

DETERMINACIÓN EXPERIMENTAL DE ÍNDICES DE REFRACCIÓN EN PELÍCULAS SEMICONDUCTORAS : CDS , Ti_3O_5

Sandro Rodríguez Laura, Oscar Miculicich Egoavil, Christian Oliva Chirinos
Arturo Fiorentini Aguirre, Aníbal Valera Palacios

Laboratorio de Óptica - Facultad de Ciencias
E-mail: avalera@uni.edu.pe

RESUMEN

En este trabajo se presenta el resultado de mediciones del índice de refracción en películas semiconductoras de sulfuro de cadmio (CdS) y óxido de titanio (Ti_3O_5), realizadas por los métodos de: ángulo de reflexión Brewster, espectros de transmisión y efecto de guía de ondas óptica.

ABSTRACT

In this work, we present results of measurements of the refraction index realized with semiconductors in the form of thin films: cadmium sulfide (CdS) and titan oxide (Ti_3O_5). The applied method involves: the determination of the Brewster reflection angle, transmission spectra and optical wave guide effect.

INTRODUCCIÓN

Los semiconductores elaborados en la forma de películas delgadas constituyen una alternativa sumamente interesante para la elaboración de nuevos materiales, con potenciales aplicaciones fotónicas y, en particular, en el diseño de nuevas celdas solares.

No obstante, dependiendo del modo de elaboración (evaporación al vacío, glow discharge, etc.), las características estequiométricas de los materiales en la forma de película delgada, pueden diferir notablemente de los estándares conocidos (por ejemplo, del monocristal), lo que en la práctica significa que tanto, las propiedades físicas de éstos como sus posibles aplicaciones sean completamente nuevas. Motivo por el cual, se hace necesario, en cada caso, efectuar diagnósticos completos con el objeto de especificar con gran certeza el material construido y sus nuevas propiedades.

La determinación de los parámetros ópticos de estos materiales (índice de refracción n , coeficiente de absorción α), constituye una de las principales tareas de diagnóstico. Esta información permite, por ejemplo, la determinación precisa del espesor de la muestra, como también el diseño geométrico de una guía de onda óptica en base a este material.

Los materiales semiconductores que se presentan en este estudio: CdS y Ti_3O_5 han sido aplicados exitosamente por nuestro grupo en la elaboración de diversas configuraciones de celdas solares [1], [2], [3].

En este trabajo se presentan los resultados de medición de la evolución espectral de los índices de refracción de los materiales semiconductores: CdS y Ti_3O_5 y los métodos experimentales empleados.

FUNDAMENTO TEÓRICO

El fundamento teórico de los métodos experimentales que aquí se presentan, ha sido tratado ampliamente en otros trabajos [4], [5], limitándonos por tanto a resumir aquí lo más relevante de cada caso.

A. Angulo de Brewster

Al incidir un haz monocromático, polarizado en el plano de incidencia, sobre una superficie (película semiconductor) de índice de refracción n , el haz reflejado alcanzará un valor mínimo para un ángulo de incidencia θ_B , tal que :

$$\tan \theta_B = n_e$$

donde n_e es el índice de refracción de la muestra para la longitud de onda (\ddot{e}) del haz incidente. Por tanto, al encontrarse experimentalmente el ángulo θ_B , se obtiene el valor del índice de refracción n_e para esa longitud de onda \ddot{e} .

B. Modos de transmisión

Al incidir un haz monocromático λ de manera normal sobre una película de espesor d y de índice de refracción n_e , la fracción de radiación transmitida T , está dada por la relación:

$$T = t_{12}^2 t_{21}^2 / (1 + r_{21}^4 - 2 r_{21}^2 \cos 2 k d)$$

donde:

$$\begin{aligned} t_{12} &= (2 n_e / 1 + n_e), \\ t_{21} &= (2 / 1 + n_e), \\ r_{12} &= (1 - n_e / 1 + n_e), \\ r_{21} &= (n_e - 1 / n_e + 1), \\ k &= 2\pi n_e / \ddot{e} \end{aligned}$$

Si la radiación monocromática que incide sobre la muestra varía en cierto rango espectral, el coeficiente de transmisión T , asumirá valores máximos o mínimos de acuerdo a que se cumplan las siguientes condiciones:

Máximos : $2 k d = 2 N \ddot{e}$
o correspondientemente: $2 n_e d = N \ddot{e}$

Mínimos : $2 k d = 2 (N + 1/2) \ddot{e}$
o correspondientemente: $2 n_e d = (N + 1/2) \ddot{e}$

Por tanto, el espectro resultante será de tipo acanalado (con máximos y mínimos sucesivos), bastando encontrar un solo valor N (orden de la interferencia) para poder deducir el espesor d de la muestra y la dependencia espectral del índice de refracción del material.

