



UNIVERSIDAD AUTONOMA DE SAN LUIS POTOSÍ
FACULTAD DE CIENCIAS



Un espectrómetro para la medición de anisotropías ópticas

TESIS PARA OBTENER EL TITULO DE:
MESTRIA EN CIENCIAS APLICADAS

PRESENTA:

ING. MANUEL OCTAVIO VILLALOBOS AGUILAR

ASESOR:

DR. RAÚL EDUARDO BALDERAS NAVARRO

San Luis Potosí, S. L. P., Diciembre de 2009

Agradecimientos

Dr. Raúl Eduardo Balderas Navarro, Gracias. La realización de esta tesis en gran parte se debe a este "chavo" que ahí estuvo todo este tiempo guiando mi trabajo. Gracias por creer en mí y hacerme parte de este proyecto, por su confianza, paciencia y apoyo. Gracias por que además del gran crecimiento académico me llevo un crecimiento profesional y personal, me llevo un amigo que seguirá impulsándome y animándome para afrontar nuevos retos.

Agradezco al señor Alan Sustaita porque ahí estuvo sugiriendo y compartiendo las largas jornadas de trabajo, los buenos momentos de diversión. Muchas gracias "gato" por tu ayuda y tu amistad brindada

A todos mis profesores por que ampliaron, desarrollaron y guiaron mi formación académica.

A todos mis compañeros de generación (Bertha, Tepos, Guevara, Puebla, Niño, Marco, Saúl, Rafa y al Alex) que con ellos me avente largas horas de estudio, trabajos, proyectos, gracias por su ayuda, gracias por la paciencia y porque algunas veces se volvían mis maestro y aprendía de ellos. Sobre todo por la amistad brindada y por hacer más fácil y divertido mi estancia en este instituto.

A todos mis amigos que han sido parte de mi crecimiento. y están siempre apoyándome en cada uno de mis proyectos: Chuy, Pony, Norma, Edgar, Elisa, Oscar, Pamela, Lucely, Raúl, a mis hermanos los brijuchi's.

Este es un esfuerzo compartido agradezco a mis padres: Jorge y Juanita que me apoyan en cada momento y me alientan a ser mejor persona día a día, gracias a sus esfuerzos concluyo una etapa as de mi vida. A mis hermanos por su paciencia, ayuda y amistad. No puedo terminar si agradecer a mi familia a mi abue, mis tíos y primos: a Ali, Isra que han estado cerca de mí en cada momento.

Este trabajo fue financiado parcialmente por el Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología y el FAI-UASLP (C08-FAI-10-27.63).

Resumen

La necesidad de contar con una sonda óptica compacta para la medición de anisotropías ópticas de la función dieléctrica de superficies de materiales semiconductores, nos sugirió al montaje de un espectrómetro de reflectancia diferencial (RDS). Este nos permite obtener las partes reales e imaginaria de la respuesta anisotrópica en reflexión. El sistema consta de un modulador fotoelástico que opera a una frecuencia de 42 KHz, dos polarizadores tipo Rochon, espejos y un sistema de detección compuesto por un tubo fotomultiplicador y un monocromador. Así mismo, se uso fibra óptica para que sea lo mas compacto posible. Es sistema está automatizado con instrumentación virtual y presenta la opción de poder realizar experimentos de fotoreflectancia y elipsometría. Para su evaluación, se ha aplicado a un número de semiconductores cúbicos, tales como son la superficie (001) de GaAs, CdTe, InP, InSb, GaSb, GaP; así como la cara (110) de Si y de TiO₂.

Como una aplicación, las anisotropías ópticas de mayor interés en esta Tesis es la que presentan las superficies de Si(110) cuando se someten a tratamientos químicos en base de HF y ataque electroquímico utilizando como electrolito HF + etanol, y contrastándolas con mediciones de microscopía de fuerza atómica. Adicionalmente, se caracterizó el cambio en la anisotropía óptica que exhibe el Si(110) al deformarse elásticamente en las direcciones cristalográficas [1-10] y [001] y se midieron además dos estructuras de Si crecido sobre capas de Si_{1-y}Ge_y(110), con $y \approx 0.3$.

Índice General

Capítulo Uno: Introducción	1
Capítulo Dos: Descripción del Arreglo Experimental del Espectrómetro	4
2.1 Descripción general	4
2.2 Descripción del espectrómetro de reflectancia diferencial	8
2.3 Análisis óptico del espectrómetro RD	10
2.4 Alineación del espectrómetro y su respuesta en frecuencia	13
Capítulo Tres: Resultados Experimentales y discusión	15
3.1 Linealidad del sistema	15
3.2 Mediciones realizadas	17
3.3.1 Arsenuro de Galio (GaAs)	17
3.3.2 Telurio de Cadmio (CdTe)	20
3.3.3 Fosfuro de Indio (InP)	22
3.3.4 Fosfuro de Antimonio (InSb)	24
3.3.5 Antimoniuro de Galio (GaSb)	26
3.3.6 Fosfuro de Galio (GaP)	27
3.3.7 Dióxido de Titanio (TiO ₂ (110))	28
3.2.8 Silicio (Si(110))	29
3.3 Tratamientos químicos en la superficie de Si(110) con HF	31
3.3.1 Limpieza de si(110) con HF	31
3.3.2 Ataque electroquímico de Si(110) con HF	32
3.3.3 Superficies de Si(110) sometidas a tensiones mecánicas	35
3.3.4 Anisotropías ópticas de películas de Si crecidas sobre Si _{1-x} Ge _x (110)	38
Capítulo cuatro: Conclusiones	40
Referencias	44
Apéndice	47

Capítulo Uno

Introducción

Nominalmente las propiedades ópticas, y en particular la reflectividad de un material cúbico son isotrópicas; es decir, no dependen de la orientación ni de la polarización del campo electromagnético del fotón. Sin embargo, cuando ocurre un rompimiento de la simetría cúbica, la respuesta óptica no necesariamente preserva la isotropía. Esto ocurre por lo general en regiones cercanas a la superficie o interfaces. En consecuencia, al estar presente un agente que altere la simetría cúbica, la diferencia en reflectividad para dos polarizaciones ortogonales no es necesariamente cero. Una de las espectroscopías ópticas que sirven como sonda para la medición de dicha pérdida en simetría se conoce como espectroscopia de reflectancia diferencial.¹⁻¹⁰ Entre los agentes físicos que son responsables en la alteración de la simetría cúbica se encuentran: deformaciones mecánicas (elásticas o plásticas),⁸ campos eléctricos superficiales a través de un efecto piezoeléctrico,¹¹ defectos puntuales (vacancias o intersitios),^{12,13} micro-rugosidades,¹⁴ absorción moléculas orgánicas (p.ej. ADN y CO),^{15,16} deformaciones en polímeros,⁹ etc. Por lo tanto, la espectroscopia de reflectancia diferencial (RDS) es una técnica óptica no destructiva aplicable a superficies que se ha usado de manera rutinaria dentro de una amplia gama de ambientes (aire, vacío, gases y hasta en líquidos), para medir la anisotropía óptica asociadas y generadas en procesos superficiales, como los mencionados líneas arriba. La RDS mide la diferencia en la reflexión a incidencia normal de luz linealmente polarizada entre dos direcciones ortogonales sobre el plano de la superficie de la muestra bajo estudio.^{3,4,5} Dichas direcciones deben coincidir con los ejes simétricos del cristal. Por ejemplo, para la superficie (001), los ejes cristalográficos son $\{[1-10]$ y $[110]\}$; mientras que para la cara (110), los ejes son $\{[1\bar{1}0]$ y $[001]\}$ o $\{[\bar{1}1\bar{2}]$ y $[\bar{1}1\bar{1}]\}$. Típicamente, el haz de prueba en RDS opera en el rango ultravioleta-visible y con menos frecuencia en el rango infrarrojo cercano; habiendo pocos estudios en el mediano y lejano infrarrojo.

La técnica RDS se ha utilizado en la mayoría de los casos en materiales semiconductores con estructura zincblenda, tal y como se muestra en la Fig. 1a (p.ej., GaAs, CdTe, InP, GaP, InSb, GaSb, entre otros) o diamante (Si y Ge) y en metales nobles (p. ej. Cu, Au y Ag). En esencia, los espectros de anisotropías presentan formas de línea con estructuras complejas que son una combinación lineal de primeras y segundas derivadas de la función dieléctrica, alrededor de las energías críticas tales como: E_0 , E_1 , $E_1+\Delta_1$, E_0' , $E_0'+\Delta_0'$, E_2 , etc, para semiconductores¹⁶ y en la banda d en metales.¹⁷ Estas transiciones ocurren en puntos críticos de alta simetría en la zona de Brillouin.^{16,17} De esta manera, la espectroscopia RD es sensible a los cambios mencionados y éstos se pueden correlacionar con los procesos superficiales. Esto hace que la RDS sea una herramienta muy útil y versátil para el monitoreo en procesos superficiales y poder estudiarlos vía un sistema de retroalimentación, siempre y cuando se identifiquen correctamente el origen físico de los agentes que producen una anisotropía óptica.

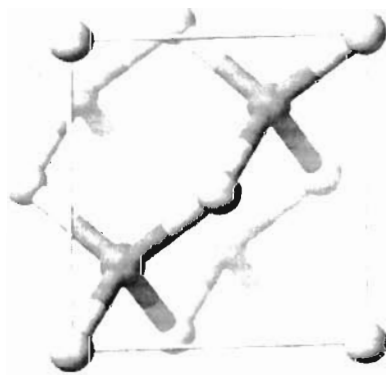


Figura 1a. Estructura ZINCBLENDA. Los átomos azules son los aniones (As, P, Sb, Te,) y los átomos amarillos son los cationes (Ga, In, Cd, Zn). En el caso de metales, la estructura también es cúbica; p.ej. en Cu es cúbica centrada en la cara (fcc). Cuando ambos átomos son iguales, es el caso del silicio y germanio.

En relación a las dos superficies que nos interesan en este trabajo, las orientaciones (001) y (110); la cara (001) es isotrópica en Silicio, contrastándose con la cara (110) la cual intrínsecamente es anisotrópica.

En la fig. 1b se muestran ambas caras. La orientación (110) está delimitada con los trazos verdes y la cara (001) está indicada con orientación paralela a la flecha vertical.

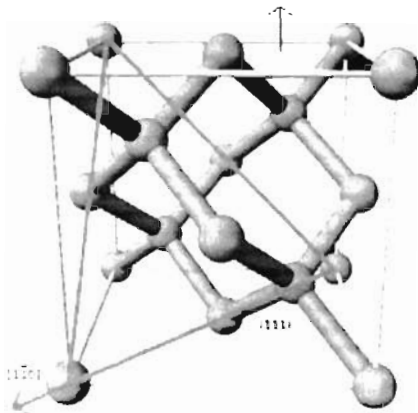


Figura 1b. Estructura diamante. La cara (110) está delimitada por el triángulo verde y la cara (001) está indicada con orientación la flecha vertical.

Finalmente, la RDS está encontrando un uso cada vez mayor en campos de importancia inmediata al desarrollo tecnológico, tales como en catálisis heterogénea en metales, fabricación de interfaces usadas en láseres semiconductores, dispositivos micro-electrónicos de alta densidad, entre otros.

En esta Tesis se presenta el diseño y desarrollo de un espectrómetro RD para la medición de anisotropías ópticas en superficies, el cual puede medir la parte real y compleja de la diferencia en efectividad normalizada. El sistema es compacto y usa fibras ópticas para la colección de la luz reflejada por la muestra al sistema de adustión y procesado electrónico. Con ayuda de las funciones dieléctricas se presenta la obtención del cambio asociado a la función dieléctrica. La Tesis de desarrolla como sigue. En el Capítulo 2 se expone el análisis del espectrómetro y su descripción experimental de cada uno de los elementos ópticos del sistema. En el Capítulo 3 se presentan los resultados experimentales obtenidos para los diferentes cristales semiconductores y su discusión. Finalmente, en el Capítulo 4 se presentan las conclusiones y el trabajo a futuro para la mejora de este instrumento presentado en este trabajo.

Capítulo Dos

Descripción del Espectrómetro Reflectancia Diferencial

2.1 Descripción General

Las mediciones de anisotropías ópticas que se realizan con el espectrómetro RD consisten en iluminar la superficie de una muestra a incidencia normal ($\leq 6^\circ$) con un haz de luz linealmente polarizado a lo largo de dos ejes ópticos (α, β) mutuamente perpendiculares y sobre la superficie, para obtener la diferencia de reflectividad normalizada a la suma de estas dos reflectividades complejas. De manera específica, la anisotropía óptica (AO) viene dada por:

$$\frac{\Delta\tilde{r}}{\tilde{r}} = 2 \frac{\tilde{r}_\alpha - \tilde{r}_\beta}{\tilde{r}_\alpha + \tilde{r}_\beta} = \frac{\Delta r}{r} + i\Delta\theta, \quad (1)$$

en donde $\frac{\Delta r}{r}$ y $\Delta\theta$ son las partes real e imaginaria de la AO, respectivamente. Los espectros se grafican en función de la energía E del fotón incidente que viene dada por $E=1239.4/\lambda$, siendo λ la longitud de onda en particular. Las unidades de E y λ son electrón-volts (eV) y nanómetros, respectivamente.

Como se mencionó anteriormente, esta diferencia en reflectividades se origina por la pérdida de simetría cúbica del semiconductor en la superficie y por lo tanto hay un contraste de la respuesta óptica debida a presencia de un agente dominante que induzca un AO: un campo eléctrico superficial (en este caso a través de un efecto piezoeléctrico inverso), reconstrucción superficial, deformaciones elásticas y plásticas debidas a una distribución de dislocaciones, relajaciones anisotrópicas, micro- rugosidades, etc.. Esto efectos han sido estudiados formalmente con

anterioridad.¹⁻¹⁶ En lo que sigue se describirá con ciertos detalles cada uno de las componentes que integran el espectrómetro.

Nuestro espectrómetro para mediciones RD tiene como base de operación un modulador fotoelástico (MFE) para modular la polarización de la luz incidente sobre la muestra.^{3,4,5} Esta configuración nos permite un procedimiento sencillo para sustraer componentes parásitas del espectro, al tomar dos espectros girando la muestra 90 grados y realizar la resta entre ambos. Esto se detallará más adelante. Empleamos el modulador fotoelástico junto a un analizador para determinar el estado de polarización de la luz. Este arreglo nos permite la medición de la componente compleja e imaginaria ya que utiliza dos prismas Rochon: uno es para polarizar linealmente la luz incidente formando un ángulo de 45 grados con respecto al plano de incidencia y otro polarizador que funciona como analizador colocado entre la muestra y el fototubo multiplicador. Tanto el MFE como el analizador están orientados a cero grados, ver Fig. 2.

