



CURITIBA

**37º CONGRESSO
BRASILEIRO
DE CERÂMICA**

ANAI S

VOLUME II

DETERMINAÇÃO DO PERFIL DE TENSÃO EM FILMES FINOS POR MICROELIPSOMETRIA.*

D. de Albuquerque Barros Filho
M. A. Aegerter

Departamento de Física e Ciência dos Materiais
Instituto de Física e Química de São Carlos
Universidade de São Paulo

Caixa Postal 369,
13560-970, São Carlos (SP)

Um sistema ótico que mede a diferença de fase entre duas ondas eletromagnéticas produzidas por um modulador fotoelástico foi desenvolvido para determinar o perfil de tensões de filmes finos transparentes. A análise do sistema ótico é realizada através das matrizes de Mueller de cada um de seus componentes. A calibração e a estabilidade temporal do sistema são apresentadas. O equipamento mede retardações no intervalo de 1 - 1500 Å com uma resolução espacial de 30µm.

STRESS PROFILE DETERMINATION OF THIN FILMS BY MICROELLIPSOMETRY.*

An optical system was developed to determine the stress profile of transparent thin films by measuring the phase difference between two electromagnetic waves produced by a photoelastic modulator. The system analysis is done by the Mueller matrix of each of its optical components. The calibration and stability of the system are also analyzed. The equipment measures retardation in the range of 1 - 1500 Å with a spatial resolution of 30 µm.

1 INTRODUÇÃO

O surgimento de tensões intrínsecas em filmes finos decorrente da sua preparação (método de deposição, tratamentos térmicos, etc) pode reduzir o seu tempo de vida útil. A determinação macroscópica e microscópica desses tensões constitui assim um papel importante para a caracterização dos filmes finos. De acordo com Doerner e Nix[1], as tensões intrínsecas podem ser divididas em térmica, evolução estrutural e epitaxial. O perfil de tensões pode ser obtido por diferentes métodos de medida como: varredura a laser, topografia de raios-X e microelipsometria[2,3].

A partir de uma montagem proposta por Shindo[4,5], foi desenvolvido um sistema ótico para medir o perfil de tensões em filmes finos transparentes com uma resolução espacial de 30 μm . A análise deste sistema é feita pelas matrizes de Mueller de cada um dos seus componentes óticos. A calibração do sistema foi realizada usando um bloco de sílica fundida comprimido por pesos de chumbo.

Analizou-se a estabilidade temporal do sistema para a medida do perfil de tensões. Várias aplicações do equipamento são citadas tais como o mapeamento de tensões em filmes sol-gel de sílica (SiO_2), o processo de relaxação temporal de vidros e a determinação do perfil de tensão na vizinhança de defeitos microscópicos.

2 DESCRIÇÃO DO EQUIPAMENTO

As tensões num material transparente podem ser determinadas por elipsometria de transmissão a partir da diferença de fase δ entre a luz circularmente polarizada incidente e emergente sobre uma amostra. A diferença de fase δ é diretamente proporcional à tensão do material. O equipamento descrito neste trabalho é baseado nas propriedades de um modulador fotoelástico que quando usado em conjunto com dois polarizadores lineares, fonte de luz e detector permite a determinação da birrefringência de materiais transparentes incluindo, em particular, a detecção de tensões internas de materiais óticos. A montagem originalmente proposta por Shindo[4,5] foi modificada pela implementação de uma lâmina de quarto de onda ($\lambda/4$) que tem o papel de compensar birrefringências residuais do sistema.