C. Modos de guía de ondas

La estructura de guía de onda óptica usada en este trabajo es la de una capa semiconductor uniforme depositada sobre un substrato de vidrio. Para que un rayo de luz se pueda propagar por la película de un extremo al otro, éste debe cumplir la condición de resonancia:

$$2 k_0 n_e d \sin \theta - 2 \phi_V - 2 \phi_A = 2 M \ddot{e}$$

En donde: $k_0 = 2 \pi / \ddot{e}$, d es el espesor de la película semiconductor, θ es el ángulo de propagación del rayo dentro del semiconductor, ϕ_V , ϕ_A son los desfases producidos por el rayo al reflejarse en las fronteras vidrio, aire, respectivamente. y M es un valor entero correspondiente a cada rayo de propagación.

La ecuación de resonancia descrita es una ecuación trascendente, que debe ser resuelta por aproximaciones sucesivas y que permite obtener de manera directa, los valores n_e y d , siempre y cuando se conozcan por lo menos dos valores consecutivos θ_i y M_i .

PARTE EXPERIMENTAL

En esta sección se describen los principales métodos seguidos en la caracterización de las muestras estudiadas, así como los resultados obtenidos.

Los recubrimientos semiconductores (CdS), (Ti_3O_5) se realizaron por el método de evaporación al vacío sobre láminas de vidrio.

A. Mediciones del Angulo Brewster

El equipo empleado en las mediciones del ángulo Brewster se muestra esquemáticamente en la figura 1. Un haz monocromático (675 nm) y linealmente polarizado en el plano de incidencia, se hace incidir

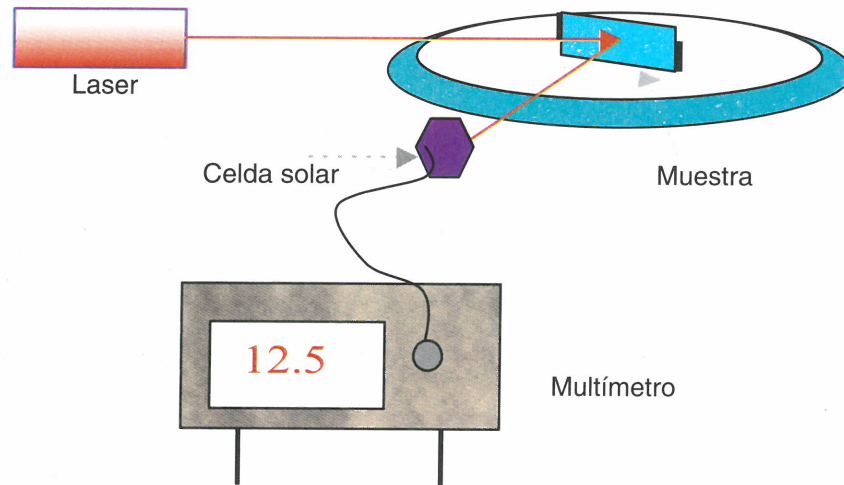


Fig. 1 Equipo para medición del ángulo Brewster

obre la muestra adherida a una plataforma rotable.

El reflejo de la muestra es medida por una pequeña celda solar, cuya señal es detectada por un multímetro.

La medición consiste en medir la intensidad de la señal producida en función del ángulo de incidencia. En las

figuras 2 y 3 se muestran respectivamente los resultados obtenidos para las películas de sulfuro de cadmio (CdS) y óxido de titanio (Ti_3O_5).

En el caso del semiconductor CdS , el mínimo obtenido corresponde al ángulo:

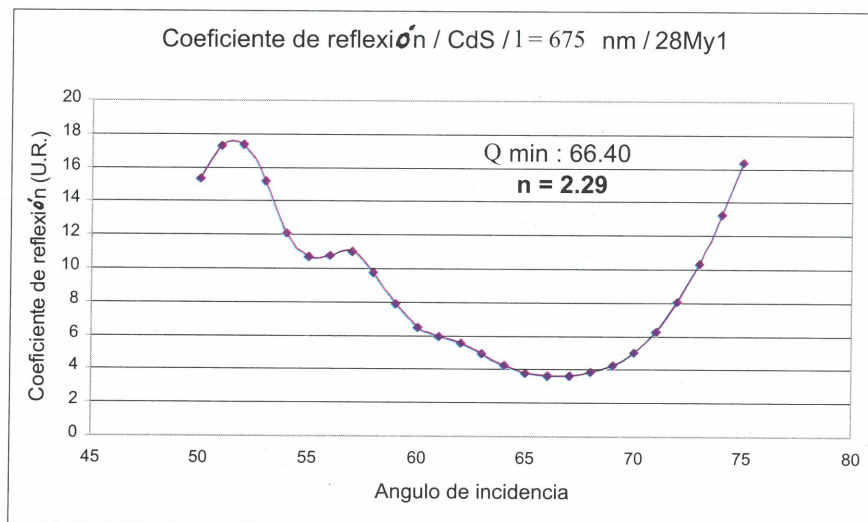


Fig. 2 Determinación experimental del ángulo de Brewster para una película semiconductor de CdS .

$$\theta = 66,4^\circ \pm 0,5^\circ$$

Valor que corresponde al índice de refracción $n =$

$2,29 \pm 0,05$; para CdS en la longitud de onda de 675 nm.

