Diseño y construcción de un esparcímetro de luz

A.S. Ramírez-Duverger y R. García-Llamas Departamento de Investigación en Física, Universidad de Sonora Apartado postal 5-88, Hermosillo, Sonora, México, Tel. 526622 59-21-56, Fax 526622 12-66-49, e-mail: aldo@cajeme.cifus.uson.mx, ragal@cajeme.cifus.uson.mx.

Recibido el 11 de febrero de 2004; aceptado el 15 de abril de 2004

En este trabajo se presenta el diseño y la construcción de un esparcímetro de luz optimizado para hacer mediciones de alta precisión angular y señales débiles, con el cual pueden estudiarse rugosidades aleatorias superficiales de películas delgadas. Este esparcímetro es de gran sencillez en su uso y alineación. Como prueba de la precisió n angular del equipo, reportamos resultados experimentales de medidas de reflexión mediante la técnica de reflexión total atenuada (RTA) en la configuración de Kretschmann, realizadas a dos sistemas en los que se excitan modos electromagnéticos. El primer sistema utilizados es prisma BK7-vidrio/Ag/aire y el segundo es prisma BK7-vidrio/MgF₂/ZnS/MgF₂/aire. Con este aparato se pudieron medir mínimos de reflexión que en el 50% de su profundidad tienen un ancho de 0.1°. Como prueba de la sensibilidad de detección de este equipo reportamos mediciones de esparcimiento realizadas al segundo sistema. Al ajustar los resultados experimentales a un modelo teórico, se obtuvieron valores de espesores, índice de refracción, índice de absorción, altura de rugosidades y longitud de correlación. Esos valores fueron comparados con los reportados en la literatura.

Descriptores: Esparcimiento por películas delgadas; películas delgadas; óptica de modos electromagnéticos.

In this paper, we present the design and construction of a light scatterometer optimized to carry out measurements of high angular precision and weak signals, to study random rough surface of thin films. The scatterometer has the advantages of great ease of alignment and high angular precision as compared with commercial one. To prove the equipment angular precision, we report experimental results of reflection measurements using the technique of attenuated total reflection (ATR) in the Kretschmann configuration of two systems which were excited electromagnetic modes. The first system used is BK7 glass-prism/Ag/air and the second is BK7 glass-prism/MgF₂/ZnS/MgF₂/air. With this apparatus, reflection minima could be measured which in the 50% of it's depth have a width of 0.1° . As detection sensibility test of the equipment, we report scattering measurements carry out to the second system. Fitting the experimental results, a good coincidence between theory and experiment was found. We report values of thickness, refractive index, absorption index, height of the roughness and correlation length obtained from the fitting. These values were compared with those reported in the literature.

Keywords: Scattering thin films; thin films; electromagnetic wave optics.

PACS: 73.50.Bk; 45.40.Xx; 42.25.Bs

1. Introducción

El estudio del esparcimiento de luz es una técnica muy utilizada para caracterizar superficies; con ella se pueden determinar los parámetros de la rugosidad en superficies sobre las que al incidir la luz, ésta se redistribuye en todo su entorno. Actualmente existen sistemas comerciales creados para estudiar el esparcimiento de luz, éstos se diferencian unos de otros esencialmente en su grado de precisión angular, en alguno de los componentes que lo integran y en su forma de automatización.

La medición del esparcimiento de luz por superficies consiste en hacer incidir luz sobre una muestra o superficie y, con el movimiento angular del detector, poder recibir señales 360° alrededor de ésta, manteniendo el ángulo incidente fijo. La medición de reflexión especular se realiza variando el ángulo incidente y haciendo que el detector siga en cada momento el haz que se refleja de la muestra.

El esparcimiento es el proceso en el cual la energía de un haz de radiación electromagnética es removida y reemitida con cambio de dirección, fase o longitud de onda. Toda radiación electromagnética está sujeta a esparcimiento por el medio (gas, líquido o sólido) a través del cual ésta pasa. Al incidir una onda plana monocromática sobre una superficie, debido a su rugosidad, la componente paralela del vector de onda incidente no se conserva, por eso todos los campos son esparcidos. Los haces difractados son una superposición continua de ondas planas que dependen de la componente del vector de onda paralela a la superficie. Se denomina esparcimiento al cambio en la distribución espacial de un haz de radiación cuando éste interacciona con la superficie de un medio no homogéneo. Dicho proceso no cambia la longitud de onda de la radiación. Este cambio en la distribución espacial es uno de los objetivos de estudio en este trabajo.

M.E. Knotts *et al.* [1] fabricaron rugosidades superficiales estrictamente unidimensionales y utilizan un esparcímetro para estudiar la difracción producida por éstas. En ese trabajo los autores usan una longitud de onda de 1.152 o 3.392 μ m, miden a 70 cm de la muestra y el detector tiene una apertura que a todo su ancho integra la intensidad esparcida en un ángulo igual a 1.6°.

J. Figa-Saldaña y su grupo [2] utilizan un esparcímetro en la meteorología y el estudio del clima. Este instrumento es optimizado para operaciones de observación del viento cerca de la superficie del océano. El ángulo de incidencia va desde 25 hasta 65° y utilizan tres antenas para iluminar la superficie del mar, midiendo la señal de retroesparcimiento. La velocidad y dirección del viento cerca del océano con respecto a la antena se puede determinar usando un modelo desarrollado por estos autores, que proporciona esos parámetros al observar el retroesparcimiento normalizado de la sección transversal de un radar. Los datos de las tres antenas con diferentes ángulos se colectan para obtener un vector del viento. El aparato que ellos utilizan es un instrumento de operación de radar a 5.255 GHz y usan antenas polarizadas verticalmente. Éstas transmiten un gran pulso con modulación lineal de frecuencia. El instrumento recibe ecos de la tierra y después la señal de retroesparcimiento es espectralmente detectada y analizada.