A figura 1 mostra o esquema dos componentes óticos do sistema desenvolvido para medir o perfil de tensão em filmes finos. Os eixos x,y,z são denominados de "eixos do laboratório". Todos os ângulos de giro dos componentes óticos são medidos em relação ao eixo x. A luz monocromática de um laser hélio-neônio (Opto-Eletrônica - SNB 16) cujo comprimento de onda λ é de 632,8 nm incide em um polarizador linear horizontal de quartzo (P) (B - Halle) com eixo de transmissão a 90° . Um modulador fotoelástico (M) (Morvue - PEM3 - frequência de operação: 50,3 kHz) com o eixo rápido a 45° gera periodicamente ondas polarizadas circularmente à esquerda e à direita. Há uma lâmina $\lambda/4$ (C) (B- Halle) cujo eixo rápido está girado de um ângulo θ_c para compensar birrefringências residuais do sistema. A luz é focalizada por uma objetiva de microscópio sobre a amostra (S) cujos eixos principais coincidem com os do laboratório. O analisador (A) é um polarizador linear de quartzo (B - Halle) com eixo de transmissão a 45° e, finalmente, a luz incide no detector (D) (fotomultiplicadora RCA-931A).

O estado de polarização da luz pode ser representado por um vetor coluna de dimensão 4, sendo que o elemento da primeira linha do vetor de Stokes fornece a intensidade da luz. Qualquer componente ótico pode ser representado pela sua matriz de Mueller[3,6]. Trata-se de uma matriz quadrada de dimensão 4. A sua utilidade reside na determinação do vetor de Stokes da luz emergente de um componente ótico a partir do vetor de Stokes da luz incidente.

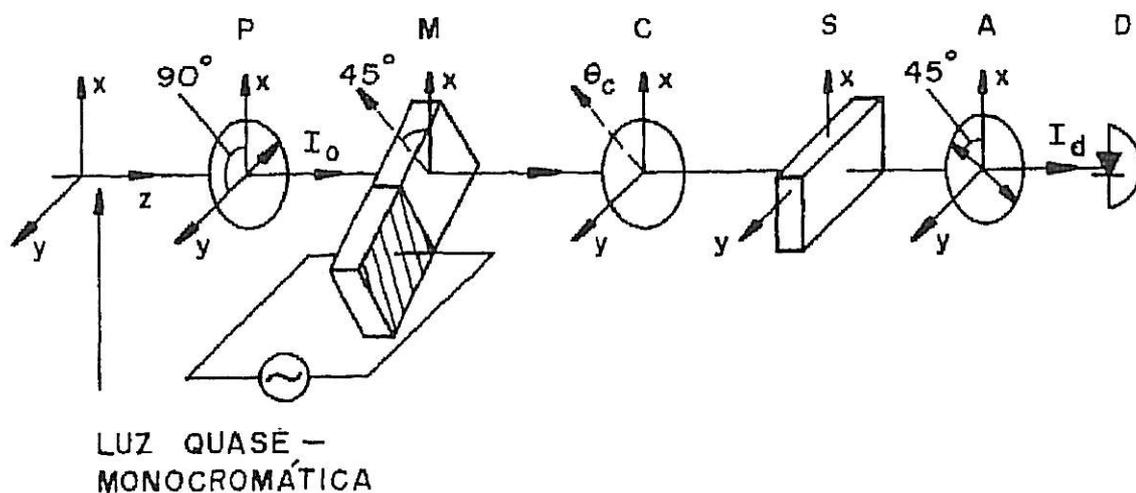


Figura 1 - Configuração do sistema ótico para a medida do perfil de tensão em filmes finos. P, polarizador; M, modulador; C, lâmina $\lambda/4$; S, amostra; A, analisador; D, detector; I_0 , intensidade da luz incidente; I_d , intensidade da luz no detector; x,y,z - eixos do laboratório; θ_c , ângulo de giro do eixo rápido da lâmina $\lambda/4$

A intensidade medida pelo detector é calculada usando o produto das matrizes de Mueller dos componentes óticos:

$$\hat{I}_d = \hat{D} \hat{A} \hat{S} \hat{C} \hat{M} \hat{P} \hat{I}_0 \quad (1)$$

onde \hat{I}_d é o vetor de Stokes da luz medida pelo detector e \hat{D} , \hat{A} , \hat{S} , \hat{C} , \hat{M} , \hat{P} são as matrizes de Mueller dos componentes óticos do sistema; \hat{I}_0 é o vetor de Stokes da luz incidente quase-monocromática. A intensidade da luz medida pelo detector é fornecida pelo elemento da primeira linha de \hat{I}_d .