En el caso del semiconductor Ti_3O_5 , el mínimo

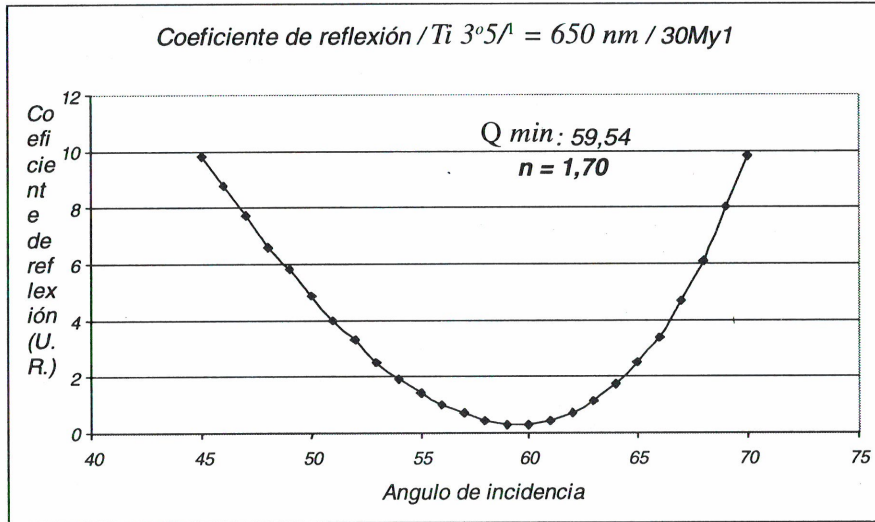


Fig. 3 Determinación experimental del ángulo de Brewster para una película semiconductor de Ti_3O_5 .

obtenido corresponde al ángulo:

$$\theta = 59,5^\circ \pm 0,5^\circ$$

Valor que corresponde al índice de refracción $n = 1,70 \pm 0,05$, para Ti_3O_5 en la longitud de onda de 675nm.

B. Mediciones de Transmitancia Espectral

En la figura 4 se ilustra esquemáticamente el arreglo

experimental empleado. Un haz de luz blanca incide normalmente sobre la muestra semiconductor. La luz transmitida es enfocada a la entrada de una guía óptica, que conduce la señal finalmente a un multicanal óptico (OMA), el cual analiza inmediatamente la señal y la descompone espectralmente.

En la figura 5 se muestra uno de los espectros de transmisión obtenidos para una película de CdS.

En el espectro de transmisión de la figura 5 se identificó

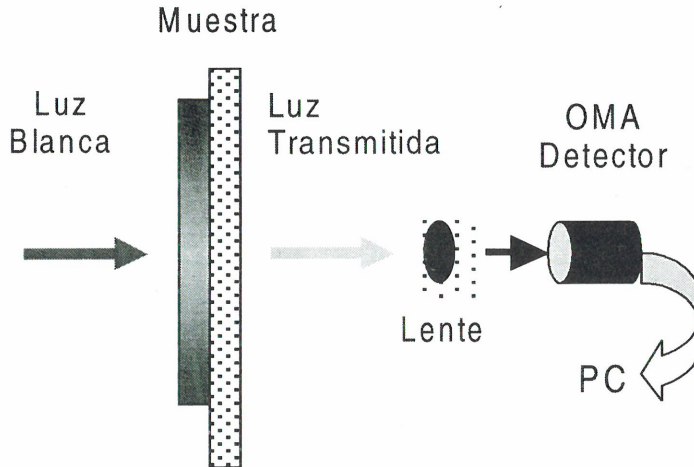


Fig. 4 Diagrama esquemático del arreglo experimental empleado en la medición de espectros de transmisión