El retroesparcimiento puede definirse como parte de la energía incidente esparcida hacia el haz incidente, o sea es el coeficiente de esparcimiento difuso de la superficie en la dirección de la fuente o emisor, con la posible excepción de que en incidencia normal el retroesparcimiento es siempre una reflexión difusa y no especular [3].

Koo Voon Chet *et al.* [4], diseñaron y desarrollaron un esparcímetro para monitorear el ambiente. El sistema es un radar completamente polarimétrico, el cual tiene la posibilidad de determinar la matriz completa de retroesparcimiento de la muestra. El sistema se usa para medir *in situ* el comportamiento del retroesparcimiento de campos de vegetación, bosques y de la superficie de los terrenos. El sistema desarrollado por estos autores es descrito mediante un diagrama de bloque. Sus elementos principales son la sección RF con la que se controla la antena; una antena con la que eliminan problemas de alineación por ser única en el equipo; sección IF cuya función es filtrar y amplificar un doble canal de señales y, por último, la unidad de adquisición de datos en la que se digitaliza y almacena la información.

International SEMATECH [5], ha validado un esparcímetro, con el cual se puede medir con un incremento angular mínimo de hasta 0.5° ; su equipo, básicamente lo forman: como fuente, un láser excímero; atenuadores de 15 o 40 %; un filtro espacial; una celda de vapor a la que se le distribuye oxígeno uniformemente y en la que se coloca la muestra; y finalmente el detector.

En este trabajo presentamos el diseño y la construcción de un esparcímetro de luz de alta resolución angular y amplio rango de detección de señales. En este instrumento las platinas utilizadas tienen una precisión angular de hasta 0.001°. La precisión angular del aparato es distinta a la de las platinas y depende de la distancia del detector a la muestra y del ángulo sólido del detector. El equipo utiliza dos detectores y el mínimo valor de señal que puede detectarse de forma satisfactoria con ellos y por tanto con este equipo, es 1 μ V. El máximo valor de señal que se puede medir con este esparcímetro es 0.5 V, cuyo valor está limitado por los amplificadores lock-in que se utilizan. Con este aparato se pueden hacer mediciones de reflexión especular y de esparcimiento. Utilizando un polarizador se puede seleccionar la polarización de la luz incidente. El programa de control del aparato se hizo en el lenguaje de programación Visual-Basic.

Los resultados experimentales obtenidos con este equipo son ajustados con modelos que hemos desarrollado [6,7]. De los ajustes, fueron determinados los espesores, índice de refracción, coeficiente de absorción de los materiales utilizados, así como la altura de la rugosidad y la longitud de correlación de cada sistema. Estos parámetros fueron comparados con los reportados en la literatura [8,9,10] y difieren hasta un 10 % con los reportados.

En este trabajo, para probar la precisión angular del equipo, se diseñaron dos sistemas. Uno formado por prisma BK7-vidrio/Ag/aire en el que empleamos polarización p de la luz incidente. El plasmón de superficie se excita en un valor de ángulo incidente igual a $\theta_i = 43.28^\circ$ y se manifiesta como un mínimo en las medidas de reflexión especular. En nuestro caso, el ancho del mínimo en el 50% de su profundidad es poco menor que 1.0°, y este instrumento lo puede definir sin dificultad alguna.

El otro sistema utilizado para probar la precisión angular de este instrumento es prisma BK7-vidrio/MgF2/ZnS/MgF2/aire. El espesor seleccionado de ZnS permite excitar un modo guiado transversal eléctrico (TE) utilizando polarización s de la luz incidente en $\theta_i = 65.98^\circ$. La excitación del modo guiado se manifiesta en las medidas de reflexión especular como un mínimo. Éste tiene un ancho de 0.1° en el 50% de su profundidad, y con el equipo se puede resolver su forma satisfactoriamente.

Para entender el concepto de un plasmón de superficie tenemos como base la teoría de Maxwell, la cual muestra que ondas electromagnéticas superficiales pueden propagarse a lo largo de una superficie metálica o en películas metálicas con un amplio espectro de frecuencias propias, desde $\omega = 0$ hasta $\omega = \omega_p / \sqrt{2}$, dependiendo del vector de onda k, siendo ω_p la frecuencia de plasma. Su relación de dispersión $\omega(\mathbf{k})$ queda a la derecha de la línea de luz, lo cual significa que los plasmones de superficie tienen un vector de onda mayor que el de la luz aunque tiene la misma energía $\hbar\omega$, propagándose a lo largo de la superficie. Por esto, son llamados plasmones de superficie no radiativos, los cuales describen fluctuaciones de la densidad superficial de electrones. Sus campos electromagnéticos decaen exponencialmente en el espacio perpendicular a la superficie y tienen su máximo en la superficie [11]. Los plasmones de superficie pueden ser excitados con luz y para lograr esta excitación se necesita un acoplamiento especial luz-plasmon (se acopla con rejillas, prismas, etc.).

