UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO
INSTITUTO DE FÍSICA E QUÍMICA DE SÃO CARLOS

"DESENVOLVIMENTO DE MICROESTRUTU-
RAS ESTRATIFICADAS SINTÉTICAS PA
RA ÓPTICA DE RAIOS-X"

Liu Lin

Dissertação apresentada ao Insti-
tuto de Física e Química de São
Carlos, para a obtenção do título
de Mestre em Física Básica.

Orientador: Prof.Dr. A. Ricardo D. Rodrigues

Departamento de Física e Ciência dos Materiais

São Carlos - 1986

BIBLIOTECA DO INSTITUTO DE FÍSICA E QUÍMICA DE SÃO CARLOS - USP
FÍSICA

MEMBROS DA COMISSÃO JULGADORA DA DISSERTAÇÃO DE MESTRADO DE _____

Liu Lin

APRESENTADA AO INSTITUTO DE FÍSICA E QUÍMICA DE SÃO CARLOS, DA
UNIVERSIDADE DE SÃO PAULO, EM 05 DE setembro DE 1986.

COMISSÃO JULGADORA:

Dr. Jarbas Caiado de Castro Neto - Orientador subst.

Dr. Aldo Félix Craievich

Dr. Cesar Cusatis

A meus pais e irmãos.

AGRADECIMENTOS

Quero agradecer ao Ricardo não só pela orientação neste trabalho, mas também pelo incentivo que tem me dado durante toda a minha vida acadêmica. Um agradecimento especial nesse sentido, também, ao Cusatis, que além do "despertar" inicial para a física, tem me motivado sempre.

Agradeço ao Irineu pela ajuda e pelas discussões na montagem do difratômetro de duplo e triplo eixos; ao Carlos, que não poupou esforços, pela assistência eletrônica em todo trabalho; ao Marcos e ao Maurici pela assistência técnica na evaporadora e ao Sr. Trombella pelos testes iniciais no difratômetro de pó.

Agradeço também o apoio amigo do Hêlio, do Robson e da Artemis e de todo pessoal citado acima.

Agradeço ao Carlos e ao Robson pelo auxílio no trabalho de edição e revisão desta dissertação e ao César pelos desenhos.

ÍNDICE

RESUMO	i
ABSTRACT	ii
INTRODUÇÃO	1
CAPÍTULO 1 - AS MICROESTRUTURAS ESTRATIFICADAS SINTÉTICAS	3
1.1) Breve histórico	3
1.2) Teoria das microestruturas estratificadas sintéticas	7
1.2.1) Alguns resultados da teoria dinâmica	8
1.2.2) O método iterativo	11
1.3) Otimização	18
1.3.1) Otimização do pico da refletividade	19
1.3.2) Otimização da largura da reflexão	22
1.3.3) Rejeição dos harmônicos	22
1.4) Efeitos das imperfeições nas interfaces	24
1.4.1) Rugosidades	24
1.4.2) Interfaces não abruptas	24
CAPÍTULO 2 - FABRICAÇÃO	25
2.1) Escolha dos materiais	25
2.2) Controle da periodicidade das camadas	26
2.2.1) Controle através de cristal de quartzo	26
2.2.2) Controle através da medida da refletividade "in situ"	26
2.2.3) Controle através do tempo de deposição	27
2.3) Método experimental utilizado para fabricação das MES	28

2.3.1) Descrição do equipamento	28
2.3.1.1) A câmara da evaporadora	28
2.3.1.2) Sistema de monitoração das taxas de evaporação	30
2.3.1.3) Fontes de evaporação	33
2.3.2) Preparo do substrato	34
2.3.3) Controle das espessuras	35
2.3.4) Deposição	35
2.3.4.1) Ouro/carbono	36
2.3.4.2) Prata/carbono	37
CAPÍTULO 3 - CARACTERIZAÇÃO	39
3.1) Caracterização das amostras fabricadas	39
3.1.1) Medida experimental da refletividade	40
3.1.2) Resolução angular do experimento	41
3.1.3) Alinhamento das MES	43
3.1.4) Descrição do difratômetro	45
3.2) Resultados	47
3.2.1) Ajuste dos parâmetros	52
3.3) Conclusões	53
APÊNDICE I	59
APÊNDICE II	73
REFERÊNCIAS	76

RESUMO

Microestruturas estratificadas sintéticas (MES) são dispositivos constituídos de camadas alternadas de dois materiais, com alto e baixo número atômico. Para aplicações em óptica de raios-x, a espessura de cada camada deve ser da ordem de 10 a 100 Å.

Este trabalho apresenta uma proposição de dimensionamento, fabricação e caracterização de MES.

Para o dimensionamento, foi feito um programa para o cálculo da refletividade em função do ângulo de incidência, incluindo efeitos de absorção, aplicável tanto a multicamadas periódicas ou não periódicas com número finito de camadas.

Amostras de ouro/carbono e prata/carbono foram fabricadas na evaporadora existente no IFQSC, com algumas adaptações. A caracterização foi feita com raio-x duro e ângulos de incidência rasantes, em um difratômetro de triplo eixo especialmente construído para este fim. Finalmente, comparações são feitas entre os parâmetros pré-determinados, os parâmetros obtidos e os teoricamente ajustados.

ABSTRACT

Layered synthetic microstructures (MES) are devices with alternate heavy and low elements layers. For x-ray applications, the thickness of these layers must be of the order of 10 to 100 Å.

Methods for the design, fabrication and characterization of x-ray optics MES are presented in this work.

A computer programme was written for the determination of reflectivity as a function of the incidence angle for any finite sequence of layers. Absorption is taken into account in this calculation.

The existing evaporation system in the IFQSC was used, with few modifications, for gold/carbon and silver/carbon MES synthesis. The samples were characterized with a specially built triple-axis diffractometer, using hard x-rays of a laboratory source. The comparison between the aimed parameters and those obtained by fitting theory to the experimental data is presented.

INTRODUÇÃO

Tem havido, nos últimos anos, um grande interesse nos campos que de alguma forma estão relacionados às regiões dos raios-x moles e ultra-violeta do espectro eletromagnético. Este interesse deve-se em grande parte às novas aplicações e às novas capacidades surgidas na área. As aplicações são amplas e interdisciplinares, abrangendo astronomia, biologia, física, engenharia, medicina, etc. As novas capacidades referem-se a novas fontes de raios-x e ultra-violeta, desenvolvimento de novos detetores, e o surgimento de novos componentes para a manipulação óptica de tais radiações. É nesta última classe que se incluem as Microestruturas Estratificadas Sintéticas (MES), componentes constituídos de camadas alternadas de materiais com espessuras extremamente finas, na região de 10 a 200 Å. Com as MES abriram-se as possibilidades para a construção de espelhos (inclusive de incidência normal para ultra-violeta e raios-x moles), "beam-splitters", e até elementos focalizantes, que vão aproximando as facilidades de manipulação óptica desta faixa de energia das existentes na região do visível.

O principal fato que possibilitou o rápido desenvolvimento das MES foi a evolução das técnicas de construção de multicamadas com espessuras da ordem de 10 a 200 Å com boas qualidades de interface e de periodicidade da estrutura.

Este trabalho apresenta uma proposição de fabricação e caracterização de MES usando os recursos existentes no IFQSC. No

capítulo 1 é feita uma descrição teórica das MES. No capítulo 2 descreve-se o processo de fabricação utilizado e no capítulo 3 mostram-se como foi feita a caracterização e os resultados obtidos.

CAPITULO 1

AS MICROESTRUTURAS ESTRATIFICADAS SINTÉTICAS

1.1) Breve histórico

Já no início, quando começava a se desenvolver a área da difração de raios-x, sentiu-se que dispositivos sintéticos constituídos de camadas alternadas de materiais leves e pesados seriam de muita utilidade, principalmente nas regiões de raios-x moles e ultra-violeta, devido à escassez de cristais naturais com parâmetros de rede suficientemente grandes. O principal obstáculo a se transpor para o desenvolvimento de tais estruturas era tecnológico. Não existia nenhuma técnica para o empilhamento de dezenas de camadas muito finas. Faremos neste item um breve resumo dos esforços dispendidos no sentido de se conseguir fabricar Microestruturas Estratificadas Sintéticas (MES).

Os primeiros resultados foram conseguidos com as multicamadas moleculares constituídas de moléculas orgânicas grandes contendo metais pesados (chumbo, bário, etc) em uma das extremidades (K.B. Blodgett 1935). São os filmes de Langmuir-Blodgett. Estes filmes são depositados num substrato em monocamadas sucessivas, com os átomos de metal de um lado da monocamada e uma cadeia do ácido graxo do outro. Os filmes são primeiramente formados na superfície da água como uma monocamada condensada, em seguida, são transferidos para o substrato através de um processo de mergulhar e retirar o substrato da água. A

orientação das moléculas alterna-se a cada camada, de tal maneira que d , o período de repetição, é o dobro do comprimento da cadeia do ácido graxo (ver figura 1.1). Alguns exemplos dos materiais constituintes destas multicamadas são: laurato de chumbo, $d=35 \text{ \AA}$; mistrato de chumbo, $d=40 \text{ \AA}$; estearato de chumbo, $d=50 \text{ \AA}$; lignocerato de chumbo, $d=63 \text{ \AA}$; melissato de chumbo, $d=80 \text{ \AA}$. O período d destas multicamadas está limitado pelo pequeno número disponível de comprimentos de cadeias de ácidos graxos. Usando as técnicas de deposição a vácuo é possível conseguir-se um intervalo muito maior de espaçamentos d .

Figura 1.1 - Esquema mostrando as multicamadas moleculares.

Os primeiros resultados satisfatórios usando técnicas de evaporação foram obtidos por Dumond e Youtz (J.DuMond e J.P.Youtz 1940), que depositaram camadas de ouro e cobre a vácuo com periodicidade aproximada de $100 \text{ \AA}$. Foi observada difração para o $\text{Mo K}\alpha$, mas esta decaía em aproximadamente dois dias, indicando que havia interdifusão dos elementos. Alguns anos mais tarde Dinklage e Frerichs (J.Dinklage e R.Frerichs 1963) e Dinklage (J.Dinklage 1967) construíram MES com chumbo e magnésio, ouro e

magnésio e ferro e magnésio. Os sistemas com chumbo, ouro e magnésio também eram instáveis mas o sistema com ferro e magnésio apresentava uma estabilidade projetada de um ano. Além disso a MES de Fe/Mg apresentou várias ordens de reflexão.

Desde então tem havido um grande desenvolvimento das técnicas de fabricação das MES. E.Spiller e sua equipe (E.Spiller 1972,76) utilizaram inicialmente o processo de evaporação a vácuo controlado por osciladores de cristal de quartzo. Foram encontradas várias dificuldades no controle das espessuras das camadas, devido à variação da frequência de oscilação do cristal de quartzo com a temperatura. Usou-se, então, uma técnica de monitoramento "in situ" baseada na interferência de raios-x (E.Spiller et al 1980). Essa técnica permitia o controle contínuo da espessura de cada camada durante a sua deposição. Houve um grande avanço neste controle devido a essa técnica.

Troy Barbee e sua equipe desenvolveram a técnica de fabricação de MES utilizando a tecnologia de "sputtering" ou bombardeamento iônico (T.Barbee e D.C.Keith 1978). Conseguiram-se MES de até aproximadamente 20 Å de periodicidade com camadas individuais de até aproximadamente 6 Å.

Além destas técnicas de evaporação, que são as mais empregadas atualmente, outras desenvolveram-se ou estão em desenvolvimento, como por exemplo evaporação por laser pulsado focalizado (S.V.Gaponov 1981).

Houve também uma diversificação nos métodos de caracterização das MES fabricadas. Além da medida direta da refletividade é comum utilizar-se a microscopia eletrônica de

transmissão e a difração de elétrons.

Além do uso específico das MES com camadas amorfas para instrumentação em óptica de raios-x, houve um grande desenvolvimento das MES com camadas epitaxiais de materiais semicondutores e das MES metal-metal. Nestes casos, epitaxia por feixe molecular (MBE) é a "palavra de ordem" para o processo de fabricação. As MES metal-metal apresentam propriedades supercondutoras e magnéticas "exóticas", muito interessantes inclusive do ponto de vista de pesquisa básica. As MES de materiais semicondutores também apresentam propriedades muito interessantes, que as tornam importantes não só para a física do estado sólido mas também para a tecnologia eletrônica.

1.2) Teoria das Microestruturas Estratificadas Sintéticas

Em geral os estudos envolvendo radiações de comprimento de onda curtos, raios-x e ultra-violeta, são feitos através da sua interação com meios periódicos, os quais dividem o feixe incidente em vários outros. Estes são depois recombinados e interferem, trazendo informações sobre o feixe incidente e sobre o meio periódico. Podemos separar o feixe incidente pela divisão da sua frente de onda ou, como é o caso das multicamadas, pela divisão da amplitude.

A interação clássica da radiação com a matéria é descrita pelas equações de Maxwell. Fundamentadas nelas existem duas teorias que se aplicam especificamente à interação de raios-x com meios periódicos e que nos dão resultados analíticos: as teorias cinemática e dinâmica de difração de raio-x. A teoria cinemática é a mais simples e despreza certos detalhes da interação da onda com o meio, como por exemplo a diminuição da amplitude da onda à medida que esta penetra no material. A teoria dinâmica leva em conta todas as interações mas, no caso de dois feixes (um incidente e outro refletido), as aproximações feitas limitam sua validade somente a um intervalo $\Delta\theta$ muito pequeno em torno do ângulo de Bragg. Podemos também, partindo diretamente das equações de Maxwell, chegar a soluções iterativas exatas que descrevem a situação.

Veremos neste item alguns resultados obtidos a partir da teoria dinâmica e resolveremos as equações de Maxwell para interação de raios-x com meios periódicos em uma dimensão.

Quando raios-x de comprimento de onda λ incidem sobre uma estrutura com período d , nos ângulos θ_{Bn} dados pela relação

$$n\lambda = 2d \sin \theta_{Bn} \quad (1.1)$$

as ondas espalhadas pelas diversas camadas estarão em fase, produzindo um máximo na reflexão. Na equação acima, conhecida como lei de Bragg, n é a ordem da reflexão.

O meio material é caracterizado pelo seu índice de refração complexo, que para raios-x é muito próximo e menor que a unidade. Podemos escrevê-lo para um meio j

$$n_j = 1 - \delta_j - i\beta_j \quad (1.2)$$

onde δ_j e β_j são tipicamente da ordem de 10^{-6} e

$$\delta_j = N_j r_e \lambda^2 (Z_j + \Delta f_j') / 2\pi \quad (1.3)$$

$$\beta_j = N_j r_e \lambda^2 \Delta f_j'' / 2\pi = \mu \lambda / 4\pi \quad (1.4)$$

N_j é a densidade de átomos, $r_e = 2.818 \times 10^{-13}$ cm é o raio clássico do elétron, Z_j é o número atômico, μ é o coeficiente de absorção linear e $\Delta f_j'$ e $\Delta f_j''$ são as correções de dispersão anômala para refração e absorção, respectivamente.

1.2.1) Alguns resultados da teoria dinâmica .

A teoria dinâmica nos mostra que, devido às correções de

refração , o gráfico da refletividade contra o ângulo de incidência não é simétrico em torno de θ_{Bn} (dado pela lei de Bragg), mas sim em torno de um ângulo um pouco maior dado por

$$\theta = \theta_{Bn} - 2\chi_{ro} / \sin(2\theta_{Bn}) \quad (1.5)$$

onde χ_{ro} é o primeiro coeficiente da expansão da parte real da susceptibilidade elétrica em série de Fourier. Esta expansão, feita mais adiante, é possível devido à periodicidade do meio.

χ_{ro} é negativo e θ é, então maior que θ_B . A teoria nos mostra também que devido à absorção, os picos ficam assimétricos.

O ângulo crítico θ_c , abaixo do qual há reflexão total é dado por

$$\theta_c = \sqrt{-\chi_{ro}} \quad (1.6)$$

A largura Ω da reflexão na escala angular para absorção nula, é (A.R.D.Rodrigues 1979)

$$\Omega = 2|C|\chi_{rn} / \sin(2\theta_{Bn}) \quad (1.7)$$

e é uma boa aproximação para a largura a meia altura no caso real, com absorção. C na equação acima é um fator igual a "1" para a polarização σ e igual a $\cos(2\theta_{Bn})$ para a polarização π , e χ_{rn} é, assim como χ_{ro} , coeficiente da expansão da parte real da susceptibilidade elétrica.

Vale a pena lembrar, já que vamos trabalhar com ângulos de incidência muito baixos e número finito de camadas, que as

aproximações feitas na teoria que leva às equações acima consideram: (i) $\Delta\theta = |\theta - \theta_B|$ muito pequeno, mas $\Delta\theta$ é proporcional a $(\sin 2\theta_B)^{-1}$; (ii) número infinito de camadas.

1.2.1.1) Cálculo de χ_0 e χ_n

Consideraremos neste item uma estrutura periódica formada pela sequência de camadas de dois elementos, a e b. Tomamos a direção z perpendicular a estas camadas. A dependência esquemática da susceptibilidade com z é dada na figura 1.2.

Figura 1.2 - Dependência de χ com z .

Assumimos que o elemento b toma uma fração β do período d , isto é, a espessura da camada b é de βd . Obviamente a camada a possui espessura $(1-\beta)d$ e $0 < \beta < 1$. (Alertamos para que não se confunda este β com o da correção de absorção para o índice de refração. Adotamos esta notação por ser a usada pela maioria dos autores. Em todo caso, sempre que se tratar da correção de absorção o β virá sempre acompanhado de um sub-índice, indicando o elemento a que se refere). Tomando a origem do eixo z no meio da camada b

temos:

$$\chi_o = (1-\beta)\chi_a + \beta\chi_b \quad (1.8)$$

e

$$\chi_n = (\chi_b - \chi_a) \sin(n\pi\beta) / n\pi \quad (1.9)$$

Notemos que um deslocamento Δz da origem não altera o valor de χ_o . χ_n fica multiplicado pelo fator $\exp(\pm 2\pi i n \Delta z / d)$ o que não altera o valor de $|\chi_n|$.

No apêndice I mostramos como se pode calcular os valores de χ_a , χ_b para os diversos elementos.

1.2.2) O método iterativo

Figura 1.3 - Reflexão de raios-x na interface de dois meios.
O sistema de coordenadas é mostrado à direita. O eixo y aponta para fora do papel.

Baseamo-nos em um trabalho desenvolvido por Parrat em

1954.

Consideramos em primeiro lugar o caso de uma onda eletromagnética plana incidente do vácuo (meio 1) na interface entre dois meios homogêneos. A situação é mostrada na figura 1.3.

E_i representa a onda incidente na direção $+z$; E_i^r a onda refletida e E_2 a onda transmitida. Assumimos que as três ondas satisfazem as condições de contorno na interface dos meios e que cada uma satisfaz às relações de ortogonalidade entre o vetor de propagação e os campos elétrico e magnético. Sejam as ondas:

$$E_i(z_1) = E_i(0) \exp[i\omega t - i(k_{ix}x_1 + k_{iz}z_1)] \quad (1.10)$$

$$E_i^r(z_1) = E_i^r(0) \exp[i\omega t - i(k_{ix}x_1 - k_{iz}z_1)] \quad (1.11)$$

$$E_2(z_2) = E_2(0) \exp[i\omega t - i(k_{2x}x_2 + k_{2z}z_2)] \quad (1.12)$$

onde k_1 e k_2 são os vetores de propagação (de magnitudes $2\pi/\lambda$ e $2\pi/\lambda_2$) no vácuo e no meio 2 respectivamente, o eixo z é tomado como positivo no sentido para dentro do meio 2, xz é o plano de incidência, refração e reflexão do feixe.

A seguinte relação ("lei de Snell") é válida:

$$k_2^2 = n_2^2 k_1^2 = n_2^2 k_{ix}^2 / \cos^2 \theta \quad (1.13)$$

onde θ é o ângulo que o feixe incidente faz com a interface dos meios.

A componente x do vetor de onda não se altera, ou seja,

$$k_{2x} = k_{1x} \quad (1.14)$$

Usando-se as equações (1.2), (1.13) e (1.14), obtém-se:

$$k_{2z} = k_1 g_2 \quad (1.15)$$

onde
$$g_2 = (1 - 2\delta_2 - 2i\beta_2 - \cos^2 \theta)^{1/2} \quad (1.16)$$

Na equação acima desprezamos termos da ordem de δ^2 , β^2 e $\delta\beta$.

Para o meio 1 (ar), $g_1 = \sin \theta$.

Assim o coeficiente de Fresnel para reflexão $F_{1,2}$ é:

$$F_{1,2} = \frac{E_1^r}{E_1} = \frac{\sin \theta - \hat{n}_2 \sin \theta}{\sin \theta + \hat{n}_2 \sin \theta} \quad (1.17)$$

donde temos a refletividade
$$\frac{I_r}{I_0} = \left| \frac{E_1^r}{E_1} \right|^2 = \left| \frac{g_1 - g_2}{g_1 + g_2} \right|^2 \quad (1.18)$$

Vamos calcular agora a curva de reflexão para N meios homogêneos estratificados. A figura 1.4 mostra a situação.

Consideramos em primeiro lugar o caso σ em que o campo elétrico é perpendicular ao plano de incidência xz.

Generalizando a relação (1.15) para a j-ésima camada, já que $k_{jx} = k_{1x}$ e $k_j^2 = \hat{n}_j^2 k_1^2$, temos

$$k_{jz} = k_1 g_j, \quad (1.19)$$

onde $k_1 = 2\pi/\lambda$ e

$$g_j = (1 - 2\delta_j - 2i\beta_j - \cos^2 \theta)^{1/2} \quad (1.20)$$

Figura 1.4 - Coordenadas usadas no cálculo da refletividade.

Da condição de continuidade da componente tangencial do campo elétrico na interface $j-1, j$ temos

$$E_{j-1} a_{j-1} + E_{j-1}^r a_{j-1}^- = E_j a_j^- + E_j^r a_j \quad (1.21)$$

onde E_j e E_j^r são os valores dos campos elétricos da onda resultante incidente e da refletida, respectivamente, tomadas no meio da j-ésima camada e

$$a_j = \exp(-ik_j g_j d_j / 2) = \exp(-i\pi g_j d_j / \lambda) \quad (1.22)$$

A condição de continuidade da componente tangencial de $\vec{H} = \vec{A} \times \vec{E}/c$ na interface $j-1, j$ nos dá (c =velocidade da luz):

$$(E_{j-1} a_{j-1} - E_{j-1}^r a_{j-1}^{-1}) g_{j-1} = (E_j a_j - E_j^r a_j) g_j \quad (1.23)$$

Definimos a razão, na interface superior do meio $j-1$, entre as amplitudes dos campos elétricos incidente e refletido como

$$R_{j-1,j} = \frac{E_{j-1}^r a_{j-1}}{E_{j-1} a_{j-1}^{-1}} = \left(\frac{E_{j-1}^r}{E_{j-1}} \right) a_{j-1}^2 \quad (1.24)$$

Temos então, resolvendo-se as equações (1.21) e (1.23) a relação de recorrência

$$R_{j-1,j} = a_{j-1}^4 \left(\frac{R_{j,j+1} + F_{j-1,j}^\sigma}{R_{j,j+1} F_{j-1,j}^\sigma + 1} \right) \quad (1.25)$$

onde $F_{j-1,j}^\sigma = \frac{g_{j-1} - g_j}{g_{j-1} + g_j}$ é o coeficiente de Fresnel para reflexão no caso (ver eq. 1.18).

Para a reflexão π (campo elétrico contido no plano de incidência) o procedimento é semelhante e obtém-se a mesma relação (1.25) acima com a substituição de $F_{j-1,j}^\sigma$ por

$$F_{j-1,j}^\pi = \frac{\frac{g_{j-1}}{(\hat{n}_{j-1})^2} - \frac{g_j}{(\hat{n}_j)^2}}{\frac{g_{j-1}}{(\hat{n}_{j-1})^2} + \frac{g_j}{(\hat{n}_j)^2}} \quad (1.26)$$

Para iniciarmos a relação de recorrência supomos que o substrato é muito espesso e portanto toda radiação que atravessar as camadas será absorvida, isto é, nenhuma onda é refletida na

interface de baixo do substrato. Assim, se o substrato for o N-ésimo meio, $R_{N,N+1} = 0$. Usamos então a relação de recorrência para calcular a amplitude da onda refletida na interface superior da camada logo acima. Repetimos o processo até obtermos a amplitude da onda refletida na camada do topo, que faz interface com o ar. Para o ar $g_{ar} = \sin\theta$ e $a_{ar} = 1$. Obtém-se assim $R_{1,2}$, que já contém o efeito de todas as camadas. $R_{1,2}$ está associada à intensidade refletida da seguinte maneira:

$$I/I_0 = |R_{1,2}|^2 \quad (1.27)$$

Temos denominado refletividade à esta razão I/I_0 .

Para radiações não polarizadas a intensidade refletida é dada pela média das refletividades das duas polarizações.

Elaboramos um programa computacional para calcular a curva da refletividade contra o ângulo de incidência, baseado nas relações acima.

O programa (ver apêndice I) permite o cálculo da refletividade para multicamadas com número finito de camadas que podem ou não ser periódicas. O programa contém também subrotinas que calculam os valores de δ_j e β_j em função do comprimento de onda, para diversos elementos de maior interesse, no intervalo de 1.2 a 2.6 Å. Para comprimentos de onda maiores (até 100 Å) podemos consultar a tabela publicada por Henke et al (1982). Para exemplificar, calculamos a curva de refletividade contra ângulo de incidência para quatro MES com 5, 10, 30 e 100

Figura 1.5 - Curvas de refletividade contra ângulo de incidência para MES de ouro/carbono com (a)5 , (b)10 , (c)30 e (d)100 camadas.

pares de camadas (fig. 1.5). O cálculo foi feito para MES de carbono-ouro com $d_c = 56 \text{ \AA}$, $d_{Au} = 14 \text{ \AA}$ e comprimento de onda $\lambda = 1.54 \text{ \AA}$. As constantes óticas calculadas pelo programa foram: $\delta_c = 7.123 \times 10^{-6}$, $\beta_c = 1.245 \times 10^{-8}$, $\delta_{Au} = 4.887 \times 10^{-5}$ e $\beta_{Au} = 4.842 \times 10^{-6}$. Além da reflexão total e das reflexões principais, as curvas mostram que existem máximos secundários que vão desaparecendo à medida que o número de camadas aumenta. Também o pico de Bragg vai ficando mais estreito e mais alto com o aumento do número de camadas. Nota-se também que o pico de Bragg não está na posição dada pela lei de Bragg ($n\lambda = 2d \sin \theta$) (fig. 1.5 d), mas um pouco deslocado. Para o caso de 100 camadas, o desvio do ângulo de Bragg, devido aos efeitos da refração (que por serem muito pequenos $(1-n) \sim 10^{-6}$, não são levados em conta na lei de Bragg), concorda com o previsto pela teoria dinâmica: $\theta = 0.7^\circ$.

O ângulo crítico também concorda com o previsto pela teoria dinâmica: $\theta_c = 0.3^\circ$.

A largura da reflexão varia muito com o número de camadas. Neste caso, para 30 camadas a previsão da teoria dinâmica para infinitas camadas, $\Omega = 0.08^\circ$, já é boa.

1.3) Otimização

Vimos na teoria desenvolvida acima que existem certos parâmetros que podemos ajustar para otimizar algumas das características das MES. Tais parâmetros ajustáveis são os índices óticos dos elementos, o período d das MES, a espessura relativa dos dois constituintes e o número de camadas.

O período d depende da posição desejada da primeira reflexão, dada em primeira aproximação pela lei de Bragg.

De acordo com os objetivos que quisermos atingir podemos otimizar as MES para diversos fatores como o pico de reflexão, a largura da reflexão, a capacidade de rejeição dos harmônicos e a estabilidade sob radiação intensa.

1.3.1) Otimização do pico da refletividade

Devemos considerar vários aspectos para este problema. Para absorção nula a teoria dinâmica nos diz que o pico da refletividade para camadas de elementos a e b é dado por (U.Bonse e W.Graef 1977):

$$I/I_0 = \left| \tanh \left[\frac{N}{\lambda} \frac{d}{\delta_0} \frac{|\chi_{rb} - \chi_{ra}|}{n} \left| \sin \left(n\pi \frac{db}{d} \right) \right| \right] \right|^2 \quad (1.28)$$

com N =número de camadas, $\delta_0 = \cos\theta$ e χ_{ra} e χ_{rb} parte real das susceptibilidades elétricas dos materiais a e b, respectivamente. Vemos que quanto maior for a diferença entre χ_{ra} e χ_{rb} , portanto, maior a diferença entre a refração dos materiais, maior será a refletividade de pico. Como χ_r é proporcional a $(Z + \Delta f')$ (ver apêndice I), devemos ter um elemento leve e um pesado. Isto continua sendo válido quando temos o caso com absorção.

Na sequência, vamos re-introduzir o parâmetro $\beta = \frac{db}{da + db}$, onde convencionamos agora que b é o elemento pesado e a o leve. No caso sem absorção o valor de β que otimiza a refletividade é $1/2$ (ver eq. 1.28). Isto corresponde ao empilhamento $\lambda/4$ comumente utilizado em ótica do visível. Tal acontece porque esta

é a situação em que as ondas refletidas em todas as interfaces (duas por período) se adicionam em fase.

Quando introduzimos a absorção, a expressão para a refletividade dada pela teoria dinâmica não fica mais em uma forma tão simples de ser analisada quanto a da equação (1.28). Daremos a seguir uma visão física do que acontece. Quanto maior for o número de camadas que efetivamente contribuem para a refletividade, maior esta será. O efeito da absorção é diminuir o número de camadas penetradas pelo raio-x, diminuindo portanto a refletividade. Podemos então diminuir a espessura do material mais absorvente (que é o mais pesado) mantendo o período, ou seja, diminuir β para que mais camadas efetivamente contribuam na reflexão. A diminuição de β , no entanto, faz com que nos afastemos do caso ideal dado pela consideração das fases das ondas refletidas. Assim, há uma competição entre estes dois fatores, que leva a um β ótimo entre 0 e 1/2 que depende do número de camadas.

A figura 1.6 mostra o pico da refletividade em função de β para MES de W/C para vários números de camadas, $d=50 \text{ \AA}$ e $\lambda = 1.54 \text{ \AA}$. O cálculo foi feito através da expressão da refletividade incluindo a absorção, dada pela teoria dinâmica (ver apêndice II). Vemos que o β ótimo vai diminuindo à medida que o número de camadas aumenta.

No limite para $N \rightarrow \infty$ temos o caso dos cristais naturais em que β é muito pequeno e o plano dos átomos corresponde à camada do elemento mais pesado.

A primeira vista pode parecer um paradoxo o fato de

termos refletividades altas utilizando camadas de elementos absorventes. Mas isto pode ser aceito se pensarmos que a onda incidente e a refletida formam ondas estacionárias na multicamada. Os nodos desta onda estacionária ficam na camada do elemento com maior absorção e os antinodos no de menor absorção, conforme mostra a figura 1.7. Assim, onde a absorção for grande o campo elétrico é pequeno e vice-versa. Desta maneira, o raio-x penetra mais camadas no material do que penetraria se considerássemos apenas o decaimento exponencial devido à absorção.

Figura 1.6 - Refletividade em função de β e do número de camadas N .

Para cada região de comprimentos de onda há um par diferente de materiais mais convenientes para otimização da refletividade, já que os coeficientes de absorção e refração dos materiais variam muito com o comprimento de onda.

Figura 1.7 - Ilustração das ondas estacionárias na multicamada.

A são as camadas do material mais absorvente e T as do menos absorvente. Os nodos da onda estão nas camadas A.

1.3.2) Otimização da largura da reflexão

Para a largura da reflexão vale a seguinte regra: quanto menos camadas a radiação penetra, maior é a largura do pico. Ou seja, se tivermos um número fixo de camadas, teremos picos largos se tivermos poucas camadas penetradas, ou seja, se aumentarmos β ; e teremos picos estreitos se diminuirmos β .

1.3.3) Rejeição dos harmônicos

Um aspecto dos monocromadores que geralmente não é desejável é a reflexão não só do pico fundamental mas também dos harmônicos (com comprimentos de onda $\lambda/2$, $\lambda/3$, etc). No caso das MES, em que podemos em princípio modelar o perfil de índice de refração em função de z , é possível controlarmos a reflexão dos harmônicos. A refletividade de uma MES periódica é

proporcional ao quadrado de $|X_n|$ (pois $|X_n|$ é proporcional ao fator de estrutura). Vimos na seção 1.2.1.1 que para $X(z)$ representando uma MES com interfaces perfeitas temos

$$X_n = (X_b - X_a) \sin(n\pi\beta) / n\pi \quad (1.9)$$

Vemos que com $\beta = 1/2$ ou seja, $d_a = d_b$, as reflexões de ordem par (para $n=2,4,6,\dots$) desaparecem ficando somente as de ordem ímpar. Se o perfil de índice de refração não for abrupto na interface dos materiais, mas variar continuamente, então as reflexões de mais alta ordem serão atenuadas, pois os componentes de Fourier de mais alta ordem para funções suaves são menores. No caso de um perfil senoidal somente a reflexão fundamental estará presente.

Quando se tem camadas muito finas, é praticamente impossível de se conseguir depositar controladamente perfis senoidais de índice de refração (pode ocorrer uma interdifusão ou reação química dos elementos na interface tornando o perfil mais suave, mas tal processo não é controlável). O caso que nos parece mais acessível para realização prática é aquele no qual temos espessuras iguais dos dois elementos e reflexões de ordem par suprimidas. Em geral o terceiro harmônico e outros de mais alta ordem ficam atenuados por outros fatores, como por exemplo a rugosidade nas interfaces ou uma pequena variação no período ao longo da multicamada. Devido às considerações feitas no item anterior com respeito ao β ótimo e ao efeito da absorção no número de camadas penetradas pelo raio-x, vemos que para as duas camadas com espessuras iguais é melhor usarmos elementos mais

leves (portanto com menor absorção) e depositarmos mais camadas, se quisermos ter uma refletividade alta.

1.4) Efeitos das imperfeições nas interfaces

1.4.1) Rugosidades

As interfaces entre as camadas nas MES reais não são perfeitamente planas. Existem rugosidades resultantes tanto da rugosidade intrínseca do substrato como da formada durante a deposição. Podemos levar em conta o efeito das rugosidades na refletividade da MES através da multiplicação de um fator análogo ao fator de Debye-Waller que descreve a desordem térmica nos cristais:

$$R=R_0.\exp\left[-\left(4\pi\sigma\frac{\sin\theta}{\lambda}\right)^2\right] \quad (1.29)$$

onde R_0 é a refletividade teórica e σ é o desvio padrão das alturas das rugosidades. Assumimos que estas satisfazem a uma distribuição gaussiana. É comum nestes casos caracterizarmos a rugosidade das camadas através deste desvio padrão dado em ângstrons.

1.4.2) Interfaces não abruptas

Conforme já vimos, a difusão dos elementos ou a formação de compostos nas interfaces causa uma transição não abrupta do índice de refração, afetando principalmente as reflexões de mais alta ordem.

CAPITULO 2

FABRICAÇÃO

Em princípio pode-se fabricar MES por qualquer método em que se consiga fazer deposição atômica. Os dois métodos comumente utilizados são deposição térmica através das barquinhas e dos canhões de elétrons e deposição por bombardeamento iônico. O primeiro método, o qual utilizamos, é descrito mais adiante. No caso da evaporação por bombardeamento iônico ("sputtering") os átomos são arrancados da superfície do alvo através de bombardeamento com íons energéticos. Estes átomos arrancados depositam-se na superfície do substrato. Na maioria dos casos ioniza-se um gás nobre para o bombardeamento do alvo.

Além da tecnologia de deposição dos materiais, o sistema de controle da periodicidade das camadas e as características dos próprios materiais são fundamentais para que se consiga fabricar MES de boa qualidade.

2.1) Escolha dos materiais

Para a escolha dos materiais mais convenientes para a fabricação de determinada MES, é importante considerá-los não somente do ponto de vista das características dos índices óticos, mas também do ponto de vista da facilidade de evaporação e da estabilidade das interfaces. É muito importante que os materiais não reajam (ou reajam muito pouco) quimicamente, e que não se difundam um no outro. Outro fator a se levar em conta é a

disponibilidade do elemento.

Estes requisitos limitam bastante os materiais candidados à evaporação.

2.2) Controle da periodicidade das camadas

O sistema para o controle da periodicidade das camadas é, sem dúvida, uma das partes mais importantes para se conseguir fabricar MES de boa qualidade. Vários métodos podem ser empregados.

2.2.1) Controle através de cristal de quartzo

Nesse sistema mede-se a variação da frequência natural de oscilação de um cristal de quartzo em função de sua massa e, portanto, em função da espessura do filme depositado. Este método, um dos primeiros a ser utilizado, apresenta alguns inconvenientes, como por exemplo a dependência da frequência de oscilação do quartzo com a temperatura. Como o cristal é sensível somente à massa do elemento depositado e não à sua espessura, a influência da variação de temperatura será menor para os elementos pesados pois a variação de frequência devido a estes é grande. Já para os elementos leves a variação de frequência é pequena e a influência da variação térmica torna-se maior.

2.2.2) Controle através da medida da refletividade "in situ"

Este método, introduzido por E.Spiller, trouxe um grande avanço no controle da periodicidade das camadas. A refletividade da MES é medida durante a sua fabricação, permitindo o

monitoramento da espessura de cada camada individual. Este método, que ao contrário do anterior, é sensível diretamente à espessura da camada, faz com que se evite a propagação de erros na espessura de alguma camada. O método, no entanto, só pode ser utilizado nos casos em que a deposição é feita em bom vácuo, não se aplicando portanto aos casos de deposição por bombardeamento iônico, em que a deposição é feita numa atmosfera com gás nobre.

2.2.3) Controle através do tempo de deposição

Consiste em expor o substrato ao material evaporado durante um certo tempo. O tempo de exposição e a taxa de evaporação determinam a espessura da camada. Este método é bem adequado para os casos de deposição por bombardeamento iônico, em que a taxa de evaporação mantém-se bem constante.

Figura 2.1 - Esquema da montagem experimental para a fabricação de MES.

2.3) Método experimental utilizado para fabricação das MES

Fabricamos as nossas amostras em um sistema de deposição a vácuo utilizando como fontes de evaporação uma barquinha e um canhão de elétrons. O método que utilizamos para a deposição de camadas extremamente finas é esquematizado na figura 2.1. O substrato move-se sobre as duas fontes, separadas por uma parede divisória para que não haja superposição dos elementos evaporados, formando assim camadas bem definidas e finas.

2.3.1) Descrição do equipamento

Utilizamos para a fabricação das MES a evaporadora BALZERS BAK600 existente na Oficina de Ótica do IFQSC. Esta evaporadora é destinada à produção de filmes finos para a região visível do espectro eletromagnético, onde as espessuras das camadas são da ordem de $1000 \text{ \AA}$. Foram feitas então algumas adaptações na evaporadora, as quais serão descritas abaixo, para se conseguir camadas da ordem de 10 a $100 \text{ \AA}$.

2.3.1.1) A câmara da evaporadora

É uma câmara de inox onde estão contidos todos os elementos necessários à fabricação das multicamadas: as fontes de evaporação, o porta substratos e o sistema de monitoramento das taxas de evaporação. (ver figura 2.2).

As fontes de evaporação são dois canhões de elétrons ("electron beams") e duas barquinhas. Os dois canhões de elétrons e uma das barquinhas podem ser controlados automaticamente (mas não simultaneamente), isto é, um microcomputador realimenta as

correntes corrigindo a taxa de evaporação lida para a taxa pré-determinada; o porta substratos é uma calota giratória que fica acima das fontes de evaporação e o sistema de monitoramento das taxas de evaporação consta de um cristal de quartzo.

Figura 2.2 - Esquema da câmara da evaporadora com seus elementos

Uma bomba mecânica faz o pré-vácuo e, em seguida, uma bomba difusora, com "trap" de nitrogênio líquido, nos permite trabalhar a uma pressão de até 10^{-6} