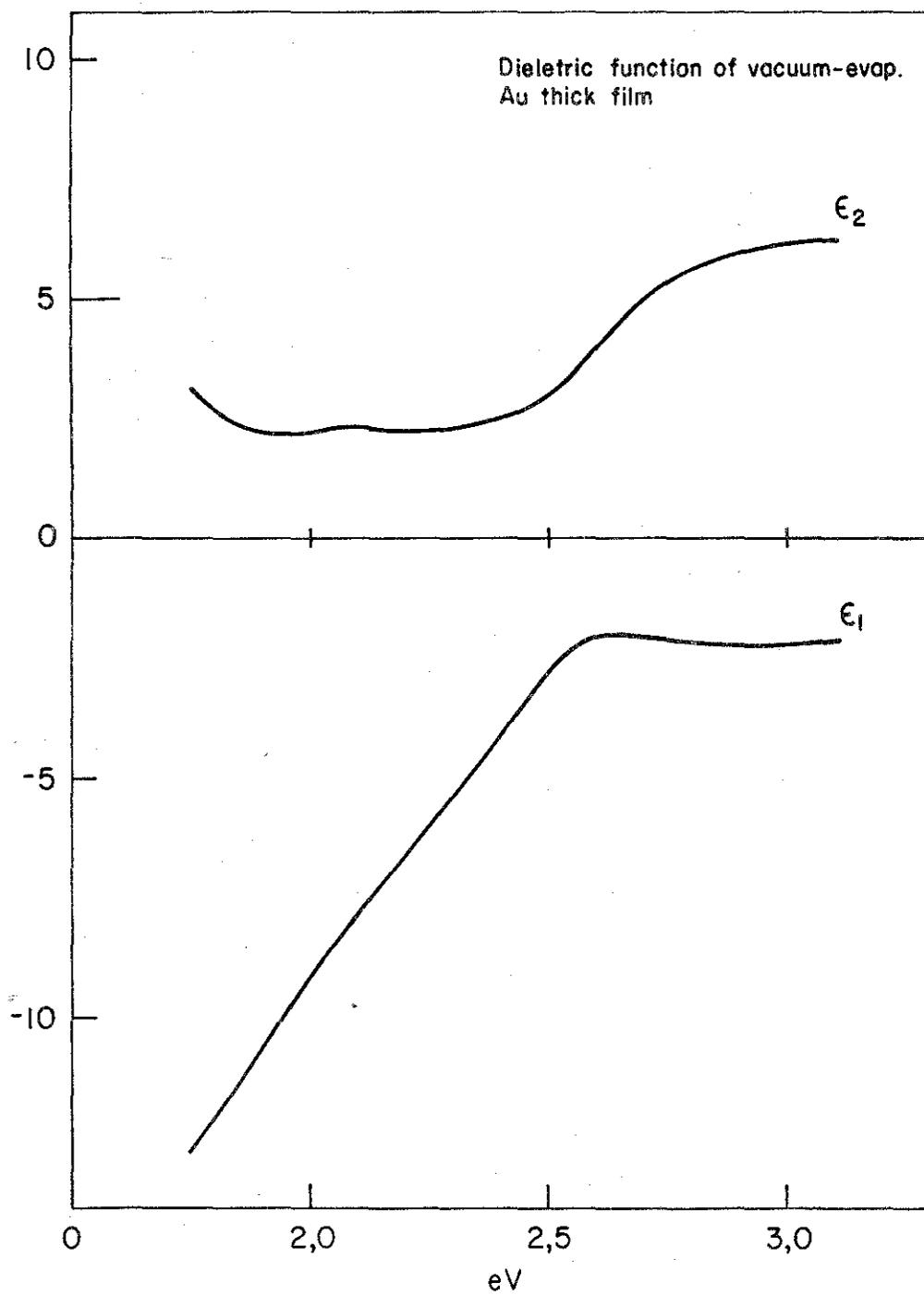
A figura mostra o gráfico obtido em uma medida próxima ao máximo de modulação. Este gráfico pode ser obtido para qualquer medida, e é feito por uma subrotina do programa do elipsômetro. A medida é feita a cada 10° de azimute do analisador. Os valores A2 e B2 são os valores da Transformada de Fourier deste dados.