La guía de onda es un conducto relleno de un material dieléctrico por el que viaja la onda electromagnética [12]. Ésta puede soportar modos guiados que son excitaciones electromagnéticas que transportan energía a lo largo de la guía y cuyos campos decaen exponencialmente en la dirección perpendicular a la superficie [13]. El modo guiado es una forma natural de mantenerse el campo electromagnético dentro de la guía de onda.

Para probar la sensibilidad en la detección que ofrece este equipo, en este trabajo se hicieron mediciones de esparcimiento en reflexión al segundo sistema, prisma BK7-vidrio/MgF₂/ZnS/MgF₂/aire. En este sistema de multicapas dieléctricas podemos observar la excitación del modo guiado TE en $\theta_i = 65.98^\circ$, y para detectarlo durante las mediciones de esparcimiento se fijó el ángulo incidente en $\theta_i = 48.07^\circ$.

En trabajos anteriores se han diseñado sistemas para hacer estudios de modos guiados electromagnéticos, con los cuales se ha podido probar la precisión de este esparcímetro. Uno de los sistemas fue prisma BK7-vidrio/Ag/MgF₂/aire, con el que se reportaron los resultados experimentales del esparcimiento resonante de luz usando la técnica de reflexión total atenuada (RTA) para polarización p y s [6]. En ese trabajo se investigó el mecanismo de inyección de luz asociada a los mínimos de reflexión en una guía de onda y el efecto de la rugosidad en la superficie de la guía.

En otro trabajo [14], se reportan resultados experimentales de la reflexión angular y espectral, así como mediciones de esparcimiento de luz del sistema realizadas a la multicapa aire/Ag/MgF₂/Ag.

2. Diseño del esparcímetro

2.1. Partes del esparcímetro

En la Fig. 1 se muestra un esquema de las principales partes del esparcímetro. En él presentamos las componentes típicas encontradas en los sistemas más sofisticados [15] que son: fuente de luz, montaje de la muestra, sistema de detección y paquete electrónico. Este último integrado básicamente por: amplificadores, controladoras, interfases, programas de control y la computadora. Todo el equipo está colocado sobre una mesa normal, sin sistema antivibratorio y no se encuentra aislado de las partículas de polvo presentes en el medio ambiente.



FIGURA 1. Diagrama del esparcímetro. El equipo está integrado por: Un láser L, un modulador de intensidades M, un polarizador lineal Po, un filtro de color @ 633nm F, un divisor Di, un atenuador, dos detectores D1 y D2, dos amplificadores lock-in A1 y A2, dos platinas P1 y P2, un porta muestras PM, un brazo o soporte para el detector SD, una controladora de motores C, una tarjeta de interface I, una computadora PC y los programas de control del equipo.

El esparcímetro está integrado por un láser L de longitud de onda λ = 632.8 nm (He-Ne @ 10 mW) que es la luz incidente. Al aparato se le pueden adaptar varias fuentes de luz incidente. El láser por su energía y su coherencia es conveniente en las medidas de esparcimiento.

Un modulador de intensidad **M** que opera a 500 Hz para los dos amplificadores *lock-in* utilizados (**A1** y **A2**). Con éste se modula la luz del láser, reduciendo tanto el ruido óptico como electrónico, esto permite eliminar todas las señales eléctricas excepto aquella frecuencia correspondientes al modulador de intensidad.

Un polarizador **Po** es utilizado para seleccionar la polarización deseada, un filtro de color @ 633nm **F** con un ancho de banda de 2 nm para eliminar cualquier luz parásita, un divisor **Di** para monitorear la energía del láser, del cual una pequeña porción del haz incidente llega al detector de referencia **D1**. El detector de referencia **D1** esta conectado a un *lock-in* **A1** y de este llega la señal de referencia a la computadora **PC**.

Un atenuador (no está en el esquema) que sólo es utilizado en mediciones de reflexión especular para disminuir la intensidad de luz que llega a la muestra y de ésta al detector, debido a que la luz del láser es muy intensa y supera el valor máximo de sensibilidad del *lock-in*.

El esparcímetro también está integrado por dos platinas **P1** y **P2** sobre las que se coloca el porta muestra **PM** y el brazo o soporte para el detector **SD**. Estas platinas están colocadas una sobre otra y sus movimientos son independientes. Las platinas del esparcímetro realizan movimiento circular y pueden girar 360°. El mínimo movimiento que éstas pueden realizar es 0.001° y pueden mover hasta 25 kg de peso. En la platina que está debajo se coloca el porta muestras **PM** y en la que está arriba se fija el soporte o brazo para el detector **SD**. En mediciones de reflexión especular se mueven las dos platinas para que el detector reciba todo el tiempo la señal que llega de la muestra y en mediciones de esparcimiento fijamos la posición de la muestra en un ángulo determinado y el detector se mueve alrededor de ella.

Otra de las partes que forman este instrumento es un porta muestras PM, el cual tiene cinco movimientos micrométricos que garantizan que la muestra se ubique a la altura apropiada para hacer la medición, que quede nivelada con respecto al plano horizontal, que se mantenga en el eje de rotación de la platina, en el eje óptico del sistema, y así quede ajustada al ángulo de incidencia. Un movimiento garantiza la altura de la muestra. Dos movimientos verticales permiten nivelar la muestra y mantenerla en el eje de rotación de la platina. Estos tornillos se ubican formando 90° uno con respecto al otro y cada uno desplaza la muestra hasta 5° con respecto al plano horizontal. Dos movimientos horizontales garantizan que la muestra quede en los ejes de rotación de la platina y óptico del sistema, por consiguiente queda ajustada al ángulo incidente. Estos movimientos están formando 90° uno con respecto al otro y cada tornillo traslada lateralmente la muestra hasta 1.5 cm.

