



Análise de dados de um espectrômetro óptico

Data analysis of an optical spectrometer

Rita de Cássia Cipriano Rangel¹, Sabrina Moretto Darbello¹, Péricles Lopes Sant'Ana^{1,*}

1. Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho" - Campus Experimental de Sorocaba - Laboratório de Plasmas Tecnológicos - Sorocaba (SP), Brasil.

Autor correspondente: drsantanapl@gmail.com

Editor de seção: Maria Lúcia Pereira da Silva

Recebido: 20 jul 2021 **Aprovado:** 9 set 2021

RESUMO

Um espectrômetro óptico é um equipamento capaz de determinar as características de filmes finos, tais como espessura e constantes ópticas, pela sua interação com a luz. As constantes ópticas descrevem como a luz é refletida ou se propaga através de um material. Neste trabalho, utilizou-se um espectrômetro óptico portátil (Ocean Optics USB 4000), com o objetivo de analisar a curva de transmitância óptica em função do comprimento de onda de um filme fino de carbono amorfo hidrogenado. Esse filme possui alta transmitância na região próxima a 800 nm e baixa transmitância para comprimentos de onda abaixo de 400 nm. O índice de refração encontrado (ns) foi de 1,513, e a espessura do filme depositado (h), de 2.369 nm.

PALAVRAS-CHAVE: Espectrômetro, Filmes finos, transmitância óptica.

ABSTRACT

An optical spectrometer is an equipment capable of determining the characteristics of thin films, such as thickness and optical constants, by their interaction with light. Optical constants describe how light is reflected or propagated through a material. In this work, a portable optical spectrometer (Ocean Optics USB 4000) was used to analyze the optical transmittance curve as a function of the wavelength of a thin film of hydrogenated amorphous carbon. This film has high transmittance in the region close to 800 nm and low transmittance for wavelengths below 400 nm. The refractive index found (ns) was 1.513, and the thickness of the deposited film (h) was 2,369 nm.

KEYWORDS: Spectrometer, Thin films, Optical transmittance.

INTRODUÇÃO

As técnicas ópticas são métodos eficazes para a análise de filmes finos, pois são exatas, não destrutivas e requerem pouca ou nenhuma preparação da amostra. Medidas ópticas podem ser realizadas por meio de transmitância ou refletância¹.

Espectros de refletância medem a quantidade de luz refletida por um filme fino em determinada faixa de comprimento de onda, com a incidência da luz perpendicular à amostra. No espectro de transmitância, as constantes ópticas e a espessura são determinadas pela análise da luz transmitida através da amostra.

As constantes ópticas n e k descrevem como a luz se propaga através do material. O campo eletromagnético, que descreve a trajetória da luz através de um material, é dado pela Eq. 1¹:

$$E = A \cdot \cos\left(n \frac{2\pi}{\lambda} x\right) \exp\left(-k \frac{2\pi}{\lambda} x\right) \quad (1)$$

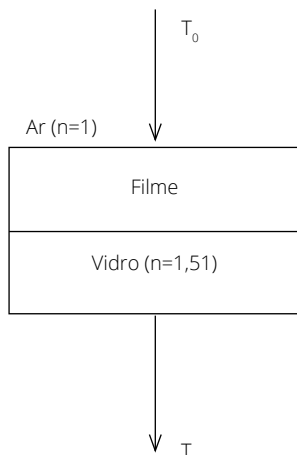
Em que A: amplitude da onda eletromagnética; x: distância percorrida pela luz; λ : comprimento de onda; n: índice de refração; k: coeficiente de extinção, que é a medida de como a luz é absorvida em um material.

O índice de refração (n) de um material é definido como a razão entre a velocidade da luz no vácuo (c) e a velocidade da luz no meio (v), conforme a Eq. 2¹.



$$n = \frac{c}{v} \tag{2}$$

Segundo o trabalho de Torres et al.², a transmissão de luz através de uma amostra, conforme ilustrado pela Fig. 1, pode ser calculada usando a Eq. 3^{2,3}. T_0 indica a transmissão inicial, e T , a transmissão final.



T_0 : transmissão inicial; T : transmissão final.

Figura 1: Interação da luz com a amostra.

$$T = \frac{A \exp(kh)}{B \exp(2kh) + C \exp(kh) + D} \tag{3}$$

Em que h : espessura do filme depositado; A , B , C e D : constantes relacionadas com o índice de refração do ar, do filme e do vidro.

Por meio dessa equação, o programa Excel, da empresa Microsoft, determina os valores de espessura e as demais constantes ópticas utilizando um espectro de transmitância.

O modelo de oscilador efetivo simples proposto por Wemple e DiDomenico Jr.⁴ é capaz de determinar os parâmetros E_d e E_m , que são medidas da intensidade das transições entre bandas ópticas⁵, que podem ocorrer na faixa de 190 a 800 nm do espectro eletromagnético.

EXPERIMENTAL

Para obtenção dos valores de índice de refração e espessura, foi utilizado um filme de a-C:H, depositado por implantação iônica e deposição por imersão em plasma (IIDIP).

Antes da deposição a plasma, foi realizado o processo de limpeza em plasma de argônio (Ar) de um substrato de vidro retangular de microscopia com 1 mm de espessura, para remoção de resíduos que possam eventualmente ter permanecido na amostra. Na limpeza, o plasma foi estabelecido pela aplicação de radiofrequência (RF), (13,56 MHz) ao eletrodo inferior. O eletrodo superior e as paredes do reator foram aterrados. A pressão de trabalho, a potência e o tempo de exposição ao plasma foram 2 Pa, 70 W e 600 segundos, respectivamente.

No processo de IIDIP, pulsos negativos de -2.400 V com frequência de 299 Hz e tempo de duração do pulso de 30 μ s foram aplicados no eletrodo inferior, com uma fonte de tensão RPU 6-20 GBS-Elektronik GmbH. A radiofrequência foi aplicada ao eletrodo superior, e as paredes do reator foram mantidas aterradas. As pressões parciais de Ar e C2H2 no reator foram de 6,53 e 4,19 Pa, respectivamente. A potência da RF foi de 200 W, e o tempo de deposição, de 9.600 segundos.

Para realização das medidas de transmitância, foi utilizado um espectrômetro Ocean Optics USB 4000, ilustrado pela Fig. 2A, capaz de operar em uma faixa de comprimento de onda de 200 a 1.100 nm, em um arranjo de acordo com a Fig. 2B.

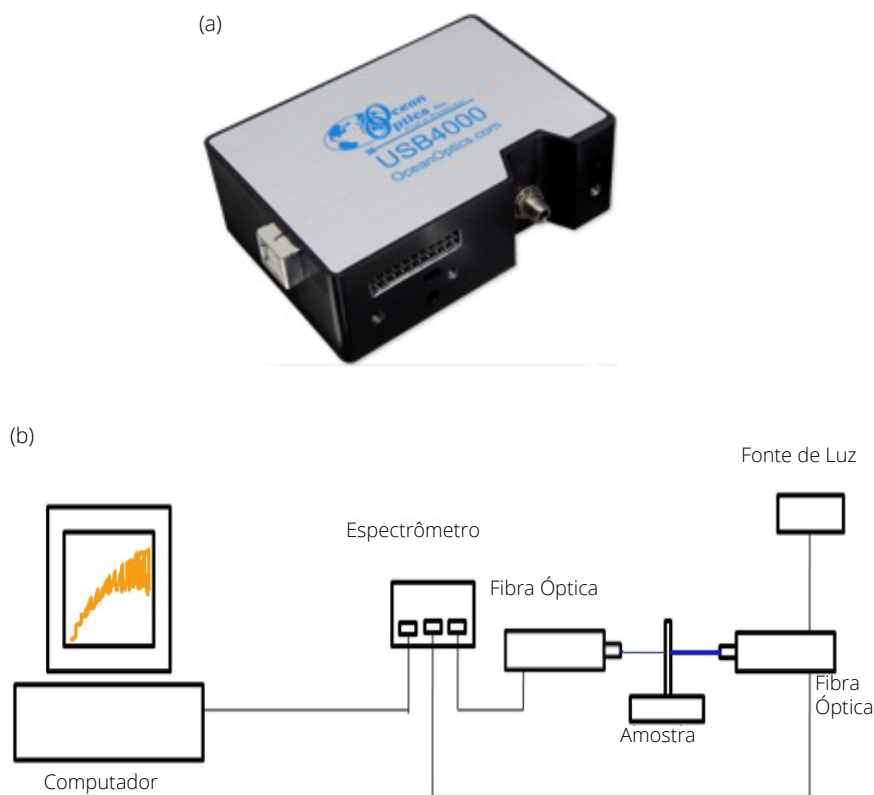


Figura 2: (a) Espectrômetro Ocean Optics USB 4000; (b) arranjo experimental.

Inicialmente, foi obtido um espectro de referência do padrão claro, ou seja, utilizando-se somente um substrato de vidro sem o filme depositado, posicionado no centro da plataforma. Para obtenção do espectro de referência do padrão escuro, foi realizada uma medida com a lente da fibra óptica tampada.

No espectrômetro, o filme depositado sobre a mesma amostra de vidro foi posicionado no centro da plataforma. O feixe de luz que sai da fibra óptica foi ajustado de maneira que incidisse perpendicularmente à amostra. Pelo *software* do equipamento, o espectro de transmitância do filme de a-C:H foi obtido.

Os dados obtidos por intermédio do espectro de transmitância foram lançados no programa elaborado com base no trabalho de Torres et al.². Em primeiro lugar, devem ser lançados no programa os dados de máximos e mínimos de interferência (comprimento de onda e T%, respectivamente) e os pontos de máximo dos dados de transmitância (%) do substrato (comprimento de onda em ordem decrescente). Neste trabalho foi adotado o valor de $T_0\%$ de um substrato ideal, 92%.

Um pico de máximo em T% representa um número par de ordem de interferência. Dessa forma, os resultados de nh (índice de refração \times espessura do filme) foram estimados, sendo possível extrair o coeficiente de extinção (k) em cada ponto. O programa calcula k nos pontos de máximos e extrapola-os para os pontos de mínimos. Segue-se então uma série de cálculos que recalcula k , n e h .

Os valores de n e h foram obtidos separadamente, e, com base nos valores de k , chegaram-se aos valores de alfa (coeficiente de absorção) para cada comprimento de onda (ou para cada energia).

Ao final, o modelo de Wemple e DiDomenico Jr.⁴ foi utilizado para ajustar a dispersão do índice de refração com a energia. Com isso, dois novos parâmetros apareceram nos resultados: E_m , que é a energia do oscilador simples; e E_d , a energia dispersiva. Esses parâmetros foram importantes, pois foram usados na parte da alta absorção para extrapolar os valores de n .

A mesma amostra foi submetida a medidas de espessura no perfilômetro da marca Veeco, modelo Dektak 150, ilustrado pela Fig. 3. Foram realizadas seis medidas na amostra para obtenção da espessura média, obtida por um degrau em razão do mascaramento da amostra com fita de poliamida durante a deposição. O filme cresce na região desmascarada, e, ao retirar-se a fita, tem-se um degrau proporcional à espessura do filme depositado. Esse valor obtido pelo perfilômetro foi comparado com o obtido por espectrometria.

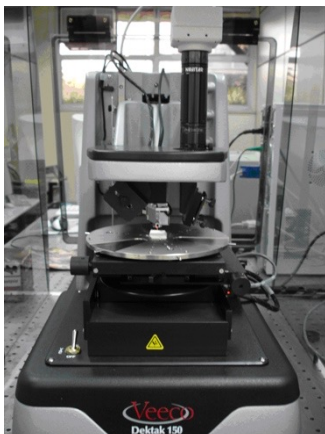


Figura 3: Perfilômetro Veeco Dektak 150 para medidas de rugosidade superficial e espessura de filmes finos.

RESULTADOS

A Fig. 4 mostra um espectro de transmitância do filme depositado a plasma, conforme descrito anteriormente.

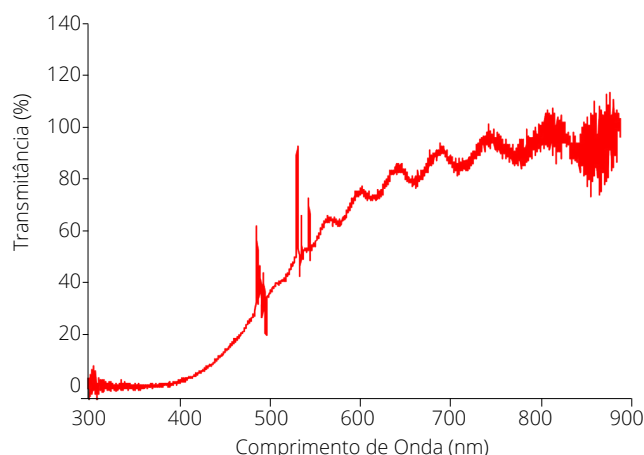


Figura 4: Espectro de transmitância de um filme depositado por implantação iônica e deposição por imersão em plasma.