RESULTADO DA MEDIDA DE 36 PONTOS

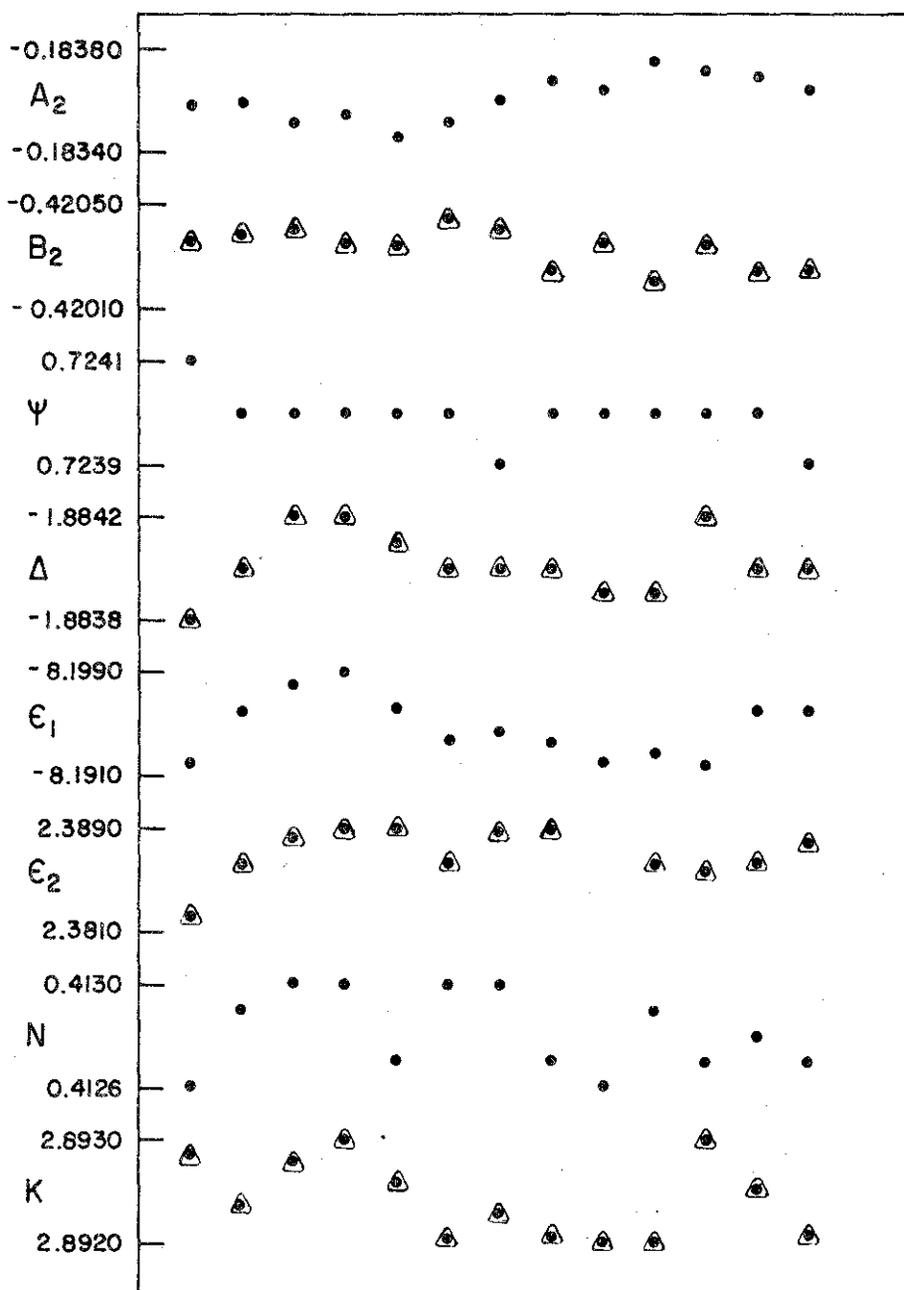
PONTO	MEDIDA	MEDIDA NORMALIZADA
1	90233.0000	4.4059
2	64365.0000	3.1428
3	40162.0000	1.9610
4	20927.0000	1.0218
5	8392.0000	.4098
6	4101.0000	.2002
7	8437.0000	.4120
8	20669.0000	1.0092
9	39386.0000	1.9231
10	62406.0000	3.0472
11	87381.0000	4.2667
12	111224.0000	5.4309
13	130905.0000	6.3918
14	144619.0000	7.0615
15	149960.0000	7.3223
16	146246.0000	7.1409
17	134008.0000	6.5434
18	114410.0000	5.5864
19	89919.0000	4.3905
20	64058.0000	3.1278
21	39971.0000	1.9517
22	20784.0000	1.0148
23	8159.0000	.3984
24	4058.0000	.1981
25	8405.0000	.4104
26	20713.0000	1.0114
27	39492.0000	1.9283
28	62320.0000	3.0430
29	87349.0000	4.2651
30	111152.0000	5.4273
31	131018.0000	6.3974
32	144649.0000	7.0629
33	150018.0000	7.3251
34	146446.0000	7.1507
35	134089.0000	6.5473
36	114527.0000	5.5921
A2:	.18279569	B2: -.94490117
A2:	.18203932	B2: -.94682622