En este instrumento también hay un brazo o soporte para detectores **SD** colocado sobre la platina rotatoria **P2**. El brazo está ajustado a la platina de forma que en caso de tener mucho peso alrededor del detector se coloca un contra peso en su otro extremo. Éste tiene perforaciones para colocar el detector a diferentes distancias de la muestra y mide 150 cm de longitud. A 25 cm de uno de los extremos tiene un orificio por el que pasa la muestra y a esta distancia se fija a la platina. Si medimos desde el centro de giro hasta un extremo tenemos 125 cm de distancia para poner el detector.

Otro detector **D2** (fotodiodo o fotomultiplicador) se usa para medir la señal que llega de la muestra. Éste se coloca y se mueve normal a la señal de esparcimiento que le llega. La sensibilidad, el bajo ruido, la linealidad y el rango dinámico fueron elementos importantes a la hora de seleccionar los detectores del esparcímetro.

Las ultimas partes que integran el esparcímetro son: dos amplificadores lock-in A1 y A2 (Stanford Research System Model SR530); uno usado para la adquisición de las señales del detector de referencia D1 y otro para adquirir las del detector que recibe la señal de la muestra D2. Una controladora de motores C, que puede manejar hasta cuatro motores, una tarjeta de interface I, una computadora PC y el elemento menos visible pero que lleva más de la mitad del esfuerzo en este trabajo, que es el programa de automatización y adquisición de datos. La adquisición de datos puede ser iniciada en cualquier posición que se coloque la muestra y el detector.

En nuestro caso integraremos al equipo el filtraje espacial de la luz que llega a la muestra. Un filtro espacial expande, limpia y remueve esparcimientos del haz del láser proporcionando una fuente casi puntual al llegar a la muestra.

2.2. Normalización

Para hacer la normalización de las señales detectadas en medidas de reflexión especular se coloca el detector de frente a la luz del láser y sin muestra se realiza esa medida. Esta señal es atenuada con un filtro calibrado para que la señal que llega del láser al detector no supere el valor de señal permitida por el aparato. Se divide esta señal entre la señal que le llega al detector de referencia y esto nos da un valor V1. Después se coloca la muestra y la señal que de ella se detecta en cada medida se divide entre la que llega del detector de referencia y esto nos da un valor V2. Entonces en cada medida se divide V2 entre V1.

Para obtener la señal normalizada al hacer mediciones de esparcimiento se divide la señal que se mide de la muestra entre la señal de referencia. Este valor se multiplica en cada medida por el ancho del área del detector y se divide por la distancia muestra-detector.

2.3. Programa de control del esparcímetro

Se desarrollo un programa llamado *SCATTERING* en el lenguaje *Visual-Basic* para el manejo de estas platinas y para procesar las señales. Con este programa de control se procesa toda la información obtenida de forma automática, así como el control de todos los movimientos según sea el tipo de medición que se desea hacer y permite hacer la normalización de las mediciones.

Con el programa se puede controlar el movimiento de hasta cuatro motores y se pueden leer hasta tres señales a la vez. También permite graficar los resultados que se van obteniendo en tiempo real. Otra de las posibilidades es que se pueden archivar los resultados obtenidos y realizar las operaciones matemáticas necesarias para comparar los resultados experimentales con la teoría desarrollada.

2.4. Precisión angular del equipo

La precisión angular del equipo durante las mediciones de reflexión especular puede llegar hasta 0.001°, que es la precisión que ofrece el fabricante de las platinas, porque toda la señal que se refleja de la muestra llega al detector.

Durante las mediciones de esparcimiento, la precisión angular va a depender de los siguientes elementos: uno es la precisión que ofrece el fabricante de las platinas, el otro está dado por el área del detector y finalmente depende de la distancia a la cual se hace la medición. Esta precisión se puede determinar de la siguiente manera: $\Delta \theta = \Delta S/R$, donde $\Delta \theta$ es el menor valor de ángulo con que se puede realizar el incremento angular sin que se mida dos veces parte de la misma señal, *R* es la distancia muestra-detector, que en nuestro caso puede tomar los valores siguientes: 130, 250, 500, 750, 1000 y 1100 mm y ΔS es el ancho del área del detector, que es 5 mm al hacer mediciones de reflexión especular y 1 mm al hacer mediciones de esparcimiento porque al detector se le coloca una capucha que tiene un orificio de ese diámetro.

En mediciones de esparcimiento por reflexión (si las medidas se hacen por ejemplo a 25 cm de la muestra) la precisión angular es de 0.3° .

2.5. Sensibilidad en la detección

La sensibilidad en la detección del equipo viene dada por el detector que se utilice. En nuestro caso como usamos amplificadores *lock-in* para procesar las señales obtenidas de los detectores, el valor máximo de la señal que se puede medir con el equipo está limitada por estos amplificadores y no puede exceder el valor de 0.5 V. El mínimo de detección viene dado por la mínima sensibilidad del detector. El equipo cuenta con dos detectores: un fotodiodo (PD) y un fotomultiplicador (PMT). Con el fotodiodo, el mínimo valor de señal que se puede medir es 1 mV pero con el fotomultiplicador (PMT) se pueden medir voltajes mucho más pequeños, pero su detección depende de la corriente que se le aplique. Con el PMT de nuestro equipo se pueden medir señales tan pequeñas como 1 μ V.