A tensão elétrica proveniente do detector apresenta duas componentes:

$$V(\omega_m) = G_1 B \quad (2)$$

$$V_{dc} = G_2 (1 - A J_0(\alpha_m^0)) \quad (3)$$

onde V_{dc} é a componente contínua do sinal no detector, $V(\omega_m)$ é a componente do primeiro harmônico na frequência angular ω_m de operação do modulador fotoelástico (PEM), G_1 e G_2 são constantes dos instrumentos de medida, J_0 é a função de Bessel de ordem zero, α_m^0 é a amplitude do modulador fotoelástico e A e B são dados pelas seguintes expressões:

$$A = \cos\alpha_o \sin\delta \sin 2\theta_c + \cos\alpha_o \cos\delta \sin 2\theta_c \cos 2\theta_c + \sin\alpha_o \cos\delta \cos 2\theta_c \quad (4)$$

$$B = \sin\alpha_o \sin\delta \sin 2\theta_c + \sin\alpha_o \cos\delta \sin 2\theta_c \cos 2\theta_c - \cos\alpha_o \cos\delta \cos 2\theta_c \quad (5)$$

onde α_o é a defasagem estática do modulador devido a tensões inerentes à sua construção (geralmente, α_o é pequeno da ordem de 10^{-2} radianos) e δ é a defasagem produzida pelas tensões da amostra que é diretamente proporcional à sua tensão.

O ângulo θ_c da lâmina $\lambda/4$ é ajustado manualmente a 45° girando a lâmina e o ajuste fino é realizado eletronicamente no amplificador "lock-in" a fim de anular a componente $V(\omega_m)$. Desta forma, a lâmina $\lambda/4$ possibilita que apenas a defasagem da amostra seja medida. A razão R entre $V(\omega_m)$ e V_{dc} é dada por

$$R = \frac{V(\omega_m)}{V_{dc}} = \frac{G_1 \sin\alpha_o}{G_2 (1 - J_0(\alpha_m^0) \cos\alpha_o \sin\delta)} \sin\delta \quad (6)$$

As defasagens menores que 0,35 radianos correspondem a um valor de tensão de $1,1 \times 10^5 \text{ kgf/cm}^2$ para amostras transparentes de sílica de 1 micrometro de espessura. Considerando δ neste intervalo, o seno pode ser aproximado pelo seu argumento com um erro de 2% e assim o produto $J_0(\alpha_m^0) \cos\alpha_o \sin\delta$ possui um valor menor do que 0,01. Desta forma, a razão R apresenta uma dependência linear com δ dada por

$$R = K\delta \quad (7)$$

onde $K = (G_1 \sin\alpha_o)/G_2$ é uma constante a ser determinada pela calibração do sistema ótico.

O sistema ótico foi montado dentro de uma caixa-preta. Há também filtros (Schott Color Filter Glass - NG3) após a fonte de luz e na frente do detector a fim de minimizar a entrada da luz ambiente e ajustar a intensidade da luz do laser. Uma objetiva de microscópio (Carl Zeiss - Jena - 979943) é posicionada na frente da amostra a fim de que a luz do laser incida em uma área de $10^{+3} \mu\text{m}^2$. O porta-amostra, construído especificamente para esta montagem, permite tanto o deslocamento horizontal quanto vertical da amostra por meio de micrometros. O deslocamento lateral é efetuado por um motor de passo com precisão de $0,5 \mu\text{m}$ por pulso possibilitando uma varredura lateral de 15 mm. A componente V_{dc} é medida por um microamperímetro (Keithley - 150B Microvolt Ammeter) e a componente $V(\omega_m)$ do primeiro harmônico em 50,3 kHz é analisada por um amplificador "lock-in" (Princeton Applied Research - Modelo 5204). A medida da razão R é feita por um módulo de razão do próprio "lock-in". O resultado final é uma voltagem medida por um registrador.