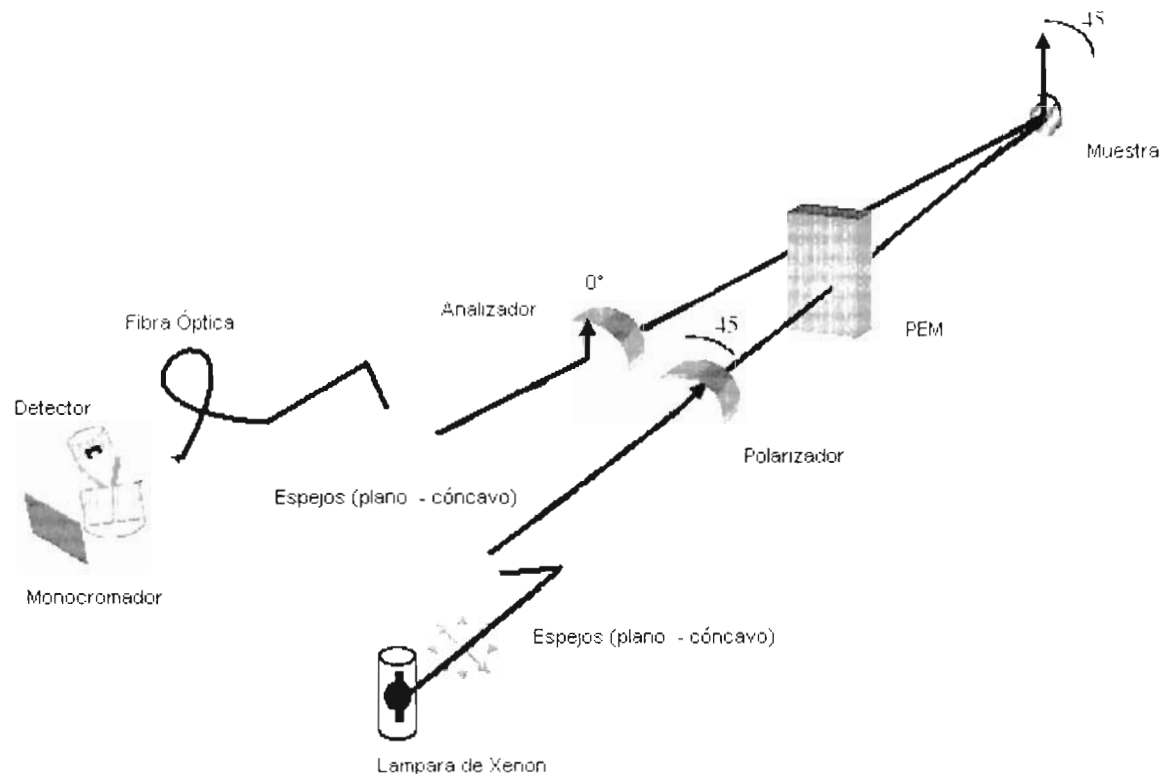


Figura 2. Esquema general del espectrómetro para mediciones de Reflectividad Diferencial (RDS). Ver texto para mas detalles.

- *El Modulador Fotoelástico*

El MFE trabaja en base el efecto piezoeléctrico y está formado por una cristal rectangular de sílice acoplado mecánicamente con un transductor piezoeléctrico, el cual le transfiere deformaciones periódicas en forma pulsos a una razón de 42 KHz.¹⁸ Debido a la tensión aplicada al piezoeléctrico, la sílice se convierte en birrefringente, induciendo un retardo periódico para uno de los dos componentes del vector de polarización de la luz incidente. Esto es, si el elemento óptico está comprimido, el componente de polarización paralelo al eje modulador viaja ligeramente más rápido que el componente vertical. Si el elemento óptico se alarga, la componente horizontal va detrás de la componente vertical. Esto trae como consecuencia que la luz emerja elípticamente polarizada, como se muestra en la Fig. 3. Cuando se realice el análisis electro-óptico del espectrómetro, se tratará con más detalle el retardo dado para el MFE.

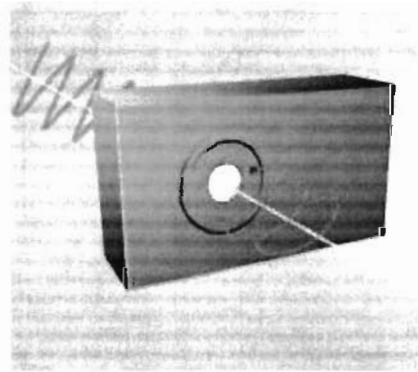


Figura 3. Luz elípticamente polarizada a la salida del MFE.

- *Detector: Tubo Fotomultiplicador*

Una vez que la luz es reflejada por la muestra, ésta se debe procesar detectar y convertir luz a voltaje, para poder obtener una señal proporcional a la ecuación (1). Para ello, se usó como elemento detector en nuestro espectrómetro un fotomultiplicador (PMT, photo-tube multiplier, por sus siglas en inglés)

Este detector de radiación trabaja con el principio de efecto fotoeléctrico. El efecto fotoeléctrico consiste en la emisión y multiplicación de electrones por un material alcalino cuando éste se le ilumina con radiación electromagnética. Este transductor convierte dichas señales luminosas a eléctricas y tiene una relación lineal entre la entrada y la salida. Consta de tres elementos principales que son el fotocátodo, dinodos multiplicadores y un ánodo colector de carga eléctrica. Su modo de operación es aplicando un alto voltaje (alrededor de -500 a -900 Volts), produciendo una fotocorriente. Se caracterizan por ser elementos muy sensibles y son ideales en aplicaciones en donde la cantidad de radiación a detectar es muy débil. Cuando un fotón de luz incide sobre el fotocátodo, se desprende un electrón que viaja hasta el primer dinodo impulsado por la diferencia de potencial aplicada entre este y el cátodo. Esto le transfiere energía cinética suficiente para llegar al primer dinodo. En éste proceso, es capaz de arrancar varios electrones por cada electrón incidente. Como el dinodo siguiente tiene un potencial mayor que el anterior, el proceso de multiplicación (avalancha) se repite produciendo una multiplicación de electrones. De ésta manera al ánodo arriban alrededor de 10^6 electrones por cada electrón que incide, dando un alto factor de ganancia. En este trabajo se utilizó un fotomultiplicador R928 tiene una alta eficiencia cuántica, alta corriente de amplificación y una amplia respuesta espectral de los rayos UV para el infrarrojo cercano que va desde 185 a 900 nm (Figura 4)

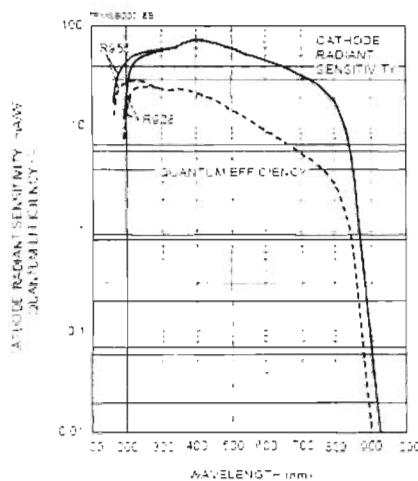


Figura 4. Respuesta espectral del fotomultiplicador

R928 usado en este Trabajo.

2.2 Descripción del espectrómetro de Reflectancia Diferencial

La primera parte fue el montaje experimental del sistema. Como se observa en la figura 2, la fuente de radiación consiste de una lámpara de Xenón de 75 W (Hamamatsu, C6979-01). Esta lámpara provee una buena intensidad y es suficiente para que nuestro espectrómetro trabaje en un rango de 1.5 a 5.5 eV. La luz es enfocada a la muestra a través arreglo de espejos (espejo plano $\frac{1}{4}$ de onda UV y espejo esférico con distancia focal efectiva de 101.6 mm, marca *Edmund*, 25mm de diámetro). La luz, antes de incidir a la muestra, es polarizada y modulada. La polarización lineal se realiza mediante un prisma tipo Rochon formado por dos cristales de cuarzo (PUR-10-2-X-Z, Optics for research) orientado a un ángulo de 45° respecto al plano de incidencia. La luz entra al polarizador por una de las facetas laterales y se divide en dos haces. Los haces salientes divergen del prisma con un ángulo que depende del ángulo de corte de los prismas (Figura5). El haz extraordinario es obstruido, mientras que el ordinario pasa a través del MFE.

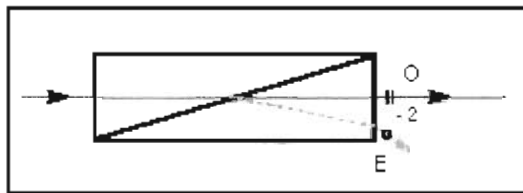


Figura 5. Polarizador Rochon. **O** es el rayo ordinario y **E** es el rayo extraordinario. La polarización es paralela a la línea que une **O** con **E**.

El uso del MFE ofrece una alta velocidad de modulación, bajo ruido y el buen alineamiento del polarizador y analizador disminuye la introducción de componentes parasitas. La luz reflejada sobre la muestra pasa a través de un analizador perpendicular respecto eje óptico y con otro arreglo de espejos nuevamente el haz es enfocado hacia una fibra óptica. Después de pasar con la óptica de la polarización (Figura 6) la intensidad de la luz transmitida modulada se procesa usando un monocromador (SpectraPro-2500i, *Acton Research Corporation*) y la radiación se detecta con el tubo fotomultiplicador descrito

anteriormente, con voltajes de alimentación que van de -300 a -900 volts. Se debe mencionar que, el hecho de colocar el monocromador después del analizador e inmediatamente antes del fotodetector, facilita la alineación óptica puesto que es mucho más fácil guiarse por el haz luminoso blanco, además de eliminar los efectos de la luz externa. La luz recolectada por el monocromador pasa a través del tubo fotomultiplicador que generan poco ruido y tiene una respuesta rápida para seguir la modulación del MFE. El tubo fotomultiplicador proporciona sensibilidad extremadamente alta y rápida respuesta.

El tubo fotomultiplicador convierte la luz a corriente y su salida es conectada a una resistencia de carga de 10 K, para poder convertir la fotocorriente a voltaje. Este voltaje se mide por un multímetro (199 System DMM / Scanner, Keithley) que nos mide la componente en *dc* y dos amplificadores sensibles a la fase (SR530, Stanford research systems y 5210, EG&G Princeton Applied Research) miden la diferencia en reflexión, tanto la parte real como la imaginaria, como se discutirá formalmente en la siguiente sección. El cociente de la salida de los amplificadores Lock-in y el voltaje de DC genera nuestra señal RD.

La electrónica requerida para la detección de PMT es mínima. La mayoría los amplificadores del Lock-in tienen tarjetas del ADC que se puedan utilizar para convertir el componente de la C.C. a digital (es decir la intensidad total) y para comunicar con el sistema de control de computadora. Los datos obtenidos son analizados por un programa generado a través de LabView 8.5. Enseguida se detalla el análisis óptico del espectrómetro.

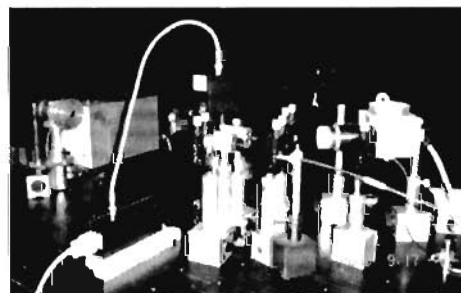
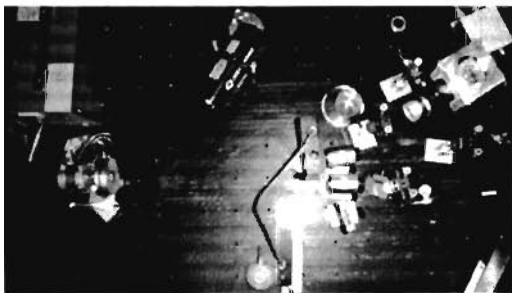


Figura 6. Esquema general de espectrómetro RD óptica de polarización

2.3 Análisis óptico del espectrómetro RD.

El vector de Jones de la luz incidente en la muestra, después de pasar por el polarizador está dado por:²⁶

$$(1) \quad E = \frac{|E|}{\sqrt{2}} \begin{pmatrix} 1 \\ 1 \end{pmatrix},$$

donde E es la intensidad del campo electromagnético del fotón. Después de transmitirse por el modulador foto-elástico que provee un retardo δ , el haz elípticamente polarizado se representa por la siguiente matriz:

$$(2) \quad \frac{|E|}{\sqrt{2}} \begin{pmatrix} 1 & 0 \\ 0 & e^{-i\delta} \end{pmatrix} \begin{pmatrix} 1 \\ 1 \end{pmatrix} = \frac{|E|}{\sqrt{2}} \begin{pmatrix} 1 \\ e^{-i\delta} \end{pmatrix}.$$

Asumiendo incidencia normal sobre la muestra, la respuesta óptica de la superficie de la muestra esta caracterizada por la matriz de Jones que está dada por:

$$(3) \quad M = \begin{pmatrix} r_1 \cos^2 \theta + r_2 \sin^2 \theta & \Delta r \sin \theta \cos \theta \\ \Delta r \sin \theta \cos \theta & r_2 \cos^2 \theta + r_1 \sin^2 \theta \end{pmatrix},$$

en donde r_1 y r_2 son las reflectividades complejas a lo largo de los dos ejes ópticos y θ es la orientación del eje óptico de la muestra; en nuestro caso, para máxima anisotropía: $\theta=45^\circ$.

La matriz que indica la polarización después de reflejarse en la superficie es entonces:

$$(4) \quad \frac{|E|}{2\sqrt{2}} \begin{pmatrix} r_1 + r_2 & \Delta r \\ \Delta r & r_2 + r_1 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} 1 \\ e^{-i\delta} \end{pmatrix} = \frac{|E|}{2\sqrt{2}} \begin{pmatrix} r_1 + r_2 - \Delta r e^{-i\delta} \\ -\Delta r + (r_2 + r_1) e^{-i\delta} \end{pmatrix}$$

La matriz de Jones de la luz después de transmitirse por el analizador es:

$$(5) \quad S = \frac{|E|}{2\sqrt{2}} \begin{pmatrix} 0 & 1 \\ -\Delta r + (r_2 + r_1)e^{-i\delta} & r_1 + r_2 - \Delta r e^{-i\delta} \end{pmatrix} = \frac{|E|}{2\sqrt{2}} \begin{pmatrix} -\Delta r(r_2 + r_1)e^{-i\delta} & \end{pmatrix}$$

La intensidad que llega al fotomultiplicador es:

$$(6) \quad SS^* = \left(\frac{|E|}{2\sqrt{2}} \left(-(r_1 - r_2) + (r_2 + r_1)e^{-i\delta} \right) \right) \left(\left((\bar{r}_1 - \bar{r}_2) + (\bar{r}_1 + \bar{r}_2) e^{i\delta} \right) \right)$$

Realizando la expansión compleja tenemos que

$$(7) \quad SS^* = \frac{|E|^2}{8} \left(-r_1 \cos \delta + ir_1 \operatorname{sen} \delta + r_2 \cos \delta - ir_2 \operatorname{sen} \delta + r_2 + r_1 \right) \cdot \left(-\bar{r}_1 \cos \delta - i\bar{r}_1 \operatorname{sen} \delta + \bar{r}_2 \cos \delta - i\bar{r}_2 \operatorname{sen} \delta + \bar{r}_2 + \bar{r}_1 \right)$$

por lo que obtenemos:

$$(8) \quad SS^* = \frac{|E|^2}{8} (2r_1 \bar{r}_1 + 2r_2 \bar{r}_2 + 2(r_2 \bar{r}_2 - r_1 \bar{r}_1) \cos \delta + 2i(r_1 \bar{r}_2 - \bar{r}_1 r_2) \operatorname{sen} \delta)$$

$$(9) \quad SS^* = \frac{|E|^2}{4} (r_1 \bar{r}_1 + r_2 \bar{r}_2 + (r_2 \bar{r}_2 - r_1 \bar{r}_1) \cos \delta + i(r_1 \bar{r}_2 - \bar{r}_1 r_2) \operatorname{sen} \delta)$$

en donde

$$R = \frac{1}{2} (|r_1|^2 + |r_2|^2)$$

$$\Delta R = (|r_1|^2 - |r_2|^2)$$

$$r_1 \bar{r}_2 - \bar{r}_1 r_2 = |r_1| |r_2| \operatorname{sen}(\theta_1 - \theta_2)$$

Para $\theta_1 \approx \theta_2$, se tiene que:

$$\Delta \theta = \theta_1 - \theta_2 \approx 0 \rightarrow \operatorname{sen}(\Delta \theta) \approx \Delta \theta$$

Simplificando,

$$I(t) = SS^* = \frac{|E|^2}{4} [2R + \Delta R \cos \delta + R \Delta \theta \sin \delta]$$

La señal óptica normalizada en el fotomultiplicador es:

$$I(t) = SS^* = \frac{E^2}{4} \left[2 + \frac{\Delta R}{R} \cos \delta + \Delta \theta \sin \delta \right]$$

El retardo impuesto por el modulador es de la forma $\delta = \pi \sin(\omega t)$; lo que finalmente tenemos:

$$(10) \quad I(t) = SS^* = \frac{E^2}{4} \left[2 + \frac{\Delta R}{R} \cos(\pi \sin \omega t) + \Delta \theta \sin(\pi \sin \omega t) \right]$$

En la última ecuación:

$\frac{\Delta R}{R}$ Señal RD (parte real)

$\Delta \theta$ Señal cambio de fase (parte imaginaria)

2.4 Alineación del Espectrómetro y su Respuesta en Frecuencia

Primero desengrasamos una nuestra muestra con tricloroetileno y lo enjuagamos con metanol seguido de agua des-ionizada para eliminar los residuos de carbón producidos por el metanol. La muestra es colocada sobre nuestro plato giratorio tratando de que quede centrada, se hace incidir el haz de un láser sobre la muestra. El haz reflejado es proyectado sobre una pantalla. Se rota la montura del plato y ajustamos los tornillos hasta minimizar el movimiento de presesión del haz proyectado en la pantalla. , una vez alineada se verifica que la luz reflejada pase a través del analizador. Si giramos la muestra en forma continua y el sistema esta alineado correctamente la diferencia de reflectividad medida por el lock in, será una señal senoidal lo mas centrada alrededor del "cero". Para obtener la máxima señal, los ejes cristalográficos de la muestra son colocados paralelamente a los dos estados extremos de polarización.