3. Teoría

Los datos teóricos de esparcimiento fueron calculados usando un modelo, que considera tres películas con una rugosidad superficial unidimensional solo en la interfase dielectrico/aire; (ver Fig. 1 en la Ref. 7). Rescribiendo la Ec. (27) de la Ref. 7 para el sistema estudiado y usando teoría de perturbaciones hasta segundo orden, obtenemos el patrón de esparcimiento que es la parte incoherente del coeficiente diferencial de reflexión:

$$\left\langle \frac{dr}{d\theta_s} \right\rangle_{\text{incoh}} = \left(\frac{2\pi h_4}{\lambda}\right)^2 \frac{\cos^2 \theta_s}{\cos \theta_i} \left| O\left(\gamma, \alpha_i\right) \right|^2 \\ \times \frac{1}{2\sqrt{\pi}} \left(\frac{2\pi \sigma_4}{\lambda}\right) \exp\left[\frac{-\left(\gamma - \alpha_i\right)^2 \sigma_4^2}{4}\right], \quad (1)$$

donde λ es la longitud de onda incidente, θ_s es el ángulo de esparcimiento, θ_i es el ángulo incidente, h_4 es la raíz cuadrática media de la altura de la rugosidad, σ_4 es la longitud de correlación, $\gamma = (2\pi)/\lambda n_1 \operatorname{sen} \theta_s$, $\alpha_i = (2\pi)/\lambda n_1 \operatorname{sen} \theta_i$ y n_1 es el índice de refracción del prisma BK7. El factor óptico es

$$O(\gamma, \alpha_i) = \frac{H_{4a}^{(1)}(\gamma, \alpha_i) - G_{4a}^{(1)}(\gamma, \alpha_i)r^{(0)}(\alpha_i)}{G_{4a}^{(0)}(\gamma, \gamma)}, \quad (2)$$

donde $r^{(0)}(\alpha_i)$ es el coeficiente de reflexión de Fresnel para el sistema no perturbado (sin rugosidad) dado por

$$r^{(0)}(\alpha_i) = \frac{H^{(0)}_{4a}(\alpha_i, \alpha_i)}{G^{(0)}_{4a}(\alpha_i, \alpha_i)}.$$
(3)

Los restantes términos de la Ec. (2) son:

$$H_{4a}^{(L)}(\gamma, \alpha_{i}) = \frac{1}{\beta_{4}(\alpha_{i})} \left[H_{3}^{'}(\alpha_{i}, \alpha_{i}) D^{(4)}(\gamma, \alpha_{i}) \exp\left[+i\beta_{4}(\alpha_{i})d_{4}\right] \left\{ + \left[\beta_{4}(\alpha_{i}) + \beta_{5}(\gamma)\right] \right\}^{L} + H_{3}(\alpha_{i}, \alpha_{i}) C^{(4)}(\gamma, \alpha_{i}) \exp\left[-i\beta_{4}(\alpha_{i})d_{4}\right] \left\{ - \left[\beta_{4}(\alpha_{i}) - \beta_{5}(\gamma)\right] \right\}^{L} \right], \quad (4)$$

$$G_{4a}^{(L)}(\gamma, \alpha) = \frac{1}{\beta_{4}(\alpha)} \left[G_{3}^{'}(\alpha, \alpha) D^{(4)}(\gamma, \alpha) \exp\left[+i\beta_{4}(\alpha)d_{4}\right] \left\{ + \left[\beta_{4}(\alpha) + \beta_{5}(\gamma)\right] \right\}^{L} + G_{3}(\alpha, \alpha) C^{(4)}(\gamma, \alpha) \exp\left[-i\beta_{4}(\alpha)d_{4}\right] \left\{ - \left[\beta_{4}(\alpha) - \beta_{5}(\gamma)\right] \right\}^{L} \right], \quad (5)$$

 $\operatorname{con} L = 0 \circ 1, \mathbf{y}$

$$H_{3}(\alpha_{i},\alpha_{i}) = \frac{1}{\beta_{3}(\alpha_{i})} \left[H_{2}^{'}(\alpha_{i},\alpha_{i})D^{(3)}(\alpha_{i},\alpha_{i}) \exp\left[+i\beta_{3}(\alpha_{i})d_{3}\right] + H_{2}(\alpha_{i},\alpha_{i})C^{(3)}(\alpha_{i},\alpha_{i}) \exp\left[-i\beta_{3}(\alpha_{i})d_{3}\right] \right], \quad (6)$$

$$G_3(\alpha, \alpha) = \frac{1}{\beta_3(\alpha)} \left[G_2'(\alpha, \alpha) D^{(3)}(\alpha, \alpha) \exp\left[+i\beta_3(\alpha)d_3 \right] + G_2(\alpha, \alpha) C^{(3)}(\alpha, \alpha) \exp\left[-i\beta_3(\alpha)d_3 \right] \right],\tag{7}$$

$$H_{3}^{'}(\alpha_{i},\alpha_{i}) = \frac{1}{\beta_{3}(\alpha_{i})} \left[H_{2}^{'}(\alpha_{i},\alpha_{i})C^{(3)}(\alpha_{i},\alpha_{i}) \exp\left[+i\beta_{3}(\alpha_{i})d_{3}\right] + H_{2}(\alpha_{i},\alpha_{i})D^{(3)}(\alpha_{i},\alpha_{i}) \exp\left[-i\beta_{3}(\alpha_{i})d_{3}\right] \right], \quad (8)$$

$$G'_{3}(\alpha,\alpha) = \frac{1}{\beta_{3}(\alpha)} \left[G'_{2}(\alpha,\alpha)C^{(3)}(\alpha,\alpha) \exp\left[+i\beta_{3}(\alpha)d_{3}\right] + G_{2}(\alpha,\alpha)D^{(3)}(\alpha,\alpha) \exp\left[-i\beta_{3}(\alpha)d_{3}\right] \right],\tag{9}$$

