



FILMES FINOS



DIVA GLASSER LEME
 COMISSÃO NACIONAL DE ENERGIA NUCLEAR - CNEN
 INSTITUTO DE PESQUISAS ENERGÉTICAS E NUCLEARES-IPEN

cbecimat

SUMÁRIO

No Instituto de Pesquisas Energéticas e Nucleares foi implantado um Laboratório de Filmes Finos para aplicações ópticas na pesquisa. O desenvolvimento desta competência técnica foi uma consequência da necessidade interna de obtenção de espelhos para lasers, filtros espectrais e camadas antirefletoras em janelas e lentes. Para o cálculo da refletividade de um conjunto de filmes finos em função do comprimento de onda foi desenvolvido um programa de computador COAT-02, que incorpora camadas absorventes e não limita o número máximo de camadas.

INTRODUÇÃO

Neste trabalho foram utilizados métodos físicos para deposição dos materiais. O processo consiste de uma técnica de deposição sob atmosfera controlada no qual o material a ser evaporado é aquecido sob vácuo numa temperatura onde um grande número de moléculas ou átomos deixam a superfície do material, depositando-se no substrato, formando um filme.

A aplicação dos filmes finos é essencial para as mudanças das propriedades ópticas superficiais de elementos ópticos tais como lentes, rede de difração, filtros, polarizadores, espelhos de laser, etc... Os filmes finos são utilizados para controlar a refletividade desses elementos ópticos, em faixas espectrais definidas e com dependência de polarização. Esses efeitos são devidos à interferência luminosa entre as camadas depositadas. A elaboração consiste na deposição de camadas de materiais com índice de refração e espessura óptica previamente escolhidos, formando um conjunto filme/substrato que terá características próprias quanto à refletividade.

O objetivo deste trabalho é mostrar em linha gerais o que é produzido no Laboratório de Filmes Finos da Divisão de Óptica do IPEN e a infra-estrutura existente.

PROPRIEDADES ÓPTICAS FUNDAMENTAIS

As propriedades físicas fundamentais analisadas em óptica de filmes finos são refletância, transmitância e polarização da luz para vários comprimentos de onda e ângulos de incidência. Estas propriedades são determinadas pela teoria eletromagnética da luz em função do índice de refração e da espessura do filme. Uma onda plana proveniente de um meio de refração n_0 , incidindo sobre um filme não absorvente de índice de refração n_1 , depositado em um substrato de índice de refração n_s , gerará múltiplas reflexões dentro do filme.

Neste caso a refletividade [1] é dada por:

$$R = \frac{r_1^2 + 2r_1 r_2 \cos(2\delta_1) + r_2^2}{1 + 2r_1 r_2 \cos(2\delta_1) + r_1^2 r_2^2} \quad (1)$$

onde: $r_1 = \frac{n_0 - n_1}{n_0 + n_1}$ e $r_2 = \frac{n_1 - n_s}{n_1 + n_s}$

$$\delta_1 = \frac{2\pi}{\lambda} n_1 d_1 \cos(\theta_1)$$

δ_1 é a diferença de caminho óptico pelo percurso da onda dentro do filme

d_1 é a espessura do filme

Considerando-se que λ_0 é o comprimento de onda onde a espessura óptica (nd) é um quarto de onda, isto é, $n_1 d_1 = \frac{\lambda_0}{4}$, no caso da incidência normal, $\delta_1 = \frac{\pi}{2}$ para $\lambda = \lambda_0$ e a refletância neste caso é dada por [2]:

$$R = \left(\frac{n_1^2 - n_0 n_s}{n_1^2 + n_0 n_s} \right)^2 \text{ para } n_1 d_1 = (2m + 1) \frac{\lambda_0}{4} \quad (2)$$

onde R_{min} se $n_s > n_1 > n_0$

R_{max} se $n_s < n_1 > n_0$

No caso da camada ser metade de uma onda em espessura óptica $\frac{\lambda_0}{2}$, para incidência normal, $\delta_1 = \pi$ e R será:

$$R = \left(\frac{n_0 - n_s}{n_0 + n_s} \right)^2 \text{ para } n_1 d_1 = (2m + 2) \frac{\lambda_0}{4} \quad (3)$$