3 RESULTADOS EXPERIMENTAIS

3.1 Calibração

A calibração do sistema visou determinar a constante K. Para isto, colocou-se em lugar da amostra um dispositivo ótico constituído de um bloco de sílica fundida com dimensões de 50x50x7mm que pode ser tensionado na direção x com a colocação de massas de chumbo sobre a face superior. O coeficiente ótico de tensão c_0 da sílica de acordo com Cerqua et al[7] é de 3,22 nmcm/kgf. Assim, a defasagem da amostra δ_G induzida pela aplicação de pesos de chumbo corresponde a $\delta_G = 3,66 \times 10^{-4} m$ onde m é a massa de chumbo em grama. Foram utilizados 26 blocos de chumbo cuja massa situa-se em torno de 220 ± 1 g para cada um.

O gráfico da figura 2a mostra a dependência de R em função de δ_G . Esta medida foi feita com a retirada dos pesos de chumbo do bloco de sílica fundida. A constante K obtida a partir da reta de mínimos quadrados corresponde a $K = 11,3 \pm 0,2$. O gráfico mostra também que a razão R não se anula completamente para $\delta_G = 0$ devido à dificuldade de alinhamento do eixo da lâmina $\lambda/4$. O gráfico da figura 2b mostra a dependência entre a birrefringência Δn e a massa m aplicada ao bloco de sílica fundida. O desvio entre o valor teórico e experimental é perceptível apenas para valores de massa superiores a 4 kg. Nesta região, a lei de Hooke possivelmente não é mais válida o que justifica o desvio do comportamento linear. No entanto, os resultados são semelhantes aos obtidos por Shindo[4,5].

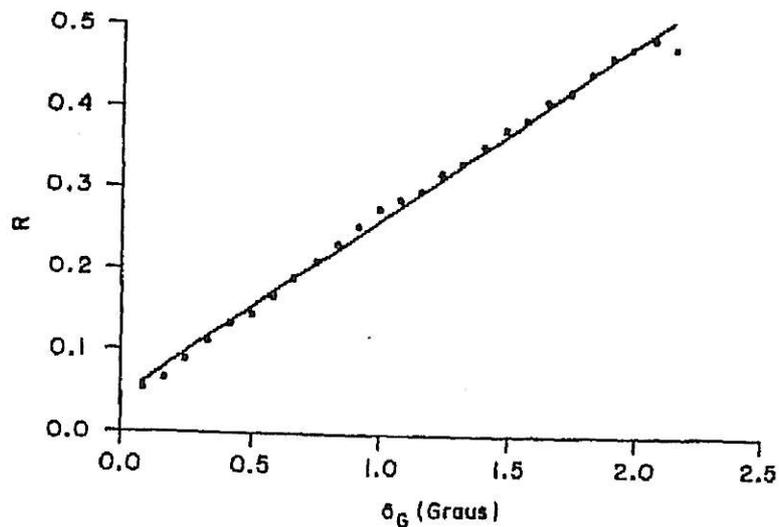
3.2 Estabilidade

A estabilidade temporal do sistema para a medida de tensões em filmes finos foi analisada. A retardação Γ pode ser medida para um λ fixo através da relação $\Gamma = (\lambda R)/(2K\pi)$. O sistema mostra-se estável após 90 minutos do início do seu funcionamento. A figura 3 mostra a estabilidade do elipsômetro sem amostra. Há uma alteração periódica da retardação da ordem de 1Å correspondendo a um valor de tensão de 300 kgf/cm² para um filme de sílica de 1µm de espessura. Não se trata de flutuação térmica por apresentar um período muito curto. A temperatura medida ao longo do sistema era constante em torno de 24 °C. As oscilações podem ser de origem mecânica ou eletrônica. As causas das flutuações mecânicas residem possivelmente nas oscilações laterais do laser ou desvio do eixo da lâmina $\lambda/4$. Com relação às perturbações eletrônicas, pode-se tratar de problemas de ajuste do "lock-in" com a referência do modulador ou instabilidade da rede elétrica. Estas oscilações estão consideradas dentro do erro experimental da medida de tensões.

3.3 Perfil de tensões

O mapeamento do perfil de tensões em filmes finos constitui a principal aplicação do microelipsômetro apresentado neste artigo. A figura 4 mostra o mapeamento de um filme de SiO₂. O filme foi depositado sobre um substrato de sílica fundida pelo processo sol-gel e tratado a 600°C por 1 hora. O mapeamento foi realizado em quatro alturas h como mostra a figura 4a. O sentido de varredura do laser foi das bordas para o centro com um deslocamento D de 9 mm. O perfil da figura 4b mostra que as tensões distribuem-se uniformemente ao longo do filme devido à densificação parcial da estrutura nesta temperatura de tratamento[3].

a)



b)

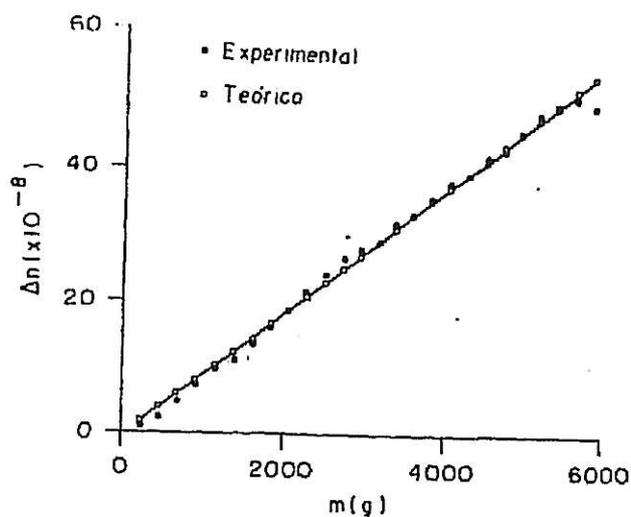


Figura 2 - Calibração do sistema ótico: a) R vs δ_G ; b) Δn vs m ; R é a razão medida pelo "lock-in"; δ_G é a defasagem induzida no bloco de sílica fundida medida em graus; Δn é a birrefringência do bloco de sílica fundida e m é a massa dos blocos de chumbo.

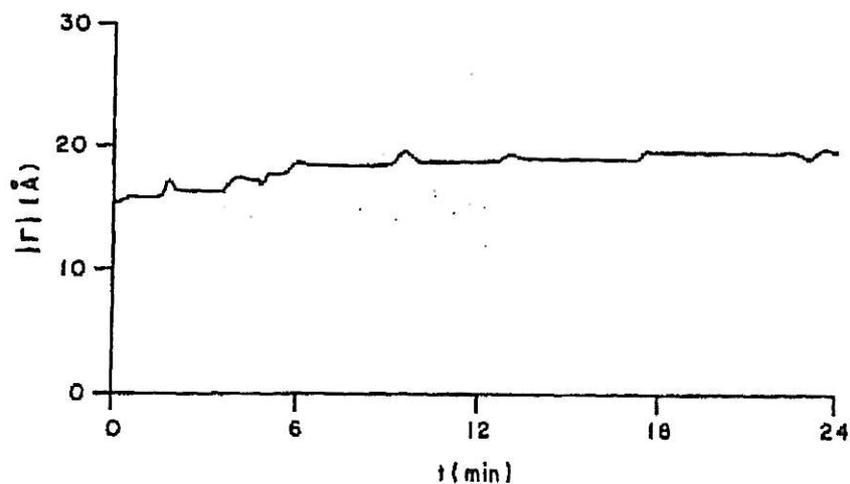


Figura 3 - Estabilidade temporal do microelipsômetro sem amostra. $|\Gamma|$, módulo da retardação medida; t , tempo da medida.

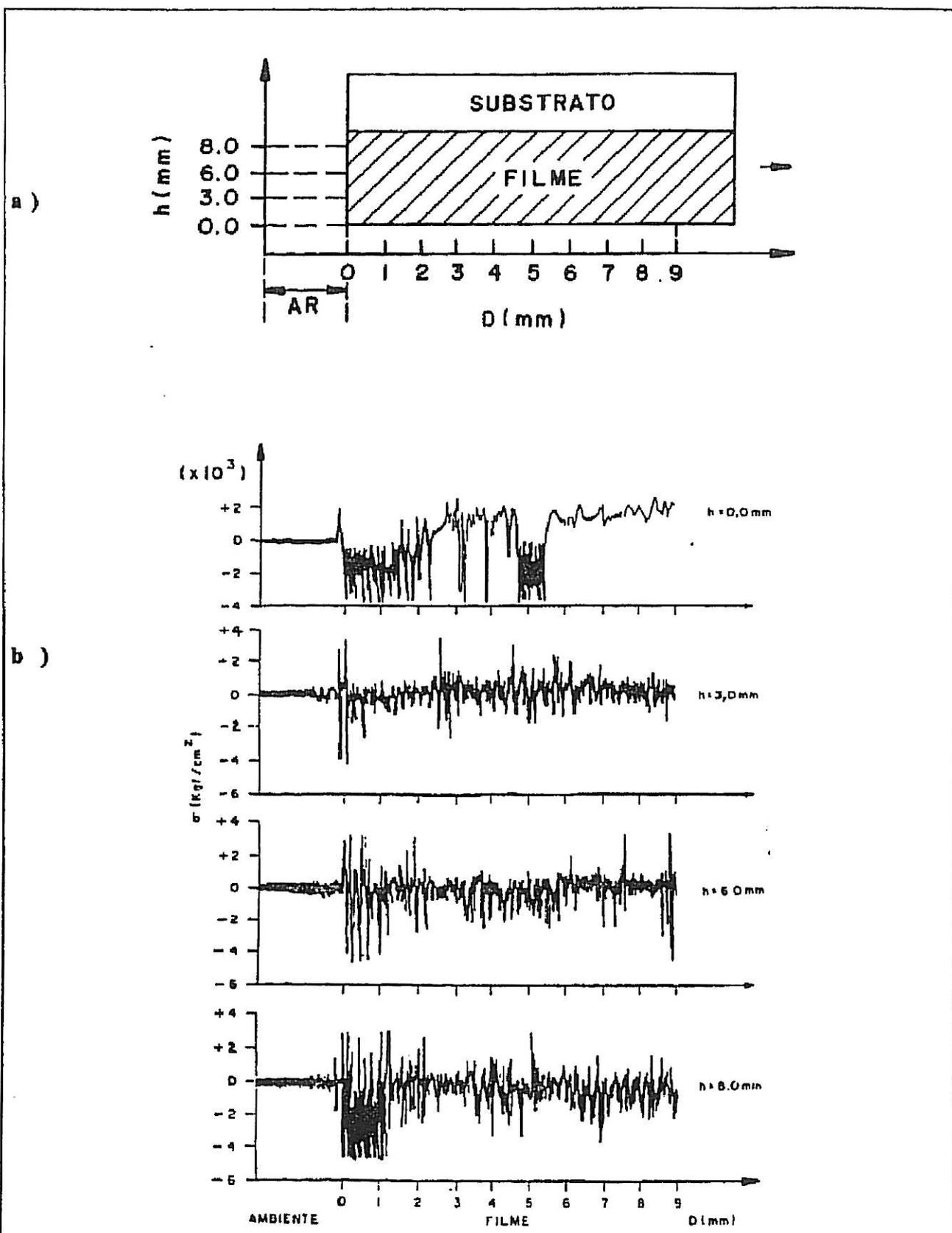


Figura 4 - Perfil de tensões σ para filmes de SiO_2 depositados sobre sílica fundida após tratamento térmico a $T = 600^\circ\text{C}$ durante 1 hora: a) especificações da medida; b) mapeamento pelo microelipsômetro. h , altura do filme; D , deslocamento da amostra; \rightarrow , sentido da varredura da luz do laser. T , temperatura do tratamento térmico.

4 CONCLUSÕES

O equipamento de microelipsometria desenvolvido é capaz de medir retardações no intervalo de 1-1500 Å em amostras transparentes com uma resolução espacial de $10^3 \mu\text{m}^2$. Os resultados obtidos por Shindo[4,5] para seu equipamento correspondem a um valor mínimo de retardação na ordem de 10^{-1} Å. A calibração do sistema, no entanto, foi realizada até um valor maior de birrefringência próximo a 5×10^{-7} .

A análise do sistema foi feita usando o formalismo rigoroso das matrizes de Mueller discutido em vários artigos sobre elipsometria[8,9]. A principal inovação da montagem proposta neste artigo reside na incorporação da lâmina $\lambda/4$ para anular a componente $V(\omega_m)$. Assim sendo, mede-se apenas a tensão da amostra além de compensar o efeito de possíveis birrefringências residuais do sistema.

A montagem deste equipamento visou o estudo do perfil de tensões em filmes finos sol-gel de sílica (SiO_2) durante o seu processo de densificação. Este tipo de medida foi realizada também por Cerqua et al[7] que observou o perfil de tensões em filmes de SiO_2 submetidos a diferentes tratamentos térmicos para determinar o mais adequado para evitar a fratura do filme. O estudo "in-situ" do processo de relaxação temporal de vidros de fluoretos durante o seu recozimento a $T \sim T_g$ e a determinação do perfil de tensão nas vizinhanças de defeitos microscópicos incorporados ou produzidos em filmes finos são outras aplicações do instrumento atualmente em andamento no laboratório.

5 AGRADECIMENTOS

Este trabalho recebeu preciosa contribuição teórica do Prof. Dr. Renê Aires do Instituto de Física e Química de São Carlos (IFQSC) e financeira do Conselho Nacional de Desenvolvimento Científico e Tecnológico (CNPq).

6 REFERÊNCIAS

* este artigo foi elaborado a partir da dissertação de mestrado de Djalma de Albuquerque Barros Filho intitulada " Caracterização de Filmes Finos Sol- Gel por Elipsometria " defendida no Instituto de Física e Química de São Carlos (IFQSC) da Universidade de São Paulo (USP).

- 1 . Doerner M.F. e Nix W.D., CRC Critical Reviews in Solid State and Materials Science, 14, 225 (1988)
- 2 . Baker S.P. e Nix W.D., SPIE Optical Thin Films III: New Developments, 1323, 263 (1990)
- 3 . D. de Albuquerque Barros Filho, Caracterização de filmes finos sol-gel por elipsometria, Dissertação de mestrado, Instituto de Física e Química de São Carlos, Universidade de São Paulo (1992)
- 4 . Shindo Y. e Hanabusa H., Polym. Commun., 24, 240 (1983)
- 5 . Shindo Y. e Takigaura R., Polym. Commun., 25, 378 (1984)
- 6 . Bashara N.M. e Azzam R.M., Ellipsometry and Polarized Light, North Holland Publishing Company (1977)
- 7 . Cerqua K.A, Hayden E. e La Course C., J. Non-Cryst. Solids, 100, 1471 (1988)
- 8 . O'Handley, J. Opt. Soc. Am., 63, 523 (1973)
- 9 . Hauge P. S., J. Opt. Soc. Am., 68, 11, 1519 (1978)
- 10 . Mackenzie D., J. Non Cryst. Solids, 100, 162 (1988)