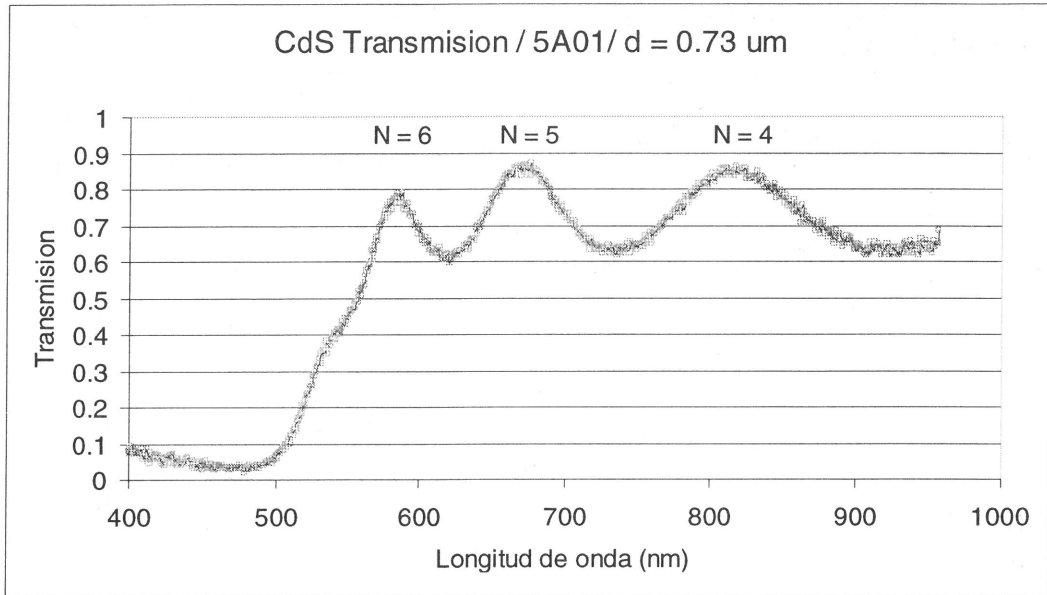


Fig. 5 Espectro de transmisión obtenido para una película semiconductor de CdS de $0,73 \mu\text{m}$ de espesor mediante un analizador óptico multicanal.

los órdenes de transmisión máximos (como se indica, por ejemplo $N = 4$, $N = 5$, $N = 6$, etc.). Lo que, basándose en el índice de refracción encontrado anteriormente (Parte A), permitió encontrar el espesor correspondiente ($d = 0,73 \mu\text{m}$) y algunos valores del índice de refracción espectral.

El procedimiento anterior se siguió para cerca de 30 muestras distintas de CdS, elaboradas bajo las mismas condiciones, con espesores entre $0,45 \mu\text{m}$ y $8,2 \mu\text{m}$. Todos los valores de índices de refracción espectral obtenidos son graficados en la figura 6.

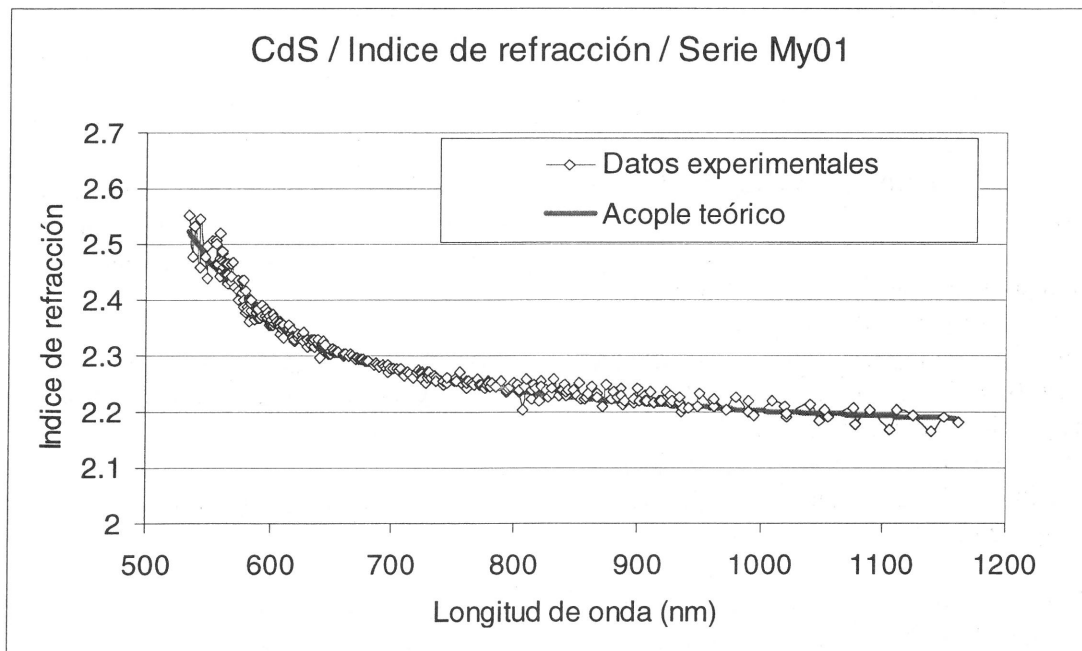


Fig. 6 Curva espectral de índices de refracción de CdS, obtenida del análisis de espectros de transmisión.