De acordo com a Fig. 4, a transmitância do filme de a-C:H aumenta para maiores comprimentos de onda, sendo aproximadamente zero na faixa de 300 a 400 nm.

O índice de refração (n_s) encontrado foi de 1,513, e a espessura do filme depositado (h), de 2.369 nm.

O resultado obtido por perfilometria apresentou valor de espessura média de 1.854 ± 42 nm. Os valores obtidos pelos dois métodos apresentaram diferença de 22%.

Essa diferença pode ser explicada pela imprecisão no ajuste do *laser* perpendicular à amostra. Os valores de espessura obtidos por espectrometria óptica podem ser considerados mais precisos do que os obtidos por perfilometria, pois a primeira técnica calcula os valores levando em conta a média de uma região maior da amostra. Na segunda é utilizado apenas um ponto para obtenção dos valores. Além disso, o degra da amostra para determinação da espessura por perfilometria pode apresentar defeitos. Os resultados por espectrometria também podem ser vistos como mais confiáveis, pois os dados obtidos são utilizados em equações que devem ser plenamente satisfeitas. No perfilômetro essas medidas são obtidas mecanicamente, o que pode causar maiores imprecisões.

CONCLUSÃO

De acordo com os resultados, a transmitância do filme aumenta para maiores comprimentos de onda, sendo aproximadamente zero na faixa de 300 a 400 nm.

O índice de refração (n_s) e a espessura do filme (h) obtidos por espectrometria foram, respectivamente, 1,513 e 2.369 nm. Por perfilometria, o valor da espessura média foi de 1.854 ± 42 nm. A espessura determinada por espectrometria apresentou diferença de 22% em relação à obtida por perfilometria. Esse resultado mostra que podem ocorrer diferenças entre os resultados obtidos pelos dois métodos, fato explicado por possíveis diferenças entre as amostras, distintas áreas analisadas e precisão da técnica.

Portanto, foi possível a obtenção de bons resultados de índice de refração e espessura, mostrando que a espectrometria óptica é eficiente. Ainda são necessários alguns ajustes, como melhora na precisão da incidência do feixe de luz (realizada manualmente) e mais estudos dos dados obtidos pelo programa Excel, como as intensidades das transições entre bandas ópticas (Em e Ed), que não foram consideradas neste trabalho.

AGRADECIMENTOS

Ao Laboratório de Plasmas Tecnológicos da Universidade Estadual Paulista "Júlio de Mesquita Filho" (Unesp), de Sorocaba (SP), Brasil.

CONTRIBUIÇÃO DOS AUTORES

Conceitualização, Curadoria de dados, Análise formal: Rangel RCC and Darbello SM; Escrita – primeira redação, escrita – revisão e edição: Sant'Ana PL.

FINANCIAMENTO

Coordenação de Aperfeiçoamento de Pessoal de Nível Superior
<https://doi.org/10.13039/501100002322>

DECLARAÇÃO DE DISPONIBILIDADE DE DADOS

Todos os dados foram gerados e apresentados no presente trabalho.

REFERÊNCIAS

1. Filmetrics Inc. Portal da empresa [Internet]. Disponível em: <http://www.filmetrics.com>.
2. Torres J, Cisneros JI, Gordillo G, Alvarez F. A simple method to determine the optical constants and thickness of ZnxCd1-x thin films. *Thin Solid Films*. 1996;289(1-2):238-41. [https://doi.org/10.1016/S0040-6090\(96\)08931-6](https://doi.org/10.1016/S0040-6090(96)08931-6)
3. Knittl Z. *Optics of thin films*. Nova York: Wiley; 1976.
4. Wemple SW, DiDomenico Jr. M. Behavior of the electronic dielectric constant in covalent and ionic materials. *Phys Rev B*. 1971;3(4):1338. <https://doi.org/10.1103/PhysRevB.3.1338>
5. Callister Jr. WD. *Ciência e engenharia de materiais*. Rio de Janeiro: LTC; 2002.