## UNIVERSIDADE FEDERAL DE JUIZ DE FORA PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM FÍSICA COORDENAÇÃO DE PÓS-GRADUAÇÃO EM FÍSICA

Alberto da Costa Assafrão

## Determinação de Parâmetros Térmicos do Carbeto de Silício via Espectroscopia de Lente Térmica

Dissertação apresentada ao Departamento de Física da Universidade Federal de Juiz de Fora para a obtenção do título de Mestre em Física.

Orientador: Dr. Virgílio C. dos Anjos

Juiz de Fora - Minas Gerais - Brasil Julho, 2008

"Que que foi, que que foi, que que há? Digo..."

## Agradecimentos

#### A Deus,

Aos meus pais, Leca e Lilia, por acreditarem em mim,

Ao prof. Virgílio pela orientação neste trabalho, pelo convívio sempre agradável e principalmente por sua paciência e boa vontade em tirar minhas dúvidas,

A minha irmã Detises, que sempre está a um passo adiante, hehehe, e ao Cunhado André, também chamado de Gordo, que foi o bandeirante dessa odisséia,

Ao grandes irmãos do Albergue: Marreco, Ralfete, Popoto, Rizzuta, Maruciana, Psycho, não se passou um dia sem umas boas gargalhadas!

Aos amigos de curso e todas as pessoas que passaram por minha vida ao longo desta jornada,

A todos os parentes que sempre me ajudaram nessa campanha, em especial para a tia Cininha e tia Jandira,

A todos os professores do Departamento de Física, em especial a professora Maria José V. Bell, que sempre tinha uma dica pra ajudar na montagem...,

Ao Hapkido, que manteve a mente e o corpo em ordem! Hapki,

A Capes, pelo auxílio financeiro durante a execução deste trabalho e a UFJF,

Por último, àqueles que sempre se mantiveram fiéis ao meu lado durante todo este tempo: O Heavy Metal, o Progressive Metal e a Cerveja!

#### RESUMO

Neste trabalho realizaremos uma caracterização termo-óptica de dois politipos hexagonais de Carbeto de Silício (SiC) usando uma técnica espectroscópica conhecida como Espectroscopia de Lente Térmica (LT).

Um breve resumo histórico sobre a técnica de LT e um pequeno estudo sobre semicondutores, em especial o SiC, serão apresentados. Mostraremos ainda toda a implantação da montagem experimental da LT, em detalhes, conforme realizada no Laboratório de Espectroscopia de Materiais do Departamento de Física da UFJF. Finalmente, aplicaremos a técnica para medir a difusividade térmica e a taxa de variação do caminho óptico com a temperatura (ds/dT) de nossas amostras SiC-4H e SiC-6H. Esses parâmetros trazem informações sobre como o calor se difunde pela amostra (difusividade térmica) e sobre como a amostra se deforma opticamente quando submetida a uma variação de temperatura (ds/dT).

Comparações com os dados disponíveis na Literatura serão feitas para a difusividade térmica. Não há dados disponíveis sobre a taxa de variação do caminho óptico com a temperatura para o SiC.

#### ABSTRACT

In this work, we will accomplish the thermo-optical characterization of two hexagonal politypes of Silicon Carbide (SiC) using a spectroscopic technique known as Thermal Lens Spectroscopy (TLS).

A brief summary of TLS historical evolution and a brief study about semiconductors, in special the SiC, are presented. We will also show, in details, the whole proccess of experimental setting up of the TLS, as we did in our lab.

Finally, we will use the TLS technique to measure the thermal diffusivity and the optical path change with temperature (ds/dT) of SiC-4H and SiC-6H samples. This parameters bring us information about the heat flowing through the sample (thermal diffusivity) and the optical distortion in a sample caused by a temperature change (ds/dT). We shall compare our results for thermal diffusivity with available data on literature. There is no available data on literature optical path change with temperature (ds/dT).

# Sumário

1	Intr	roduçã	o Geral	15
	1.1	Introd	ução	16
<b>2</b>	Sen	nicond	utores	19
	2.1	Introd	lução	20
	2.2	Semic	ondutores	20
		2.2.1	Teoria de bandas	20
		2.2.2	Classificação dos semicondutores	21
	2.3	O Car	·beto de Silício (SiC)	23
		2.3.1	Notação de Ramsdell	24
		2.3.2	Semicondutores de banda larga	25
		2.3.3	O Carbeto de Silício	25
		2.3.4	Propriedades Térmicas e Eletrônicas do SiC	26
3	$\mathbf{Esp}$	ectros	copia de Lente Térmica	29
	3.1	Introd	lução	30
	3.2	Histór	ia e Evolução da Lente Térmica	30
	3.3	Forma	ıção da Lente Térmica	34
4	Asp	oectos	Teóricos	36
	4.1	Carac	terísticas do Feixe Gaussiano - Introdução	37

	4.2	Características do Feixe Gaussiano - Teoria
	4.3	Características do Feixe Gaussiano - Análise das Equações $\ldots \ldots 43$
	4.4	ntrodução
	4.5	'eoria da Lente Térmica
		.5.1 Determinando o gradiente de temperatura $\Delta T(r, t)$ 49
		.5.2 Calculando a mudança do caminho óptico na amostra $\ .\ .\ .\ 50$
		.5.3 Obtendo a intensidade do campo elétrico no detector $\ldots \ldots 52$
	4.6	nálise das Equações
<b>5</b>	Asp	ctos Experimentais 56
	5.1	ntrodução
	5.2	montagem padrão da lente térmica
	5.3	Procedimentos Experimentais
		.3.1 Alinhamento de feixe de excitação
		.3.2 Instalação do "chopper"
		.3.3 Instalação da lente do laser de excitação 62
		.3.4 Medida da cintura do feixe de excitação 63
		.3.5 Alinhamento do He-Ne
		.3.6 Medida da cintura do He-Ne
		.3.7 O circuito para o detector de fotodiodo
		.3.8 Posicionamento da amostra e otimização do sinal
		.3.9 Calibragem do sistema
6	$\operatorname{Res}$	tados Experimentais 78
	6.1	ntrodução
	6.2	s amostras de SiC
	6.3	Resultados
		.3.1 Parâmetros do sistema

		6.3.2	Difusividade térmica	81
		6.3.3	Coeficiente de absorção	85
		6.3.4	Variação do caminho óptico em relação a temperatura $\mathrm{d} \mathrm{s}/\mathrm{d} \mathrm{T}$ .	86
		6.3.5	Sumário das características térmica do 4H-SiC e 6H-SiC	90
7	Con	clusão		92
$\mathbf{A}$	O P	Perfilôn	netro	95
	A.1	Introd	ução	95
	A.2	Funcio	onamento do Perfilômetro	96
	A.3	O Pro	grama de Análise do Feixe	96
	A.4	Especi	ficações técnicas	98
в	Med	dida da	a Cintura do Laser de Argônio pelo Perfilômetro	99
	B.1	Introd	ução	99
	B.2	Medid	as da Cintura do Argônio	100

# Lista de Figuras

2.1	Empilhamento de camadas para a formação do cristal. Inicia-se com uma primeira	
	camada A. Em seguida uma camada B é sobreposta. A esferas vermelha e verde	
	indicam dois possíveis lugares para a sobreposição de uma terceira camada C. $$ .	24
2.2	Coeficiente de absorção da radiação em função do seu comprimento de onda para	
	uma amostra 6H-SiC.	27
2.3	Condutividade térmica em função da temperatura para uma amostra 6 H-SiC . $\ .$	28
3.1	Representação esquemática da primeira montagem experimental de LT, em que:	
	C é a célula líquida, LT é o tubo do laser, M são espelhos, MP é um microp-	
	osicionador, PM é a fotomultiplicadora, A é uma abertura, S é um obturador, F	
	é um filtro de interferência, SM é um motor de passo, I é uma íris e MO é um	
	medidor de potência [15]	31
3.2	Primeiro sinal de lente térmica obtido a partir do arranjo experimental da Figura	
	$3.1\ [15].$ No eixo das abscissas temos o tempo e no eixo das ordenadas temos	
	a intensidade do sinal do laser. Note a existência de um transiente do sinal e a	
	consequente estabilização do sinal a uma intensiade maior do que a anterior. Isso	
	indica que houve a focalização do feixe de laser, caracterizando a lente térmica.	32

3.3	Esquema da montagem experimental da lente térmica extracavidade utilizada	
	por Hu e seus colaboradores [18]. Esse esquema é denominado "Lente Térmica	
	no modo de feixe único", por utilizar somente um laser para excitar e provar a	
	lente térmica.	33
3.4	Representação esquemática do efeito da lente térmica na configuração descasada.	
	O fato da taxa de variação do caminho óptico com a temperatura ( $ds/dT)$ (ou	
	simplesmente a taxa da variação da temperatura d n/dT, válido para líquidos) $% \left( \frac{1}{2}\right) = \frac{1}{2}\left( \frac{1}{2}\right) \left( \frac{1}{2}\right) \left($	
	ser menor ou maior que zero determina a natureza divergente ou convergente da	
	lente térmica gerada.	34
3.5	Típico sinal de lente térmica. (a) Se $ds/dT < 0$ , a lente é divergente. (b) Se	
	ds/dT>0,a lente é convergente	35
4.1	Perfil de um feixe gaussiano. Na região vermelha a intensidade é maior do que	
	na região azul	37
4.2	Parâmetros de um feixe gaussiano ao longo da trajetória de propagação após	
	passar por uma lente convergente. $\omega_0$ é o spot mínimo, $\omega(z)$ mostra a variação	
	do spot ao longo do eixo e $R(z)$ determina as frentes de ondas do feixe. $\ . \ . \ .$	43
4.3	Geometria para cálculo do ângulo de espalhamento $\theta_{beam}$ para um feixe gaussiano,	
	válido para grandes distâncias em z	44
4.4	Esquema da geometria usada pela teoria da lente térmica. A amostra é posi-	
	cionada em $z_1$ , sendo a orgem a posição onde a cintura do feixe de prova tem o	
	valor mínimo. O detector fica a uma distância $z_2$ da origem	47
5.1	Aparato experimental da lente térmica, onde E são os espelhos, L as lentes, D os	
	detectores e Ch o "chopper"	57

5.2	Sinal típico de lente térmica, intensidade versus tempo. Podemos ver o transiente	
	da intensidade do feixe las er de prova e sua consequente estabilização, no platô	
	que se forma. Quando o feixe é bloqueado pelo "chopper", o sinal decai. Este foi	
	o primeiro sinal que obtivemos usando a montagem descrita acima. $\ldots$ . $\ldots$ .	58
5.3	Esquema de condução do feixe de excitação, através dos espelhos E-1 e E-2, até	
	o anteparo	60
5.4	Instalação do "chopper". As lentes L-1 e L-2 têm foc o $f=10cm.$ . $.$ . $.$ .	61
5.5	Esquematização da pá do "chopper" encobrindo o feixe do laser. O tempo total	
	pode chegar a ordem de milisegundos.	62
5.6	Local apropriado para a lente L-3, com foco 20cm. A lente está montada em um	
	transladador xyz, o que permite ajustes finos. $\ldots$ $\ldots$ $\ldots$ $\ldots$ $\ldots$ $\ldots$	63
5.7	Esquematização do experimento para a medida da cintura. Em a) temos a curva	
	experimental esperada e em b) a montagem experimental. $\ldots$ $\ldots$ $\ldots$ $\ldots$	64
5.8	Gráfico obtido para a medida da cintura do laser de argônio a 20A, utilizando um	
	"pinhole" de 20 mícrons	66
5.9	Inserção do laser de prova na montagem. O ângulo entre os feixes deve ser menor	
	do que 1,5 graus	67
5.10	Inserção da lente L-4 na montagem	68
5.11	Gráfico da cintura ao quadrado em função da distância pelo método do per-	
	filômetro. A curva em vermelho é o ajuste de uma parábola. O ponto mínimo da	
	parábola corresponde à posição do foco da lente	71
5.12	Gráfico da cintura ao quadrado em função da distância deslocada para a origem.	
	A curva em vermelho é o novo ajuste de uma parábola	72
5.13	Gráfico da intensidade em função da distância para o cálculo da cintura pelo	
	método do "Pin Hole"	73
5.14	Corte transversal de um fotodiodo de silício	74

5.15	Circuito para o detector de fotodiodo. Em a), temos o modo fotovoltáico. Em b)	
	o circuito corresponde ao modo fotocondutivo. A resistência usada foi de 5KOhm.	75
5.16	Sinal de Lente Térmica de aproximadamente $7,2\%$ da intensidade total. Exemplo	
	de como deve ser a intensidade do sinal de LT	76
5.17	Sinal de Lente Térmica para a amostra de Telureto (amostra Q3), sob as mesmas	
	condições descritas em [27]	77
6.1	Curva experimental da amostra SiC-4H para uma potência de 325mW do laser	
	de excitação a 488nm. $\hdots$	81
6.2	Curva experimental da amostra SiC-4H para uma potência de 248mW do laser	
	de excitação a 488nm	82
6.3	Curva experimental da amostra SiC-6H para uma potência de 550mW do laser	
	de excitação a 514nm.	83
6.4	Curva experimental da amostra SiC-6H para uma potência de 480mW do laser	
	de excitação a 514nm	84
6.5	Gráfico do coeficiente de absorção em função do comprimento de onda para o	
	4H-SiC	85
6.6	Gráfico do coeficiente de absorção em função do comprimento de onda para o	
	6H-SiC	86
6.7	Gráfico do parâmetro $\Theta$ dividido pelo comprimento efetivo da amostra 4H em	
	função do comprimento da potência do laser de excitação. O coeficiente angular	
	da reta em vermelho nos fornece ds/dT	88
6.8	Gráfico do parâmetro $\Theta$ dividido pelo comprimento efetivo da amostra 6H em	
	função do comprimento da potência do laser de excitação. O coeficiente angular	
	da reta em vermelho nos fornece ds/dT	89

A.1	Tela principal do programa de análise do feixe do laser, fornecido pela Newport	
	para o Perfilômetro LBP-2. 1-Área de visualização do feixe; 2-Valores do perfil	
	do feixe; 3-Perfil de intensidade do feixe	. 97
<b>D</b> 4		
B.1	Curva experimental e ajuste para a cintura do feixe de Argônio com um filtro	
	neutro, densidade óptica de 1,6	. 100
B.2	Curva experimental e ajuste para a cintura do feixe de Argônio para uma sequência	
	de filtros neutros , de densidades ópticas 1,6 e 1,3, respectivamente	. 101

## Lista de Tabelas

2.1	Lacuna de energia de alguns semicondutores. Para valores acima de	
	$2\mathrm{eV}$ o material é chamado de semicondutor de lacuna larga (do termo	
	inglês, wide gap semiconductor)	25
2.2	Valores para as propriedades térmo-ópticas do SiC publicados na lit-	
	eratura e suas respectivas referências	27
5.1	Cintura, foco e Parâmetro confocal para o laser de He-Ne pelos métodos	
	do Perfilômetro e do "Pin Hole"	74
5.2	Parâmetros geométricos do sistema usados nas medidas de lente térmica	
	para a calibragem da montagem. * Valor medido pelo perfilômetro,	
	ver Apêndice B	76
6.1	Parâmetros geométricos e potências do sistema usados nas medidas	
	de lente térmica para o carbeto de silício	80
6.2	Valores da difusividade térmica em função da potência do laser de	
	excitação.	82
6.3	Valores da difusividade térmica em função da potência do laser de	
	excitação.	84
6.4	Valores finais para as características térmicas do SiC-4H e SiC-6H $$ .	90

Capítulo 1

# Introdução Geral

### 1.1 Introdução

A crescente demanda por novas tecnologias têm levado muitos cientistas, na área de semicondutores, a aprimorar a qualidade cristalina de semicondutores já existentes ou a buscar novos compostos que sejam capazes de substituir os que são atualmente empregados. Dentre as inúmeras alternativas disponíveis, o Carbeto de Silício, SiC, vem ganhando destaque por apresentar grandes vantagens em relação a outros compostos. Dentre as diversas propriedades do SiC, que serão estudadas apropriadamente em capítulo posterior, podemos citar sua alta condutividade e difusividade térmica, o que na prática permite que compostos de SiC sejam empregados em circuitos eletrônicos e optoeletrônicos, desenhados para operar em condições extremas, como em altas temperaturas [1] ou em potências elevadas [2]. Desta forma, o conhecimento de suas propriedades termo-ópticas - tais como condutividade térmica (K), difusividade (D) e variação do caminho óptico com a temperatura (ds/dT)- são de grande importância, de forma a projetar novos dispositivos, sejam eles eletrônicos ou opto-eletrônicos. De um modo geral, a difusividade e a condutividade térmica trazem informações quantitativas sobre fluxo e dissipação de calor, enquanto ds/dT está associado com distorções ópticas. Apesar de existir dados na literatura sobre K e D para o carbeto de silício, dados sobre ds/dT praticamente inexistem.