Los términos $H_2(\alpha_i, \alpha_i)$, $G_2(\alpha, \alpha)$, $H'_2(\alpha_i, \alpha_i)$, $G'_2(\alpha, \alpha)$, $D^{(J)}(\alpha, \alpha)$, $C^{(J)}(\alpha, \alpha)$ se obtienen de las Ecs. (9-14) de la Ref. 7, donde J puede valer 1, 2, 3, 4. De las Ecs. (4) y (5) considerando L = 0 obtenemos $H^{(0)}_{4a}(\alpha_i, \alpha_i)$ y $G^{(0)}_{4a}(\gamma, \gamma)$.

4. Muestra

Las muestras fueron preparadas en una cámara de alto vacío $(1 \times 10^{-6} \text{ mbar})$ por evaporación térmica, sobre un substrato de vidrio. Para el primer sistema se evaporaron 40 nm de plata. Para el segundo sistema, primeramente fue evaporada una película de MgF₂ de 1100.0 nm, seguida de una segunda película de ZnS de 174.0 nm y finalmente se evaporaron

1100.0 nm de MgF_2 . Los espesores de cada película fueron controlados usando monitoreo óptico y una balanza de cuarzo electrónica. El sistema a estudiar se completa uniendo la cara del substrato que no tiene muestra con aceite de inmersión a un prisma recto de vidrio BK7.

5. Resultados

Una vez construido el equipo, el primer objetivo a cumplir es comprobar su precisión angular y el segundo es comprobar su sensibilidad de detección. Para lograr estos dos objetivos se diseñaron dos sistemas en los que se pueden excitar modos electromagnéticos. Para cumplir el primer objetivo se realizaron mediciones de reflexión especular a los dos sistemas diseñados y para cumplir el segundo objetivo se hicieron mediciones de esparcimiento al segundo sistema.

En particular, diseñamos un primer sistema (prisma BK7-vidrio/Ag/aire) para poder excitar el plasmón de superficie en polarización p de la luz incidente y al que se le hicieron mediciones de reflexión especular.

El segundo sistema (prisma BK7-vidrio/MgF₂/ZnS/-MgF₂/aire) se diseñó para hacer una guía de onda de paredes dieléctricas. A este último sistema se le hicieron mediciones de reflexión especular y de esparcimiento en polarización *s* de la luz incidente.

Todas las mediciones realizadas en este trabajo, se hicieron utilizando la configuración RTA-Kretschmann [11] para polarización p ó s.

5.1. Medición de reflexión especular.

La reflexión como función del ángulo incidente para polarización p de la longitud de onda incidente 632.8 nm, se muestra en la Fig. 2. Esta medición fue hecha al primer sistema. En la gráfica se observa el ángulo crítico, entre el prisma y el aire, y en $\theta = 43.28^{\circ}$ se detecta un mínimo en reflexión, que corresponde a la excitación del plasmón de superficie. Los resultados experimentales están representados por círculos abiertos y los resultados teóricos están representados por una línea continua.

El ancho del mínimo en el 50 % de su profundidad tiene un valor menor que 1.0° y con un incremento angular de 0.1° durante la medición se resuelve bien la forma de la curva y la posición del mínimo.



FIGURA 2. Reflexión como función del ángulo incidente del sistema prisma BK7-vidrio/Ag(40 nm)/aire para una longitud de onda de 632.8 nm y polarización p de la luz incidente. La línea sólida corresponde a los datos teóricos y la de círculos abiertos corresponde a los resultados experimentales. El mínimo en $\theta = 43.28^{\circ}$ corresponde a la excitación del plasmón de superficie. Se muestran los valores del índice de refracción y del coeficiente de absorción obtenidos al hacer el ajuste de la curva experimental.

Los cálculos teóricos de reflexión especular fueron realizados utilizando un programa que creamos y en el cual se utiliza información dada en la Ref. 7. Para esta muestra de plata con 40 nm de espesor, los valores del índice de refracción $n_{Ag} = 0.135$ y del coeficiente de absorción $k_{Ag} = 3.91$ obtenidos al ajustar estos resultados experimentales usando nuestro modelo son comparados con los reportados en [8, 9] y la concordancia es buena.

La reflexión, como función del ángulo incidente, se muestra en la Fig. 3. Esta medición se realizó en polarización s de la luz incidente al sistema prisma BK7-vidrio/MgF₂/ZnS/MgF₂/aire el cual tiene espesores de 1100.0 nm de MgF₂, 174.0 nm de ZnS y 1100.0 nm de MgF₂. Con este sistema se creó una guía de onda monomodo de paredes dieléctricas. La relación entre los índices de refracción de estos materiales permite excitar el modo guiado a partir $\theta = 64.7^{\circ}$, que es el ángulo crítico entre el prisma y el MgF₂ (sen $\theta = n_{MqF_2}/n_1$). Este modo se manifiesta como un mínimo en las mediciones de reflexión especular y el ancho de este mínimo en el 50 % de su profundidad tiene un valor de 0.1°. La medición se realizó con un incremento angular de 0.01° y el mínimo aparece en $\theta = 65.98^{\circ}$. Los resultados experimentales están representados por círculos abiertos y los resultados teóricos están representados por una línea continua. Podemos ver que la coincidencia entre teoría y experimento es buena.