La señal de referencia al amplificador Lock-In es proporcionada por el modulador fotoelástico (F : parte imaginaria, $2F$: parte real, Figura 7), y la diferencia de fase entre la señal a medir y la de referencia ($2F$) se ajusta para obtener la máxima señal anisotropía y esa misma fase es utilizada en nuestro segundo Lock in (F) Ya realizado esto consideramos que nuestra muestra ha sido alineada correctamente.

Cos ($\pi \text{sen} \omega t$)

Sen ($\pi \text{sen} \omega t$)

50 Khz. $\longrightarrow \Delta\theta$; periodo fundamental = 0.00002
100 KHz. $\longrightarrow \frac{\Delta R}{R}$; periodo fundamental = 0.00001

Figura 7 Periodo fundamental en el

cual entonamos los dos amplificadores sensibles a la fase para obtener nuestra señal RD y cambio de fase.

Se verifica que los instrumentos trabajen correctamente (p. ej. que no se sobrecarguen a la entrada ambos Lock-In's). Seguido de esto, se elige el tipo de medición que deseamos medir, al igual que los parámetros de lectura son configurados e iniciamos la adquisición de datos a través de LabView. Las componentes parasitas pueden ser eliminadas por dos procesos en el cual podemos tomar dos espectros de la muestra separados 90° entre ellos del eje óptico. Un espectro es medido con el eje óptico de la muestra en los extremos del estado de polarización de la luz incidente. El segundo espectro es sustraído al primero espectro y así es como se obtiene el espectro $\Delta R/R$. El alineamiento es esencial para permitirnos tomar mediciones en varias posiciones angulares del eje de los óptico de la muestra mientras que mantiene la mancha de luz es enfocada siempre sobre la misma posición del área sensitiva del modulador.

Para alinear el sistema por vez primera se realiza lo siguiente:

- 1) Se decapa químicamente una muestra de Si(111) la cual no presenta anisotropía debido a consideraciones de simetría. Se monta ésta en la porta-muestra y se alinea para minimizar a precesión con la ayuda de un láser.

- 2) Se gira el analizador hasta tener el una alineación de cero grados y que ambos amplificadores sensibles a la fase NO den señal de salida tanto en fase y cuadratura, independiente de la orientación de la muestra.
- 3) Se coloca seguidamente una muestra a la que se conozca exhiba una anisotropía conocida (p. ej. Si(110)). Se gira nuevamente la muestra hasta maximizar la anisotropía, con la ayuda de la posición del MFE y un ajuste fino del analizador.

Capítulo Tres

Resultados Experimentales y Discusión

3.1 Linealidad del sistema

Al realizarse las primeras lecturas en el espectrómetro se observó que las amplitudes entre la parte real e imaginaria no correspondían con lo reportado en otros artículos. Encontramos que el problema en nuestro sistema es que el tubo fotomultiplicador (PMT) no es lineal a altas frecuencias, por lo que se realizamos un experimento para investigar cómo variaba su respuesta en frecuencia y calcular una constante para linealizar el mismo. Para este experimento utilizamos un láser pulsado azul que sustituyó momentáneamente la fuente de luz, el polarizador y el PEM. El haz del láser incidía sobre una muestra de Si (001), la luz reflejada pasaba a través del analizador y del monocromador y la señal era medida por el Lock-In, entonado a la misma frecuencia de modulación del láser. Así mismo se dividió la señal entre la lectura del multímetro digital. El láser lo operamos en una región de 1.8 Volts a 2.2 volts, se trabajó con un offset de 2 Volts, y una señal de

referencia 0.4 Volts pico a pico (Figura 8), esta señal oscilante simulaba el retraso en fase en una de las dos componentes del haz que realiza el PEM.

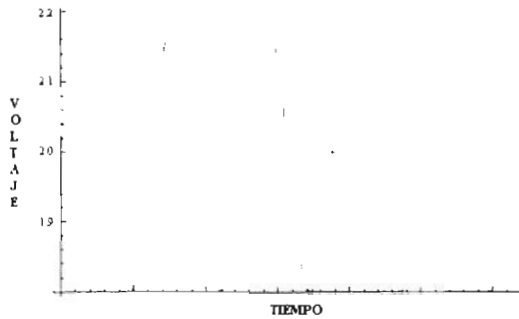


Figura 8. Señal de referencia de operación de

láser pulsado

El monocromador se colocó a 405 nm que es en donde existe una mayor señal para el silicio y que corresponde a la longitud de emisión del láser. Se realizó un barrido en frecuencia que fue de 1 kHz hasta 100 kHz; ésta última es la máxima frecuencia con la cual trabaja nuestro Lock In, y se fueron graficando los valores de $\frac{\Delta \tilde{r}}{\tilde{r}}$ contra f . La siguiente gráfica (Figura 9), muestra la respuesta obtenida del tubo fotomultiplicador:

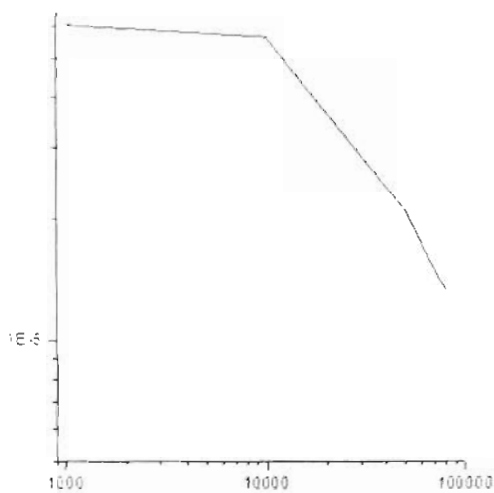


Figura 9. $\frac{\Delta \tilde{r}}{\tilde{r}}$ vs, frecuencia de modulación del

láser.

Esta es la señal $\frac{\Delta\tilde{r}}{\tilde{r}}$ vs. la frecuencia. Se puede observar cómo la respuesta en frecuencia del tubo fotomultiplicador es prácticamente lineal en bajas frecuencias (hasta 10 KHz). La frecuencia de operación de PEM es de 42 kHz (F), para calcular la parte imaginaria y 84 KHz (2F) para la real. Para obtener el factor de multiplicación que servirá para linealizar el sistema, nos colocamos en las frecuencias en las que opera nuestro PEM y realizamos un cociente de la amplitud que existe en la parte lineal a bajas frecuencias y la amplitud en cada uno de los puntos. Así obtenemos el factor de multiplicación en esos puntos para estandarizar nuestras lecturas: un factor de 5 para la parte real, mientras que se tiene un factor de 2.5 para la parte imaginaria.

3.2 Mediciones realizadas

La interpretación de los espectros del RA de superficies de cristal no es trivial porque la respuesta de la superficie bajo investigación depende de la función dieléctrica compleja de la región superficial y del bulto. La simetría de translación de un cristal está quebrada por la introducción de una superficie, y las dificultades teóricas son aumentadas cuando hay inclusión de estados superficiales y de cambios intrínsecos en la superficie.^{1,3}. En lo que sigue, presentamos las curvas de AO medidas para un número de semiconductores ($\frac{\Delta\tilde{r}}{\tilde{r}}$) y su función dieléctrica $\tilde{\epsilon}$; así como las curvas del cambio en la función dieléctrica, $\Delta\tilde{\epsilon}$, obtenida a partir de la siguiente relación de anisotropía en bulto:

$$(10) \quad \Delta\tilde{\epsilon} = \frac{\Delta\tilde{r}}{\tilde{r}} (\tilde{\epsilon} - 1) \sqrt{\tilde{\epsilon}},$$

$$(11) \quad \Delta\tilde{\epsilon} = \Delta\tilde{\epsilon}_{real} + i\Delta\tilde{\epsilon}_{imag},$$

$$(12) \quad \tilde{\epsilon} = \tilde{\epsilon}_{real} + i\tilde{\epsilon}_{imag},$$

$$(13) \quad \frac{\Delta\tilde{r}}{\tilde{r}} = \frac{\Delta r}{r} + i\Delta\theta.$$

3.2.1 Arsenuro de Galio (GaAs)

En las Figs. 10 y 11, respectivamente, se presentan espectros de AO para una muestra de GaAs(001) tipo n^+ con un nivel de impurificación de átomos donadores de Si ($\approx 10^{18} \text{ cm}^{-3}$) y otra de GaAs(001) semiaislante, dopada con átomos de Cr. En la Fig. 12 se muestra el espectro asociado a la función dieléctrica reportado en la literatura. Con la ayuda de las Ecs. 10, 12 y 13 y los espectros de las Figs. 10, 11 y 12, se calcula el cambio asociado a la función dieléctrica en la superficie (Ec. 11), tal y como se muestran en las Fig. 13 y 14.

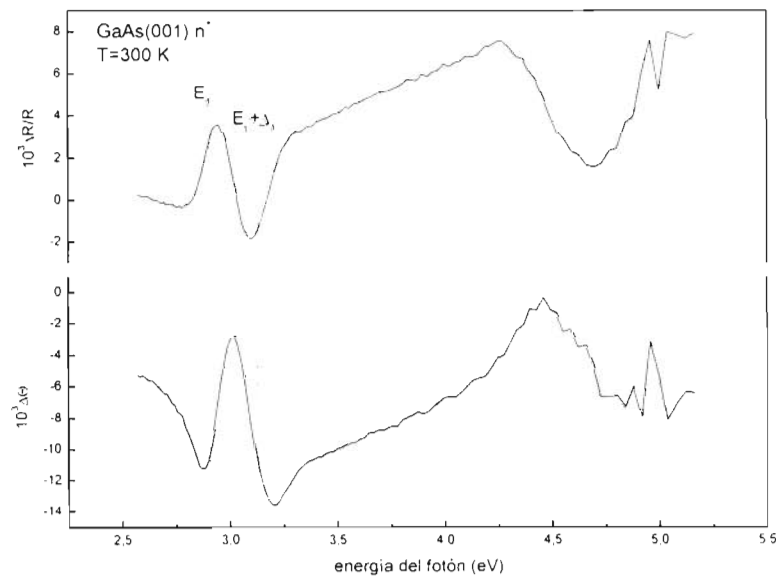


Figura 10. Espectro de Reflectancia Diferencial asociados a las anisotropías de GaAs(001) de un cristal dopado con átomos donadores de Si, a una concentración de 10^{18} cm^{-3}

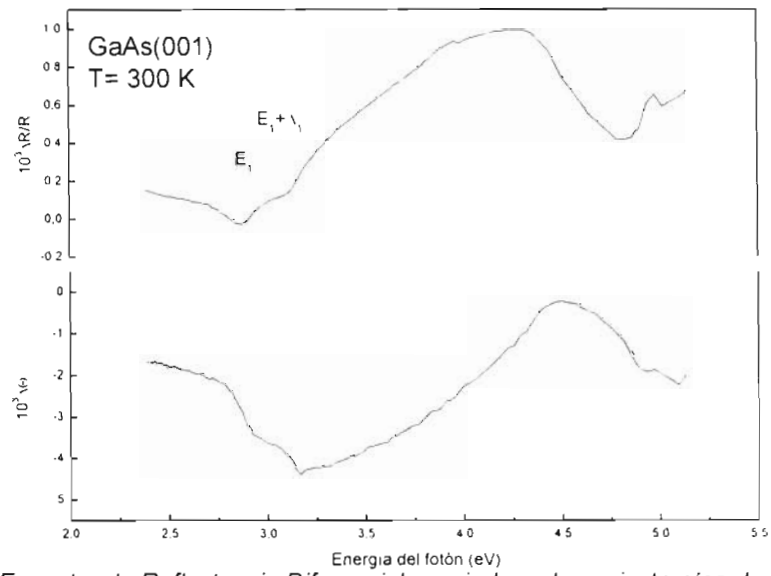


Figura 11 Espectro de Reflectancia Diferencial asociados a las anisotropías de GaAs(001) semiaislante de un cristal dopado con átomos Cr.

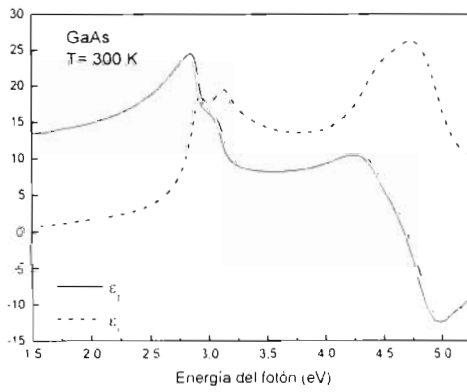


Figura 12. Espectro la función dieléctrica de GaAs

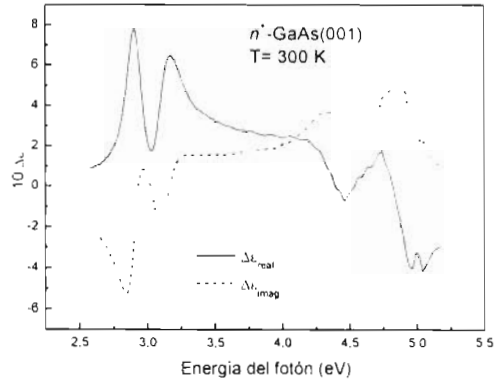


Figura 13. Cambio en la función dieléctrica de n⁺-GaAs(001)

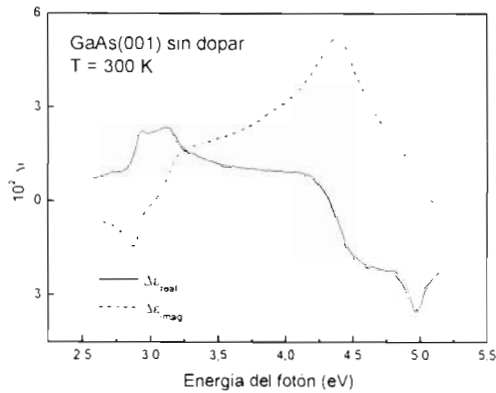


Figura 14. Cambio en la función dieléctrica de GaAs(001) semiaislante.

3.2.2 Telurio de Cadmio (CdTe)

En la Fig. 15, se presenta el espectro de AO para una muestra de CdTe(001) sin dopar. En la Fig. 16 se muestra el espectro asociado a la función dieléctrica reportado en la literatura. Con la ayuda de las Ecs. 10, 12 y 13 y los espectros de las Figs. 15 y 16, se calcula el cambio asociado a la función dieléctrica en la superficie (Ec. 11), tal y como se muestran en la Fig. 17.