El acople teórico de la curva experimental (figura 6) se ajusta a una dependencia de la forma:

$$n^2 = 1 + A + [B Ev^2 / (E_0^2 - Ev^2)]$$

donde $E\nu = h\nu$, resultando en este caso: $A = 3,65$, $B = 0,838$, $E_0 = 2,83$

En la figura 7 se presenta, de manera análoga, el espectro de transmisión de una película de Ti_3O_5 .

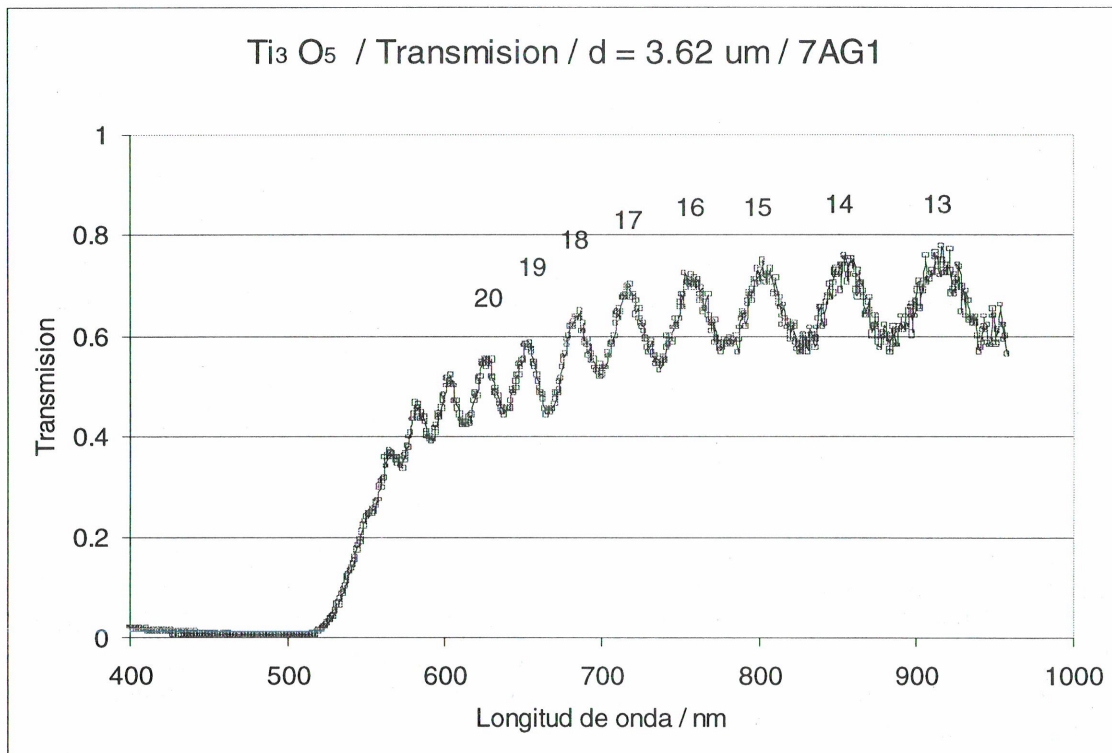


Fig. 7 Espectro de transmisión obtenida para una película semiconductor de Ti_3O_5 de 3.62 nm de espesor mediante un analizador óptico multicanal.

obtenida mediante el mismo procedimiento descrito en la figura 4.

En el espectro de transmisión de la figura 7 se identifica de igual modo los ordenes de transmisión máximos (como se indica en el mismo espectro, por ejemplo $N = 13$, $N = 14$, $N = 15$, etc.). Lo que, basándose en el índice de refracción encontrado anteriormente (Parte A), permitió encontrar el espesor correspondiente ($d = 3.62 \mu m$) y algunos valores del índice de refracción espectral.

El procedimiento anterior se siguió para cerca de 25 muestras distintas de Ti_3O_5 , elaboradas bajo las mismas

condiciones, con espesores entre $0.6 \mu m$ y $9 \mu m$. Todos los valores de índices de refracción espectral obtenidos son graficados en la figura 8.