Los otros parámetros de los materiales dieléctricos utilizados para hacer los ajustes fueron fijados en: $n_{MgF_2} = 1.37$, $k_{MgF_2} = 10^{-4}$, $n_{ZnS} = 2.38$ y $k_{ZnS} = 10^{-4}$. Al comparar los valores obtenidos de estos índices con los reportados en las Refs. 8 y 9, encontramos que la coincidencia es buena.

Cuando se realizan mediciones de reflexión especular (si el ángulo incidente supera los 75°) el ensanchamiento del haz reflejado supera el ancho del área sensible del detector. Por



FIGURA 3. Reflexión como función del ángulo incidente del sistema prisma BK7-vidrio/MgF₂(1100.0 nm)/ZnS(174.0 nm)/MgF₂ (1100.0 nm)/aire para una longitud de onda de 632.8 nm y polarización *s* de la luz incidente. La línea sólida corresponde a los datos teóricos y la de círculos abiertos corresponde a los resultados experimentales. El mínimo correspondiente a la excitación del modo guiado está en $\theta = 65.98^{\circ}$.

Rev. Mex. Fís. 50 (5) (2004) 541-548

esta limitación, con este equipo no se pueden hacer mediciones de reflexión cercanas a la incidencia rasante (> 75°) y no fue corregida en el instrumento.

5.2. Medición de esparcimiento.

Para probar la sensibilidad en la detección de este equipo realizamos medición de esparcimiento de luz al sistema prisma BK7-vidrio/MgF₂/ZnS/MgF₂/aire. La medición de esparcimiento se realizó a 25 cm de la muestra, el incremento angular fue de 0.3° y el menor valor de las señales detectadas es aproximadamente 10 μ V.

En la Fig. 4 graficamos la luz esparcida en reflexión como función del ángulo de esparcimiento para polarización s de la luz incidente. Los resultados experimentales están representados por círculos abiertos y los resultados teóricos están representados por una línea continua. La intensidad de la luz esparcida se incrementa hacia ángulos positivos por ser la dirección del ángulo reflejado. En la curva experimental se detecta el haz de luz incidente $+\theta_i$, el reflejado $-\theta_i$ y RC, que es la luz reflejada en la cara del prisma. La curva alrededor de estas tres posiciones está plana, ya que la intensidad de luz supera la máxima señal que puede medir el amplificador lock*in*. La parte plana de la curva experimental alrededor de $\pm \theta_i$ y de RC abarcan intervalos angulares de 3° y de 2°, respectivamente. Los valores de estos intervalos son típicos, pudiendo reducirse si alejamos aún más el detector con respecto a la muestra, así podemos afirmar que tres grados es el mínimo ángulo que el detector se puede acercar a la dirección de retroesparcimiento.



FIGURA 4. Luz esparcida en reflexión contra ángulo de esparcimiento del sistema prisma BK7-vidrio/MgF₂/ZnS/MgF₂/aire, donde el ángulo incidente es θ_i = - 48.07°, para una longitud de onda de 632.8 nm y polarización *s* de la luz incidente. La línea sólida corresponde a los datos teóricos y la de círculos abiertos corresponde a los resultados experimentales. *RC* es la reflexión en la cara del prisma. Se muestran los valores del índice de refracción y del coeficiente de absorción obtenidos al hacer el ajuste de la curva experimental.

Cuando la reflexión alcanza un mínimo en alguna posición angular, éste se encuentra asociado a la excitación de un modo electromagnético y la luz esparcida alcanza un máximo. Si el ángulo incidente se fija en la misma posición que el modo guiado, la intensidad de los haces incidente y reflejado supera la del modo; por lo que en las mediciones de esparcimiento no se puede apreciar la intensidad de luz del modo guiado. Para medir sin que se vea opacado el pico del modo guiado fijamos el ángulo incidente en $\theta_i = -48.07^{\circ}$. Esto nos permite poder detectar con suficiente claridad, tanto en la curva teórica como experimental, la posición del modo guiado en $\theta = \pm 65.98^{\circ}$, aunque su intensidad es menor que cuando incidimos directamente sobre el modo excitado. La intensidad del modo guiado en la curva teórica es menor que la de los restantes picos, debido a que el ángulo incidente es diferente de la posición donde está ubicado el modo guiado.

El detector ve toda la señal de fondo en su trayectoria, por eso es que la señal que se detecta es alta en ocasiones al compararla con la curva teórica. Aun así las medidas proporcionan un estimado de los parámetros de la rugosidad.

El esparcimiento es debido a la rugosidad natural de cada interfase del sistema. Los parámetros de la rugosidad fueron inferidos por el ajuste de la curva teórica a los datos experimentales utilizando la Ec. (1), la cual fue calculada fuera de las condiciones de resonancia del sistema. Los parámetro obtenidos de esta forma son consistentes con los reportados en la literatura [10]. La raíz cuadrática media de la altura de la rugosidad obtenida fue $h_4 = 0.8$ nm y la longitud de correlación fue $\sigma_4 = 20$ nm. Nosotros no esperamos obtener una coincidencia muy grande entre los datos obtenido de los ajustes y los reportados en la Ref. 10 por la simplicidad del modelo, el cual considera sólo una interfase con una rugosidad unidimensional mientras que la rugosidad natural en la interfase de la muestra es bi-dimensional.

Con la Fig. 4, aparte de mostrar las medidas de esparcimiento y los parámetros de la rugosidad que pueden compararse con las reportadas en la literatura, queremos mostrar que la posición del modo se puede detectar en condiciones fuera de resonancia aunque no se alcanza teóricamente la altura suficiente.

Los restantes picos que se detectan en la curva teórica están ubicados en los siguientes posiciones angulares: 62.25° , 56.04° , 47.2° y 36.66° . En la curva experimental no se distinguen bien algunos de estos picos por ser poco intensos y estar cercanos a los haces incidente, reflejado y *RC*. Estos picos son debido a interferencia constructiva que ocurren en las películas de MgF₂ que rodean la guía. La posición de estos máximos o mínimos de interferencia son calculados utilizando la siguiente expresión [16]:

$$\sin \theta_i = \frac{1}{n_p} \sqrt{n_{MgF_2}^2 - \left(\frac{\lambda}{4d_{MgF_2}}\right)^2 (2m+n)^2},$$
 (10)

donde n_p índice de refracción del prisma, *m* y *n* son números enteros, *m* = 0, 1, 2,... y *n* puede valer 1 o 2. Si *n* = 1 encontramos la posición de los máximos y si *n* = 2 encontramos la posición de los mínimos.

6. Conclusiones

Para caracterizar la rugosidad superficial de películas delgadas, en este trabajo reportamos el diseño y la construcción de un esparcímetro de luz de sencillez de operación, optimizado para realizar mediciones de alta precisión angular y detección de señales débiles.

La precisión angular fue comprobada en mediciones de reflexión especular y la detección de señales débiles se comprobó en mediciones de esparcimiento.

Con el espesor seleccionado de la película delgada metálica en el sistema prisma BK7-vidrio/Ag/aire, se logró excitar en polarización p de la luz incidente el plasmón de superficie y en la medición de reflexión especular, se pudo detectar satisfactoriamente su posición. Para el caso de la guía de onda, con el espesor seleccionado de ZnS en el sistema prisma BK7-vidrio/MgF₂/ZnS/MgF₂/aire al usar polarización s, se logró excitar un modo guiado cuyo mínimo en mediciones de reflexión especular tiene un ancho de 0.1° en el 50 % de su profundidad. En las mediciones de reflexión especular se pudieron resolver satisfactoriamente las formas de las curvas midiendo en cada caso con precisión de un orden menor que el ancho del mínimo a la mitad de su profundidad. Los resultados experimentales fueron ajustados usando un modelo desarrollado por nosotros y con el cual se encontraron los valores de los espesores, de los índices de refracción y de absorción.

Al sistema de multicapas dieléctricas se le realizaron mediciones de esparcimiento por reflexión fuera de resonancia y el modo guiado fue detectado. Del ajuste de estas curvas encontramos los valores de la raíz cuadrática media de la altura de la rugosidad y la longitud de correlación. Estos parámetros obtenidos con el modelo fueron comparados con los reportados en la literatura y su coincidencia fue buena.

Agradecimientos

Se agradece a CONACYT el apoyo brindado para la realización de este trabajo a través del proyecto 35223-E.

- 1. M.E. Knotts, T.R. Michel y K.A. O'Donnell, *J. Opt. Soc. Am. A* **10** (1993) 928.
- 2. J. Figa-Saldaña et al., Can. J. Remote Sensing 28 (2002) 404.
- P. Beckmann y A. Spizzichino, *The scattering of electromagnetic waves from rough surfaces*, (Artech House, Inc. Norwood, MA., 1987).
- Koo Voon Chet, Chung Boon Kuan, Chuah Hean Teik, *Proceeding of IGARSS'99 Symposium*, Hamburg Germany, Jun 1999. IEEE, (1999).
- T.M. Bloomsteins, *Technology Transfer # 03094436A-ENG*, September 30 (2003) 1.
- A.S. Ramírez-Duverger, J. Gaspar-Armenta y R. García-Llamas, J. Opt. Soc. Am. A 20 (2003) 1582.
- R. García-Llamas, L.E. Regalado y C. Amra, J. Soc. Am. A 16 (1999) 2713.
- 8. E.D. Palik, (Ed.) *Handbook of optical constants of solids I*, (Academic Press, Inc. New York, 1985).

- 9. E.D. Palik, (Ed.) *Handbook of optical constants of solids II*, (Academic Press, Inc. New York, 1991).
- N. Mayani, F. Varnier y G. Rasigni, J. Opt. Soc. Am. A 7 (1990) 191.
- 11. H. Raether, *Surface plasmon on smooth and rough surfaces and on gratings*, (Springer-Verlag, Berlin Heidelberg, 1988).
- D.E. Gray, (Ed.) American Institute of Physics Handbook, (Mc Graw - Hill Book Company, Inc. New York, 1993).
- J.D. Jackson, *Classical electrodynamics*, (Third Edition, John Wiley & Sons, Inc. New York, 1998).
- A.S. Ramírez-Duverger y R. García-Llamas, Opt. Comm. 227 (2003) 227.
- J.C. Stover, *Optical Scattering, Measurement and Analysis*, (SPIE Optical Engineering Press, Bellingham, Washington, USA, 1995).
- R. García-Llamas y C. Márquez-Beltran, *Appl. Opt.* **39** (2000) 4698.