> RE

A tabela mostra os resultados do gráfico da página anterior. A primeira coluna tem o número do ponto medido (temos um ponto a cada 10 graus), a segunda coluna tem o valor acumulado em 255 rotações e a última coluna tem a média das 255 rotações, já normalizada.



Função dielétrica de um filme fino de Au, a 293°K,
em função da energia do fóton incidente. ϵ_1 é a parte real e
 ϵ_2 a parte imaginária.



Estes gráficos mostram as medidas dos principais parâmetros envolvidos em uma medida elipsométrica. Uma série de 13 medidas, no mesmo comprimento de onda. A_2 e B_2 são os valores da transformada de Fourier, Δ e Ψ são as constantes elipsométricas, $\epsilon = \epsilon_1 + i\epsilon_2$ a função dielétrica complexa e n é o índice de refração e k o fator de extinção.

Como observado anteriormente, um ponto muito importante na medida é a obtenção do ângulo de incidência com precisão. Este ângulo é medido a partir do desvio sofrido pelo raio de luz (raio incidente) quando colocamos a amostra em sua posição. Estimamos que o erro na medida seja de 3 minutos de grau, o que dá um erro de 0,5% na medida. Isto poderá ser diminuído no futuro com a colocação de uma cabeça goniométrica, o que irá facilitar e melhorar a medida deste ângulo.