El acople teórico de la curva experimental (figura 8) se ajusta de igual modo a una dependencia de la forma:

$$n^2 = 1 + A + [B Ev^2 / (E_0^2 - Ev^2)]$$

donde $E\nu = h\nu$, resultando en este caso: $A = 1,477$; $B = 2,797$; $E_0 = 4,88$

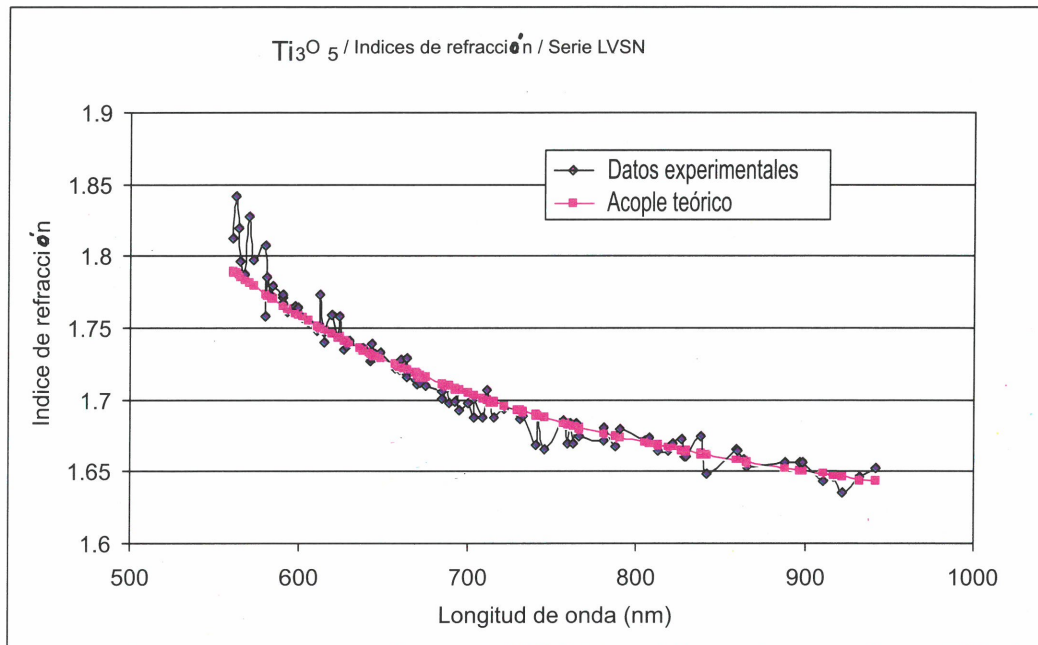


Fig. 8 Curva espectral de índices de refracción de Ti₃O₅, obtenida del análisis de espectros de transmisión.

C. Mediciones de Transmisión de Vías Ópticas

En la figura 9 se muestra de manera esquemática el arreglo experimental empleado en la determinación experimental (*) de los modos de propagación en una guía óptica. Un haz monocromático (luz láser de 633 nm) incide sobre un prisma (n = 1.785) de acople haciendo un ángulo θ_i . El haz se transmite por el prisma, llegando a pasar hacia la guía óptica.

Si la inclinación del haz que llega a la guía óptica cumple la condición de resonancia, el rayo se propagará y llegará al otro extremo de la guía, emergiendo e iluminando el detector D.

El método de detección de los modos de propagación, consiste en variar el ángulo de incidencia θ_i incide normalmente sobre la muestra y evaluar al mismo tiempo con el detector D la intensidad emergente.