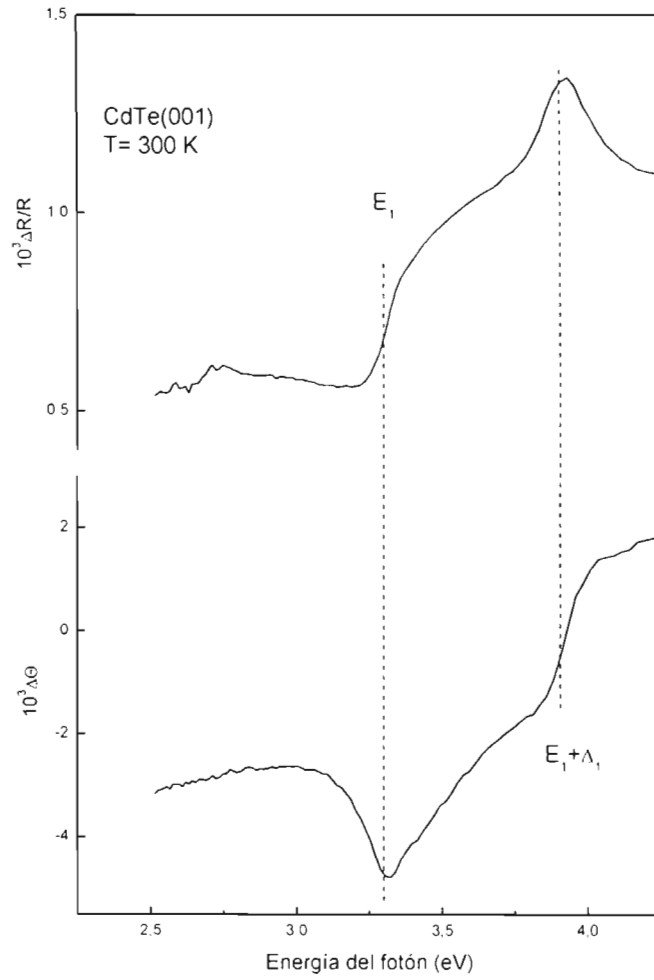


Figura 15. Espectro de Reflectancia Diferencial asociados a las anisotropías de CdTe(001) sin dopaje intencional.

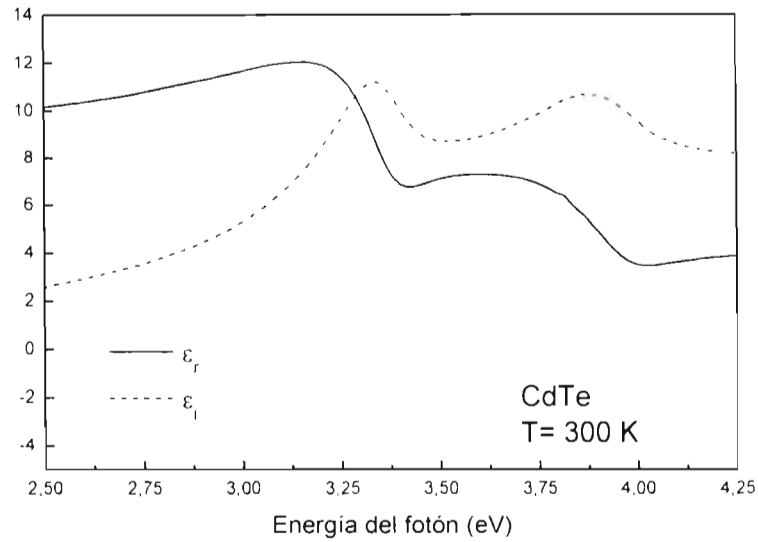


Figura 16. Espectro la función dieléctrica de CdTe.

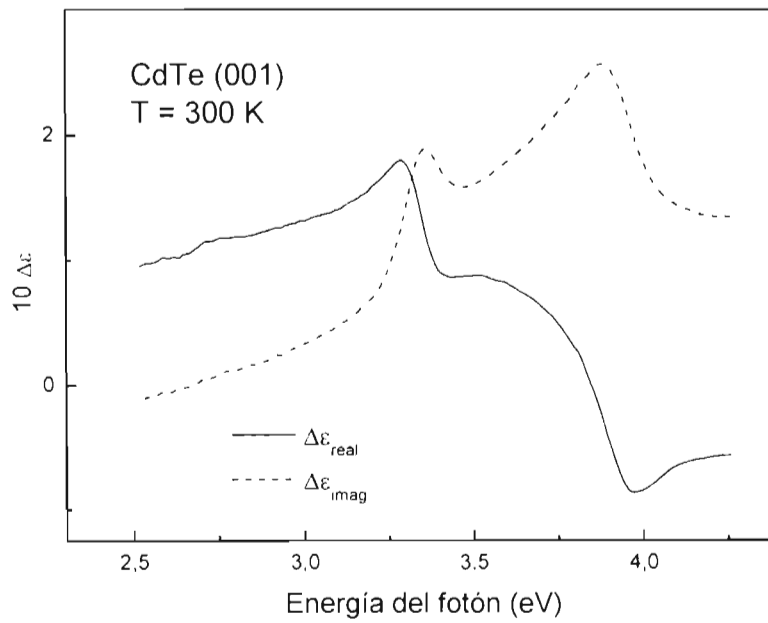


Figura 17. Espectros del cambio de la función dieléctrica del CdTe(001) asociado a la anisotropía de la Fig. 15.

3.2.3 Fosforo de Indio (InP)

En la Fig. 18, se presenta el espectro de AO para una muestra de InP(001) sin dopar. En la Fig. 19 se muestra el espectro asociado a la función dieléctrica reportado en la literatura. Con la ayuda de las Ecs. 10, 12 y 13 y los espectros de las Figs. 18 y 19, se calcula el cambio asociado a la función dieléctrica en la superficie (Ec. 11), tal y como se muestran en la Fig. 20

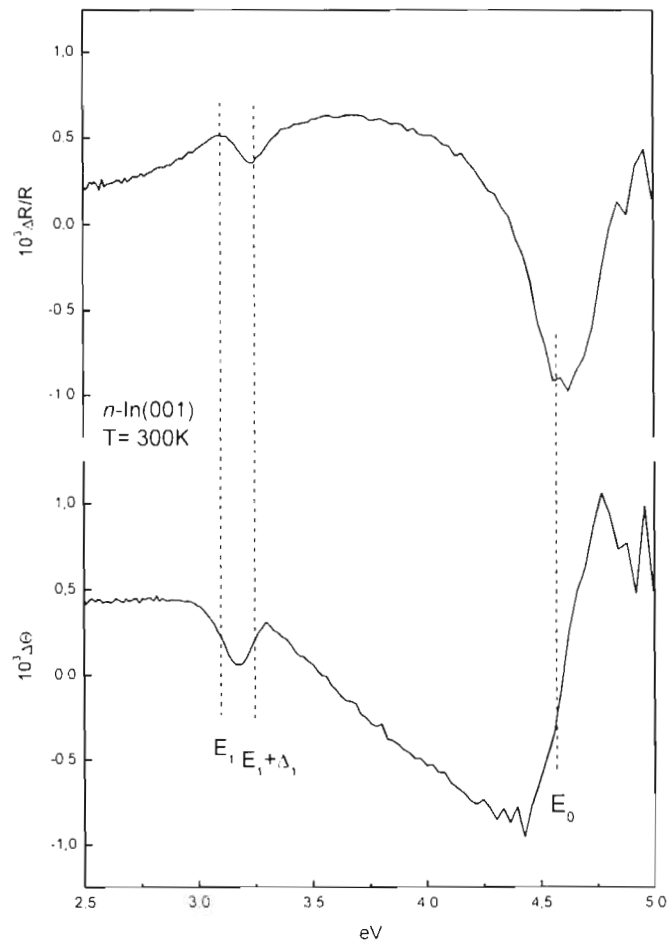


Figura 18. Espectro de Reflectancia Diferencial asociados a las anisotropías de InP(001) con impurificación tipo n

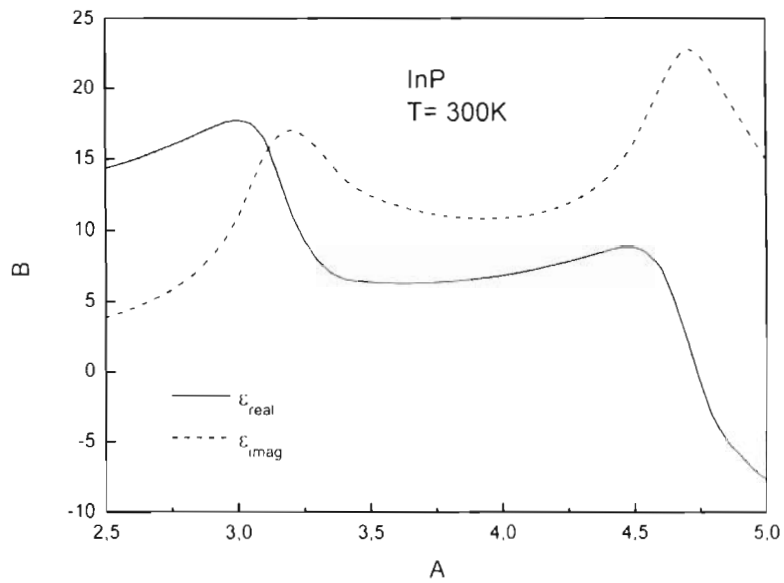


Figura 19. Espectro la función dieléctrica de InP.

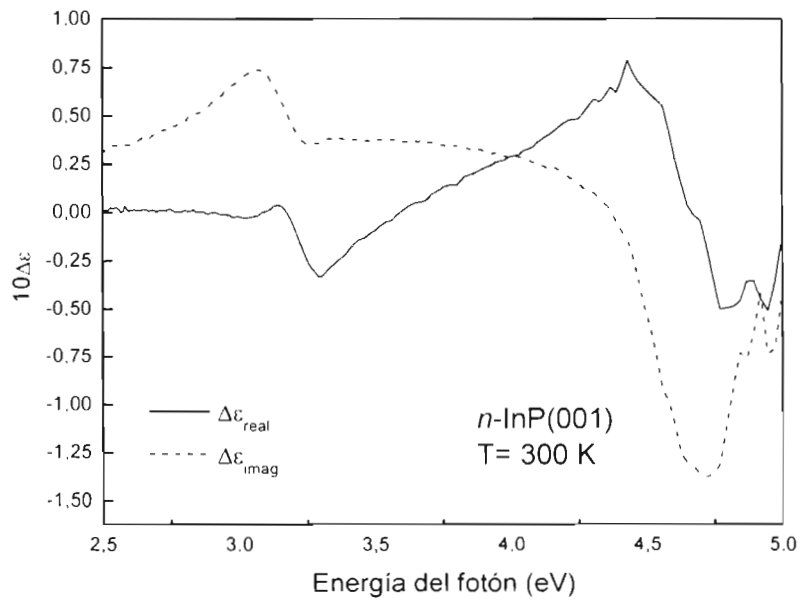


Figura 20. Espectros del cambio de la función dieléctrica del InP(001) asociado a la anisotropía de la Fig. 18.

3.2.4 Fosforo de Antimonio (InSb)

En la Fig. 21, se presenta el espectro de AO para una muestra de InSb(001) sin dopar. En la Fig. 22 se muestra el espectro asociado a la función dieléctrica reportado en la literatura. Con la ayuda de las Ecs. 10, 12 y 13 y los espectros de las Figs. 21 y 22, se calcula el cambio asociado a la función dieléctrica en la superficie (Ec. 11), tal y como se ven en la Fig. 23

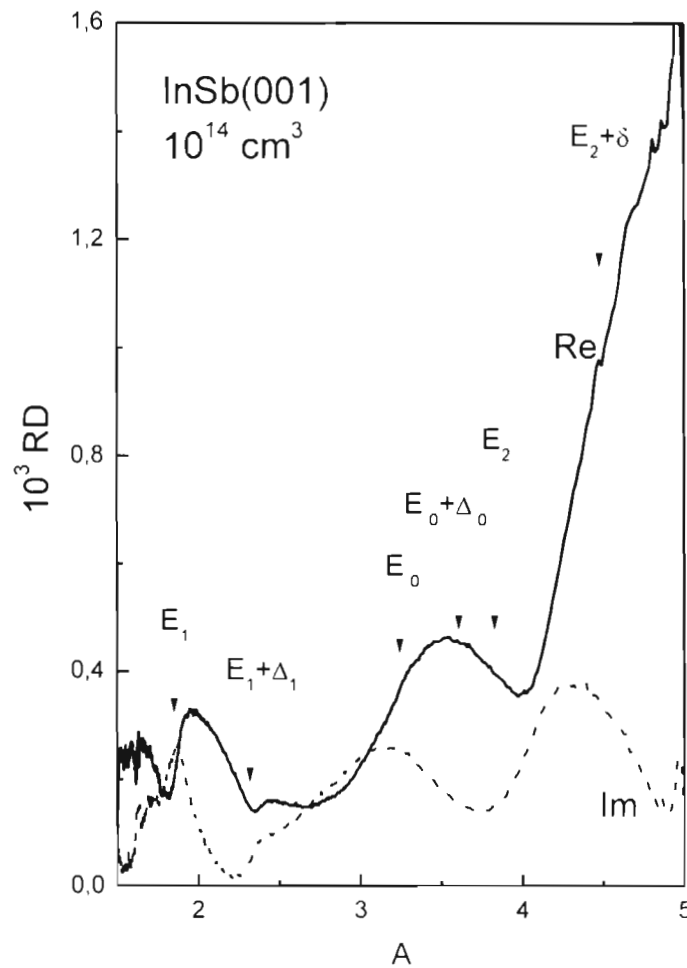


Figura 21 Espectro de Reflectancia Diferencial asociados a las anisotropías de InSb(001) sin impurificación intencional.

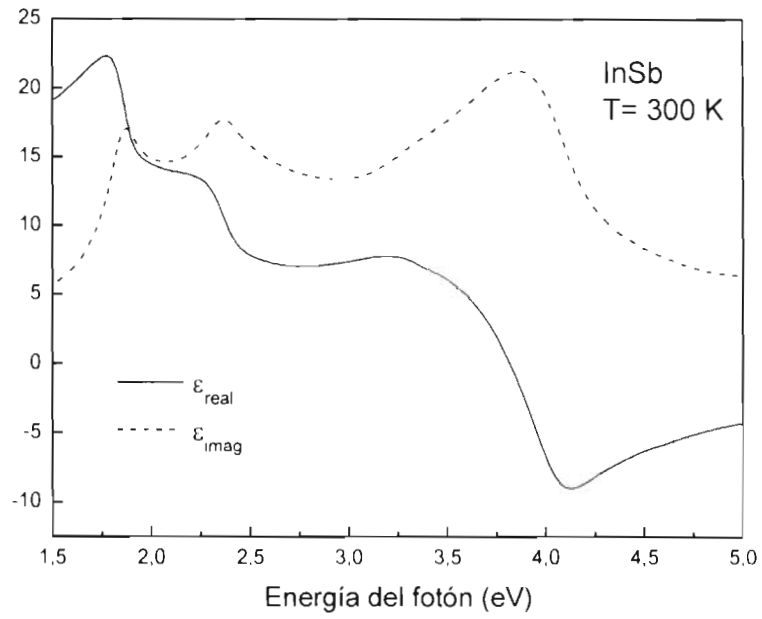


Figura 22. Espectro la función dieléctrica de InSb.

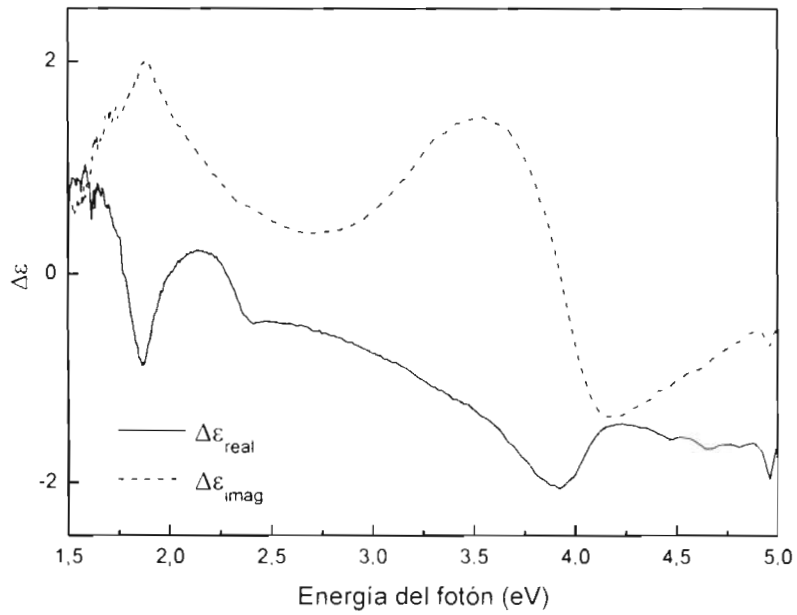


Figura 23. Espectros del cambio de la función dieléctrica del InSb(001) asociado a la anisotropía de la Fig. 21

3.2.5 Antimoniuro de Galio (GaSb)

En las Figs. 24 y 25 respectivamente, se presentan espectros de AO para una muestra de GaSb(001) tipo *p* y otra de GaSb(001) tipo *n*. Para este material no presentamos la función dieléctrica ni el cambio en la función dieléctrica.

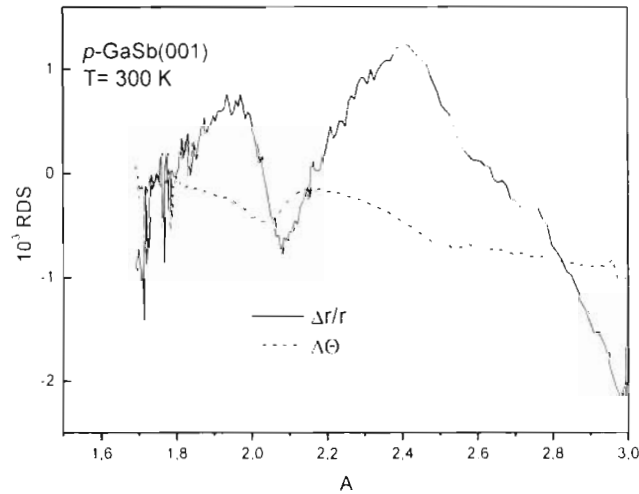


Figura 24. Espectro de Reflectancia Diferencial asociado a las anisotropías de GaSb(001) de un cristal dopado tipo *p*.

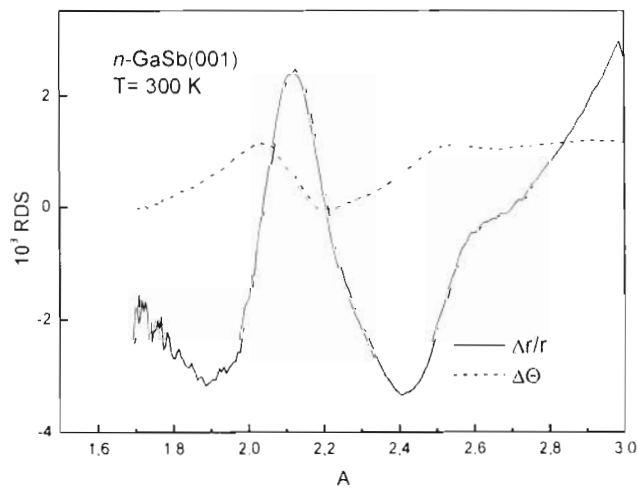


Figura 25. Espectro de Reflectancia Diferencial asociado a las anisotropías de GaSb(001) de un cristal dopado tipo *n*.

3.2.6 Fosforo de Galio (GaP)

En las Figs. 26 y 27, respectivamente, se presentan espectros de AO para dos muestras tipo n, a diferentes niveles de impurificación, 10^{18} cm^{-3} y 10^{16} cm^{-3} . Para este material no presentamos la función dieléctrica ni el cambio en la función dieléctrica.

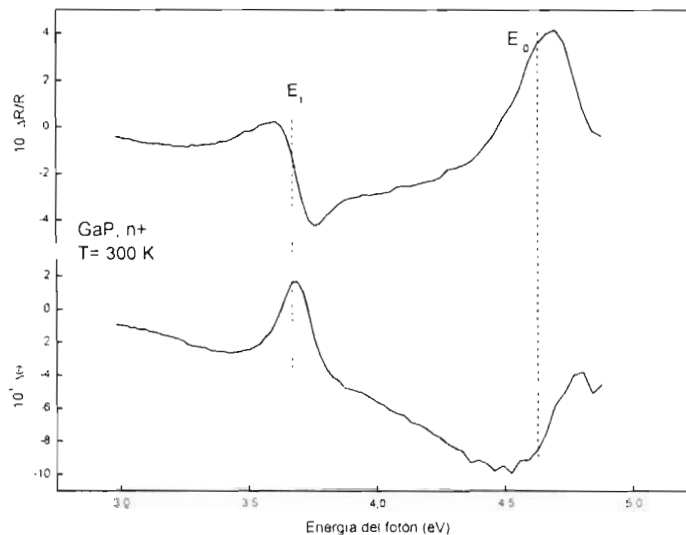


Figura 26. Espectro de Reflectancia Diferencial asociados a las anisotropías de GaP (001) de un cristal dopado tipo n*

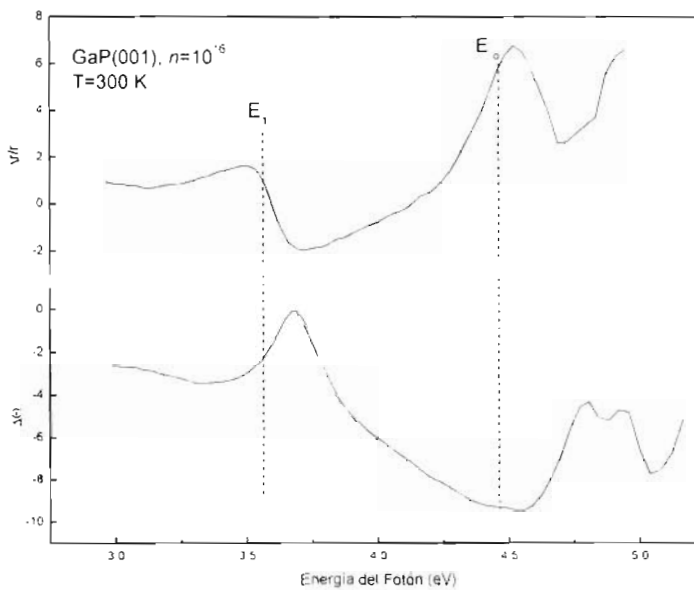


Figura 27. Espectro de Reflectancia Diferencial asociados a las anisotropías de GaP (001) de un cristal dopado tipo *

3.2.7 Dióxido de Titanio ($\text{TiO}_2(110)$)

En la Fig. 28 se presentan espectros de AO para una muestra de $\text{TiO}_2(110)$. Este semiconductor tiene su brecha fundamental en el ultravioleta (alrededor de 3.25 eV). Para este material no se reporta el cambio en función dieléctrica.

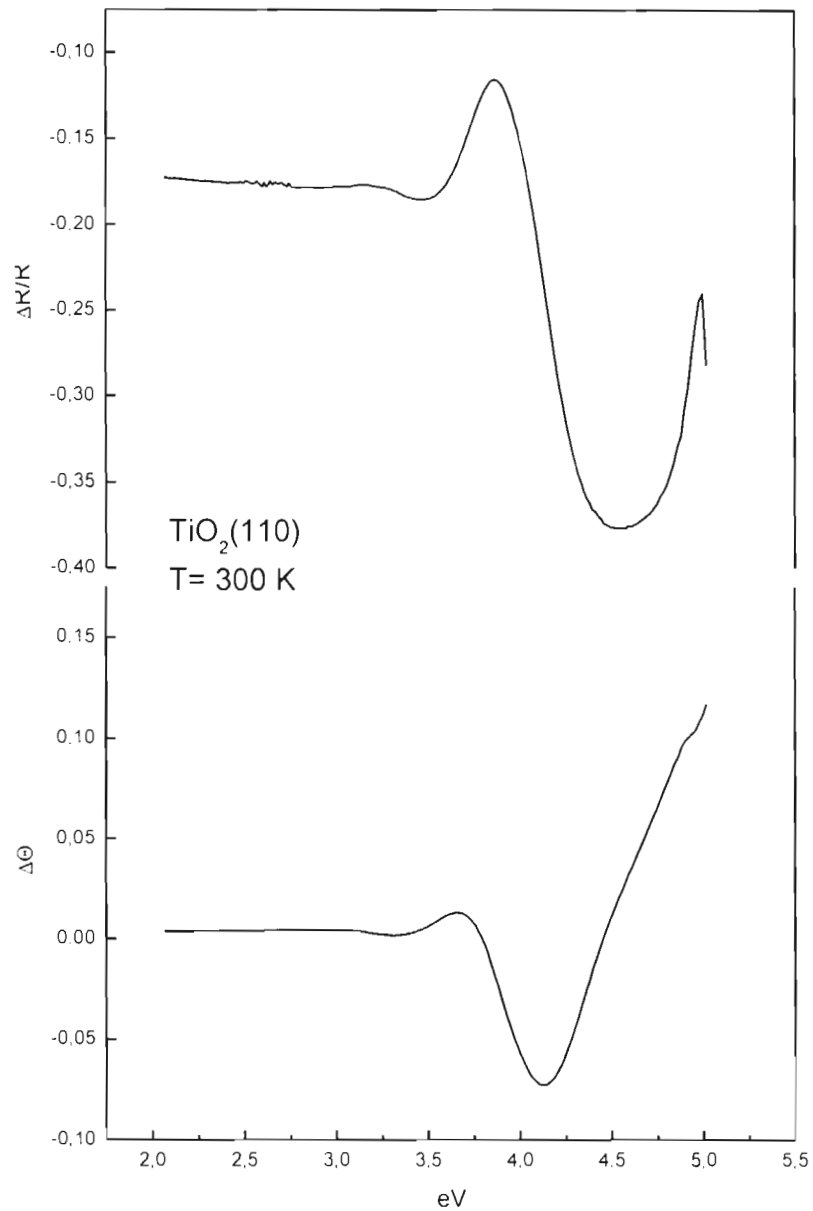


Figura 28. Espectro de Reflectancia Diferencial asociados a las anisotropías de TiO_2 (001)

3.2.8 Silicio (Si(110))

En la Fig. 29 se presentan espectros de AO para una muestra de Si(110) oxidada al aire. La Fig. 30 es la función dieléctrica y el cambio asociado en ésta se puede observar en la fig. 31.

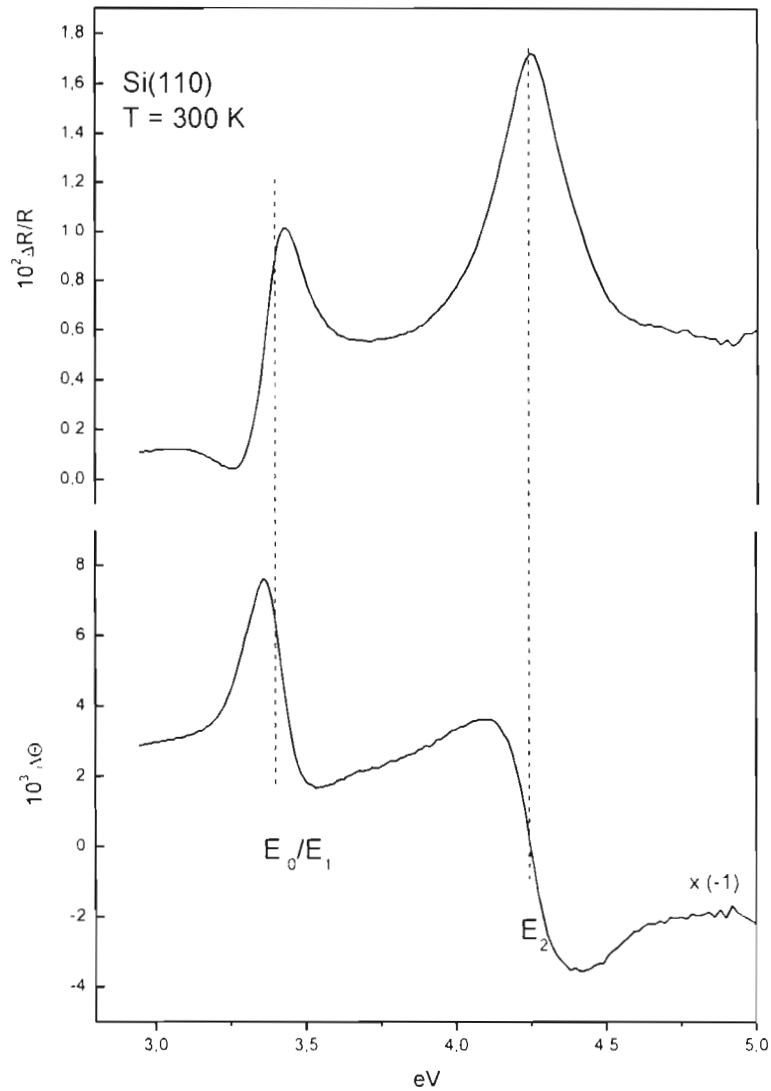


Figura 29. Espectro de Reflectancia Diferencial asociados a las anisotropías de Si (110) expuesta al aire.

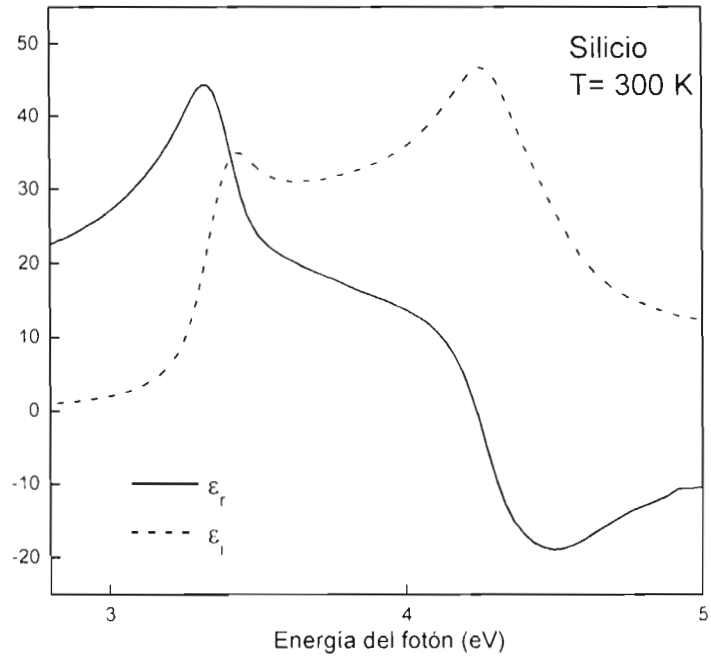


Figura 30. Espectro de la función dieléctrica del Silicio.

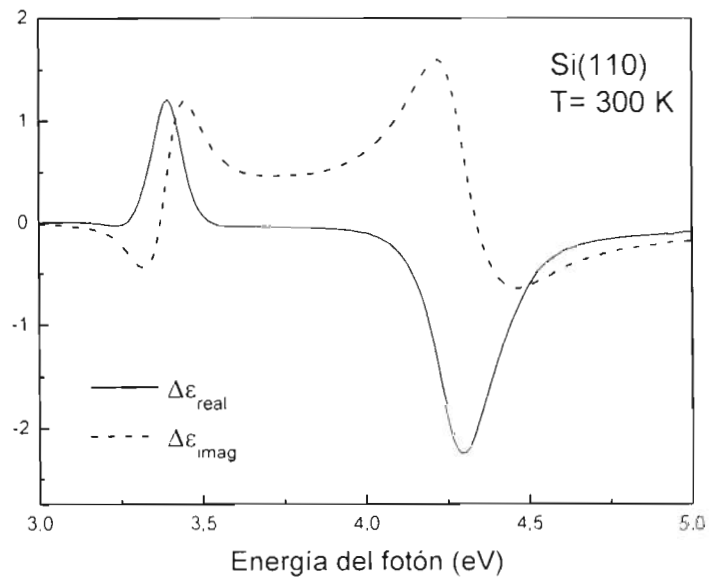


Figura 31 Espectros del cambio de la función dieléctrica del Silicio asociado a la anisotropía intrínseca de la Fig. 28.

3.3 *Tratamientos químicos en la superficie de Si(110) con HF*

Existe interés tecnológico para poder integrar elementos electrónicos y fotónicos en un mismo circuito integrado y para ello se requiere que se puedan fabricar guías ópticas en el silicio. Esto demanda técnicas de fabricación que permitan una modificación estructural anisotrópica. La superficie (110) del silicio es una excelente semilla para poder tener un decapamiento anisotrópico en cuanto a la formación de nanoestructuras controladas se refiere. Sin embargo, esto requiere un control detallado y estricto en las condiciones de decapamiento. El agente químico más utilizado es el ácido fluorhídrico (HF) en solución.

En esta sección reportamos algunos resultados preliminares de un estudio usando RDS en el proceso de ataque químico y electrolítico usando HF en Si(110). Primero presentamos los resultados de la limpieza química en HF y seguido de esto, los contrastamos con ataques electroquímicos en HF. Con esto se pretende observar las diferencias en los espectros RD debido a la rugosidad (aspereza) introducida al silicio al ser expuestas al tratamiento HF.

3.3.1 Limpieza de si(110) con HF

Para este experimento se utilizó una muestra de Si (110). Se desengrasó nuestra oblea. Esta fue sumergida en solución HF y finalmente se detenía la reacción al sumergir la muestra en agua desionizada. La variante fue el tiempo que dejábamos nuestra muestra sumergida en la solución HF, que fue de 1, 2 y 6 minutos. Es sabido que la solución HF remueve eficientemente cualquier capa del óxido y produce superficies estables. Como se puede observar, en los espectros observamos un cambio en la amplitud en la parte real de RD mientras que la parte imaginaria permanece igual. Ver fig. 32

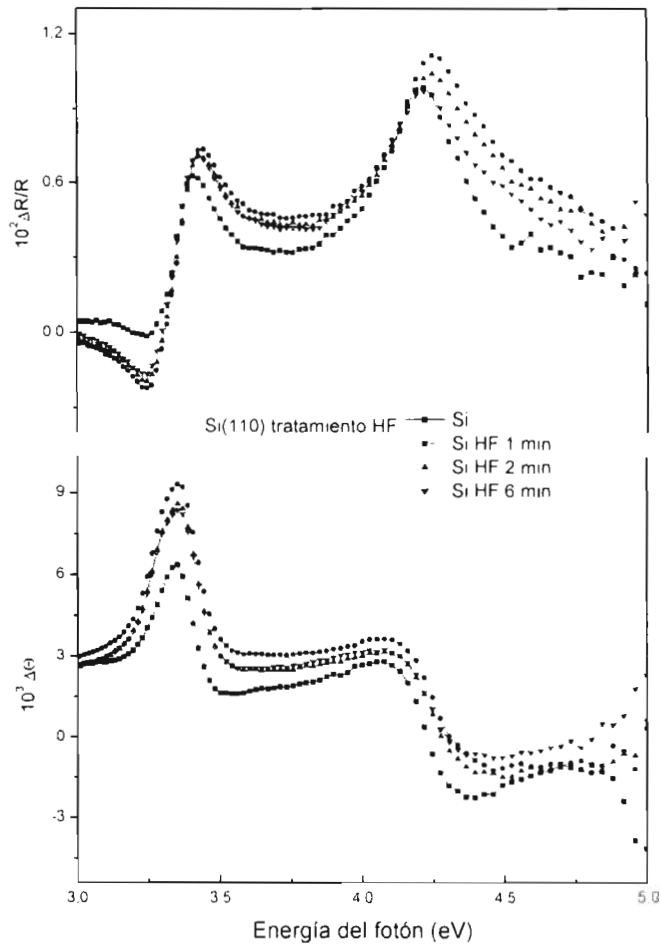


Figura 32. Espectros de RDS para una oblea de Si(110) sometida a limpieza química a diferentes tiempos como se indican.

3.3.2 Ataque electroquímico de Si(110) con HF

Para este experimento se utilizó muestra de silicio como el ánodo y una barra de acero inoxidable como el cátodo, en el proceso de ataque electroquímico. La corriente fue proporcionada por una fuente de voltaje. La muestra de silicio tenía una un área de 1.5 cm^2 . Se selecciono una área de 1 cm^2 para sumergirla en la mezcla de HF:etanol y a la que se le aplicó una densidad de corriente de 30 mA / cm^2 y una concentración de ácido fluorhídrico del 48%. El etanol ayuda a

controlar el ataque electroquímico de la oblea de silicio produciendo una red de poros de forma y distribución casi regular. Se muestra la variación en los espectros medidos. Se observa una disminución de amplitud en los espectros de RD, alrededor de la energía E_1 , E'_0 (3.5 eV), mientras un cambio en la forma de línea en E_2 (25 eV), ver Fig.33.

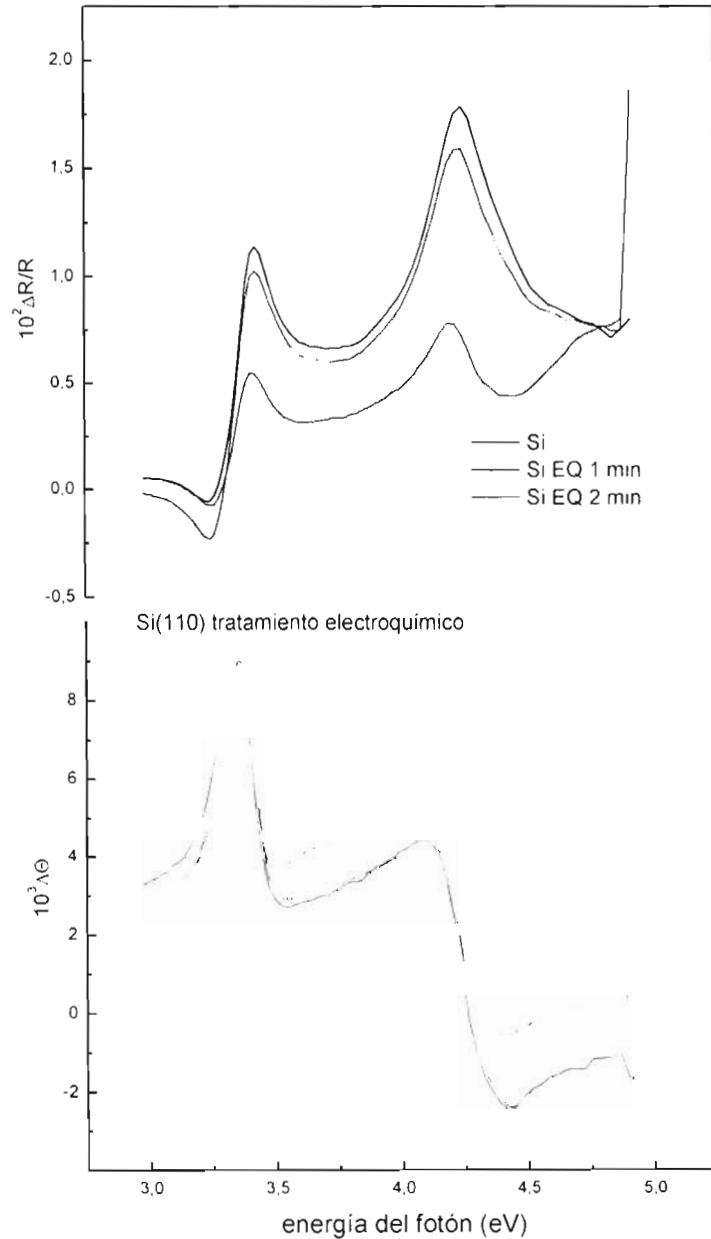


Figura 33. Espectros de RDS para una oblea de Si(110) sometida a un ataque electroquímico

con HF a diferentes tiempos como se indican.

Para conocer la morfología de la superficie de las muestras cuando se sometieron al tratamiento electroquímico, se usó microscopía de fuerza atómica. Las imágenes siguientes corresponden a la muestra correspondiente a la medida con RD de la Figura 34.

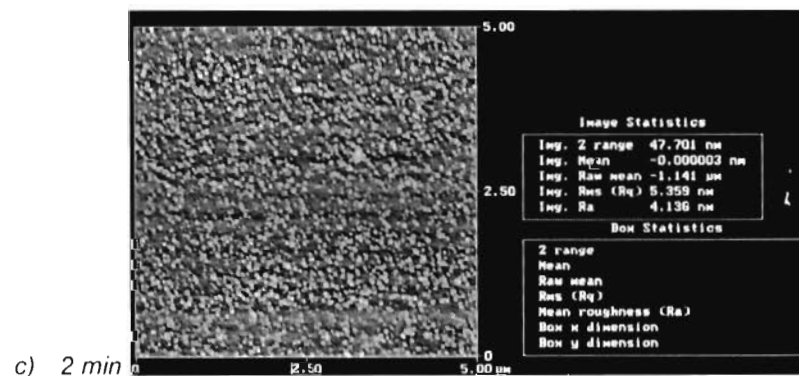
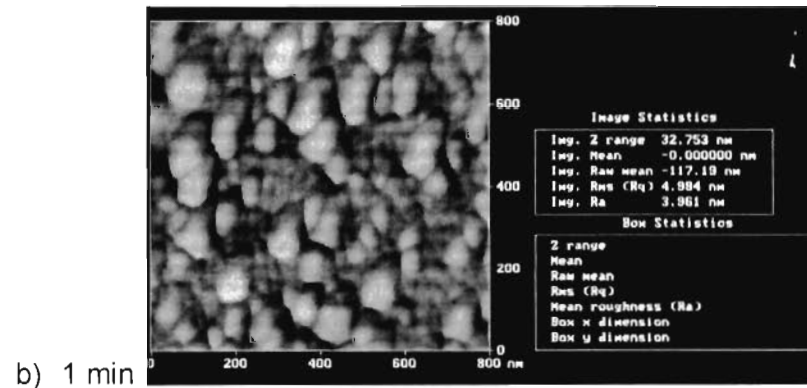
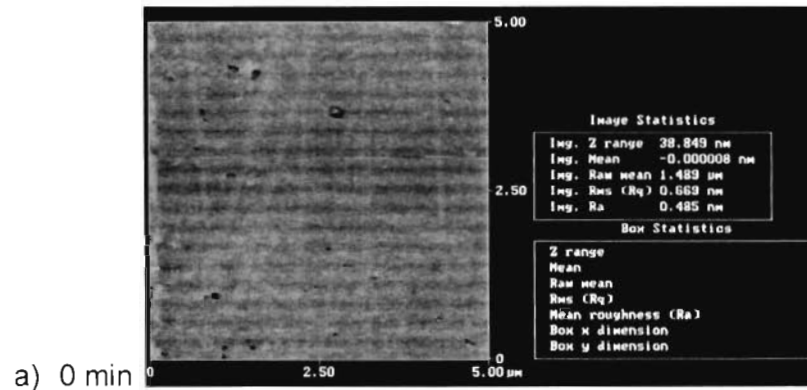


Figura 34. Espectros de fuerza atómica para la oblea de Si(110) sometida a un ataque electroquímico con HF a diferentes tiempos como se indican. El tiempo de ataque es el mismo

que el de la Fig. 32.

3.3.2 Superficies de Si(110) sometidas a tensiones mecánicas

Como es sabido, cuando un semiconductor se somete a deformaciones uniaxiales y biaxiales, las energías de transición se alteran y también su respuesta óptica.^{8,20} La forma más general de poder estudiar estas deformaciones en bulto es a través de los potenciales de deformación, los cuales son tres: hidrostático, tetragonal y rombohedral.^{20,21}

En relación a fenómenos de superficie cuando existe un campo de deformación, ya sea externa (como en deformaciones mecánicas en este caso) o interna (inducida por la presencia de reconstrucciones superficiales, asociándose a la energía elástica por dimerización²² o a la presencia de escalones^{22,23}), éstas inducen cambios en los espectros de anisotropías ópticas. En este trabajo reportamos experimentos preliminares de Si(110) sometido a flexión tensil, utilizando el sistema reportado en la Ref [24]. La tensión se aplicó para barras de Si(110) alargadas en la dirección [1-10] y [001]. La flexión se realiza presionando la muestra en su punto medio, manteniendo fijos los extremos de la muestra correspondiente a la parte larga. La presión es ejercida por un tornillo micrométrico con una resolución de 0.0001 pulgadas, ver Fig. 35.

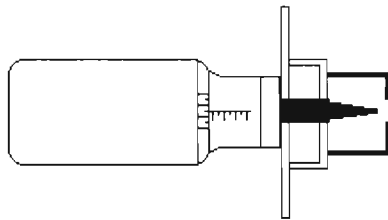


Figura 35. Elemento para flexión tensilmente el Si(110) en las dirección [1-10] o [001].

Los cambios de la forma de línea en los espectros de RD para Si(110) para flexiones a la largo de la dirección [1-10] y [001] se muestran en las Figs. 36 y 37,

respectivamente. Se nota que el cambio más notable es para la flexión a lo largo de [001]. Para éste último caso, la transición E_2 no se altera de posición, en comparación con la transición en 3.5 eV. Este hecho lo atribuimos a que los potenciales de deformación para esta simetría (Σ) son menores que los potenciales de deformación para la transición E_1, E_0 .²¹

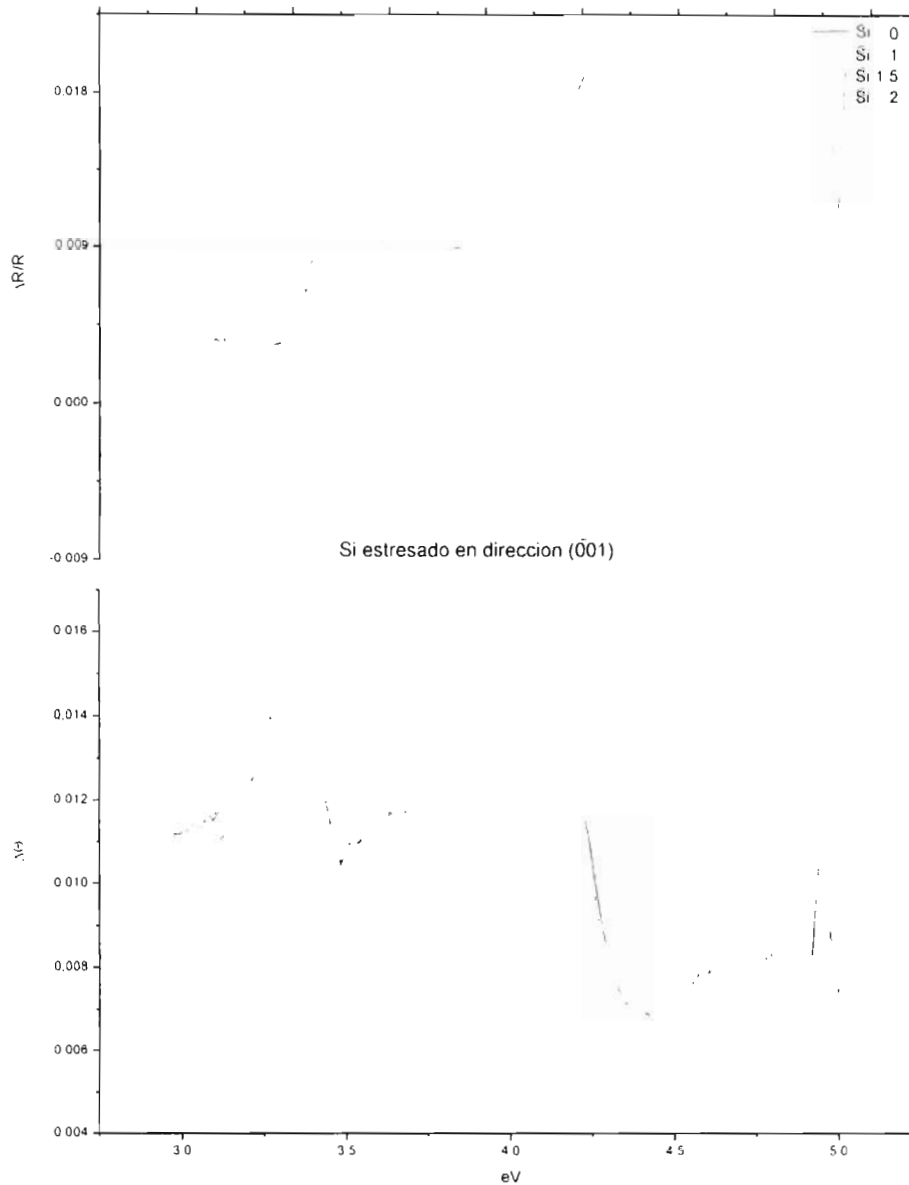


Figura 36. Espectros de RD para si(110) deformado tensilmente a lo largo de la dirección [001].

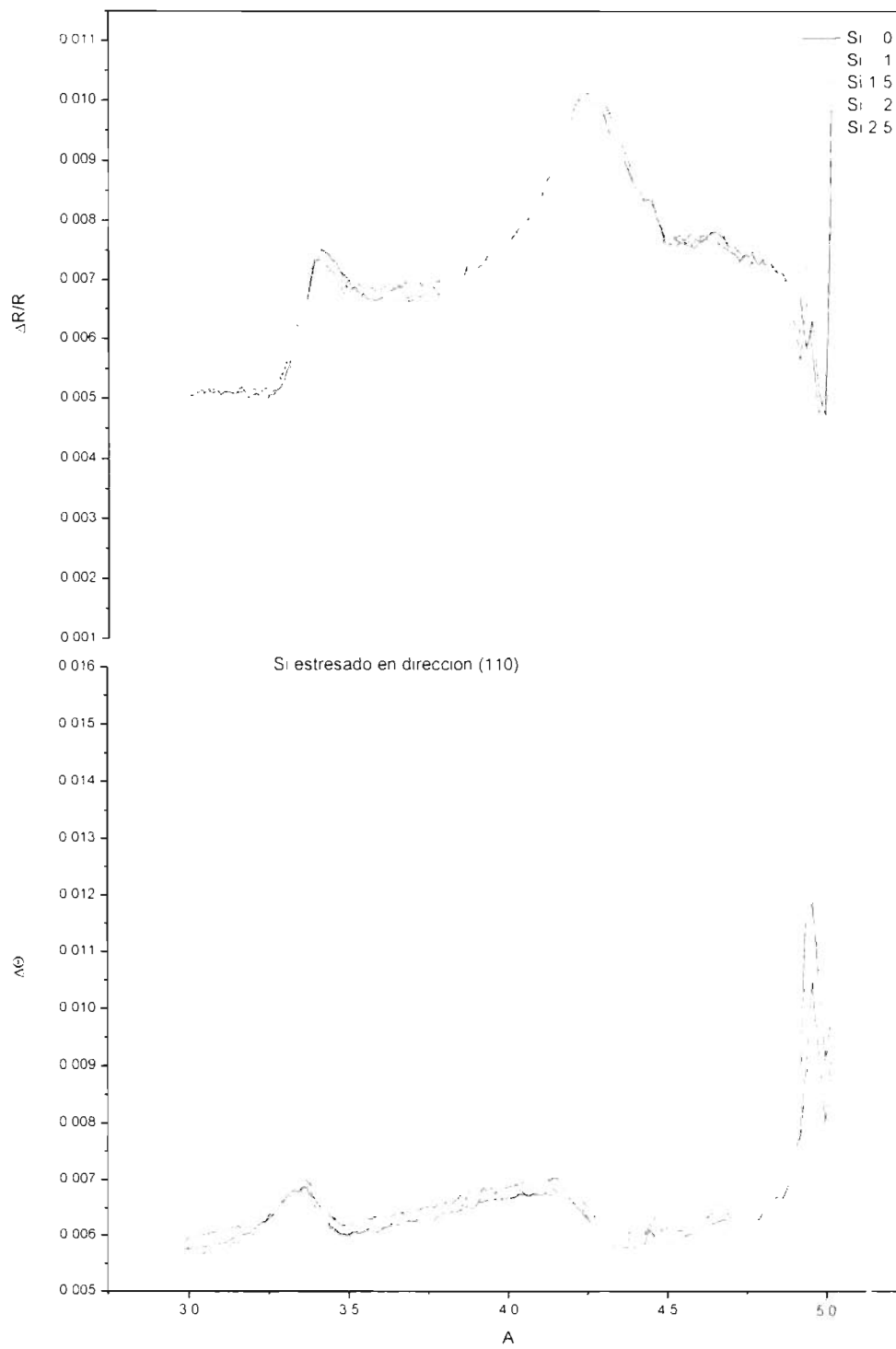


Figura 37. Espectros de RD para $si(110)$ deformado tensilmente a lo largo de la dirección $[1-10]$.

3.3.3 Anisotropías ópticas de películas de Si crecidas sobre $Si_{1-x}Ge_x$ (110)

Como una última aplicación del espectrómetro descrito en este trabajo, mostramos resultados experimentales de mediciones realizadas de películas de Silicio acopladas a películas gradadas de $Si_{1-x}Ge_x$, para concentraciones de Ge, con $0 < x < 0.38$. Estas estructuras fueron crecidas por epitaxia por haces moleculares.²⁵ Se midieron dos estructuras, las cuales constan de: muestra A: Si(20 nm)/ $Si_{0.68}Ge_{0.32}$ (240nm), y muestra B: Si(65nm)/ $Si_{0.62}Ge_{0.38}$ (550nm). En la fig. 38 se muestra una sección transversal de la muestra A medida con espectroscopia de electrones en por trasmisión (TEM). De mediciones de rayos X (no mostradas en este trabajo), se encontró que la última capa de $Si_{0.68}Ge_{0.32}$ estaba totalmente relajada en la dirección $[1-10]$ y parcialmente relajada ($< 20\%$) a lo largo de la dirección $[001]$; mientras que para la muestra B, la relajación era del 100% para ambas direcciones. Se concluye que la tensión en la capa de Silicio debería mostrar diferentes anisotropías ópticas por estar ésta sujeta a diferentes grados de tensión.

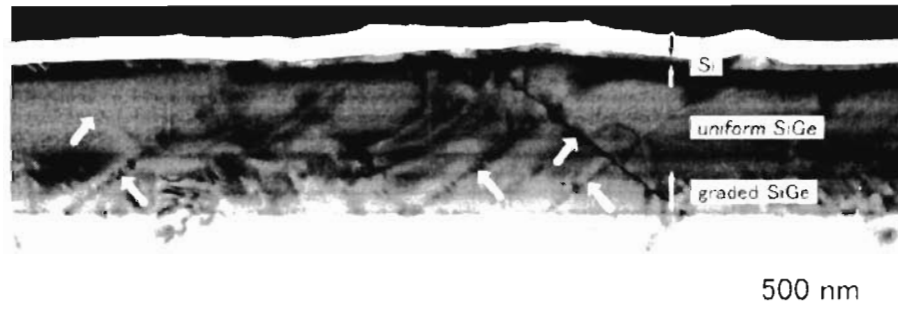


Figura 38. Sección transversal de la estructura de $Si(20 \text{ nm})/Si_{0.68}Ge_{0.32}(240 \text{ nm})$ medida por TEM

En la figura 39 se presentan los espectros de anisotropías ópticas de las muestras A y B. Como puede observarse, existe una marcada diferencia en la forma de línea de los espectros, especialmente por debajo de 3.4 eV. Esta región se

atribuye que proviene de la región por debajo de la capa de Si; es decir del SiGe, debido a que la penetración de la luz en Si, aumenta de 100 nm hasta 2000 nm o más, para regiones menores de 3.5 eV, lo cual es mucho mayor que el espesor de las últimas capas de Si (muestra A: 20 nm y muestra B: 65nm). Además, la amplitud del espectro de la muestra A es mayor que el de la muestra B, correlacionándose con la anisotropía en relajación estructural observada por rayos X. Además, en la misma Fig. 39, se muestra dos espectros (de los sustratos deformados tensilmente) con líneas continuas de la fig. 35 empalmados a los espectros de las estructuras A y B. De las comparaciones todo parece indicar que las capas de Si de las estructuras consideradas están efectivamente bajo tensión.

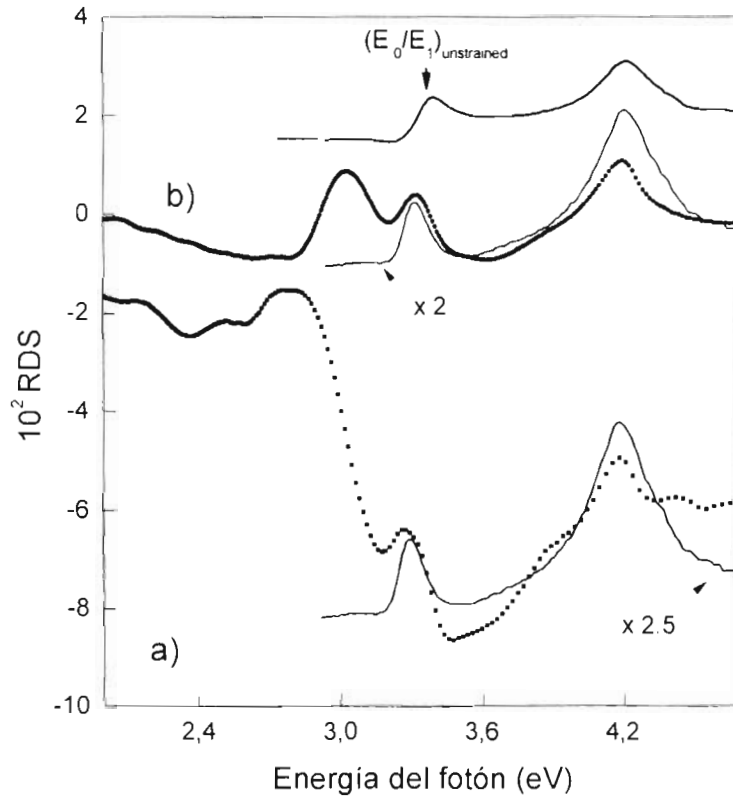


Figura 39. Espectros de RD para las estructuras de Si/SiGe(110) descritas en el texto. Espectro a) corresponde a la estructura A y b) corresponde a la estructura B. Las líneas continuas sobre los espectros a) y b) corresponden a los de la figura 36, mientras que el desplazado verticalmente hacia arriba es un espectro de un sustrato de Si(110) sin deformar de la Fig. 29.

Capítulo Cuatro

Conclusiones

El objetivo de este trabajo de Tesis fue el contar con un espectrómetro para la medición de anisotropías ópticas en superficies para diferentes materiales cristalinos con simetría cúbica. La particularidad de dicho espectrómetro radica en que posibilita medir de manera simultánea la parte real e imaginaria de la anisotropía en reflectividad; así como su parcial compactación utilizando fibra óptica. El elemento central de modulación en polarización consta modulador fotoelástico operando a $f = 42$ KHz y dos amplificadores sensibles a la fase. Uno está entonado a $2f$, y otro a f . De esta manera se obtiene la respuesta compleja. Una particularidad del sistema es que permite también realizar experimentos de reflectividad modulada, tanto fotorreflectancia como fotorreflectancia diferencial con el mismo arreglo. Todo el sistema se encuentra automatizado con un solo programa utilizando LabView. Para su evaluación, se midieron anisotropías de materiales semiconductores; específicamente los siguientes: GaAs(001), Si(110), Si(001) tensado, GaP(001), SiGe(110), ZnTe(001), InP(001), GaSb(001), CdTe(001), TiO₂(110), e InSb(001).

Los resultados de esta Tesis pueden resumirse como siguen:

En la primera parte de este Trabajo se concentró en la evaluación del funcionamiento del sistema:

1. Se obtuvo una excelente reproducibilidad en comparación con sistemas reportados anteriormente y compatibles con los espectrómetros compactos comerciales.

2. Los tiempos de medición en forma espectroscópica son de 2 minutos, pudiéndose mejorar usando técnicas de medición más rápidas (p.ej. utilizando analizadores de Fourier en vez de amplificadores Lock-in). En este caso, hay un compromiso entre la calidad de la señal (ruido) con el tiempo de adquisición.
3. Permite una alineación fácil de la muestra con su normal para minimizar la precesión con la ayuda de un laser visible.
4. El guiado de la luz reflejada por la muestra se colecta con una fibra óptica de cuarzo y se alimenta al la entrada del monocromador, permitiendo colocar el tubo fotomultiplicador a la salida directamente al mismo monocromador, dando como ventaja una excelente sensibilidad cuando la cantidad de luz es escasa.
5. Para propósitos de alineación de los elementos ópticos más críticos, en particular el analizador, se tiene montado éste ultimo a un eje de un motor de pasos con una resolución de 0.1 grados. Esto permite el control preciso de la alineación. Además la muestra misma también está acoplada a una base sujeta a otro motor de pasos con las mismas características que el anterior.
6. Se obtuvo el cambio en la función dieléctrica compleja para una buena parte los materiales reportados.

En la segunda parte de este Trabajo se concentró en el estudio en dos agentes que modifican la respuesta óptica anisotrópica de la superficie de Si(110): *tensiones uniaxiales y tratamientos químicos*:

7. Se sometieron a deformación elástica preferencial usando el método del cantiléver. Se observó que la superficie de Si(110) exhibe una buena sensibilidad a tensiones dependiendo en la dirección de la deformación, *i.e.*

[1-10] y [001]. Esto permitió identificar mecanismos relacionados con los espectros de estructuras de Si tensado crecidos sobre capas gruesas de SiGe, como se resume en el siguiente punto.

8. Se midieron dos muestras de Si(110) con espesores de 20 y 60 nm de espesor sobre dos capas de SiGe con concentraciones nominales de Ge al 36% y 38%, respectivamente crecidas pro epitaxia con haces moleculares; esto con el fin de tener la última capa de Si bajo tensión. Con la ayuda de lo observado en 7 (ver líneas arriba), se pudo deducir que efectivamente las capas de Si estaban sujetas a deformaciones tensiles.
9. Las anisotropías asociadas a las capas inferiores de SiGe muestran una señal del orden de 0.1, las cuales indican una fuerte anisotropía, que se asocian principalmente deformaciones corroboradas con mediciones de rayos X, las cuales no se incluyeron por estar fuera del alcance de este trabajo.
10. Se sometió a la superficie de Si(110) a tratamientos químicos usando HF. Uno de ellos se realizó en forma electroquímica. Las formas de líneas en ambas evoluciones de los dos tipos de tratamientos fueron muy similares. Sin embargo, en el caso del tratamiento electroquímico, la amplitud de los espectros disminuyeron sistemáticamente, contrastándose en el caso del ataque químico convencional con HF (solo sumergiendo la muestra en la solución y agitándola por diferentes tiempos), en donde los espectros crecieron en amplitud.
11. En el caso de tratamiento químico convencional, el hecho de que la amplitud crezca se asocia a que este tipo de tratamiento realiza un decapado uniforme y deja la muestra en buenas condiciones libres de óxido, siendo la superficie mas anisotrópica. Cabe mencionar que, aunque el origen físico de la anisotropías ópticas del Si(110) no han sido explicadas aún, se sabe que son de origen electrónico y por lo tanto, como se tiene

poco óxido y material amorfo en la superficie después del dekapado, es de esperarse un incremento en la señal, tal y como se observa, sin modificar la forma de línea.

12. En el caso de tratamiento electroquímico, se consideró también la morfología de las superficies usando mediciones con espectroscopia de fuerza atómica. Se observó que dichas superficies se degradaban formando cráteres circulares uniformes. Por lo tanto se propone, que la disminución de las anisotropías ópticas se debe a que las funciones de onda asociadas a los estados electrónicos se ven dispersadas, donde como resultado que la respuesta en polarizaciones a lo largo de $[1-10]$ u $[001]$ sean más similares, disminuyendo efectivamente la anisotropía medida. Sin embargo, queda abierto el punto de la evolución de la forma de línea en la transición E_2 (4.25 eV) y si la RD puede ser usada para el monitoreo de formación de estructuras alargadas en esta superficie.
13. Finalmente, se hizo uso de la expresión dada en la Ec. 10 para determinar el cambio en la función dieléctrica asociada a la RD medida, independientemente del rango de longitud de penetración de la luz. Queda investigar en qué regiones del espectro es válida dicha expresión.

Referencias

1. D.E. Aspnes, *anisotropies in the above band-gap optical-spectra of cubic semiconductors*, physical review letters **54**, 1956 (1985)
2. D.E. Aspnes, *above-bandgap optical anisotropies in cubic semiconductors - a visible near ultraviolet probe of surfaces*, journal of vacuum science & technology b **3**, 1498 (1985)
3. Weightman P, Martin DS, Cole RJ, Farrell T Source: reports on progress in physics **68**, 1251 (2005)
4. L.F. Lastras-Martínez, A. Lastras-Martínez, R.E. Balderas-Navarro, Review of Scientific Instruments **64**, 2147 (1993)
5. O. Acher, *a reflectance anisotropy spectrometer for real-time measurements* review of scientific instruments **63**, 5332 (1992)
6. Sun LD, P. Zeppenfeld , Balderas-Navarro R.E, Hingerl, K., physical review letters **96**, 016105 (2006)
7. Lastras-Martínez LF, Balderas-Navarro RE, Lastras-Martínez A, Hingerl, K., *Stress-induced optical anisotropies measured by modulated reflectance*, semiconductor science and technology **19**, R35 (2004)
8. Lastras-Martínez LF, Balderas-Navarro RE, Chavira-Rodríguez M, A. Lastras-Martínez, *Strain induced optical anisotropies in zincblende semiconductors*, physica status solidi b-basic research **240**, 500 (2003)
9. Rinnerbauer V, Schmidegg K, Hohage M, *Optical characterization of thin nickel films on polymer substrates using reflectance difference spectroscopy*, journal of applied physics **105**, 123503 (2009)
10. Ohtake A, Yasuda T, Miyata N, *Anisotropic kinetics on growing Ge(001) surfaces*, Surface Science **603**, 826 (2009)
11. Lastras-Martínez A, Balderas-Navarro RE, Lastras-Martínez LF, Vidal, MA, *Model for the linear electro-optic reflectance-difference spectrum of GaAs(001) around E_1 and $E_1+\Delta_1$* , Physical Review B **59**, 10234 (1999).

12. Hingerl K, Balderas-Navarro RE, Hilber W, *Surface-stress-induced optical bulk anisotropy*, physical review b **62**, 13048 (2000)
13. Balderas-Navarro RE, Hingerl K, Bonanni A, *In situ observation of stress relaxation in CdTe/ZnTe heterostructures by reflectance-difference spectroscopy*, applied physics letters **78**, 3615 (2001)
14. Isted GE, Martin DS, Marnell L, *The preparation of smooth Au(110) and Cu(110) surfaces for biomolecular adsorption*, surface science **566**, 35 (2004)
15. Sun LD, Hohage M, Zeppenfeld P, Balderas-Navarro, R.E: Hingerl, K, *Enhanced optical sensitivity to adsorption due to depolarization of anisotropic surface states*, physical review letters **90**, 106104 (2003)
16. Aspnes de, *Dielectric functions and optical-parameters of Si, Ge, GaP, GaAs, GaSb, InP, InAs, and InSb from 1.5 to 6.0 eV*, Physical Review B **27**, 985 (1983)
17. Sun LD, Hohage M, Zeppenfeld P, Balderas-Navarro RE, *Surface Science* **589**, 153 (2005)
18. http://www.hindspem.com/PEM_Components/Technology/principlesOfOperation.aspx
19. Nobuyuki Ishikura, Minoru Fujii, Kohei Nishida, Shinji Hayashi, and Joachim Diener, *"Dichroic rugate filters based on birefringent porous silicon"*, OPTICS EXPRESS **16**(20), 15531(2008)
20. Fred H. Pollak and Manuel Cardona, *"Piezo-Electroreflectance in Ge, GaAs, and Si"*, Phys. Rev. **172**, 816 - 837 (1968)
21. C. J. Vineis, *"Complex dielectric function of biaxial tensile strained silicon by spectroscopic ellipsometry"*, Phys. Rev. B **71**, 245205 (2005)
22. S. G. Jaloviar, *et.al*, *"Step-Induced Optical Anisotropy of Vicinal Si(001)"*, Phys. Rev. Lett. **82**, 791 (1999)
23. F. K. Men, W. E. Packard, and M. B. Webb, *"Si(100) Surface under an Externally Applied Stress"*, Phys. Rev. Lett. **61**, 2469 - 2471 (1988)

24. J. Ortega-Gallegos, *et al.*, "Optical anisotropy induced by mechanical strain around the fundamental gap of GaAs", *Physica Status Solidi (c)* 5(8), 2561 (2008)
25. K. Arimoto, *et al.*, "*Strain relaxation mechanisms in step-graded SiGe/Si(1 1 0) heterostructures grown by gas-source MBE at high temperatures*", *Journal of Crystal Growth*, 311(3), 819 (2009)
26. Ver, por ejemplo, "Spectroscopic Ellipsometry: Principles and Applications", Hiroyuki Fujiwara, John Wiley & Sons, 2007; pp. 63
29. U. Rossow, R. Goldhahn, D. Fuhrmann, and A. Hangleiter, *Phys. Stat. Sol. (B)* 242(13), 2617 (2005)

Apéndice

Diagrama de flujo del Programa de control para las mediciones de RD

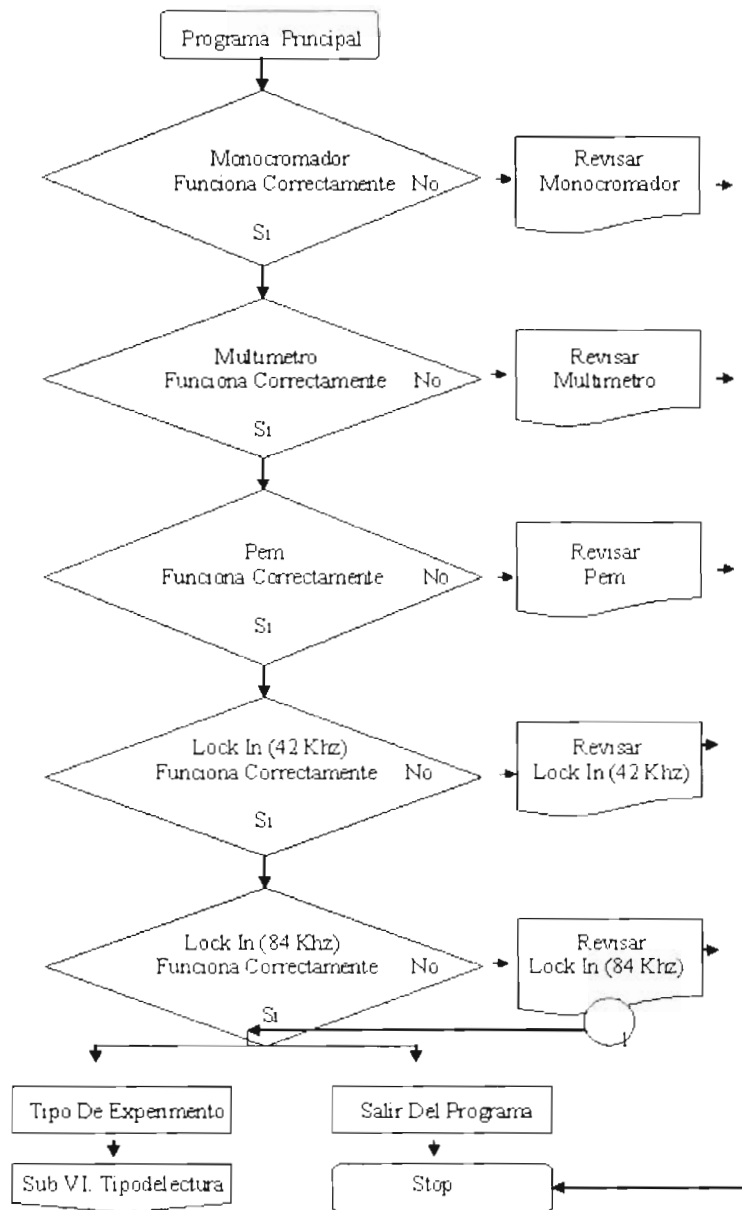


Figura 42. Diagrama de flujo del Programa de control para las mediciones de RD

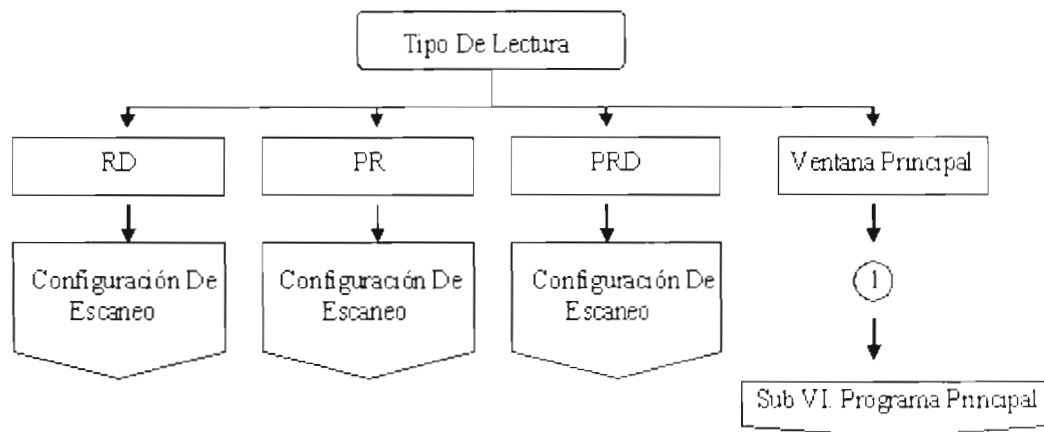


Figura 42. Diagrama de flujo del Programa de control para configurar tipo de experimento

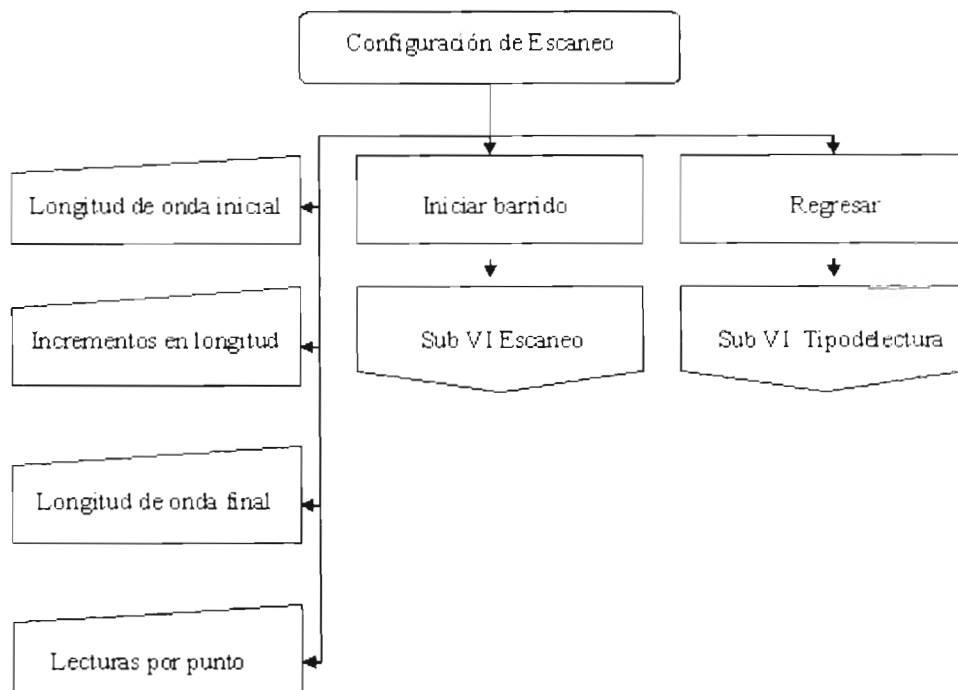


Figura 43. Diagrama de flujo del Programa de control para configurar parámetros de lectura

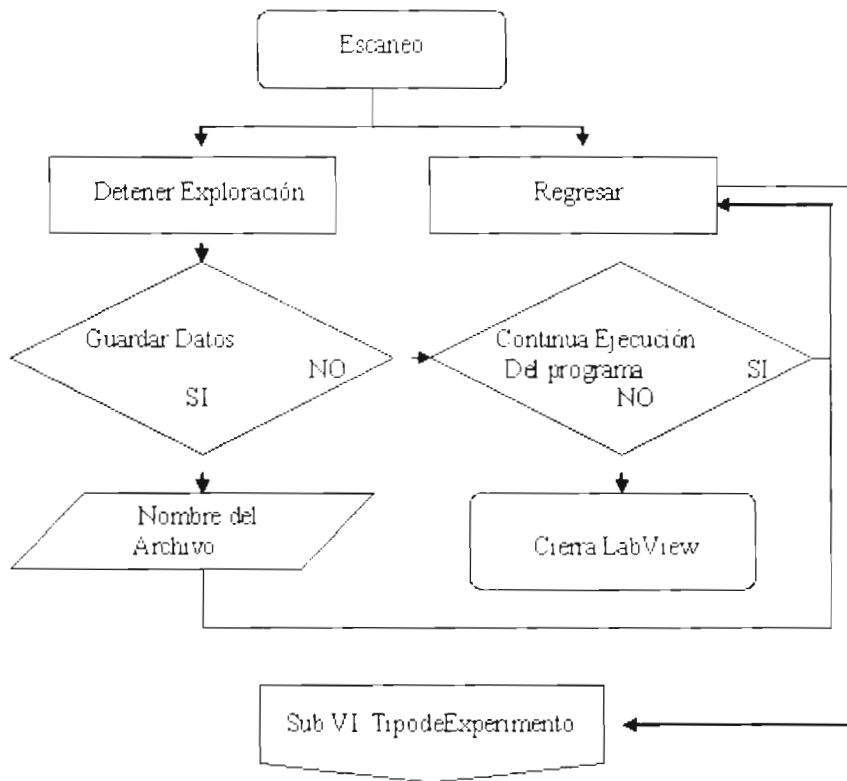


Figura 43. Diagrama de flujo del Programa para adquisición de catos