onde R_{max} se $n_s > n_1 > n_0$

R_{min} se $n_s < n_1 > n_0$

Para o caso de um filme de várias camadas o tratamento teórico mais conveniente para o uso em computadores digitais é por matrizes tomando-se a relação entre os vetores campo elétrico e campo magnético de uma onda plana num dado meio, obtendo-se [3]:

$$\begin{bmatrix} B \\ C \end{bmatrix} = \left(\prod_{j=1}^N \begin{bmatrix} \cos \delta_j & i \cdot \sin \delta_j / \mu_j \\ i \mu_j \sin \delta_j & \cos \delta_j \end{bmatrix} \right) \begin{bmatrix} 1 \\ \mu_s \end{bmatrix} \quad (4)$$

sendo B e C elementos de uma matriz 1×1 , chamada matriz característica do conjunto

$$\mu_j = n_j / \cos \theta_j \quad \text{para onda com campo elétrico contido no plano de separação dos meios}$$

$$\text{ou}$$

$$\mu_j = n_j \cdot \cos \theta_j \quad \text{para onda com campo magnético contido no plano de separação dos meios}$$

n_j = índice de refração do j-ésimo meio
 θ_j = ângulo de incidência no j-ésimo meio calculando-se pela Lei de Snell

$$n_0 \sin \theta_0 = n_1 \sin \theta_1 = \dots =$$

$$= n_j \sin \theta_j = n_N \sin \theta_N = n_S \sin \theta_S$$

$$\delta_j = \frac{2\pi}{\lambda} n_j d_j \cos \theta_j \quad \text{diferença de caminho óptico na j-ésima camada}$$

d_j = espessura da j-ésima camada

A refletividade é dada por:

$$R = \frac{(u_0 - C/B)^2}{(u_0 + C/B)^2} = \frac{(u_0 B - C)^2}{(u_0 B + C)^2} \cdot \frac{(u_0 B - C)^*}{(u_0 B + C)^*} \quad (5)$$

onde * denota o complexo conjugado.

A partir dos conceitos de refletividade R (ou transmissividade, $T = 1 - R$, considerando o meio não absorvente) pode-se construir com figuras que relacionam a refletividade com o comprimento de onda da luz incidente. O aumento ou diminuição da refletividade é causada pela interferência construtiva ou destrutiva provocada pelas camadas de filmes finos.

Para preparação e análise de filmes de multicamadas é indispensável a utilização do computador. Foi desenvolvido um programa de computador COAT 02 [4] baseado nas fórmulas acima para o cálculo da refletividade de um conjunto de filmes finos em função do comprimento de onda. Esse programa incorpora camadas absorventes e não limita o número máximo de camadas.

O desempenho do programa em termos de tempo de execução é excelente, exigindo alguns segundos para processar um conjunto de operações de volume razoavelmente grande, pois o número de multiplicações de matrizes e cálculos aritméticos cresce com a complexidade do filme a ser executado.

CONSIDERAÇÕES EXPERIMENTAIS

O laboratório conta com um evaporador comercial, que consiste de um sistema de alto vácuo produzido por um conjunto de bombas difusora e mecânica convencional, que bombeiam uma câmara onde está disposto o sistema de evaporação. Para evitar a contaminação do sistema tem-se um "cold trap" entre o conjunto bombeador e a câmara [5].

Na evaporadora estão instaladas duas fontes de evaporação: aquecimento resistivo e feixe de elétrons. No aquecimento resistivo a massa do material é colocada num cadinho ou filamento e o conjunto aquecido pela passagem de corrente elétrica. No sistema de feixe de elétrons estão instaladas cinco fontes de evaporação que permitem o aquecimento localizado do material a ser evaporado e pode dissipar

potências de até 2 kW. O controle dessa potência é importante para determinar e controlar a taxa de evaporação.

O método que dispomos para a determinação da espessura dos filmes depositados é o da medida da variação de frequência de um cristal oscilador. Esse cristal tem uma frequência própria de vibração que é função da sua espessura e essa frequência é alterada linearmente com a deposição de um filme sobre sua superfície. A medida dessa variação é feita e determina-se a espessura do filme depositado.

Para suportar os substratos foi construída uma calota que permite o posicionamento de 4 substratos. Esse sistema garante uma posição simétrica entre o monitor de espessura e os substratos. O sistema ainda permite o controle do tempo de exposição do substrato ao feixe pela utilização de um obturador automático que somente atua sobre os substratos, controlando a espessura do filme depositado.

A utilização de um sistema de aquecimento de substratos é necessária para o controle da condensação do filme durante a evaporação. Assim como a taxa de deposição, a temperatura do substrato influencia fortemente o processo de condensação, afetando a compactação do filme e portanto a calibração do sistema, além da modificação das propriedades mecânicas do mesmo, tais como a sua durabilidade. Com esse sistema pode-se aquecer o substrato antes da evaporação para desgasificá-lo aumentando-se assim a aderência dos filmes. O controle da temperatura é feito utilizando-se um termopar em contacto com o substrato.

Para aumentar a aderência dos filmes sobre os substratos utiliza-se uma limpeza por descarga incandescente ("glow discharge"). Para produzir esse plasma de limpeza, no nosso sistema, a pressão deve estar em torno de dezenas de Torr e uma tensão de aproximadamente 1500 V deve ser aplicada gradualmente, formando o plasma. Os íons que são contidos nesse plasma chocam-se com a superfície do substrato, transferindo energia para as moléculas adsorvidas, liberando-as e portanto preparando uma superfície limpa para posterior deposição do filme.

Os filmes são caracterizados pela medida do espectro de transmissão com a utilização de um espectrofotômetro Cary 17 D, que permite medidas no intervalo espectral de 200 nm até 3000 nm. Deve-se salientar que para caracterizar completamente os filmes, deve-se medir também os espectros obtidos por reflexão. A reflexão e a transmissão estão relacionadas por $R + T + A = 1$ e $A = 0$ para substratos e filmes não absorventes.

RESULTADOS

Um espectro típico obtido para um único filme de ZnS ($n = 2,3$) depositado em uma lâmina de microscópio encontra-se na Figura 1. Na Figura 1a tem-se o espectro de refletividade (R) calculado utilizando-se o programa COAT-02 e na Figura 1b o espectro de transmissividade (T) obtido utilizando-se o espectrofotômetro Cary 17 D. Nestes espectros nota-se a presença de dois máximos de refletividade, nos comprimentos de onda de 1320 nm e 470 nm. As refletividades obtidas foram 31% e 36% respectivamente. Como $n_s = 1,5$ e $n_0 = 1$ pode-se calcular o índice de refração do filme de ZnS utilizando-se a expressão 2, para os comprimentos de onda múltiplos de quarto de onda. Obteve-se para esses comprimentos de onda os índices de 2,29 e 2,44 respectivamente, e portanto pela expressão 2 é possível obter a espessura física de 144 nm, o que corresponde a um máximo em $\frac{\lambda_0}{3} = 470$ nm. Esse resultado está de acordo

com a referência [1], cujos autores também observaram a mudança do índice de refração com a espessura de ZnS depositada.

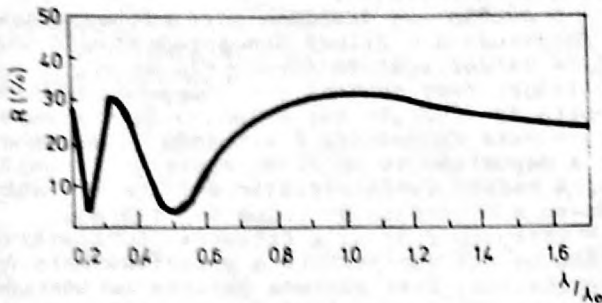


Figura 1a. Curva Teórica do Espectro de Refletividade.

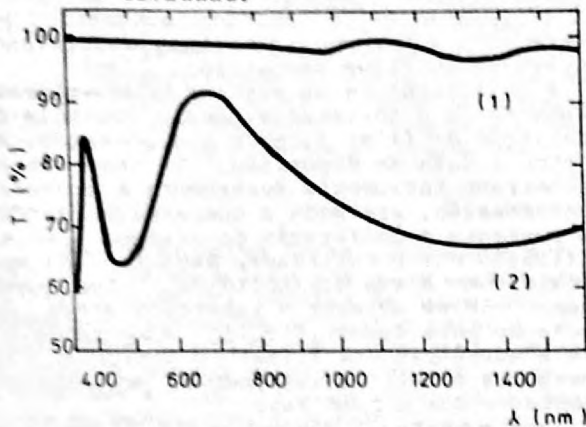


Figura 2b. Espectro de Transmissão de um filme de ZnS sobre um substrato de vidro. A Curva 1 designa a linha de $T=100\%$ e a 2 é a curva característica do filme.

A configuração básica utilizada para um filme altamente refletor consiste em empilhamentos de múltiplas camadas dielétricas de um quarto de onda ($\frac{\lambda}{4}$), com índices de refração

alternados baixo e alto e quanto maior for a razão destes índices, maior será a refletividade resultante. A refletividade aumenta quando aumentamos o número de pares de camadas.

Para preparação de um "coating" altamente refletor para região de 1060 nm foi utilizada a seguinte configuração:

$$\text{BK7} | \text{HLHLHLHLHLHLHLHL} | \text{ar}$$

onde H = material ZnS ($n = 2,3$)
L = material MgF₂ + 5% BaF₂ ($n = 1,395$)
BK7 = substrato com $n = 1,51$

Na Figura 2 tem-se os espectros teórico e experimental para um coating de 15 camadas e pode-se esperar uma refletividade de 99,9% (ou $T = 0,1\%$) o que foi obtido experimentalmente para região de 990 nm a 1160 nm. Estes espelhos foram utilizados em ensaios com lasers de centros de cor e de Nd e apresentaram alta durabilidade.

Os "coatings" anti-refletores podem ser feitos com uma, duas, três ou quatro camadas de índices de refração diferentes, sendo que a medida que o número de camadas aumenta, a refletividade da superfície diminui. Os "coatings" anti-refletores de uma camada são largamente utilizados em instrumentos ópticos de média precisão tais como câmaras fotográficas, enquanto os "coatings" anti-refletores de mais de uma camada são utilizados em instrumentos de precisão como lasers, etc..

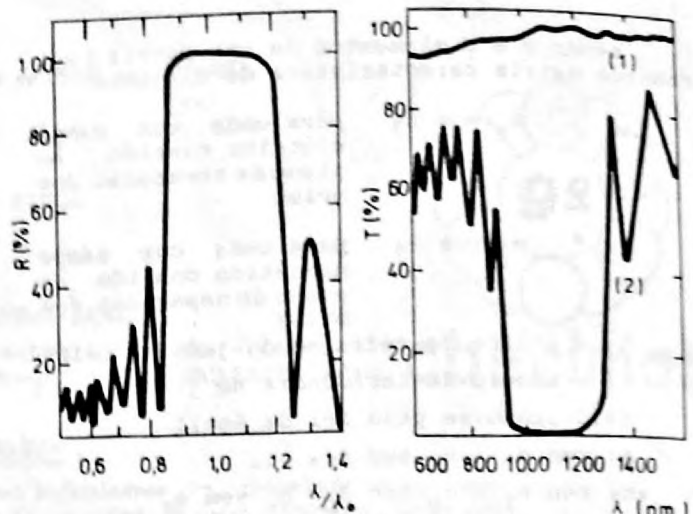


Figura 2a. Curva teórica do espectro de refletividade de um filme altamente refletor.

Figura 2b. Espectro de transmissão, Curva 1 designa a linha de $T = 100\%$ e a curva 2 é a de um filme altamente refletor.

Utilizando-se o programa COAT-02 são determinados os parâmetros experimentais para obtenção dos filmes anti-refletores tais como: escolha do material, espessura a ser depositada e ângulo de incidência. Na Figura 3 tem-se os espectros teórico e experimental para um filme antirefletor com a seguinte configuração:

$$\text{Vidro} | \text{CeF}_3 | \text{ZnS} | \text{MgF}_2 + 5\% \text{BaF}_2 | \text{ar}$$

$\lambda/4 \quad \lambda/2 \quad \lambda/4$

Experimentalmente o filme é anti-refletor na região de 520 nm a 750 nm. A refletividade original do substrato era de 8% e com o coating ficou reduzida a 4%. Deve-se salientar que o filme foi depositado somente em uma superfície do substrato.

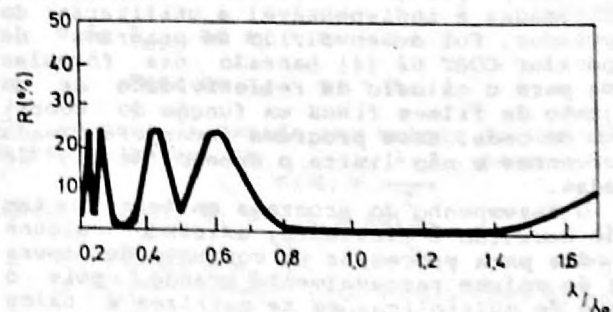


Figura 3a. Curva teórica do espectro de refletividade de um filme anti-refletor.

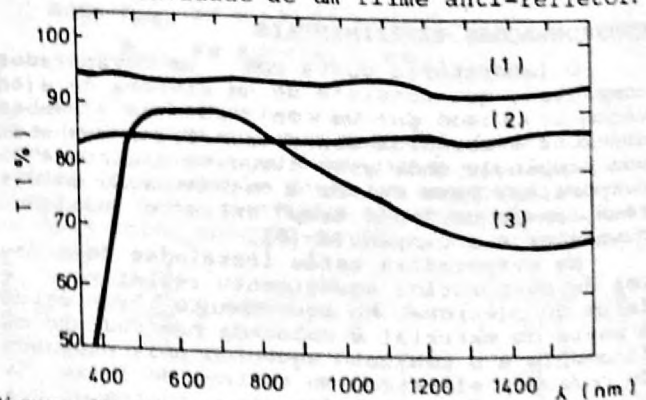


Figura 3b. Espectro de transmissão de um filme substrato anti-refletor (1) linha base (2) anti-refletor (3) substrato com o filme

CONCLUSÕES

Neste trabalho mostramos em linhas gerais alguns conceitos fundamentais sobre óptica que são aplicáveis no programa de computação COAT-02 que simula várias configurações possíveis, analisa as consequências de erros na espessura física e índice de refração dos filmes. Os cálculos teóricos estão em boa concordância com os resultados experimentais que nos dá confiança tanto nos cálculos quanto na tecnologia de evaporação.

A importância desse trabalho se justifica pela necessidade de utilização dos "coatings" aqui estudados na produção de componentes ópticos de alta precisão. Esses componentes são largamente utilizados nas pesquisas de óptica no país e no desenvolvimento de instrumentos ópticos de precisão.

REFERÊNCIAS

- (1) Heavens, O.S.- "Optical Properties of Thin Solid Films", Butterworths, London (1955).
- (2) Chopra, K.L. and Kaur, I.- "Thin Films Device Applications", Plenum Press, New York and London (1983).
- (3) Macleod, H.A.M.- "Thin Film Optical Devices" em Active and Passive Thin Film Devices edited by T.J. Loutts - Academic Press (1978).
- (4) Leme, D.G., Dominguez, W.V., Vieira Jr., N.D. e Morato, S.P. - "Implantação de um Programa de Cálculo de Refletividade de Conjuntos de Filmes Finos em um Microcomputador" - XI Encontro Nacional de Física da Matéria Condensada - Caxambu - maio de 1988.
- (5) Vieira Jr., N.D., Ambrósio, E. e Morato, S.P.- Tecnologia de Filmes Finos - Publicação IPEN 94 - São Paulo - (1986).

SUMMARY

A Thin Film Laboratory for optical components design and fabrication has been set up for supporting research activities at IPEN. The local needs for lasers mirrors, special optical filters and antireflecting coatings required the development of suitable technical abilities. A computer program COAT-02 has been developed for determining thin film reflectivity values as a function of wavelength. This program allows for the addition of successive layers without limiting their number.