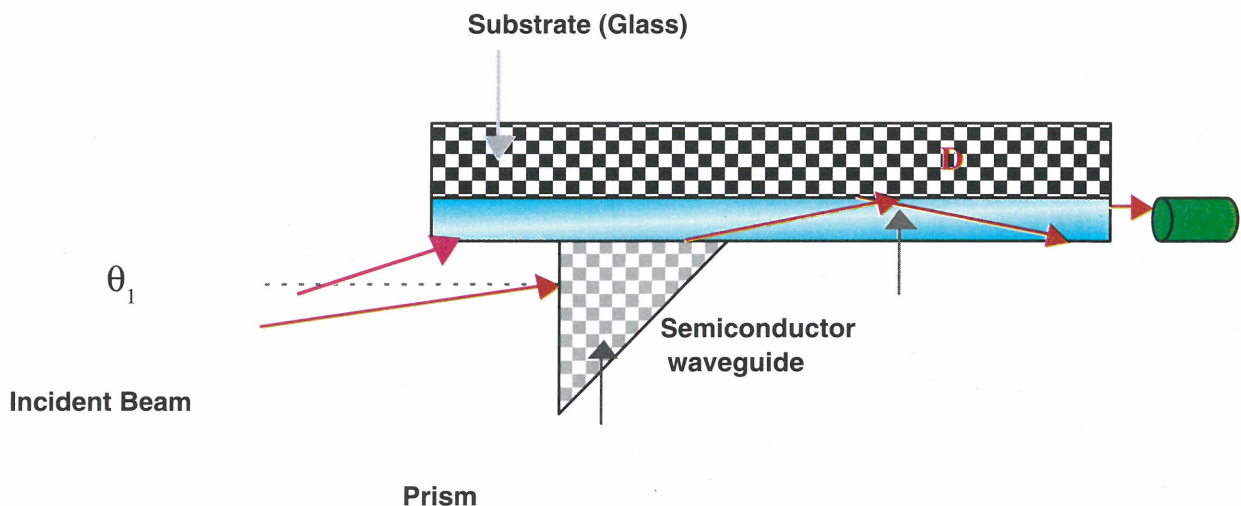


Fig. 9 Diagrama esquemático del principio experimental empleado en la medición de modos de propagación en guías ópticas.

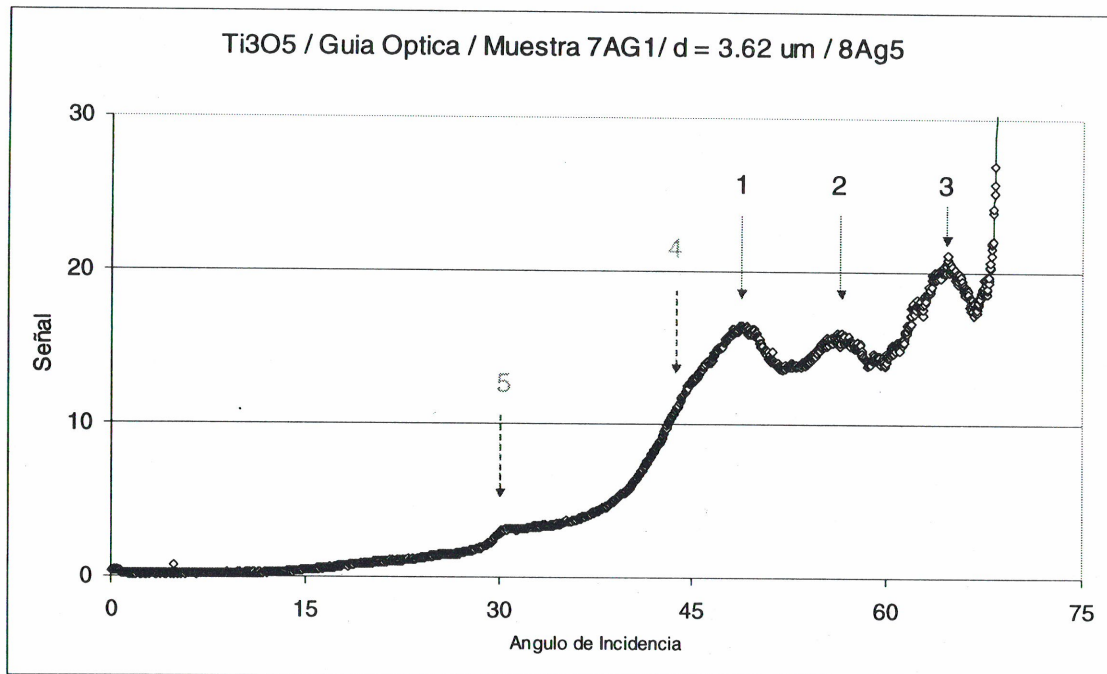


Fig. 10 Respuesta de la propagación de modos en una guía óptica plana semiconductor de Ti_3O_5 (Espesor 3,62 μm) para $\lambda = 633$ nm.

De la respuesta de propagación de modos mostrada en la figura 10, se observa 3 máximos relativos, obtenidos para los ángulos de incidencia :

Modo (relativo)	Angulo θ_i (grados)
1	$49,5 \pm 0,5$
2	$56,6 \pm 0,5$
3	$64,8 \pm 0,5$

Estos 3 ángulos son introducidos en la ecuación de resonancia (**), obteniéndose como resultado, que los tres modos corresponden a los modos absolutos 7, 8 y 9 de una película de espesor $d = 3,606$

$\pm 0,005 \mu\text{m}$ y de índice de refracción $n_{633} = 1,746 \pm 0,003$. Basándose en esta última determinación se recalcula todos los modos posibles de esta guía de onda:

Modo absoluto	Angulo θ_i (grados)
0	22,36
1	24,01
2	26,59
3	29,93
4	33,91
5	38,49
6	43,66
7	49,56
8	56,42
9	64,88

De la curva de dependencia espectral de índices de refracción de Ti_3O_5 (figura 8) se obtiene, que para la longitud de onda de 633 nm el índice correspondiente debería ser aproximadamente $n_{633} = 1,74$. Lo cual coincide plenamente con el resultado encontrado por el método de propagación en guía óptica.