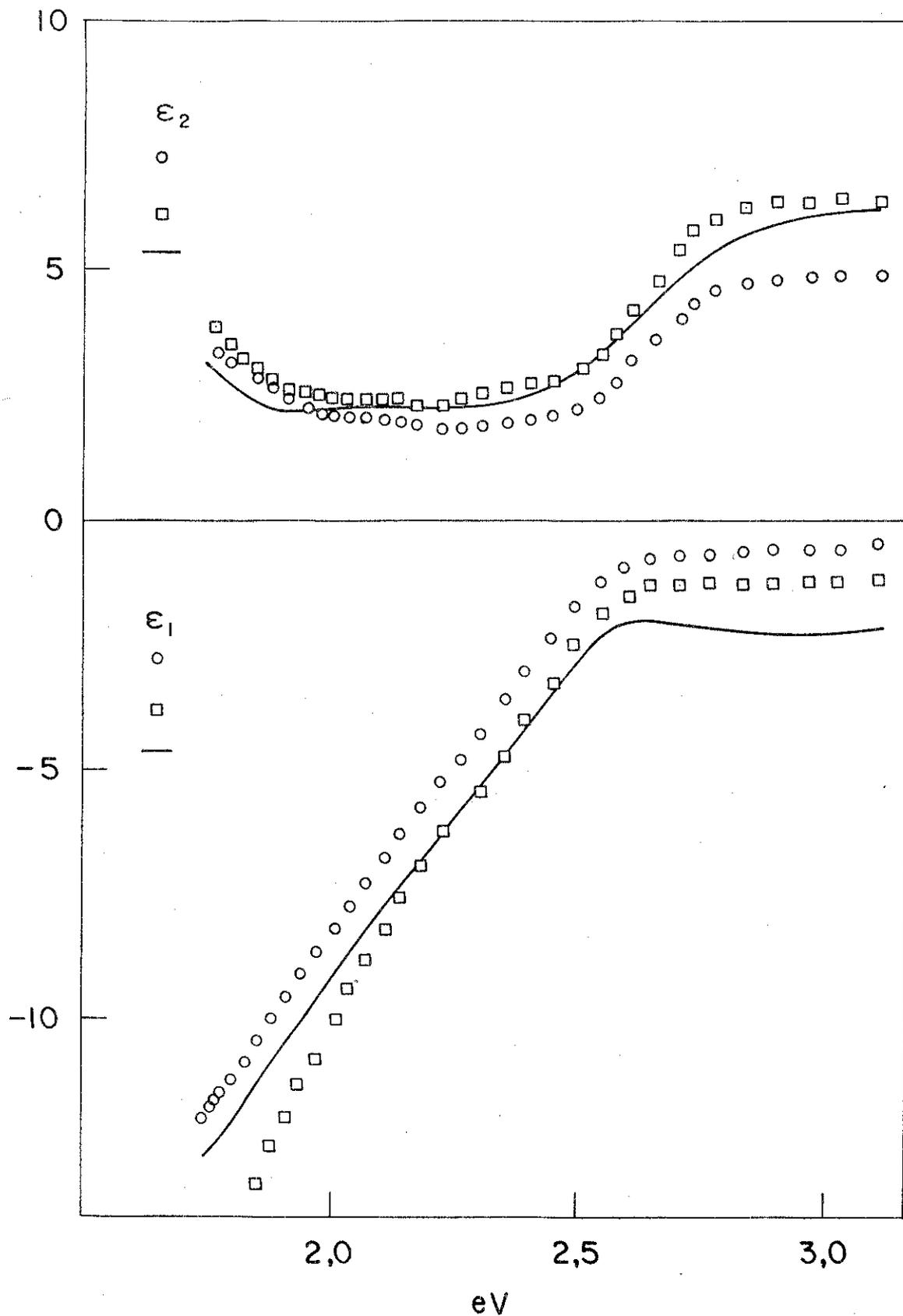
Outro erro sistemático decorre da colocação do polarizador em sua montagem. O que seria ideal é que o feixe de luz atravessasse sempre a mesma parte do polarizador, e isso não acontece por dois motivos : o polarizador vem montado (de fábrica) dentro de um cilindro de alumínio, que tem furos laterais (para saída do feixe de luz desviado) e não podemos garantir que este polarizador esteja bem centrado e livre de folgas mecânicas , dentro deste cilindro; como o analisador está rodando, seja pelo motivo acima ou pela vibração transmitida pelo motor (que o faz girar), não teremos o feixe de luz atravessando a mesma porção dos polarizadores. Esses efeitos podem ser diminuídos usando-se diafragmas para eliminar as bordas do feixe de luz, restando somente o centro do feixe onde esses efeitos são menores.

No início desta última parte, dissemos que quando o filme fino foi feito, o substrato se encontrava distante da fonte de evaporação, para tornar o filme mais uniforme. Isto porque o ouro quando evaporado, distribui-se em todas as direções, formando uma simetria esférica; como o substrato é plano, quanto mais distante ele estiver da fonte de evaporação mais a casca da esfera de evaporação se aproxima de um plano; isto faz com que a superfície do substrato seja uniformemente atingida . Outro fator é que estando o substrato próximo da fonte de evaporação,