Para fazermos o estudo das propriedades térmicas do SiC, usaremos uma técnica espectroscópica conhecida como Espectroscopia de Lente Térmica (ou somente Lente Térmica-LT).

De uma forma geral, espectroscopia pode ser definida como o estudo da interação da energia com a matéria, sendo desta forma uma ciência que envolve muitas disciplinas e técnicas. Na forma mais antiga de espectroscopia, a espectroscopia óptica, a energia é geralmente muito pequena para perturbar ou alterar o material sob estudo.

16

A energia usada na espectroscopia óptica se dá através de fótons ou quanta de luz, com comprimentos de onda variando da região do infravermelho à região do ultravioleta. A espectroscopia óptica convencional tende a se subdividir em duas grandes categorias. A primeira delas envolve o estudo dos fótons que são transmitidos através de uma amostra. A segunda categoria trata da luz que é espalhada ou refletida pelo material. Quase todos os métodos ópticos convencionais são variações destas duas técnicas básicas. Por causa de sua versatilidade, abrangência e natureza não destrutiva, a espectroscopia óptica é amplamente utilizada e pode ser considerada um das técnicas mais importantes de investigação e caracterização das propriedades da matéria. Apesar de toda esta importância e poder de investigação, a espectroscopia óptica convencional se apresenta imprópria para estudos de alguns tipos especiais de substâncias. Podemos citar o caso de substâncias razoavelmente transparentes, como soluções e alguns cristais ou materiais com superfícies especular refletoras, além de substâncias gelatinosas ou porosas. Como alternativa aos métodos tradicionais de espectroscopia, surge uma terceira categoria, na qual a técnica de espectroscopia Fotoacústica é pioneira e a Lente Térmica é sua poderosa derivada. Esta técnica é diferente das técnicas habituais no sentido de que as informações obtidas sobre o objeto de estudo não vêm diretamente da detecção e análise dos fótons que interagiram com a matéria, e sim da medida direta da energia absorvida pelo material como resultado da interação com o feixe de fótons. Desta maneira, tanto a Fotoacústica quanto a Lente Térmica são técnicas bastante sensíveis em medidas de parâmetros térmicos de amostras.

Neste trabalho, usaremos a técnica de Lente Térmica para quantificar a taxa de variação do caminho óptico com a temperatura em amostras hexagonais de SiC. Esta é a primeira vez que a técnica de LT é empregada no estudo destes politipos.

# Capítulo 2

## Semicondutores

### 2.1 Introdução

Neste capítulo, discutiremos brevemente as características mais elementares dos semicondutores, sob o ponto de vista da Teoria de Bandas. Abordaremos também as diferenças básicas entre semicondutores, isolantes e metais. Caracterizaremos os semicondutores elementares, compostos, intrínsecos e extrínsecos. Discutiremos ainda sobre dopagem (semicondutores extrínsecos) e daremos uma visão qualitativa a respeito dos portadores de carga. Em seguida, estudaremos o carbeto de silício, mostrando suas características principais (politipos, energia de banda proibída, constante de rede, condutividade térmica, etc...).

### 2.2 Semicondutores

Nesta primeira seção, estudaremos os principais conceitos a respeito dos semicondutores. Toda a discussão aqui estabelecida será usada posteriormente no estudo e caracterização de nossas amostras de carbeto de silício.

#### 2.2.1 Teoria de bandas

Levando-se em conta a capacidade de conduzir eletricidade dos materiais, podemos classifica-los como condutores, semicondutores e isolantes. Em geral, os metais são bons condutores de eletricidade, o que não ocorre com os isolantes ou com os semicondutores à temperatura T = 0K. Este fato é satisfatoriamente explicado pela Teoria de Bandas, que apresentaremos resumidamente a seguir.

Quando átomos separados espacialmente se aproximam para formar um sólido, as densidades eletrônicas dos elétrons de valência (se tomarmos o Silício como exem-plo, seriam os elétrons  $3s^23p^2$ ) começam a se superpor, criando um potencial perturbativo entre os átomos. Este potencial faz com que haja uma quebra da degenerescência dos níveis de energia atômicos, resultando um rearranjo dos estados energéticos possíveis para os elétrons do sólido. Este rearranjo se dá na forma de agrupamentos dos níveis e são chamados de bandas de energia. Bandas originárias de orbitais ligantes atômicos são conhecidas como Bandas de Valência, e aquelas originárias de orbitais anti-ligantes atômicos são chamadas de Bandas de Condução. Entre a última banda de valência ocupada e a primeira banda de condução, existe uma região onde não existem estados disponíveis a serem ocupados por elétrons, chamada de lacuna ou banda proibida de energia. Quanto maior essa banda, pior condutor será o material (caso dos isolantes), enquanto que, quanto menor for a banda proibida, mais facilmente se dará a condução, situação que poderá ser alcançada via excitação térmica, por exemplo [3].

#### 2.2.2 Classificação dos semicondutores

Chamamos de semicondutores elementares aqueles formados por átomos de um mesmo elemento, como por exemplo, germânio ou silício. Estes átomos estão ligados covalentemente, de forma que cada átomo compartilha elétrons com os seus vizi-nhos mais próximos, resultando em uma ligação forte. Semicondutores compostos são formados pela presença de dois ou mais elementos químicos. Exemplos típicos são GaAs (Arseneto de Gálio) ou InP (Fosfeto de Índio). No caso, esses semicondutores pertencem à classe de semicondutores do tipo III-V, assim chamados porque seus elementos são encontrados nos grupos III e V da tabela periódica dos elementos químicos. Em semicondutores compostos, a diferença de eletronegatividade leva a uma ligação covalente-iônica. Outro tipo de classificação de semicondutor é o chamado semicondutor intrínseco. Estes semicondutores são essencialmente constituídos de material puro, ou seja, na estrutura cristalina desses sistemas, há uma baixíssima densidade de átomos de outros elementos químicos. Elementos estranhos ao cristal são chamados de impurezas. Desta classificação, decorre que semicondutores elementares ou compostos podem ser intrínsecos.

Devido ao fato dos semicondutores possuírem uma banda proibida pequena, à temperatura ambiente, a energia térmica fornecida aos átomos pode permitir que um pequeno número de elétrons sejam promovidos para a banda de condução, permitindo assim que esses elétrons participem do processo de condução de eletricidade. Desta forma, à medida que a temperatura aumenta, a energia térmica fornecida aos elétrons permite que os mesmos tenham energia suficiente para vencer a lacuna de energia entre os estados ocupados e desocupados (banda de valência e banda de condução), ficando assim "livres" na banda de condução. Este efeito não acontece com os metais, onde o aumento da temperatura faz com que os elétrons ganhem mais energia cinética e colidam entre si, ou com os íons do cristal, ou com impurezas, o que reduz a condutividade como um todo.

Quando um elétron ganha energia suficiente para escapar da interação ele-trostática, ele deixa um estado vazio. A "vaga" produzida pode ser pensada como um portador de carga positiva, que é chamada de "buraco" (hole). Assim, a medida que os elétrons fluem através do semicondutor, os buracos fluem em sentido contrário. Se existirem N elétrons livres em um semicondutor intrínseco, então deverão existir Nburacos. Elétrons e buracos criados desta maneira são conhecidos como portadores intrínsecos de carga. A concentração de portadores ou a densidade de carga definem o número de portadores por unidade de volume. Esta relação pode ser expressa como n = p onde n é o número de elétrons e p o número de buracos por unidade de volume. A variação da lacuna de energia para diferentes materiais semicondutores indica que a concentração de portadores intrínsecos a uma dada temperatura

#### também varia.

Um semicondutor extrínseco pode ser formado a partir de um semicondutor intrínseco adicionando-se uma quantidade razoável de átomos de impureza ao cristal (densidade acima de  $10^{15}$  átomos por  $cm^{-3}$ ). Nesse caso, o processo é conhecido como dopagem. Para exemplificar, considere o átomo de silício. Uma vez que o silício pertence ao grupo IV da tabela periódica, ele tem quatro elétrons de valência. Em sua forma cristalina, cada átomo compartilha um elétron com os quatro vizinhos mais próximos. Neste caso, temos um semicondutor intrínseco. Considere agora os átomos do grupo III da tabela periódica (por exemplo, B, Al, In e Ga). Pertencer a este grupo é indicativo de que estes elementos têm três elétrons na última camada. Se um destes átomos for incorporado a um cristal de silício, faltará um elétron para ser compartilhado na ligação, e desta maneira aparecerá um "buraco" na rede. Caso algum elétron preencha esse buraco, ele deixará um buraco no lugar onde estava. Desta forma, o efeito líquido de incorporar átomos de impureza ao cristal é a criação de portadores de carga, neste caso, buracos (carga positiva). Desta forma, chamamos o átomo dopante de aceitador e o semicondutor é dito ser do tipo p. Já os elementos pertencentes ao grupo V da tabela, tais como As, P, Sb têm um elétron extra na sua banda de valência. Quando adicionado ao silício intrínseco, o átomo dopante contribui com um elétron adicional ao cristal. Dopantes que adicionam elétrons ao cristal são conhecidos como doadores e o material semicondutor é dito ser do tipo n.

### 2.3 O Carbeto de Silício (SiC)

Nesta subseção, abordaremos o Carbeto de Silício e mostraremos suas principais características a fim de utilizar esses dados no estudo de nossas amostras.

#### 2.3.1 Notação de Ramsdell

Para descrever os cristais de semicondutores, é comum utilizar a notação estabelecida por Ramsdell, que consiste em contar os números de camadas em uma célula unitária e então adicionar as letras H ou C (hexagonal ou cúbica) para denotar o tipo de rede usada. O tipo mais simples de empilhamento de camadas acontece para 2H (empilhamento do tipo ABABA...) ou para 3C (ABCABC...).



Figura 2.1: Empilhamento de camadas para a formação do cristal. Inicia-se com uma primeira camada A. Em seguida uma camada B é sobreposta. A esferas vermelha e verde indicam dois possíveis lugares para a sobreposição de uma terceira camada C.

Observando a Figura 2.1, podemos concluir que a notação 6H-SiC significa que temos 6 camadas em alguma seqüência de empilhamento, obedecendo algumas regras básicas (não é permitido A sobre A; B ou C sempre após A, A ou C sempre após B...) e assim montar a célula unitária.

#### 2.3.2 Semicondutores de banda larga

Em termos gerais, um semicondutor de banda larga é um semicondutor com uma lacuna de energia entre as bandas de valência e condução bem alta, da ordem de 2eV. A Tabela 5.1 mostra os valores para as lacunas de energia para alguns semicondutores conhecidos.

Nome	Si	Ge	SiC-3C	SiC-4H	SiC-6H	Diamante	GaN	AlN
Lacuna de energia (eV)	1,11	$0,\!67$	2,36	3,23	3,0	$5,\!5$	3,4	6,2

Tabela 2.1: Lacuna de energia de alguns semicondutores. Para valores acima de 2eV o material é chamado de semicondutor de lacuna larga (do termo inglês, wide gap semiconductor).

#### 2.3.3 O Carbeto de Silício

O Carbeto de Silício é um semicondutor de banda larga cujas propriedades térmicas, químicas e mecânicas são extremamente estáveis. Dentre as principais características do SiC, podemos destacar, além de sua alta largura de lacuna, sua excelente difusividade térmica (parâmetro que mediremos experimentalmente com a técnica de lente térmica). Nosso propósito em estudar o carbeto de silício, como mencionado, está voltado para a caracterização de suas propriedades térmicas. Destacamos aqui algumas aplicações imediatas para o SiC. Devido sua alta condutividade térmica, o SiC pode ser utilizado na construção de dispositivos eletrônicos que precisam operar em altas temperaturas [1], ou em situações adversas como em satélites ou naves no espaço. Pode ser utilizado na eletrônica dentro de motores automotivos para con-trole na combustão. Outra utilização possível seria aquela em que se requer situações em que o dispositivo seja de alta potência, trabalhando com tensões muito elevadas [2]. Nesta utilização o SiC apresenta vantagem em relação a outros semicondutores usuais pois torna desnecessário o uso de transformadores de tensão, o que não acontece em dispositivos a base de AlGaAs, por exemplo.

As estruturas em que se pode ter um sólido de carbeto de silício são muito variadas e cada qual apresenta propriedades específicas. Estima-se que existam cerca de 200 tipos diferentes de possibilidades de cristalização do SiC. As diversas formas estruturais que um composto pode assumir são chamadas de politipos. Desta forma dizemos que existem diversos politipos de SiC. Entretanto, as ocorrências mais comuns são 3C-SiC, célula unitária cúbica, 4H-SiC e 6H-SiC, com células unitárias hexagonais.

### 2.3.4 Propriedades Térmicas e Eletrônicas do SiC

Os politipos de SiC apresentam diferentes propriedades eletrônicas e térmicas. A seguir, apresentaremos alguns valores publicados na literatura para alguns politipos de SiC, em geral, semelhantes às nossas amostras.

A tabela abaixo (Tabela 2.2) apresenta algumas propriedades térmo-ópticas do SiC publicados na literatura.

Politipo	4H-SiC	6H-SiC	3C-SiC
Dureza (escala de Mohs) [7]	-	9,3	-
Índice de refração (eV) [4]	2,56	2,55	2,55
Lacuna de energia $(eV)$	3,26	3,03	2,39
Condutividade Térmica [21]( $W/cmK$ )	3,0 a 3,8	3,0 a 3,8	3,4[23]
Difusividade Térmica [24] $(cm^2/s)$	2 a 4	2 a 4	-

Tabela 2.2: Valores para as propriedades térmo-ópticas do SiC publicados na literatura e suas respectivas referências.

O gráfico abaixo (Figura 2.2) mostra o coeficiente de absorção da radiação em função do seu comprimento de onda para uma amostra 6H-SiC obtida por Dubrovskii et al [5]. As diferentes curvas foram obtidas a diferentes temperaturas, 1 - T = 80 K; 2 - T = 300 K; 3 - T = 450 K; 4 - T = 640 K; 5 - T = 930 K; 6 - T = 1100 K



Figura 2.2: Coeficiente de absorção da radiação em função do seu comprimento de onda para uma amostra 6H-SiC.

Podemos ver que o coeficiente de absorção apresenta um pico de aproximada-

Lentes Térmicas

mente  $100cm^{-1}$  em torno de 625 nm para baixas temperaturas e que para diferentes temperaturas, o comportamento das curvas obtidas seguem o mesmo padrão. Além disso, podemos notar que à temperatura ambiente, o coeficiente de absorção do 6H-SiC estará em torno de  $50cm^{-1}$  para comprimentos de ondas próximas a 500 nm, região onde excitaremos nossas amostras.

Abaixo temos o gráfico (Figura 2.3) para a condutividade térmica em função da temperatura para uma amostra 6H-SiC obtida por Nilsson et al [6].



Figura 2.3: Condutividade térmica em função da temperatura para uma amostra 6H-SiC.

Podemos notar que a condutividade térmica é muito alta para baixas temperaturas e que, em torno de 300K, o seu valor está entre 3 e 4 W/cmK. Capítulo 3

Espectroscopia de Lente Térmica

## 3.1 Introdução

Neste capítulo apresentaremos, de modo resumido, a história e evolução da lente térmica, seus principais criadores, e os resultados que eles obtiveram. São esses trabalhos que servem de base para os nossos experimentos e devem, portanto, ser lembrados.

### 3.2 História e Evolução da Lente Térmica

Na década de 60, a invenção do laser permitiu que os físicos avançassem rapidamente na descoberta de novas técnicas para o estudo de materiais. Dentre as notáveis propriedades do laser, podemos destacar a possibilidade de obtenção de uma altíssima densidade de potência, o que permite o uso do laser para a geração de efeitos não lineares em materiais.

Em 1964, pesquisadores do laboratório Bell Telephone observaram um efeito inusitado: ao introduzir amostras de corante dentro da cavidade de um laser de He-Ne (Hélio-Neônio), eles verificaram uma alteração não linear da divergência do feixe [14] [15]. O efeito manifestava-se como um transiente da intensidade do laser, com constante de tempo da ordem de segundos. Após o decaimento do transiente, o tamanho final do feixe era maior do que o tamanho anterior ao transiente. O alto valor da constante de tempo deste transiente sugeria que este efeito era de origem térmica. Esta hipótese, entretanto, esbarrava nos baixos valores dos coeficientes de absorção óptica das amostras utilizadas, o que impedia uma avaliação quantitativa do efeito. Uma cuidadosa análise revelou que ele seria observável mesmo para coeficientes de absorção muito baixos, da ordem de  $10^{-4}cm^{-1}$ . Este efeito ficou conhecido como "Efeito de Lente Térmica", pelo comportamento semelhante ao de uma lente apresentado pela amostra.

Entre os pesquisadores que observaram o referido efeito, estavam dois brasileiros, os Professores Rogério C. C. Leite e Sérgio P. S. Porto [15]. Ainda no mesmo artigo em que divulgaram o efeito de lente térmica, os autores propuseram uma explicação para descrever o fenômeno[15]: ao passar por um material com absorção óptica finita, um feixe de laser com perfil de intensidade gaussiano gera calor nessa amostra, como consequência da conversão não radiativa da energia absorvida. O consequente aumento de temperatura da amostra faz com que mude o seu índice de refração, alterando assim as condições de propagação do feixe. O resultado desta interação é a (de)focalização do feixe do laser (dependendo do sinal da variação do índice de refração com a temperatura), daí o nome Lente Térmica. Este efeito é observável em materiais transparentes, com potências de laser no intervalo de miliwatts até watts e são úteis para medidas em amostras com baixos coeficientes de absorção óptica, com arranjos experimentais relativamente simples. As Figuras 3.1 e 3.2 mostram, respectivamente, a primeira montagem experimental da lente térmica e o primeiro sinal obtido, em 1964, pela equipe de R.Leite. [15]



Figura 3.1: Representação esquemática da primeira montagem experimental de LT, em que: C é a célula líquida, LT é o tubo do laser, M são espelhos, MP é um microposicionador, PM é a fotomultiplicadora, A é uma abertura, S é um obturador, F é um filtro de interferência, SM é um motor de passo, I é uma íris e MO é um medidor de potência [15].

Sec. 1	$\sim$			
 ļ				
/_	~			
-				
2				

Figura 3.2: Primeiro sinal de lente térmica obtido a partir do arranjo experimental da Figura 3.1 [15]. No eixo das abscissas temos o tempo e no eixo das ordenadas temos a intensidade do sinal do laser. Note a existência de um transiente do sinal e a consequente estabilização do sinal a uma intensiade maior do que a anterior. Isso indica que houve a focalização do feixe de laser, caracterizando a lente térmica.

A partir da década de 70, novas modificações melhoraram consideravelmente a montagem experimental. Podemos citar Solimini et al [16], que mediram o coeficiente de absorção óptica de líquidos orgânicos usando este método. Em 1972, Grabiner e colaboradores [17] utilizaram uma montagem de lente térmica com dois feixes, sendo que a amostra ainda ficava posicionada no interior da cavidade. Um dos feixes servia para excitação e o outro para prova da lente térmica. Desta forma, os autores mediram as constantes de razão de relaxação vibracional dos gases cloreto de metila e fluoreto de metila.

Em meados da década de 70, o efeito de lente térmica extracavidade foi observado [18]. Nesta nova configuração, a amostra é posicionada fora da cavidade do laser. Os transientes produzidos extracavidade são menos complicados de serem medidos e a teoria que descreve o fenômeno é mais simples. Os equipamentos utilizados para a realização dos experimentos de lente térmica foram uma fonte de excitação coerente, a qual podia fornecer alta potência óptica sobre uma pequena seção reta da amostra, amostras com baixas absorbâncias no comprimento de onda da fonte de excitação, um "pinhole" (pequeno orifício com diâmetro que pode variar de milímetros até microns) no campo distante e um fotodetector, para medir a potência que atravessa o "pinhole". A Figura 3.3 mostra a montagem da primeira lente térmica extracavidade utilizada por Hu e seus colaboradores [18].



Figura 3.3: Esquema da montagem experimental da lente térmica extracavidade utilizada por Hu e seus colaboradores [18]. Esse esquema é denominado "Lente Térmica no modo de feixe único", por utilizar somente um laser para excitar e provar a lente térmica.

Atualmente, a configuração experimental considerada mais sensível é obtida a partir da utilização de dois laseres, de forma que as cinturas do seus feixe fiquem descasadas [8]. Nessa configuração, um dos lasers é utilizado como feixe de excitação para aquecer a amostra, e o outro, de menor intensidade, é utilizado para detectar o efeito gerado (feixe de prova). Nesse caso, os diâmetros dos laseres de prova e de excitação, geralmente chamados de cintura do feixe, são diferentes na amostra. Essa configuração é conhecida como Lente Térmica de feixe duplo no modo descasado, e será usada neste trabalho.

### 3.3 Formação da Lente Térmica

Basicamente, o efeito de lente térmica tem como princípio a variação do índice de refração gerado na amostra pelo feixe de laser de perfil de intensidade gaussiano. Como veremos adiante, um laser é dito gaussiano quando o perfil de intensidade do feixe obedece uma gaussiana. Ao passar pela amostra, o laser provoca um aquecimento local com perfil gaussiano, variando assim o caminho óptico. Nesse caso, se um laser de prova centralizado incidir na região da lente gerada, ele poderá divergir ou convergir, dependendo da lente térmica gerada ser convergente ou divergente. A Figura 3.4 mostra esquematicamente o efeito da lente térmica. Podemos ver o feixe convergir ou divergir de acordo com a variação do caminho óptico em relação à temperatura (ds/dT) da amostra, onde  $s = nl_s$ , sendo  $l_s$  o comprimento da amostra e n o índice de refração da amostra. Normalmente, é mais comum fazer essa mesma avaliação usando-se dn/dT. O fato do coeficiente (ds/dT) (ou dn/dT) ser menor ou maior que zero determina a natureza divergente ou convergente da lente térmica gerada.



Figura 3.4: Representação esquemática do efeito da lente térmica na configuração descasada. O fato da taxa de variação do caminho óptico com a temperatura(ds/dT) (ou simplesmente a taxa da variação da temperatura dn/dT, válido para líquidos) ser menor ou maior que zero determina a natureza divergente ou convergente da lente térmica gerada.

É possível observar o efeito de lente térmica em materiais sólidos, líquidos ou gasosos. No caso de amostras sólidas, é necessária que elas sejam transparentes e, dependendo da composição da amostra, a lente formada poderá ser tanto convergente quanto divergente. Na maioria dos líquidos, o índice de refração muda com a temperatura, devido a uma diminuição de sua densidade na região iluminada. Neste caso, em que ds/dT é negativo, a lente térmica é divergente [19]. A Figura 3.5 mostra o sinal típico esperado para a lente térmica. Este sinal pode ser tanto positivo quanto negativo, dependendo da natureza da amostra.



Figura 3.5: Típico sinal de lente térmica.(a) Se ds/dT < 0, a lente é divergente. (b) Se ds/dT > 0, a lente é convergente.

Capítulo 4

## Aspectos Teóricos
# 4.1 Características do Feixe Gaussiano -Introdução

Para desenvolvermos a teoria da Lente Térmica, devemos estudar a teoria válida para um laser cujo feixe tenha um perfil gaussiano. De um modo geral, a maioria dos lasers comerciais apresentam este perfil, também chamado de modo TEM00 ("transversal electromagnetic wave in 0 0 mode" [20]). O fato de um laser ser gaussiano ou não, está relacionado com o perfil de intensidade do feixe, que deve ser gaussiano na direção de propagação. A figura 4.1 mostra o perfil de um laser He-Ne, modo TEM00, como se fosse visto de frente. A região azul, na extremidade, é menos intensa do que a região vermelha, próxima ao centro. Na figura também é possível ver seu perfil tanto na horizontal quanto na vertical.

Nesta seção, estudaremos as principais características de um feixe gaussiano, desenvolvendo as equações que descrevem este tipo de feixe. Estes resultados serão posteriormente usados para a obtenção das equações da lente térmica.



Figura 4.1: Perfil de um feixe gaussiano. Na região vermelha a intensidade é maior do que na região azul.

#### 4.2 Características do Feixe Gaussiano - Teoria

Partiremos das equações de Maxwell para um meio isotrópico livre de cargas, [20]

$$\nabla \times \vec{H} = \varepsilon \frac{\partial \vec{E}}{\partial t} \tag{4.1}$$

$$\nabla \times \vec{E} = -\mu \frac{\partial \vec{H}}{\partial t} \tag{4.2}$$

$$\nabla \cdot (\varepsilon \vec{E}) = 0 \tag{4.3}$$

Em seguida, aplicamos o rotacional na segunda equação (4.2) e substituímos o resultado (4.1). Com isso, temos,

$$\nabla^2 \vec{E} - \mu \varepsilon \frac{\partial^2 \vec{E}}{\partial t^2} = -\nabla (\frac{1}{\varepsilon} \vec{E} \cdot \nabla \varepsilon)$$
(4.4)

onde usamos a identidade vetorial  $\nabla \times \nabla \times \vec{E} = \nabla (\nabla \cdot \vec{E}) - \nabla^2 \vec{E}$  e ainda, de (4.3),  $\nabla \cdot (\varepsilon \vec{E}) = \vec{E} \cdot \nabla \varepsilon + \varepsilon \nabla \cdot \vec{E} = 0.$ 

Aqui devemos fazer algumas considerações físicas.

Assumindo que o campo elétrico oscile com o tempo, teremos

$$\vec{E}(x,y,z) = \Re |\vec{E}(x,y,z)e^{i\omega t}|$$
(4.5)

Podemos negligenciar o termo do lado direito da equação (4.4) considerando que a variação de  $\varepsilon$  em um comprimento de onda ( $\lambda$ ) é pequena. Assim,

$$\nabla^2 \vec{E} - \mu \varepsilon \frac{\partial^2 \vec{E}}{\partial t^2} = 0 \tag{4.6}$$

Tomando a derivada em relação ao tempo da equação (4.5) substituindo em (4.6) vem,

$$\nabla^2 \vec{E} + k^2 (\vec{r}) \vec{E} = 0 \tag{4.7}$$

onde  $k^2(\vec{r}) = \omega^2 \mu \varepsilon(\vec{r})$ 

Esta é a equação que devemos resolver e a partir da solução tiraremos as informações que desejamos sobre o feixe gaussiano.

Se considerarmos o meio de propagação do feixe homogêneo, o que é uma excelente aproximação, podemos simplesmente fazer  $k^2(\vec{r}) = k^2$  Além disso, analisando fisicamente o feixe do laser, podemos assumir que o fluxo de energia seja predominantemente em uma direção (por exemplo, z) de forma a limitar nossa solução para uma única componente transversal do campo. Nesse caso, a dependência transversal pode ser escrita como  $r = \sqrt{x^2 + y^2}$ , de forma que podemos substituir o Laplaciano por  $\nabla^2 = \nabla_t^2 + \frac{\partial^2}{\partial z^2} = \frac{\partial^2}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial}{\partial r} + \frac{\partial^2}{\partial z^2}$ . Com essas considerações, a compontente z do campo elétrico será dada por,

$$E = \psi(x, y, z)e^{-ikz} \tag{4.8}$$

 $\operatorname{com} k = 2\pi/\lambda.$ 

Substituindo essas relações na equação de onda para o campo elétrico (4.7), obtemos,

$$\nabla_t^2 \psi - 2ik\psi' = 0 \tag{4.9}$$

onde usamos a notação  $\psi' = \frac{\partial \psi}{\partial z}$ e o fato da variação longitudinal ser bastante suave, isto é  $k\psi' \gg \psi'' \ll k^2 \psi$ .

Para encontrarmos o campo elétrico, precisamos descobrir como é a função  $\psi$ . Esta tarefa fica bastante simplificada se fizermos,

$$\psi = exp^{-i[P(z) + \frac{1}{2}Q(z)r^2]} \tag{4.10}$$

e substituirmos em (4.9). O resultado será,

$$-Q^2r^2 - 2iQ - kr^2Q' - 2kP' = 0 (4.11)$$

Se a equação acima é válida para todo r, então os coeficientes de diferentes potências de r devem ser iguais a zero. Isto leva a,

$$Q^2 + kQ' = 0 (4.12)$$

$$P' = \frac{-iQ}{k} \tag{4.13}$$

Desta maneira, conseguimos reduzir a equação de onda do campo elétrico (4.7) em duas equações simplificadas para  $Q \in P$ .

A equação (4.12) pode ser resolvida se introduzirmos uma nova função s(z), definida por,

$$Q = k \frac{s'}{s} \tag{4.14}$$

 $\operatorname{com} s' = \frac{\partial s}{\partial z}.$ 

Substituindo em (4.12), obtemos imediatamente s'' = 0. Integrando, temos s' = a e integrando novamente, temos s = az + b, onde a e b são constantes de integração. Nesse caso, podemos finalmente obter Q,

$$Q(z) = k \frac{a}{az+b} \tag{4.15}$$

Pode ser mais conveniente trabalhar com um novo parâmetro q, definido por,

$$q(z) = \frac{k}{Q(z)} = \frac{2\pi}{\lambda Q(z)} \tag{4.16}$$

Nesse caso, com  $Q(z) = k \frac{a}{az+b}$ , obtemos,

Lentes Térmicas

$$q(z) = z + q_0 \tag{4.17}$$

onde,  $q_0 = i \frac{\pi \omega_0^2}{\lambda} \in \lambda = \frac{2\pi}{k}$ .

Agora podemos encontrar P(z) combinando (4.13) com (4.16), teremos  $P' = -\frac{i}{q} = -\frac{i}{z+q_0}$ . Integrando, obtemos

$$P(z) = -iln(1 + \frac{z}{q_0})$$
(4.18)

Substituindo os resultados de Q(z) e P(z) na equação (4.10), obtemos

$$\psi = exp\left\{-i\left[-iln\left(1+\frac{z}{q_0}\right) + \frac{k}{2(q_0+z)}r^2\right]\right\}$$
(4.19)

Se dividirmos esta exponencial em dois termos, o primeiro deles contendo o logaritmo natural, podemos reorganizar toda a equação da seguinte maneira,

$$exp\left[-ln\left(1-i\frac{\lambda z}{\pi\omega_0^2}\right)\right] = \frac{1}{\sqrt{1+\frac{\lambda^2 z^2}{\pi^2\omega_0^4}}}exp\left[itan^{-1}\left(\frac{\lambda z}{\pi\omega_0^2}\right)\right]$$
(4.20)

onde usamos a relação  $ln(\alpha + i\beta) = ln\sqrt{\alpha^2 + \beta^2} + itan^{-1} \left(\frac{\beta}{\alpha}\right)$ . E o segundo termo fica [20],

$$exp\left[\frac{-ik}{2(q_0+z)}r^2\right] = exp\left\{\frac{-r^2}{\omega_0^2\left[1+\left(\frac{\lambda z}{\pi\omega_0^2}\right)^2\right]} - \frac{ikr^2}{2z\left[1+\left(\frac{\pi\omega_0^2}{\lambda z}\right)^2\right]}\right\}$$
(4.21)

onde  $q_0 = i \frac{\pi \omega_0^2}{\lambda}$  e  $\lambda = \frac{2\pi}{k}$ .

Observando as equações (4.20) e (4.21), podemos definir as seguintes relações,

$$\omega^2(z) = \omega_0^2 \left[ 1 + \left(\frac{\lambda z}{\pi \omega_0^2}\right)^2 \right] = \omega_0^2 \left[ 1 + \left(\frac{z}{z_c}\right)^2 \right]$$
(4.22)

$$R(z) = z \left[ 1 + \left( \frac{\pi \omega_0^2}{\lambda z} \right)^2 \right] = z \left[ 1 + \left( \frac{z_c}{z} \right)^2 \right]$$
(4.23)

$$\eta(z) = \tan^{-1}\left(\frac{\lambda z}{\pi\omega_0^2}\right) = \tan^{-1}\left(\frac{z}{z_c}\right) \tag{4.24}$$

onde usamos  $z_c = \frac{\pi \omega_0^2}{\lambda}$ .

Usando essas definições, podemos finalmente reescrever  $\psi$  em sua forma final,

$$\psi(x,y,z) = \frac{\omega_0}{\omega(z)} exp\left\{i\eta(z) - r^2\left[\frac{1}{\omega^2(z)} + \frac{ik}{2R(z)}\right]\right\}$$
(4.25)

Para encontrarmos o campo elétrico, basta agrupar todos os resultados obtidos. Partindo de  $E = \psi(x, y, z)e^{-ikz}$ , teremos,

$$E(x,y,z) = E_0 \frac{\omega_0}{\omega(z)} exp\left\{-i[kz - \eta(z)] - i\frac{kr^2}{2q(z)}\right\}$$
(4.26)

$$E(x, y, z) = E_0 \frac{\omega_0}{\omega(z)} exp\left\{-i[kz - \eta(z)] - r^2 \left[\frac{1}{\omega^2(z)} + \frac{ik}{2R(z)}\right]\right\}$$
(4.27)

Para encontrarmos a solução final para o feixe gaussiano fundamental, basta fazer uma comparação direta entre as equações (4.27), (4.26), (4.10) e (4.16). O resultado será,

$$\frac{1}{q(z)} = \frac{1}{R(z)} - i\frac{\lambda}{\pi\omega^2(z)} \tag{4.28}$$

A equação (4.28) é conhecida como solução para o feixe gaussiano fundamental (TEM00).

# 4.3 Características do Feixe Gaussiano - Análise das Equações

Partindo da equação do campo elétrico para o feixe gaussiano, podemos fazer uma análise física dos termos encontrados.

$$E(x,y,z) = E_0 \frac{\omega_0}{\omega(z)} exp\left\{-i[kz - \eta(z)] - r^2 \left[\frac{1}{\omega^2(z)} + \frac{ik}{2R(z)}\right]\right\}$$

Nesta equação, destacamos três termos em especial:  $\omega_0$ ,  $\omega(z) \in R(z)$ . O primeiro termo,  $\omega_0$ , é conhecido como "spot size" mínimo do laser, isto é, o menor tamanho da cintura do feixe do laser ao longo de sua trajetória. O segundo termo,  $\omega(z)$ , definido por  $\omega^2(z) = \omega_0^2 \left[1 + \left(\frac{z}{z_c}\right)^2\right]$ , determina como varia a cintura do feixe ao longo do eixo de propagação z. O termo R(z) é chamado de raio de curvatura do feixe. Por fim, o parâmetro confocal  $z_c$ ,  $(z_c = \frac{\pi \omega_0^2}{\lambda})$ , também chamado de parâmetro de Rayleigh, está relacionado com a cintura mínima do feixe, sendo, portanto, um importante parâmetro experimental. A Figura 4.2 mostra um feixe de perfil gaussiano onde podemos visualizar os parâmetros discutidos.



Figura 4.2: Parâmetros de um feixe gaussiano ao longo da trajetória de propagação após passar por uma lente convergente.  $\omega_0$  é o spot mínimo,  $\omega(z)$  mostra a variação do spot ao longo do eixo e R(z) determina as frentes de ondas do feixe.

Se quisermos calcular o ângulo  $\theta$  de espalhamento do feixe, basta considerar um triângulo retângulo assintótico à linha de propagação para grandes z. A Figura 4.3 mostra como calcular o ângulo de espalhamento.



Figura 4.3: Geometria para cálculo do ângulo de espalhamento  $\theta_{beam}$  para um feixe gaussiano, válido para grandes distâncias em z.

O resultado é,

$$\theta_{beam} = tan^{-1} \left(\frac{w}{z}\right) \approx \frac{\lambda}{\pi\omega_0}$$

Podemos reescrever a equação (4.27) como,

$$U_p(r, z_1) = \sqrt{\frac{2P_p}{\pi}} \frac{1}{\omega_{1p}} exp\left[-i\frac{\pi}{\lambda_p}\left(2z_1 + \frac{r^2}{R_{1p}}\right) - \frac{r^2}{\omega_{1p}^2}\right]$$
(4.29)

onde  $P_p$ ,  $\omega_{1p}$ ,  $\lambda_p$  e  $R_{1p}$  são respectivamente, potência, cintura na amostra, comprimento de onda e raio de curvatura, todos relativos ao feixe de prova (ver próxima seção). Esta notação é normalmente adotada pela Teoria de Difração de Fresnell e será usada na próxima seção para o cálculo da variação da amplitude do campo elétrico, causado pelo efeito da lente térmica [11]. Para usar a equação 4.27 nesta forma, basta reorganizar os termos da exponencial da seguinte forma,

$$E(r, z_1) = E_0 \sqrt{\frac{z_c \lambda}{\pi}} \frac{1}{\omega(z_1)} exp\left\{-ikz_1 - \frac{ir^2k}{2R(z_1)} - \frac{r^2}{\omega(z_1)}\right\} exp(i\eta(z_1))$$

A segunda exponencial pode ser vista como uma diferença de fase, uma vez que o argumento de  $\eta(z_1)$  assume um valor constante na montagem experimental da lente térmica. Além disto, devemos usar  $k = 2\pi/\lambda$ . Assim, encontramos a equação (4.29).

Desta maneira, encontramos os principais parâmetros que definem um feixe gaussiano. Estes resultados serão usados posteriormente na teoria da Lente Térmica e também na determinação dos parâmetros geométricos da montagem.

# Teoria da Lente Térmica

### 4.4 Introdução

Em um artigo apresentado em 1992, Jun Shen e seus colaboradores [8], desenvolveram um modelo teórico para o efeito da lente térmica no modo descasado (configuração em que se usa dois lasers, sendo um de prova e outro de excitação, de forma que suas cinturas mínimas fiquem descasadas. Ver capítulo 3). De acordo com o modelo, o caminho óptico do feixe de prova sofre uma mudança devido à variação radial do índice de refração da amostra bombeada pelo feixe de excitação. Nesse caso, as frentes de onda deste feixe (prova) se propagam através de caminhos ópticos diferentes de modo que a fase relativa entre elas se altera ao longo do raio da amostra. Além disso, o modelo também considera que a potência e o raio do feixe de prova são constantes na amostra e a variação da temperatura é puramente radial. Este modelo teórico fornece excelentes resultados e é o mais usado para tratar os dados obtidos experimentalmente.

### 4.5 Teoria da Lente Térmica

A Figura 4.4 mostra a geometria base da teoria da lente térmica que descreveremos aqui. Um feixe Gaussiano modo TEM00 incide sobre uma amostra fracamente absorvedora no comprimento de onda incidente, causando uma variação no índice de refração da amostra. Um segundo feixe, igualmente gaussiano, menos potente do que o primeiro, incide sobre a amostra, sendo o feixe de prova. A posição da cintura do feixe de prova é tomada como sendo a origem do eixo z. A amostra, de comprimento l está localizada a  $z_1$  e o detector está a  $z_1 + z_2$ . A cintura do feixe de prova é  $\omega_{0p}$  e os raios do feixe de prova e excitação na amostra são  $\omega_{1p}$  e  $\omega_e$ , respectivamente.



Figura 4.4: Esquema da geometria usada pela teoria da lente térmica. A amostra é posicionada em  $z_1$ , sendo a orgem a posição onde a cintura do feixe de prova tem o valor mínimo. O detector fica a uma distância  $z_2$  da origem.

Para derivar a teoria da lente térmica seguiremos três passos distintos:

- 1. Determinar a variação de temperatura  $\Delta T(r, t)$  da amostra induzida pelo feixe de excitação;
- 2. Calcular a consequente variação do índice de refração da amostra com a temperatura dn/dT;
- 3. Obter a intensidade resultante do campo elétrico no detector.

Para começarmos, devemos fazer as seguintes considerações físicas com relação à amostra:

- A espessura deve ser menor do que a distancia confocal z<sub>c</sub> do feixe de prova, para garantir que o diâmetro do feixe seja constante;
- A dimensão radial deve ser maior do que o spot do feixe de excitação, para evitar efeitos de borda;
- A potência absorvida deve ser pequena, a fim de evitar distorções da LT;
- O parâmetro dn/dT não deve variar no seu interior durante a excitação;
- A potência do laser de prova deve ser pequena comparado ao laser de excitação, para se evitar a formação de lente térmica adicional.

#### 4.5.1 Determinando o gradiente de temperatura $\Delta T(r,t)$

Consideramos inicialmente a intensidade do perfil<br/> em função da coordenada radial $r, \label{eq:relation}$ 

$$I(r) = \frac{2P_e}{\pi\omega_0^2} exp\left[\frac{-2r^2}{\omega_0^2}\right]$$
(4.30)

sendo  $P_e$  a potência do laser. Vale notar que o perfil de intensidade é descrito por uma gaussiana.

Depois de incidir na amostra, o calor gerado pela absorção parcial do feixe de laser por unidade de comprimento e tempo, no intervalo entre  $r \in r + dr$  pode ser representado por [9]

$$Q(r)dr = 2\pi A I(r)dr \tag{4.31}$$

onde  $A(\lambda)$  é o coeficiente de absorção da amostra  $(cm^{-1})$  para o comprimento de onda do feixe de excitação.

A equação de difusão de calor é dada por

$$Q(r) = c\rho \frac{\partial}{\partial t} [\Delta T(r,t)] - K\nabla^2 [\Delta T(r,t)]$$
(4.32)

onde  $c,\rho \in K$  são o calor específico  $(J.g^{-1}.K^{-1})$ , densidade $(g.cm^{-3})$  e condutividade térmica  $(W.cm^{-1}.K^{-1})$ , respectivamente.

Para a solução da equação (4.32), devemos considerar as seguintes condições de contorno,

- $\Delta T(r,0) = 0$ ; indica que não há variação de temperatura na amostra. Isso é claro, uma vez qua a lente térmica ainda não foi gerada em t=0.
- ΔT(∞, t) = 0; indica que, para raios grandes o calor gerado pelo feixe de excitação já foi totalmente atenuado. Nesse caso não há aumento de temperatura.

A solução desta equação de difusão pode ser encontrada via função de Green,

$$\Delta T(r,t) = \int_0^\infty \int_0^t Q(r')G(r,r',t')dt'dr'$$
(4.33)

e, segundo Carslaw e Jaeger [10], a função de Green é dada por,

$$G(r, r', t') = \frac{1}{4\pi k t'} exp\left(-\frac{r^2 + r'^2}{4Dt'}\right) I_0\left(\frac{rr'}{2Dt'}\right)$$
(4.34)

onde definimos a difusividade térmica D da amostra, em unidades de  $cm^2/s,\,{\rm por},\,$ 

$$D = \frac{K}{\rho c} \tag{4.35}$$

e ainda usamos uma função de Bessel modificada  $I_0$ .

Combinando as equações 4.30, 4.31, 4.33 e 4.34, a variação da temperatura na amostra será,

$$\Delta T(r,t) = \frac{2P_e A}{\pi c \rho \omega_0^2} \int_0^t \frac{1}{1 + 2t'/t_c} exp\left(-\frac{2r^2/\omega_0^2}{1 + 2t'/t_c}\right) dt'$$
(4.36)

onde  $t_c$  é o chamado tempo térmico característico.

$$t_c = \omega_0^2 / 4D \tag{4.37}$$

Para resolver a integral acima, usamos o seguinte resultado, calculado por Watson [12],

$$\int_0^\infty I_0(ar')e^{-p^2r'^2}r'dr' = \frac{1}{2p^2}exp\left(\frac{-a^2}{4p^2}\right)$$
(4.38)

# 4.5.2 Calculando a mudança do caminho óptico na amostra

Vamos calcular agora o gradiente do índice de refração e a diferença de fase do feixe de prova.

O índice de refração da amostra, sendo função do tempo e do raio, varia com a temperatura da seguinte forma,

$$n(r,t) = n_0 + \frac{dn}{dT} \Delta T(r,t)$$
(4.39)

se comportando como um elemento óptico, causando, desta forma, uma diferença de fase no feixe de prova. A mudança de fase será dada por,

$$\Phi = \frac{2\pi}{\lambda_p} l[n(r,t) - n(0,t)] = \frac{2\pi}{\lambda_p} \frac{dn}{dT} l[\Delta T(r,t) - \Delta T(0,t)]$$
(4.40)

onde  $n_0$  é o índice de refração à temperatura inicial, dn/dT é a mudança no índice de refração em relação à temperatura  $(K^{-1})$  e  $\lambda_p$  é o comprimento de onda do feixe de prova. Substituindo a (4.36) na (4.40), podemos reescrever  $\Phi$  como,

$$\Phi = \frac{\Theta}{t_c} \int_0^t \frac{1}{1 + 2t'/t_c} \left[ 1 - exp\left(\frac{-2r^2/\omega_0^2}{1 + 2t'/t_c}\right) \right] dt'$$
(4.41)

onde definimos o parâmetro

$$\Theta = -\frac{P_e A l}{K \lambda_p} \frac{dn}{dT} \tag{4.42}$$

A amplitude complexa do campo elétrico do feixe de prova (Gaussiano, modo TEM00) incidente na amostra é dado por [11] (ver também (4.26)),

$$U_p(r, z_1) = \sqrt{\frac{2P_p}{\pi}} \frac{1}{\omega_{1p}} exp\left[-i\frac{\pi}{\lambda_p}\left(2z_1 + \frac{r^2}{R_{1p}}\right) - \frac{r^2}{\omega_{1p}^2}\right]$$
(4.43)

sendo  $P_p$  a potência total do feixe de prova e  $R_{1p}$  o raio de curvatura do feixe de prova em  $z_1$  (ver Figura 4.4).

O feixe de prova, ao sair da amostra, está sujeito a uma mudança de fase (devido ao efeito da lente térmica), que pode ser expressa por,

$$U_p(r, z_1) = Bexp\left[-i\left(\frac{\pi}{\lambda_p}\frac{r^2}{R_{1p}} + \Phi\right) - \frac{r^2}{\omega_{1p}^2}\right]$$
(4.44)

Lentes Térmicas

onde,

$$B = \sqrt{\frac{2P_p}{\pi}} \frac{1}{\omega_{1p}} exp\left(-i\frac{2\pi}{\lambda_p}z_1\right) \tag{4.45}$$

Aqui, a potência do feixe de prova absorvida pela amostra é desprezível se comparada ao feixe de excitação.

#### 4.5.3 Obtendo a intensidade do campo elétrico no detector

O feixe de prova, ao sair da amostra, propagando perpendicular ao plano do detector, pode ser tratado usando-se a teoria de difração de Fresnell [13]. É conveniente trabalhar somente com o ponto central do feixe no detector, o que leva a simplificações teóricas na teoria de Fresnell. Nesse caso, a amplitude complexa do campo elétrico, em coordenadas cilindricas, é dado por,

$$U_p(z_1+z_2,t) = i\frac{2\pi}{\lambda_p z_2} exp\left(-i\frac{2\pi}{\lambda_p} z_2\right) \int_0^\infty U_p(r,z_1) exp\left(-i\frac{\pi}{\lambda_p} \frac{r^2}{z_2}\right) r dr \qquad (4.46)$$

Fazendo a substituição,

$$g = \left(\frac{r}{\omega_{1p}}\right)^2 \to dg = \frac{2r}{\omega_{1p}^2} dr$$
(4.47)

e,

$$C = Bi \frac{\pi \omega_{1p}^2}{\lambda_p z_2} exp\left(-i \frac{2\pi}{\lambda_p} z_2\right)$$
(4.48)

e combinando as equações (4.46), (4.45), (4.47), (4.48), encontramos,

$$U_p(z_1 + z_2, t) = C \int_0^\infty exp \left\{ -g - i \left[ \frac{\pi}{\lambda_p} \left( \frac{\omega_{1p}^2}{R_{1p}} + \frac{\omega_{1p}^2}{z_2} \right) g + \Phi \right] \right\} dg$$
(4.49)

Aqui devemos usar alguns dos resultados encontrados na seção anterior, em particular as equações,

$$\omega_{1p}^{2}(z) = \omega_{0p}^{2} \left[ 1 + \left(\frac{z_{1}}{z_{c}}\right)^{2} \right]$$
(4.50)

$$R_{1p}(z) = \left(\frac{z_1^2 + z_c^2}{z_1}\right) \tag{4.51}$$

$$z_c = \frac{\pi \omega_{0p}^2}{\lambda_p} \tag{4.52}$$

em que o subíndice  $_p$  faz referência ao feixe de prova e  $z_c$  é conhecido como distância confocal do feixe.

Podemos reescrever a parte entre colchetes de (4.49) em termos destes parâmetros,

$$\frac{\pi}{\lambda_p} \left( \frac{\omega_{1p}^2}{R_{1p}} + \frac{\omega_{1p}^2}{z_2} \right) = \frac{z_1}{z_c} + \frac{z_c}{z_2} \left[ 1 + \left( \frac{z_1}{z_c} \right)^2 \right] = V' + \frac{z_c}{z_2} (V'^2 + 1) = V$$
(4.53)

onde

$$V' = z_1/z_c \tag{4.54}$$

No limite  $z_2 >> z_c$ , que representa um longo caminho do feixe de prova até o detector, após passar pela amostra, teremos  $V' \approx V$ . Nesse caso, podemos reescrever a equação (4.49) como

$$U_p(z_1 + z_2, t) = C \int_0^\infty exp[-(1 + iV)g]e^{-i\Phi}dg$$
(4.55)

Infelizmente a integral acima não pode ser resolvida analiticamente. Entretanto, se aproximarmos  $exp(-i\Phi) \approx 1 - i\Phi$ , a integral de difração fica,

$$U_p(z_1 + z_2, t) = C \int_0^\infty (1 - i\Phi) exp[-(1 + iV)g] dg$$
(4.56)

Definimos,

$$m = \left(\frac{\omega_{1p}}{\omega_{0e}}\right)^2 \tag{4.57}$$

este parâmetro indica o grau de descasamento da lente térmica. Ao reescrevermos a diferença de fase  $\Phi$  em termos de m e g, teremos,

$$\Phi = \frac{\Theta}{t_c} \int_0^t \frac{1}{1 + 2t'/t_c} \left[ 1 - exp\left(\frac{-2mg}{1 + 2t'/t_c}\right) \right] dt'$$

$$(4.58)$$

Substituindo a equação (4.58) em (4.56), integrando primeiro em g e depois em t', o resultado final da intensidade no centro  $I(t) = |U_1(z_1 + z_2, t)|^2$  será,

$$I(t) = I(0) \left\{ \left[ 1 - \frac{\Theta}{2} tan^{-1} \left( \frac{2mV}{[(1+2m)^2 + V^2](t_c/2t) + 1 + 2m + V^2} \right) \right]^2 \right\}$$
(4.59)
$$+ \left[ \frac{\Theta}{4} ln \left( \frac{1+2m/(1+2t/t_c)]^2 + V^2}{(1+2m)^2 + V^2} \right) \right]^2$$

onde

$$I(0) = \left|\frac{C}{1+jV}\right|^2 \tag{4.60}$$

é o valor de I(t) quando t<br/> for zero ou  $\Theta$  for zero.

#### 4.6 Análise das Equações

O principal resultado encontrado na teoria, a equação (4.59), têm dois termos bem distintos. O primeiro deles, e também o mais importante, será usado para ajustar as curvas experimentais obtidas. Este termo descreve a evolução temporal do sinal da lente térmica que chega no detector. Já o segundo termo, que contém um "ln", vem das aproximações feitas na integral de difração de Fresnell, não contribuindo de forma apreciável para o resultado, sendo desprezado. [8]

Outro parâmetro importante e que buscaremos encontrar experimentalmente é o  $\Theta$ , definido pela equação (4.42). Através dele é possível medir a variação do índice de refração em relação a temperatura dn/dT. Finalmente, buscaremos encontrar o tempo térmico característico (equação (4.37)), outro parâmetro de grande interesse, que nos permite encontrar a difusividade térmica D da amostra e, por consequência, a condutividade térmica K.

Abaixo estão sumarizados os principais resultados obtidos:

- Difusividade Térmica  $\rightarrow D = \frac{K}{\rho c} \rightarrow$  Grandeza característica da amostra, equação (4.35).
- Tempo térmico característico  $\rightarrow t_c = \omega_0^2/4D \rightarrow$  Permite calcular a difusividade térmica da amostra, equação (4.37).
- $\Theta$  (Theta)  $\rightarrow \Theta = -\frac{P_e A l}{k \lambda_p} \frac{dn}{dT} \rightarrow$  Permite encontrar a variação do índice de refração da amostra com a temperatura, equação (4.42).
- Equação da lente térmica $\rightarrow$

$$\begin{split} I(t) &= I(0) \left\{ \left[ 1 - \frac{\Theta}{2} tan^{-1} \left( \frac{2mV}{[(1+2m)^2 + V^2](t_c/2t) + 1 + 2m + V^2} \right) \right]^2 \right\} \rightarrow \text{Usada para fazer} \\ \text{o ajuste dos dados obtidos, equação (4.59).} \end{split}$$

Capítulo 5

# Aspectos Experimentais

## 5.1 Introdução

Este capítulo será totalmente dedicado à parte experimental da lente térmica. Mostraremos como montar a técnica de forma a deixar o sinal otimizado e confiável. Discutiremos também todos os detalhes da nossa montagem, levando em conta os problemas e soluções adotadas.

## 5.2 A montagem padrão da lente térmica

A Figura 5.1 mostra um esquema de uma montagem padrão de lente térmica no modo descasado.





Geralmente, utiliza-se como laser de prova um laser de He-Ne, a 632,8nm, e com baixa potência, menor do que 5mW. O laser de excitação deve ter uma potência bem maior do que o de prova, algo entre 50mW e 5W. Basicamente, o feixe de excitação é conduzido até a amostra pelos espelhos E-1 e E-2, sendo focalizado por uma lente convergente L-1 de foco f. A amostra é posicionada na cintura do feixe de excitação, onde a intensidade é máxima, e um pouco deslocada da cintura do feixe de prova. O tempo de exposição da amostra ao feixe é controlada por um "chopper", Ch, cuja frequência é variada de acordo com o tempo de resposta da amostra. Após passar pela amostra, o feixe de excitação incide no detector de fotodiodo D-1, que dispara o osciloscópio. O feixe de prova é focalizado por uma lente L-2, geralmente de foco maior do que a lente do feixe de excitação, de forma que suas posições focais figuem descasadas. O alinhamento dos dois lasers é feito de tal forma que os feixes se cruzem exatamente na amostra, sob um ângulo menor do que 1,5 graus. Ao passar pela amostra, o laser de He-Ne percorre um longo caminho de modo que somente o centro do feixe chegue ao detector D-2. O sinal é então coletado por um osciloscópio digital, que o envia para um computador, onde é feita a análise dos dados obtidos. As íris na frente dos detectores são usadas para captar somente o centro dos feixes, que contém as informações térmicas da amostra. A Figura 5.2, abaixo, mostra um sinal típico de lente térmica, que deve ser obtido utilizando a montagem experimental descrita acima.



TDS 2022 - 18:30:17 13/2/2008 teste

Figura 5.2: Sinal típico de lente térmica, intensidade versus tempo. Podemos ver o transiente da intensidade do feixe laser de prova e sua consequente estabilização, no platô que se forma. Quando o feixe é bloqueado pelo "chopper", o sinal decai. Este foi o primeiro sinal que obtivemos usando a montagem descrita acima.

## 5.3 Procedimentos Experimentais

Observando a Figura 5.1, torna-se conveniente descrever a montagem da lente térmica por etapas. Para facilitar o alinhamento geral do sistema, dividimos a montagem da seguinte maneira:

- 1. Alinhamento do feixe de excitação;
- 2. Instalação do "chopper";
- 3. Instalação da lente do laser de excitação;
- 4. Medida da cintura do feixe de excitação;
- 5. Alinhamento do He-Ne;
- 6. Medida da cintura do He-Ne;
- 7. Circuito para o detector de fotodiodo;
- 8. Posicionamento da amostra e otimização do sinal;
- 9. Calibragem do sistema.

## 5.3.1 Alinhamento de feixe de excitação.

Como laser de excitação, usamos um Laser BeamLok Argon 2060, com comprimento de onda em 488nm, no modo  $TEM_{00}$  (feixe gaussiano), em que podemos ajustar a potência de saída, controlando a corrente que passa pela fonte. Ajustando a corrente para o máximo, 50A, a potência que podemos alcançar é da ordem de 5 Watts, e, caso ajustemos a corrente para 30 ampéres, a potência estará em torno de 1 Watt. O valor mínimo possível para a corrente é 17A, sendo que neste caso, a potência estará em torno de 50mW, porém, o feixe perde estabilidade. Vale a pena notar que não há linearidade entre corrente de entrada e potência de saída.

De acordo com a Figura 5.1, o laser de excitação deve ser conduzido até a amostra através de dois espelhos, E-1 e E-2. A Figura 5.3 mostra como conduzimos o feixe em nossa montagem.



Figura 5.3: Esquema de condução do feixe de excitação, através dos espelhos E-1 e E-2, até o anteparo.

Aqui temos um ponto crucial da montagem: os espelhos. Toda a teoria de lente térmica está baseada no fato de que o feixe de excitação que chega na amostra é gaussiano. Nesse caso, devemos tomar cuidado para que os espelhos E-1 e E-2 não deformem o feixe. Isso foi conseguido ao colocarmos os dois espelhos exatamente a 45 graus de inclinação em relação ao feixe do laser. O primeiro espelho deforma o feixe em 45 graus e o segundo o "conserta". Colocamos também os espelhos com suportes que permitem ajustes finos, tanto para cima/baixo, quanto direita/esquerda, de forma a conduzir o feixe com maior precisão possível. Depois de conduzirmos o feixe até o ponto onde fica a amostra, ajustamos sua altura, para que ficasse constante em todo o percurso, e marcamos o ponto em que incidia no anteparo. Esse ponto servirá de referência quando introduzirmos mais elementos na montagem.

#### 5.3.2 Instalação do "chopper".

O segundo passo da montagem foi a instalação do "chopper", que faz com que o feixe do laser de excitação permita iluminar ou não uma certa região segundo uma frequência determinada. O "chopper" contém uma pá perfurada, que pode girar de 3Hz até  $\approx 20$  KHz, capaz de bloquear ou não o feixe do laser.

O lugar mais indicado para a instalação do "chopper" pode ser visto na Figura 5.4. Este lugar foi escolhido porque o deixa relativamente longe dos locais em que mexemos com frequência, o que evita qualquer tipo de acidente com a pá.



Figura 5.4: Instalação do "chopper". As lentes L-1 e L-2 têm foco f = 10cm.

Para melhorar a montagem, colocamos duas lentes de foco f = 10cmimediatamente antes e após o "chopper". É fácil compreender o por quê de tais lentes: a pá, ao passar pelo laser, leva um certo tempo para encobrir todo o diâmetro do feixe, veja a Figura 5.5. Esse tempo é da ordem de milisegundos, a mesma ordem de grandeza que o tempo térmico crítico  $t_c$  da amostra. Minimizar esse erro contribui para que o sinal fique muito mais confiável. Ao colocarmos a primeira lente, fazemos com que o feixe fique focado exatamente por onde passa a pá do "chopper". Nesse caso, o diâmetro da cintura será mínimo, e o erro minimizado ao máximo.



Figura 5.5: Esquematização da pá do "chopper" encobrindo o feixe do laser. O tempo total pode chegar a ordem de milisegundos.

Por outro lado, a segunda lente foi colocada de modo a restaurar o feixe em suas condições iniciais. Para fazer este alinhamento, usamos o ponto de referência marcado no anteparo, como descrito no passo anterior. Desta forma, recuperamos o feixe exatamente como ele era antes. Finalmente, ligamos o controlador do "chopper" diretamente no osciloscópio para funcionar como "trigger", disparando as medidas.

#### 5.3.3 Instalação da lente do laser de excitação.

Após instalar o "chopper", o ideal é colocar a lente que vai focar o feixe de excitação na amostra. Em nossa montagem, usamos uma lente de 20cm de foco, devidamente adaptada a um transladador xyz, de acordo com o esquema abaixo (Figura 5.6). É importante usar este transladador para se ter total controle sobre a lente e a posição do seu foco, em escala de mícrons.



Figura 5.6: Local apropriado para a lente L-3, com foco 20cm. A lente está montada em um transladador xyz, o que permite ajustes finos.

## 5.3.4 Medida da cintura do feixe de excitação.

A cintura do feixe do laser de excitação é um dos principais parâmetros usados no ajuste da lente térmica e deve, portanto, ser medido com bastante cautela. Por exemplo, olhando para a equação do tempo térmico característico,  $t_c = \omega_0^2/4D$ , equação (4.37), podemos notar que a difusividade depende do quadrado da cintura do feixe de excitação.

Para realizar a medida da cintura do feixe de um laser, existem duas técnicas padrão. Uma delas utiliza de métodos mecânicos, como por exemplo um "pin hole", para escanear o feixe, e a outra usa camêras CCD para filmar o feixe. Para o laser de Argônio, usamos a técnica do "pin hole".

Medida da cintura - Técnica do "Pin Hole".

Esta técnica consiste basicamente em colocar um "pin hole" (pequeno orifício circular com diamêtro de alguns mícrons) no caminho do feixe de laser e medir a intensidade, em volts, da luz que sai pelo pequeno orifício. Fazendo uma variação da posição do "pin hole" ao longo do eixo z (direção de propagação do feixe), sempre procurando maximizar o sinal obtido, obtém-se uma curva que pode ser ajustada e que permite encontrar o valor da cintura. Para obter um resultado mais confiável, utilizamos o detector imediatamente após o "pin-hole", movendo-os juntos. A Figura 5.7 mostra esquematicamente a montagem experimental para a medida da cintura do feixe usando a técnica do pin hole.



Figura 5.7: Esquematização do experimento para a medida da cintura. Em a) temos a curva experimental esperada e em b) a montagem experimental.

Segundo a teoria do feixe gaussiano, derivada no Capítulo 3, um feixe  $TEM_{00}$  tem perfil de intensidade dado pela equação (4.30),

$$I(r) = \frac{2P_e}{\pi\omega_0^2} exp\left[\frac{-2r^2}{\omega_0^2}\right]$$
(5.1)

e o raio do feixe na posição z é dado por,

$$\omega^2(z) = \omega_0^2 \left[ 1 + \left(\frac{z}{z_c}\right)^2 \right] \tag{5.2}$$

onde P é a potência do laser, z é a posição do detector utilizado para realização da medida,  $\omega_0$  é a cintura (spot) do feixe no ponto de máxima intensidade (cintura mínima) e  $z_c = \frac{\pi \omega_0^2}{\lambda}$ , é o parâmetro confocal do feixe. Para encontrar a potência que chega no detector, podemos fazer uma soma de toda a intensidade que incide sobre ele, em uma circunferência cujo raio será o raio do "pin hole". Teremos,

$$P_{det} = 2\pi \int_0^\delta I(r) r dr \approx \frac{2P\delta^2}{\omega(z)^2}$$
(5.3)

para  $\delta^2 \ll \omega^2$ .

Mudando a posição da origem para onde está a lente, isto é, trocando z por  $(z - z_0)$ , podemos reescrever a equação (5.2) como,

$$\omega^{2}(z - z_{c}) = \omega_{0}^{2} \left[ 1 + \left( \frac{z - z_{0}}{z_{c}} \right)^{2} \right]$$
(5.4)

Substituindo (5.4) em (5.3), a expressão para a potência em função da posição será,

$$P_{det}(z - z_0) \approx \frac{2P\delta^2/\omega_0^2}{\left[1 + \left(\frac{z - z_0}{z_c}\right)^2\right]}$$
 (5.5)

Podemos notar a curva que esta equação fornece é a mesma da Figura 5.7(a). O ponto máximo acontece quando  $z = z_0$ , daí a potência será  $P_{det} = 2P\delta^2/\omega_0^2$ , que depende do feixe utilizado e da área de incidência no detector. O parâmetro  $z_0$  é a posição do raio mínimo do feixe, geralmente tem o mesmo valor do foco da lente. Utilizamos o procedimento descrito acima para medir a cintura do laser de Argônio. O sinal obtido pelo detector através do osciloscópio foi tratado no

computador, onde utilizamos um programa de edição e manipulação de dados e gráficos. Para o ajuste da curva obtida, usamos a equação (5.5), reescrita em termos do "software" como,  $P = A/(1+((z-zo)/zc)\hat{2})$ , onde A, zo e zc são o parâmetros que buscamos através do ajuste da curva. Com o valor de zc, foi possível obter a cintura, através da equação  $z_c = \frac{\pi \omega_0^2}{\lambda}$ . A figura abaixo mostra a curva obtida quando o laser de argônio estava com uma corrente de 20A,



Figura 5.8: Gráfico obtido para a medida da cintura do laser de argônio a 20A, utilizando um "pinhole" de 20 mícrons.

De acordo com o ajuste, obtivemos  $z_c = (1, 20 \pm 0, 02)cm$  e um foco em  $z_0 = (18, 5 \pm 0, 2)cm$ . Usando o valor de  $z_c$  e a equação  $z_c = \frac{\pi \omega_0^2}{\lambda}$ , encontramos  $\omega_0 = (38 \pm 3)\mu m$ .

#### 5.3.5 Alinhamento do He-Ne.

O laser de He-Ne, responsável por provar a lente térmica, deve ser colocado no sentido contrário da propagação do feixe de excitação sendo que o cruzamento dos feixes deve acontecer exatamente na cintura do feixe de excitação, sob um ângulo menor do que 1,5 graus. Valores menores do que 1,5 graus tornam o sinal de lente térmica mais forte [8]. Em nossa montagem, usamos um laser de He-Ne, marca Coherent, emitindo a 632,8nm e com potência máxima menor do que 4mW. Inicialmente, alinhamos o feixe ao longo de um trilho, usando um Perfilômetro (Ver Apêndice A). Para realizar o alinhamento, disparamos o feixe de laser contra o perfilômetro, que nos fornecia a posição do centróide do feixe. Partindo desta posição, movemos o perfilômetro ao longo do trilho, sempre observando a posição do centróide. Quando esta posição não variava mais do que alguns mícrons, em todas as direções, damos por satisfatório o alinhamento. Uma vez alinhado o laser de He-Ne, o inserimos na montagem conforme Figura 5.9.



Figura 5.9: Inserção do laser de prova na montagem. O ângulo entre os feixes deve ser menor do que 1,5 graus.

Lentes Térmicas

Em nossa montagem, fizemos com que o feixe do laser de prova incidisse em um espelho (E-3), conduzido-o de forma a cruzar com o feixe de excitação em sua cintura. O espelho E-3 está montado sobre um trilho, de forma a permitir movimentos para frente e para trás, além de ser ajustável em torno de seu centro. Após cruzar a cintura do feixe de argônio, sob um ângulo de 1,5 graus, inserimos um espelho, E-4, também ajustável. O feixe ainda incidiu em mais dois espelhos, E-5 e E-6, sendo conduzido por um longo caminho até incidir sobre um anteparo. O próximo passo tomado foi a instalação da lente que foca o feixe de prova (lente L-4). Esta lente deve ser posicionada de forma a focar o He-Ne um pouco antes do cruzamento entre os feixes. Para colocar esta lente na montagem sem maiores dificuldades, marcamos o ponto em que o feixe incide, sem a lente, no espelho E-5. Em seguida, inserimos a lente de forma que o feixe incidisse na mesma posição, o que garante que o feixe atravessou o centro da lente. A Figura 5.10 mostra como ficou a montagem após a inserção da lente L-4.



Figura 5.10: Inserção da lente L-4 na montagem.

#### 5.3.6 Medida da cintura do He-Ne.

Outro parâmetro de grande importância para a técnica da lente térmica é a cintura do feixe de prova. Por exemplo, as constantes  $m \in V$  dependem deste valor e estão presentes na principal equação da lente térmica, equação (4.59). Portanto, é importante medir o valor da cintura cautelosamente. Diferentemente do que fizemos para o feixe de argônio, utilizamos o Perfilômetro para medir o valor da cintura, o que é possível devido à baixa potência do feixe de He-Ne.

#### A técnica do Perfilômetro.

Conforme descrito no Apêndice A, o perfilômetro, que basicamente é uma câmera CCD, permite obter diretamente informações sobre o feixe, sendo possível até mesmo a visualização do feixe. Ao incidirmos o laser, o equipamento mede a sua intensidade, exibindo o perfil correspondente. No caso do feixe gaussiano, esperamos que o perfil seja gaussiano, sendo o comprimento do feixe o mesmo que a largura. A partir daí, o programa de computador fita a curva gaussiana, de onde é possível obter os parâmetros desejados. Estamos interessados em obter o valor da cintura do feixe  $\omega_0$ . Assim, a técnica consiste em medir o valor da cintura em diferentes posições em z e plotar o gráfico, de onde extraímos o valor mínimo da cintura. Sabemos que, para um feixe gaussiano (ver Capítulo 3), a evolução da cintura ao longo do eixo de propagação pode ser descrita pela seguinte equação,

$$\omega^2(z) = \omega_0^2 \left[ 1 + \left(\frac{z}{z_c}\right)^2 \right]$$
(5.6)

que pode ser reescrita da seguinte maneira,

$$\omega^2(z) = \omega_0^2 + \left(\frac{\omega_0}{z_c}\right)^2 z^2 \tag{5.7}$$

Lentes Térmicas

desta forma, podemos comparar a equação (5.7) com a equação de uma parábola  $y = A + Bz + Cz^2$ , onde  $A = \omega_0^2$ , B = 0 e  $C = \left(\frac{\omega_0}{z_c}\right)^2$ . Daqui, vemos que  $z_c = \sqrt{\frac{A}{C}}$ . Para realizarmos a medida da cintura em nosso experimento, posicionamos o perfilômetro sobre um trilho e medimos sua posição em relação a lente. Nessa posição, anotamos o valor do comprimento da gaussiana fitada pelo programa a meia altura ( $\Gamma_{50\%}$ ), em micrômetros. Vale lembrar que uma curva gaussiana obedece a equação  $I(z) = Aexp^{-(z^2/2\omega^2)}$ , sendo possível mostrar que, para o comprimento  $\Gamma_{50\%}$  a meia altura, é válida a relação:  $\Gamma_{50\%} = 2,3548\omega$ . Como usamos uma lente de 20cm de foco para o feixe de He-Ne, utilizamos pontos entre 14 e 29 cm, sendo que perto do foco, a diferença entre pontos consecutivos foi menor. Após realizarmos diversas medidas e tirarmos a média, calculamos o valor de  $\omega$  aplicando a seguinte relação na coluna de  $\Gamma_{50\%}$  (em termos do software): ((((col(B)\*10 - 4)/2, 3548)2)\*10 4), onde col(B) é a coluna dos valores médios  $\Gamma_{50\%}$ ,  $*10^{-4}$  converte as unidades de mícrons para centímetros, a divisão por 2,3548 muda  $\Gamma_{50\%}$  para  $\omega$ , que em seguida é elevada ao quadrado. Por fim, a multiplicação por 10<sup>4</sup> permite melhorar o gráfico. Desta forma, plotamos o seguinte gráfico (Figura 5.11),



Figura 5.11: Gráfico da cintura ao quadrado em função da distância pelo método do perfilômetro. A curva em vermelho é o ajuste de uma parábola. O ponto mínimo da parábola corresponde à posição do foco da lente.

O ajuste da curva experimental nos forneceu os seguintes parâmetros,

Parâmetros	Valor
А	$(7.8\pm0.1)cm^2$
В	$(-0.76 \pm 0.01)cm$
С	$0.0162 \pm 0.0002$

Para encontrarmos o foco, utilizamos o ponto em que a cintura tem seu menor valor, isto é, o ponto de mínimo da parabola  $z_{min} = \frac{-b}{2c}$ . Assim,  $z_{min} = (23, 4 \pm 0, 1)cm$ . Com este valor, deslocamos a parábola para a origem fazendo  $z - z_{min}$ . Desta forma, plotamos o seguinte gráfico, (Figura 5.12),



Figura 5.12: Gráfico da cintura ao quadrado em função da distância deslocada para a origem. A curva em vermelho é o novo ajuste de uma parábola.

Ajustando novamente uma parábola à curva, encontramos os novos valores dos parâmetros A, B e C,

Parâmetros	Valor
А	$(0.350 \pm 0.002)cm^2$
В	$(-0.00030 \pm 0.00001)cm$
С	$0.0162 \pm 0.0002$

Assim, o valor do parâmetro confocal  $z_c=\sqrt{A/C}$ encontrado foi de<br/>  $z_c=(4,65\pm0,01)cm.$  Finalmente, encontramos o valor da cintura através da relação  $\omega_0^2=z_c\lambda/\pi$ <br/>  $\omega_0=(96,8\pm0,1)\mu m$
Para verificar a compatibilidade dos dois métodos de medida de cintura, realizamos também a medida da cintura do laser de He-Ne utilizando a técnica do "pin hole". O gráfico abaixo (Figura 5.13) mostra a curva experimental obtida.



Figura 5.13: Gráfico da intensidade em função da distância para o cálculo da cintura pelo método do "Pin Hole".

Com o ajuste da curva, encontramos  $z_c = (4, 5 \pm 0, 2)cm$ ,  $z_0 = (23, 0 \pm 0, 2)cm$  e  $\omega_0 = (95 \pm 2)cm$ . Comparando os resultados, encontramos boa concordância entre eles e qualquer um pode ser usado para a medida da cintura do feixe. Abaixo temos uma tabela comparativa entre os dois métodos.

### 5.3.7 O circuito para o detector de fotodiodo.

O detector de fotodiodo, utilizado para medir o sinal proveniente dos feixes de prova e excitação, tem papel importante na montagem da lente térmica. Basicamente, quando um feixe de luz incide sobre a superfície de um detector

Método	Cintura $(\mu m)$	Foco (cm)	Parâmetro confocal $(cm)$
Perfilômetro	$96, 8 \pm 0, 1$	$23, 4 \pm 0, 1$	$4,65 \pm 0,01$
Pin Hole	$95 \pm 2$	$23,0\pm0,2$	$4,5\pm 0,2$

Tabela 5.1: Cintura, foco e Parâmetro confocal para o laser de He-Ne pelos métodos do Perfilômetro e do "Pin Hole".

fotodiodo, surge uma corrente elétrica, que pode ser medida com auxílio de um multímetro. A figura abaixo representa uma esquematização de um detector de fotodiodo de silício, usado em nossas medidas,



Figura 5.14: Corte transversal de um fotodiodo de silício.

Como podemos ver pela Figura 5.14, o detector é basicamente um diodo de junção p-n (ver Capítulo 2), construído de modo a direcionar a luz incidente diretamente sobre camada p, bastante delgada e com espessura relacionada com o comprimento de onda a ser detectado. Considere, como exemplo, que um fluxo  $\phi$  de fótons, em  $cm^{-2}s^{-1}$ , com energia  $h\nu > E_g$ , onde  $E_g$  é a energia de lacuna de energia do material, dada por  $E_g = E_{Cn} - E_{Vp}$ , incida sobre o detector. Nesse caso, haverá excitação de pares elétron-buraco em ambos os lados da junção. Assim, os portadores minoritários fotoestimulados a uma certa distância da junção, podem, por difusão, atingir a zona de depleção antes de se recombinarem, sendo acelerados pelo campo elétrico para o outro lado, onde se tornam majoritários, o que gera uma corrente, chamada de fotocorrente.

Um fotodiodo pode operar no modos fotovoltaico e fotocondutivo. No modo

Lentes Térmicas

fotovolatico, não há polarização, como mostra a Figura 5.15(a), portanto, nesse modo, temos uma tensão gerada alta e um tempo de resposta baixo. No modo fotocondutivo, há a polarização devido a um potencial de uma fonte externa . A Figura 5.15(b) mostra o arranjo básico de um circuito para o detector operar no modo fotocondutivo [22]. Dessa forma, a tensão de saída será baixa, porém, ganhamos velocidade no tempo de resposta, essencial para nosso experimento. Entretanto, pode-se ganhar em sinal (e perder em velocidade de respsta) simplesmente aumentando o valor nominal da resistência. Em nosso circuito, usamos R=5KOhm.



Figura 5.15: Circuito para o detector de fotodiodo. Em a), temos o modo fotovoltáico. Em b) o circuito corresponde ao modo fotocondutivo. A resistência usada foi de 5KOhm.

#### 5.3.8 Posicionamento da amostra e otimização do sinal.

Como vimos, na equação principal da lente térmica (equação (4.59)) existem dois parâmetros, m e V, que dependem exclusivamente de questões geométricas da montagem. O parâmetro m, definido por  $m = \omega_{1p}^2/\omega_{0e}^2$ , indica o grau de descasamento dos lasers. Normalmente m fica entre 15 e 30. O parâmetro V, expressado por  $V = z_1/z_c$  interfere diretamente no sinal da lente térmica. Foi demonstrado por Sheldon [26], que esse valor deve ser 1,73 para o sinal de lente térmica ser o melhor possível. O último detalhe que deve ser levado em conta está relacionado com o tamanho pico-a-pico do sinal da lente térmica. O sinal da lente térmica corresponde a um máximo de 7% ou 8% do sinal total do feixe no detector. Acima de 10%, apesar do ajuste ficar muito bom, os valores ajustados não serão confiáveis. A Figura 5.16 mostra um sinal de lente térmica cuja intensidade pico-a-pico representa 7,2% do sinal total no detector. Este é um bom sinal para LT.



Figura 5.16: Sinal de Lente Térmica de aproximadamente 7,2% da intensidade total. Exemplo de como deve ser a intensidade do sinal de LT.

Cintura do feixe de excitação na amostra $\!\!\!^*$	$42 \ \mu m$
Cintura do feixe de prova	95,7 $\mu m$
Cintura do feixe de prova na amostra	191,2 $\mu m$
m	20,7
V	1,73

Tabela 5.2: Parâmetros geométricos do sistema usados nas medidas de lente térmica para a calibragem da montagem. \* Valor medido pelo perfilômetro, ver Apêndice B.

#### 5.3.9 Calibragem do sistema.

A última parte do processo de implantação da lente térmica é a calibragem do sistema. Para realizar essa verificação, aplicamos o método em uma amostra cujos parâmetros já foram medidos anteriormente com esta mesma técnica. Usamos uma amostra de Telureto, dopado com  $Yb^{3+}$ , chamada de Q3. Para a amostra em questão, o valor da difusividade foi de  $D = 2,93 \times 10^{-3} cm^2/s$  [27].



Figura 5.17: Sinal de Lente Térmica para a amostra de Telureto (amostra Q3), sob as mesmas condições descritas em [27].

Ajustando a curva com a equação (4.59), encontramos o valor de  $t_c = (1, 51 \pm 0, 01)ms$ , para o termpo térmico característico, e assim obtemos  $D = (2, 91 \pm 0, 02) \times 10^{-3} cm^2/s$ , em excelente acordo com o resultado medido anteriormente. Desta forma, podemos concluir que a técnica de Espectroscopia de Lente Térmica está corretamente instalada e os resultados produzidos por ela são confiáveis. Capítulo 6

# **Resultados Experimentais**

### 6.1 Introdução

Neste capítulo apresentaremos os resultados experimentais de lente térmica obtidos para amostras 4H e 6H de carbeto de silício. Determinaremos os principais parâmetros térmicos que caracterizam a amostra, tais como difusividade térmica e a taxa de variação do caminho óptico em relação à temperatura (ds/dT).

### 6.2 As amostras de SiC

Em nossas medidas de lente térmica, utilizamos duas amostras de carbeto de silício. A primeira delas está cristalizada em rede hexagonal 4H e dopada com nitrogênio, sendo portanto, do tipo n. Sua espessura é de  $325\mu m$ . A segunda amostra é uma SiC-6H, também dopada com nitrogênio (tipo n) e com  $383\mu m$  de espessura.

## 6.3 Resultados

### 6.3.1 Parâmetros do sistema

Os parâmetros geométricos e potências do sistema que utilizamos em nossos ajustes estão na Tabela 6.1. Vale a pena lembrar que, para toda alteração feita na montagem, é conveniente medir novamente os valores das cinturas.

Potência do laser de excitação (a 488 nm)	$30-350 \mathrm{~mW}$
Potência do laser de excitação (a 514 nm)	$100\text{-}550~\mathrm{mW}$
Cintura do feixe de excitação na amostra (a 488nm)	43,3 $\mu m$
Cintura do feixe de excitação na amostra (a 514nm)	44,5 $\mu m$
Potência do laser de prova (a 632,8 nm)	$1 \mathrm{mW}$
Cintura do feixe de prova (a 632,8 nm)	92,1 $\mu m$
Cintura do feixe de prova na amostra (a 632,8 nm)	184,0 $\mu m$
m (488nm)	18,06
m (514nm)	$16,\!54$
V	1,73

Tabela 6.1: Parâmetros geométricos e potências do sistema usados nas medidas de lente térmica para o carbeto de silício.

### 6.3.2 Difusividade térmica

A difusividade térmica D é encontrada através da equação (4.37), sendo  $t_c$  o tempo térmico característico, encontrado quando se ajusta a curva experimental com a equação (4.59). Em nossas medidas para a amostra 4H, usamos o laser de excitação com potências de 110, 160, 202, 248 e 325 mW, a 488 nm, obtendo para cada curva o  $t_c$  correspondente e determinando desta forma a difusividade para cada caso. As Figuras 6.1 e 6.2 mostram gráficos exibindo o sinal de lente térmica obtido quando o laser estava a 325 e 248 mW, respectivamente.



Figura 6.1: Curva experimental da amostra SiC-4H para uma potência de 325mW do laser de excitação a 488nm.



Figura 6.2: Curva experimental da amostra SiC-4H para uma potência de 248mW do laser de excitação a 488nm.

De acordo com o ajuste realizado, encontramos os seguintes valores para a difusividade térmica desta amostra (Tabela 6.2)

Potência do las er de excitação $(mW)$	Difusividade Térmica $(cm^2/s)$
325	$2, 4 \pm 0, 1$
248	$2, 6 \pm 0, 1$
202	$2,5 \pm 0,1$
160	$2,7\pm 0,2$
110	$2, 3 \pm 0, 2$

1

Tabela 6.2: Valores da difusividade térmica em função da potência do laser de excitação.

O procedimento para a amostra 6H foi exatamente o mesmo, entretanto, usamos o laser de excitação com potências de 250, 306, 400, 480 e 550 mW, e com comprimento de onda de 514nm, obtendo para cada curva o  $t_c$  correspondente e determinando de igual maneira a difusividade térmica para cada caso. As Figuras 6.3 e 6.4 mostram o sinal de lente térmica obtido quando o laser estava a 550 e 480 mW, respectivamente.



Figura 6.3: Curva experimental da amostra SiC-6H para uma potência de 550mW do laser de excitação a 514nm.



Figura 6.4: Curva experimental da amostra SiC-6H para uma potência de 480mW do laser de excitação a 514nm.

Para o ajuste realizado, encontramos os seguintes valores para a difusividade térmica desta amostra (Tabela 3.2)

Potência do las er de excitação $(mW)$	Difusividade Térmica $(cm^2/s)$	
550	$1, 6 \pm 0, 1$	
480	$1,5\pm 0,1$	
400	$1,5 \pm 0,1$	
306	$1, 6 \pm 0, 1$	
250	$1, 6 \pm 0, 1$	

Tabela 6.3: Valores da difusividade térmica em função da potência do laser de excitação.

#### 6.3.3 Coeficiente de absorção

O coeficiente de absorção da amostra é necessário a fim de se calcular a taxa de variação do caminho óptico em relação a temperatura ds/dT. Para obter esse coeficiente, utilizamos uma lâmpada de Xenônio conectada a um monocromador, de forma a variar o comprimento de onda de 270nm a 1250nm. Em seguida, fizemos uma varredura no comprimento de onda (270nm-1250nm) obtendo a intensidade I do feixe após passar pela amostra. Tomando o logarítmo de  $I/I_0$ , onde  $I_0$  é a intensidade que chega no detector sem amostra, é possível encontrar o coeficiente de absorção, segundo a lei de Beer, reescrita como  $log(I/I_0) = -A$ . Assim, exibindo o gráfico do coeficiente de absorção pelo comprimento de onda, encontramos o coeficiente de absorção da amostra ( $cm^{-1}$ ) para os comprimentos de onda desejados.

As Figuras 6.5 e 6.6 mostram os coeficientes de absorção para as amostras 4H e 6H nos comprimentos de onda entre 270-1250nm do feixe do laser de excitação.



Figura 6.5: Gráfico do coeficiente de absorção em função do comprimento de onda para o 4H-SiC.



Figura 6.6: Gráfico do coeficiente de absorção em função do comprimento de onda para o 6H-SiC.

## 6.3.4 Variação do caminho óptico em relação a temperatura ds/dT

A variação do caminho óptico em relação a temperatura ds/dT é um importante parâmetro óptico dos materias, que mede como o material se deforma opticamente com a variação da temperatura. De acordo com [28], s(r,t) é definido por,

$$s(T) = n(T)l(T) \tag{6.1}$$

A variação de s(T) entre os planos de entrada e saída do feixe de excitação na amostra (parte da frente e de trás da amostra) pode ser escrita como,

$$\Delta s(r,t) = n(r,t)l(r,t) + [\Delta l(0,t) - \Delta l(r,t)] - n(0,t)l(0,t)$$
(6.2)

onde,

$$\Delta l(r,t) = \left(\frac{\partial l}{\partial T}\right)_{T_0} \Delta T(r,t)$$
(6.3)

Usando uma expansão em série de Taylor, temos

$$\Delta s(r,t) = l_0 \left[ \frac{(n_0 - 1)}{l_0} \left( \frac{\partial l}{\partial T} \right)_{T_0} + \left( \frac{\partial n}{\partial T} \right)_{T_0} \right] \left[ \Delta T(r,t) - \Delta T(0,t) \right]$$
(6.4)

onde  $l_0$  e  $n_0$  são a espessura e o índice de refração da amostra à temperatura inicial  $T_0$ , respectivamente, e

$$\frac{ds}{dT} = \left[\frac{(n_0 - 1)}{l_0} \left(\frac{\partial l}{\partial T}\right)_{T_0} + \left(\frac{\partial n}{\partial T}\right)_{T_0}\right]$$
(6.5)

é a variação do caminho óptico com a temperatura da amostra. O primeiro termo da equação (6.5) representa a mudança da espessura da amostra e o segundo termo a mudança no índice de refração. Se quisermos levar em conta a contribuição da mudança da espessura da amostra com a temperatura, devemos substituir dn/dT por ds/dT na equação (4.42). Isso é justificável, uma vez que o modelo de lente térmica inicialmente foi aplicado para amostras líquidas, onde não há contribuições da espessura da amostra [8]. Assim, fazemos ds/dT=dn/dT na equação (4.42).

$$\Theta = -\frac{Al_{eff}}{K\lambda_p} \frac{ds}{dT} P_e \tag{6.6}$$

De acordo com a equação (6.6), temos uma relação linear entre o parâmetro  $\Theta$  e a potência do feixe de excitação. O coeficiente linear da reta de um gráfico  $\Theta$  vs Potência fornece a variação do caminho óptico ds/dT multiplicado por uma constante dependente do comprimento de onda feixe de prova  $(\lambda_p)$ , da condutividade térmica (K), do comprimento efetivo  $(L_{eff} = (1 - e^{-AL_s})/A)$  e do coeficiente de absorção da amostra (A). O comprimento efetivo da amostra deve ser usado em vez do comprimento da amostra caso A multiplicado por l (espessura da amostra) seja maior que 0,1 . Note que se  $A \cdot l$  for muito pequeno,  $l_{eff}$  tende a l. Este fator  $l_{eff}$  foi ajustado experimentalmente por fornecer resultados mais confiáveis [29].

O gráfico abaixo (gráfico 6.7) mostra a curva obtida em nossas medidas para a amostra 4H,



Figura 6.7: Gráfico do parâmetro  $\Theta$  dividido pelo comprimento efetivo da amostra 4H em função do comprimento da potência do laser de excitação. O coeficiente angular da reta em vermelho nos fornece ds/dT.

O ajuste linear dos pontos experimentais ( $\Theta = const.P_e = B.P_e$ ), onde  $B = \frac{A}{K\lambda_p} \frac{ds}{dT}$ , nos forneceu  $B = (10, 3 \pm 0, 1)rad/Wcm$ . Desta maneira, usando  $A = 78, 8cm^{-1}, \lambda_p = 632, 8nm$  e K = 3, 57W/Kcm, [21] obtivemos  $ds/dT = (2, 9 \pm 0, 1) \times 10^{-5}K^{-1}$ . O valor da condutividade térmica K = 3, 57W/Kcm foi obtido através da técnica fotopiroelétrica, de acordo com [21]. Pela equação (4.35), usando os valores de D e K, é possível ainda encontrar o valor de  $\rho c$ . Nesse caso,  $\rho c = 1, 2J/Kcm^3$ . Vale lembrar que, para se medir  $\rho c$  de um material, seria necessário montar toda uma técnica experimental, conhecida como técnica  $\rho c$ .

O próximo gráfico (Figura 6.8) mostra a curva obtida em nossas medidas para a amostra 6H,



Figura 6.8: Gráfico do parâmetro  $\Theta$  dividido pelo comprimento efetivo da amostra 6H em função do comprimento da potência do laser de excitação. O coeficiente angular da reta em vermelho nos fornece ds/dT.

Aqui, o ajuste linear dos pontos experimentais nos forneceu

 $B = (5, 1 \pm 0, 1) rad/Wcm$ . Desta maneira, usando  $A = 47, 1cm^{-1}, \lambda_p = 632, 8nm$  e K = 2, 78W/Kcm, [21] obtivemos  $ds/dT = (1, 9 \pm 0, 1) \times 10^{-5} K^{-1}$ . Temos ainda  $\rho c = 1, 7J/Kcm^3$ .

## 6.3.5 Sumário das características térmica do 4H-SiC e 6H-SiC

Podemos ver na tabela abaixo (Tabela 3.2) as principais características térmicas de nossas amostras de carbeto de silício,

Característica	Amostra 4H	Amostra 6H
Difusividade Térmica	$(2,5\pm 0,2)cm^2/s$	$(1,5\pm 0,2)cm^2/s$
Coeficiente de Absorção (488mn)	$78, 8 cm^{-1}$	$48, 1 cm^{-1}$
Coeficiente de Absorção (514mn)	$72,6cm^{-1}$	$47, 1 cm^{-1}$
Condutividade Térmica	3,57W/Kcm	2,78W/Kcm
ho c	$1, 2J/Kcm^3$	$1,7J/Kcm^3$
Variação do caminho óptico d s/dT	$(2,9\pm0,1)\times10^{-5}K^{-1}$	$(1,9\pm0,1)\times10^{-5}K^{-1}$

Tabela 6.4: Valores finais para as características térmicas do SiC-4H e SiC-6H

De acordo com os nossos resultados, vimos que as amostras SiC-4H e SiC-6H atuam como lentes convergente quando submetidas a um feixe de alta potência. O valor para a difusividade térmica encontrada está dentro do que seria esperado para uma amostra de Carbeto de Silício [24] [23]. Esse valor é extremamente alto se comparado com outros materiais, ficando atrás apenas do diamante [24] e sendo muito superior (três ordens de grandeza!) a vidros (aluminatos, silicatos, soda lime, etc)[25]. A condutividade térmica utilizada, K = 3,57W/Kcm, foi obtida em um trabalho anterior de nosso grupo [21] e está de acordo com os valores disponíveis na literatura [6]. Finalmente, a propriedade mais importante que pretendíamos obter era o valor da variação do caminho óptico ds/dT. Não existem dados disponíveis a respeito deste parâmetro na literatura, desta forma, o nosso trabalho se mostra pioneiro. Em termos de comparação de ordem de grandeza, podemos usar o resultado obtido por Anjos e tal [23] para uma amostra 3C-SiC, onde  $ds/dT = -2,47 \times 10^{-5} K^{-1}$ , sendo que o sinal negativo indica que a lente era divergente.

# Capítulo 7

# Conclusão

Dois eram os propósitos deste trabalho:

- 1. Entender e montar a técnica de espectroscopia de lente térmica ;
- 2. Obter, através desta técnica, alguns parâmetros térmicos do SiC.

Para o entendimento da lente térmica, realizamos um estudo sobre os aspectos teóricos e experimentais do efeito. O passo seguinte foi realizar a montagem da técnica, levando-se em conta todos os detalhes que permitiram melhorar a qualidade do sinal e torná-lo confiável. Por fim, o método foi aplicado em amostras de carbeto de silício, 4H e 6H-SiC.

Os excelentes resultados que tivemos ao empregar este método experimental na determinação dos parâmetros térmicos do carbeto de silício podem ser visto pela Tabela 3.2. Em uma comparação direta com os dados da literatura, vemos que os nossos resultados estão em plena concordância com os valores publicados (ver Sumário das características térmica do 4H e 6H-SiC). Deve-se ressaltar, entretanto, que os parâmetros térmicos de cada amostra são características da própria amostra, de modo que a comparação direta é válida no sentido de verificar se os resultados não se apresentam discrepantes. Por outro lado, o valor da variação do caminho óptico ds/dT é um dado que podemos classificar como novo, já que não há publicações a esse respeito.

Desta maneira, o emprego da espectroscopia de lente térmica na determinação dos parâmetros térmicos de amostras de semicondutores, em especial o Carbeto de Silício, se mostrou bastante confiável e, por conseqüência direta, acreditamos ser viável a aplicação deste tipo de espectroscopia para outros semicondutores. Como perspectivas para o futuro, pretendemos automatizar o método de medir a cintura do feixe, utilizando um motor de passo para mover o perfilômetro. Além disso, vamos construir uma camâra de resfriamento por nitrogênio líquido, o que nos permitirá medir a difusividade térmica em função da temperatura.

# Apêndice A

# O Perfilômetro

### A.1 Introdução

Como vimos no Capítulo 5, podemos medir a cintura de um feixe de laser usando dois métodos diferentes. Utilizamos um a técnica do "Pin Hole" e também usamos a técnica do Perfilômetro. De uma maneira geral, duas tecnologias são utilizadas para realizar diagnósticos em feixes de laser:

- Usando câmeras CCD (Charged Coupled Device) para filmar o perfil do feixe;
- Usando métodos mecânicos para escanear o feixe.

A principal vantagem do uso de métodos mecânicos sobre o uso de câmeras está na possibilidade de medir feixes extremamentes intensos. Entretanto, perde-se exatidão nos resultados. Por outro lado, câmeras permitem grande precisão nas medidas e uma análise detalhada do feixe, desde que não se incida altas potências sobre a CCD, sendo portanto mais confiável do que o outro método. Neste apêndice descreveremos brevemente o perfilômetro que usamos para medir a cintura dos feixes de excitação e de prova, mostrando suas principais características e vantagens.

### A.2 Funcionamento do Perfilômetro

Basicamente, o perfilômetro usa uma câmera e uma placa de vídeo para filmar, capturar, armazenar e realizar análise de intensidade, em duas ou três dimensões, de um feixe de laser. As câmeras CCD são baseadas em detectores, agrupados como mosaicos em duas dimensões, chamados "pixels". Esses "mosaicos" medem instantaneamente a energia incidente sobre eles, capturando, desta forma, o padrão do feixe do laser. A distribuição de intensidade é gravada pixel a pixel e exibida em um mapa bi-dimensional por um programa de computador, que faz toda a análise numérica do feixe, calculando o perfil de distribuição da intensidade, por exemplo.

## A.3 O Programa de Análise do Feixe

Para que se tenha dados numéricos a respeito do feixe do laser estudado, o fabricante do Perfilômetro disponibiliza um programa que faz toda essa análise. Em nosso laboratório, utilizamos um perfilômetro LBP-2 USB Visible Laser Beam Profiler, 350-1100nm, Interface USB 2.0, fabricado pela Newport Opto-Electronics Technologies. Abaixo (figura A.1) podemos ver o "layout" principal do programa de análise do feixe, dividida por áreas.



Figura A.1: Tela principal do programa de análise do feixe do laser, fornecido pela Newport para o Perfilômetro LBP-2. 1-Área de visualização do feixe; 2-Valores do perfil do feixe; 3-Perfil de intensidade do feixe.

Na "área 1", temos a visualização direta do feixe, em duas dimensões. Com esta imagem, é possível observar, a grosso modo, se o feixe está "redondo", o que é sinal de um perfil gaussiano de intensidade. Além disso, pode-se observar se o feixe está saturado ou não. Em caso de feixe saturado, o ideal seria trocar o filtro da CCD. Imagens saturadas resultam em erros na medida da cintura do feixe. Todas as informações numéricas a respeito do feixe podem ser observadas na "área 2". É possível saber, com precisão de mícrons, o comprimento do "spot" do feixe do laser a uma determinada altura, tanto na horizontal quanto na vertical. Na "área 3" é possível ver a curva experimental e o ajuste da curva, obtida para o caso de um feixe gaussiano.

#### Especificações técnicas **A.4**

Segue abaixo algumas especificações técnicas sobre o Perfilômetro LBP-2 Newport 

Ítem	Especificação
Tipo de câmera	CCD Monocromática
Área do sensor	6.47mm comprimento x 4.83mm altura
Tamanho do Pixel	$8,6\mu m \mathrm{x} 8,3\mu m$
Espectro	350-1100 nm
Sensibilidade	$\approx 5 n W/cm^2$ a 633nm
Intensidade para saturação	$\approx 1 m W/cm^2$ sem filtros
Intensidade para dano irreversível	$50W/cm^2$ com todos os filtros instalados

## Apêndice B

# Medida da Cintura do Laser de Argônio pelo Perfilômetro

### B.1 Introdução

Neste apêndice, mostraremos como realizar a medida da cintura do feixe do laser de Argônio utilizando a técnica do perfilômetro. Experimentalmente, é muito mais rápido realizar a medida da cintura usando a técnica do perfilômetro do que medir usando a técnica do "Pin Hole", e além disso, o resultado é mais confiável. O problema em se realizar estas medidas está no fato de que o feixe do laser de argônio ser extremamente potente, o que certamente causaria danos à câmera CCD do perfilômetro, caso incidido diretamente sobre ela. Desta maneira, para atenuar a potência do feixe do laser na CCD e realizar as medidas, utilizamos filtros neutros de densidade óptica variadas. O que queremos mostrar nesse apêndice é que a inserção desses filtros na montagem não altera o feixe do laser de excitação.

### B.2 Medidas da Cintura do Argônio

O procedimento experimental adotado para a técnica do Perfilômetro está descrito na seção 5.3.6. Desta vez, para cada filtro inserido na montagem, realizamos uma medida da cintura.

A Figura B.1 mostra a curva obtida para um filtro neutro , de densidade óptica 1,6, ou seja, que permite que somente 2,5% ( $1/10^{1,6}$ ) da intensidade do feixe passe por ele,



Figura B.1: Curva experimental e ajuste para a cintura do feixe de Argônio com um filtro neutro, densidade óptica de 1,6.

Com esta curva, ajustamos os seguintes valores para as constantes A, B e C,

Lentes Térmicas

Parâmetros	Valor
A	$(0, 10 \pm 0, 01)cm^2$
В	$(-0.00004 \pm 0.00001)cm$
С	$0.070 \pm 0.001$
$z_0$	$(18, 37 \pm 0, 01)cm$
$z_c$	$(1,19\pm0,01)cm$
$\omega_0$	$(42, 9 \pm 0, 5)cm$

A próxima Figura B.2 mostra a curva obtida para uma sequência de filtros neutros , de densidades ópticas 1,6 e 1,3, ou seja, o primeiro permite que somente 2,5% da intensidade do feixe passe por ele, enquanto o filtro seguinte atenua ainda mais a intensidade (5,0% dos 2,5% do feixe inicial)



Figura B.2: Curva experimental e ajuste para a cintura do feixe de Argônio para uma sequência de filtros neutros, de densidades ópticas 1,6 e 1,3, respectivamente.

Com esta curva, ajustamos os seguintes valores para as constantes A, B e C,

Parâmetros	Valor
A	$(0,08\pm0,01)cm^2$
В	$(-0.0008 \pm 0.0001)cm$
С	$0.071\pm0.001$
$z_0$	$(18, 37 \pm 0, 01) cm$
$z_c$	$(1,06\pm0,01)cm$
$\omega_0$	$(40,5\pm0,5)cm$

Os resultados abaixo foram obtidos para outras configurações de filtros,

Filtro	Cintura $(\mu m)$	Foco (cm)
1,3	$44, 7 \pm 0, 7$	$18, 4 \pm 0, 1$
$1,\!6\!+\!1,\!0$	$41,0\pm0,5$	$18, 3 \pm 0, 1$
$1,\!6\!+\!1,\!3$	$41, 2 \pm 0, 3$	$18, 4 \pm 0, 1$
$1,\!6\!+\!1,\!3\!+\!1,\!0$	$42,7\pm0,2$	$18, 2 \pm 0, 1$

Os valores encontrados para as configurações de filtros 1,3 ( $\omega_0 = 44, 7\mu m$ ) e 1,6 ( $\omega_0 = 42, 9\mu m$ ) diferem das demais justamanente por permitir que uma grande intensidade do feixe chegasse à CCD, causando saturação nos pixels e consequentemente erros nas medidas.

De acordo com a tabela acima, podemos concluir que a cintura não muda com a inserção dos filtros. Desta forma, o valor que melhor representa a cintura do feixe de Argônio em nossa montagem é uma média dos valores acima. O resultado final será  $\omega_0 = (42 \pm 1) \mu m$ . Em uma comparação direta com o resultado obtido pelo método do "pin hole",  $\omega_0 = (38 \pm 3) \mu m$ , podemos ver uma boa concordância entre os dois métodos.

# Bibliografia

- T. Lai, L. Rozario, R.J. Hwu, P. A. Ivanov, Proceedings of the Third International High Temperature Eletronic Conference (HiTEC), vol 1, 183 (1996)
- [2] M.B. Bhatanagar, B.J. Boliga, IEEE Trans. Electron Devices 40 645 (1993)
- [3] Ashcroft, Neil W, Mermin, David N Solid State Physics. Chapter 8
- [4] Shaffer, P.T.B., Appl. Opt. 10 (1971), 1034-1036.
- [5] Dubrovskii, G.B., Lepneva, A.A. Energy band structure and optical spectra of silicon carbide crystals. Sov. Phys. Solid State 19 (1977) 729; Fiz. Tverd. Tela 19 (1977) 1252.
- [6] Nilsson, O., H. Mehling, R. Horn, J. Fricke, R. Hofmann, S.G. Muller, R.
   Eckstein, D. Hofmann, High Temperatures-High Pressures 29 (1997), 73-79.
- [7] Goldberg Yu., Levinshtein M.E., Rumyantsev S.L. in Properties of Advanced SemiconductorMaterials GaN, AlN, SiC, BN, SiC, SiGe . Eds. Levinshtein M.E., Rumyantsev S.L., Shur M.S., John Wiley Sons, Inc., New York, 2001, 93-148.

- [8] Shen J.,R.D.Lowe and R.D Snook ."A model for CW Laser-Induced Mode-Mismatched Dual Beam Thermal Lens Spectrometry." Chemical Physics 165 (2-3):385-396, (1992).
- [9] Gordon, J.P., R.C.C. Leite, R.S. Moore, S.P.S. Porto and J.R. Whinnery (1965) "Long Transient Effects in Lasers with Inserted Liquid Samples." Journal of Applied Physics 36(1)
- [10] Carslaw, H. S. and J. C. Jaeger (1959). "Conditions Heat in Solids" 2nd Ed. (Clarendom Press, Oxford)
- [11] Sigman, A.E. "An Introduction to Laser and Masers" (McGraw-Hill, New York,1971)
- [12] G.N. Watson, "Bessel Functions" (The MacMillan Company, New York, 1948), 2nd ed., pag 393.
- [13] Shaole Wu and Norman J. Dovich "Fresnel Diffraction theory for steady-state thermal lens measurements in thin films." J. Appl. Phys. 67(3), (1990).
- [14] J. P. Gordon, R. C. C. Leite, R. S. Moore, S. P. S. Porto and J. R. Whinnery, Bull. Am. Phys. Soc. 9, 501 (1964).
- [15] R. C. C. Leite, R. S. Moore, and J. R. Whinery, Appl. Phys. Lett. 5, 141 (1964)
- [16] D. J. Solimini, J. Appl. Phys. 12, 3314 (1966).
- [17] F. R. Grabiner, D. R. Siebert and G. W. Flynn, Chem. Phys. Lett. 17, 189 (1972).
- [18] C. Hu and J. R. Whinery, Appl. Opt. 12 (1), 72 (1973).

- [19] E. A. Falcão, A. Steimacher, A.N. Medina, J.R.D. Pereira, A.C. Bento, M.L. Baesso, C.M.R. Remédios and J.M. Sasaki, J. Phys. IV France 125, 391 (2005).
- [20] Amnon Yariv, Quantum Electronics Third Edition, Chapter 6-6 (1989)
- [21] Assafrão, A. Determinação dos Parâmetros Térmicos do SiC via Espectroscopia Fotopiroelétrica, Monografia de Conclusão de Curso, Departamento de Física- UFJF (2006)
- [22] Carmo, A.P. Processos não Lineares em Matriz Vítrea Dopadas com Íons Er<sup>3+</sup> Monografia de Conclusão de Curso, Departamento de Física- UFJF (2006)
- [23] Anjos, V.; M. J. V. Bell; E. A. de Vasconcelos; E.F. da Silva; A. A. Andrade; R.W.A.Franco "Thermal-lens and photo-acoustic methods for the determination of SiC thermal properties". Microeletronics Journal.
- [24] J. S. Wu and Y. F. Chen, "Thermal diffusivity in amorphous silicon carbon nitride thin films by the traveling wave technique" Appl. Phys. L. V 79, N3 (2001)
- [25] Anjos, V. M. J. V. Bell; E. A. de Vasconcelos; E.F. da Silva; A. A. Andrade "Time-resolved lens measurements of the thermo-opticals properties of glasses at low temperature down to 20K", Physical Review B,71, 214202 (2005)
- [26] S.J. Sheldon, L. V. Knight, J.M.Thorne "Laser-induced thermal lens effect: a new theoretical model", Appl. Opt., vol21, pp. 1663-1669, (1982).
- [27] L.R.P.Kassab, M.J.V.Bell, A.P.Carmo "Thermo-optical parameters of Tellurite glasses doped with Yb<sup>3+</sup>". J.Phys.D Appl. Phys. 40(2007)

- [28] M.L.Baesso, J.Shen, R.D.Snook "Mode-Mismatched thermal lens determination of temperature coefficient of optical path lenght in soda lime glass at different wavelenghts" J. Appl. Phys, 75 (8), (1994).
- [29] A. C. Andrade "Aplicações técnicas de lente térmica e Z-Scan ao estudo de sólidos dopados" Tese de Doutorado, São Carlos 2002