En el caso de las muestras semiconductoras de Ti_3O_5 , se observa la excelente correlación existente, obtenida a partir de tres procedimientos independientes. En el caso de las películas semiconductoras de CdS el análisis de guía óptica aún no se concluye y será presentado próximamente.

DISCUSION DE RESULTADOS

Como se observa, la metodología seguida en este trabajo conlleva a un refinamiento en la determinación del índice de refracción de un material y consecuentemente del espesor y otros parámetros del mismo.

El método del ángulo de Brewster nos proporciona un valor relativamente grueso (orden de magnitud) del índice de refracción, el cual, a su vez, nos permite estimar a partir de las medidas de transmitancia el espesor de la muestra y la correspondiente dependencia espectral del índice de refracción. Finalmente, las medidas de propagación en guía óptica nos proporcionan valores mucho más precisos del índice de refracción y del espesor de la muestra.

No obstante, se debe mencionar que las medidas de propagación en guía óptica son mucho más críticas, requiriéndose para tal fin tener ya una idea aproximada de los parámetros ópticos (índice de refracción, espesor) y disponer de una muestra sumamente homogénea. Los modos de guía óptica obtenidos para Ti_3O_5 no son tan marcados como los obtenidos en otro tipo de muestras [6], lo cual se debe muy probablemente a la no-homogeneidad de la muestra empleada. Mas aún, de todos los modos posibles (10) en la guía sólo se pueden apreciar 3 y muy tenuemente los signados 4 y 5 (figura 10) con ángulos 44° y 30° , aproximadamente, que coinciden con los modos 6 y 3 respectivamente.

Una explicación de estos detalles será motivo de otra publicación.

CONCLUSIONES

El trabajo aquí descrito tiene como contribución importante, la de presentar la metodología experimental más apropiada, para determinar de un modo inequívoco los índices de refracción y el espesor de algún material, en particular nuevos materiales desarrollados en el laboratorio. Destacando en este análisis el método de propagación en guías ópticas.

Como contribuciones secundarias, se debe mencionar la disponibilidad de curvas espectrales del índice de refracción de los materiales CdS y Ti_3O_5 , que servirán para deducir rápidamente, a partir de los espectros de transmitancia, el espesor de las muestras elaboradas.

RECONOCIMIENTOS

- Este trabajo se realizó gracias al apoyo económico del Instituto General de Investigación (IGI) de la UNI, para la compra de materiales.
- Las mediciones de propagación de guías ópticas se empleó el sistema automatizado construido por el Prof. Guido Castillo [6].
- Tanto el análisis de los modos observados, así como el cálculo de modos absolutos se realizaron por programas en Pascal (TESPESOR, N_2) realizados por el profesor Roddy Ramos, actualmente realizando su doctorado en CAMPINAS / BRASIL.
- Nuestro mayor agradecimiento al Dr. Mauro Lomer de la Universidad de Cantabria / España, por sus recomendaciones y motivación de este trabajo.

REFERENCIAS

1. S. Rodríguez S., Gutiérrez L., Castillo G., Maldonado C., Valera A. "Celdas solares de película delgada en base a óxidos semiconductores: Ti_3O_5 , Bi_2O_3 " TECNIA, Vol. 10, N° 02, Pág. 49-56, Dic. 2000, Lima / Perú.
2. Fernández E., Castillo G., Valera A. "Elaboración y caracterización de celdas solares de película delgada de silicio amorfo y sulfuro de cadmio a-Si:H / CdS" TECNIA, Vol. 10, N° 01, Pág. 51-57, Julio 2000, Lima.

3. Mosquera L., Valera A. "Celdas Solares de película delgada de Tipo unión Schottky: CdS/Au" TECNIA, Vol. 7, N° 01, Pág. 45-51, Nov. 1997, Lima.
4. Valera A., Eyzaguirre C. "Optica Física" Ed. Hozlo, 420 Pág., Nov. 1997, Lima.
5. Valera A., "Energía Solar I" Ed. Hozlo, 394 Pág. 1993, Lima.
6. Castillo G., Ramos R., Loayza C., Fernández E., Eyzaguirre C., Valera A., Lomer M. "Sistema automatizado de detección de modos de propagación en guías ópticas" TECNIA, Vol. 9, N° 02, Pág. 47-52, Dic. 1999, Lima.
7. Ebeling K.J. "Integrated Opto-Electronics" Springer-Verlag, Berlín, 1992.
8. Ramponi R. et al. "New Er-doped phosphate glass for ion-exchange active waveguides: accurate determination of the refractive index" Optical Materials 14 (2000) 291-296.
9. Swanepoel R. "Determination of the thickness and optical constants of amorphous silicon".