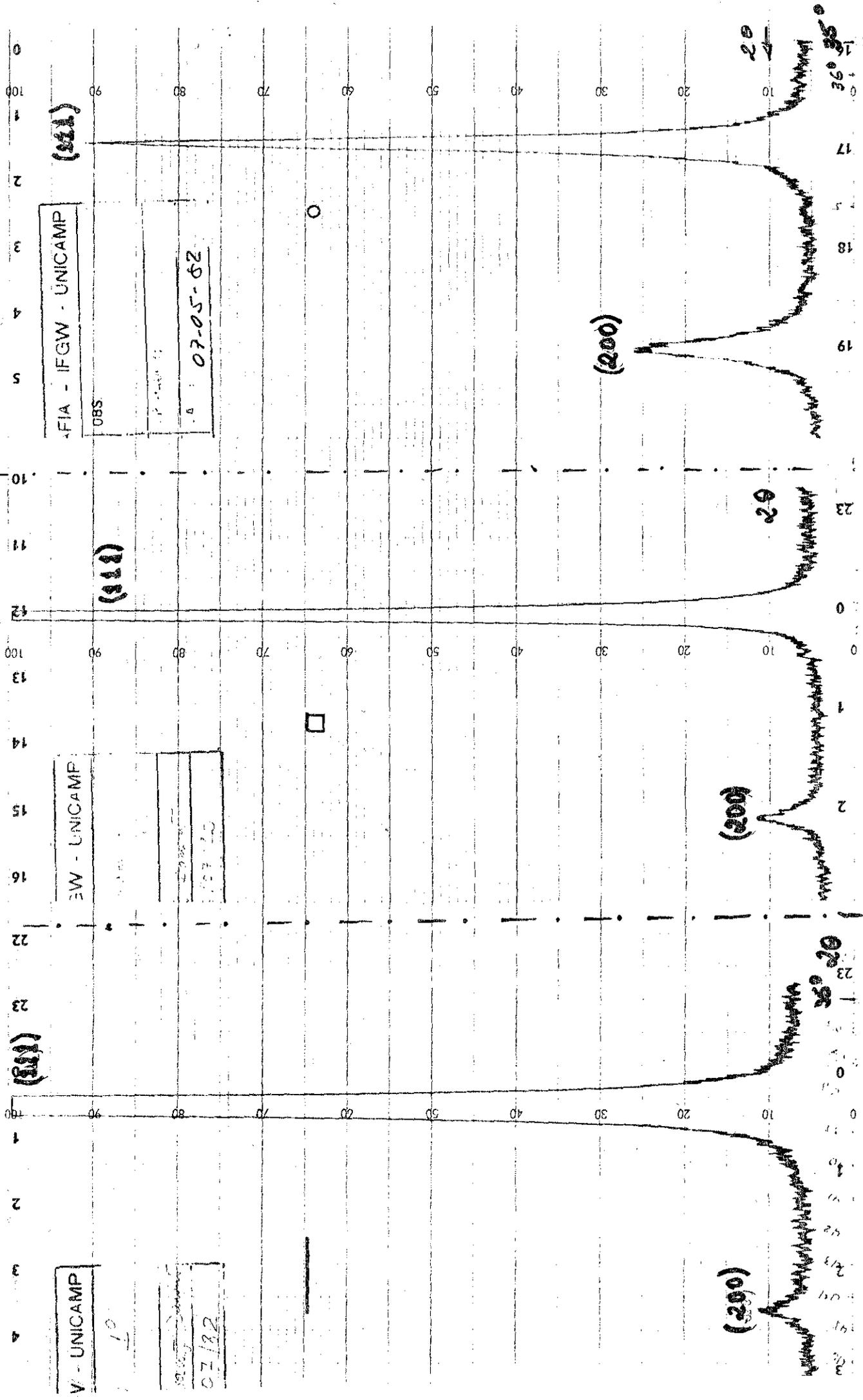
este também vai ser aquecido; durante o seu resfriamento (em especial se este for brusco) criará tensão no filme, dada a diferença no coeficiente de dilatação dos dois materiais.

Temos na página 46 um gráfico, das partes real e imaginária, da constante dielétrica de 3 filmes de ouro. A diferença entre eles é a distancia dos substratos à fonte de evaporação, quando foram feitos. Podemos observar as diferenças entre as curvas, o que ilustra a sensibilidade⁹ do aparelho. A linha cheia representa a medida de um filme fino, cujo substrato se encontrava a mais de 15 cm da fonte de evaporação. Como pode ser observado na página 47, o espectro de raios X, mostra através das intensidades relativas dos picos, que este filme tem uma direção preferencial (1 1 1). Este filme, o mais uniforme dos três, ficou 24 horas dentro da câmara de evaporação, à mesma pressão que foi feito, para que pudesse resfriar lentamente; com isso foi evitado o problema com tensão.

Os dois outros filmes, foram submetidos a refrigeração brusca, estando o substrato de um deles a 8 cm da fonte de evaporação e o outro a menos de 5 cm. Com isso, houve uma cristalização brusca do filme, diminuindo a cristalização em uma direção preferencial, como pode ser observado na página 47. Há que se ter algum cuidado para a análise destes gráficos; não se pode tirar alguma conclusão direta, dado os filmes serem de espessuras diferentes. Para o filme representado nos gráficos por círculos, podemos ter ouro evaporado sobre ouro (pela espessura da camada) e isto irá mascarar o resultado obtido. Uma análise cuidadosa do assunto será feita em um trabalho posterior.



O gráfico mostra a medida da função dielétrica complexa de 3 filmes finos de ouro. A diferença entre os filmes é explicada no texto. A linha cheia é a medida de um filme uniforme, que tem direção cristalográfica preferencial (1 1 1). Os triângulos e círculos representam a medida de filmes policristalinos.

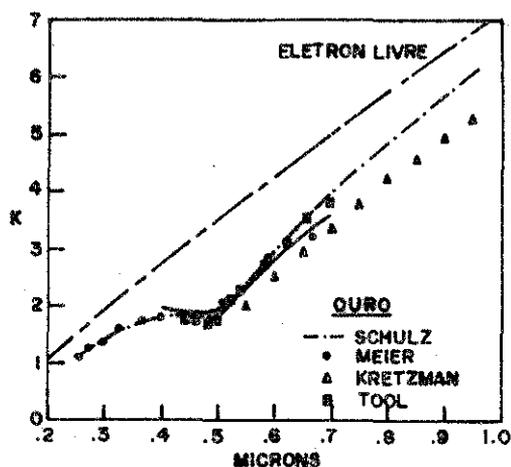


○

□

—

Na página anterior temos os espectros de raios X de 3 filmes finos de ouro. Os filmes estão identificados conforme o texto e a figura da página 46. Podemos verificar através das intensidades relativas dos dois picos apresentados, a direção preferencial do filme. O pico mais intenso refere-se a direção cristalográfica (1 1 1) e o menos intenso a (2 0 0). O filme cujo espectro está à direita é praticamente policristalino, enquanto o da esquerda está orientado na direção (1 1 1).



Estes gráficos mostram os resultados dos trabalhos de L. G. Schulz (J. O. S. A. 44 (1954) 361), W. Meyer (Ann. Phys. 31 (1910) 1017), R. Kretzman (Ann. Phys. 37 (1940) 303) e A. Tool (Phys. Rev. 31 (1910) 1). A linha cheia mostra os resultados obtidos com nosso elipsômetro. K é o coeficiente de absorção. Uma discussão desse assunto está no trabalho de M. L. Thêye (Phys. Rev. B 2, nº 8 (oct. 1970) 3060.

C O N C L U S Ã O

O aparelho construído atendeu aos objetivos de seu projeto, que eram o conhecimento da técnica e a abertura de uma nova área para pesquisa.

Precisa ser melhorado com a aquisição de material que facilite o seu alinhamento e amplie sua área de ação.

É objetivo imediato torná-lo apto a medida de camadas de óxido ou filmes filmes finos. Depois dotá-lo de um X-Y que permita a análise ponto-a-ponto da superfície da amostra. E outras modificações⁴¹ podem ser feitas, para que o aparelho tenha ampliado o seu raio de ação.

APÊNDICE A

Por que um elipsômetro

A elipsometria teve recentemente uma grande evolução de vido ao alto grau de automação, à grande eficiência óptica dos sistemas fotométricos e à possibilidade de varrer toda faixa visível do espectro.

Os elipsômetros de zero ("null elipsometer") obrigavam ao experimentador a encontrar ponto-a-ponto a posição em que a polarização estava cruzada, envolvendo um grande número de medidas e um enorme tempo para isso; talvez tenha sido este um grande impedimento ao desenvolvimento da elipsometria.

A inclusão da automação a técnica é relativamente recente; temos então a possibilidade de construir um aparelho com o mesmo grau de sofisticação que os encontrados fora do Brasil, e estudar, com auxílio desta técnica, uma área pouco explorada com o um aparelho de alta precisão.

A elipsometria também nos abre a possibilidade de estudar a dinâmica de alguns efeitos, como a oxidação de metais⁷ por exemplo, pois a formação de um óxido altera a constante dielétrica da superfície, permitindo verificar a cada instante o que acontece com a amostra; o aparelho não depende de vácuo e não depende de contato de pontas de prova na amostra, permitindo assim um estudo dinâmico e não destrutivo em tempo real.

O elipsômetro permite um estudo de uma grande variedade de assuntos, como por exemplo : metalurgia, biologia, adsorção física e química, filmes finos, oxidação de semicondutores, eletroquímica, entre outros.

REFERÊNCIAS

- 1 - D. E. Aspnes and A.A. Studna; App. Opt. 14 (Jan 75) 220
- 2 - D. E. Aspnes; J. O. S. A. 64 (Jun 74) 812
- 3 - Idem; Opt. Comm. 8 (Jul 73) 222
- 4 - Idem; J. O. S. A. 64 (May 74) 639
- 5 - R. M. A. Azzam and N. M. Bashara; J. O. S. A. 64 (Nov 74) 1459
- 6 - P. S. Hauge and F. H. Dill; IBM J. Res. Dev (Nov. 73) 472
- 7 - M. A. B. Gultepe; Surf. Sci. 56 (76) 76
- 8 --P. S. Hauge; Surf. Sci. 56 (76) 148
- 9 - D. E. Aspnes; 56 (1976) 161
- 10 - B. D. Cahan; Surf. Sci. 56 (1976) 354
- 11 - Y. J. van der Meulen and N. C. Hien; J. O. S. A. 64 (jun 74)
804
- 12 - D. E. Aspnes; Phy Rev. Lett. 28; nº 3 (Jan 72) 168
- 13 - D. H. Loester; App. Opt. 10 (May 71) 103
- 14 - D. E. Aspnes and A. A. Studna, App. Opt. 10 (May 71) 1024
- 15 - W. R. Hunter, D. H. Eaton and C. T. Sah Surf. Sci. 20 (1970)
355
- 16 - D. E. Aspnes, App. Opt. 14 (May 75) 1131
- 17 - E. Schmidt, J. O. S. A. 60 (April 70) 490
- 18 - D. E. Aspnes, J. O. S. A. 1077 (Aug. 71) 1077
- 19 - E. H. Weber, Optik 49 (1977) 365
- 20 - R.M.A. Azzam and N.M. Bashara, "Ellipsometry and Polarized
Light (North-Holland, Amsterdam, 1977)
- 21 - P. Drude, Ann. Phys. Chem. 36 (1889)532,865
- 22 - A. Weissberg and B.W. Rossiter, Eds. " Physical Methods of
Chemistry (Willey, N.Y., 1972) Vol I, Parte III C

- 23 - M.C. van der Hulst, "Scattering of Light by Small Particles " (Willey; N.Y., 1957) pag. 44
- 24 - A. Rothen, Rev. Sci. Inst. 16, (1945) 26
- 25 - H.G. Jerrard, J.O.S.A. 44, (Aug. 54) 634
- 26 - P.S. Hauge, Surf. Sci. 56, (1976) 148
- 27 - R. H. Muller, Proc. of the Symp. on Recent Dev. in Ellips. ; Nebraska, U.S.A., August 7-9, 1968
- 28 - S.N. Jasperson and S.E. Schnatterly, Rev. Sci. Inst. 40 (1960) 761
- 29 - S. N. Jasperson, D. K. Burge and R.C. O'Handley, Surf. Sci. 37 (1973) 548
- 30 - W. Budde, App. Opt. , 1, n°3 (May 1962) 201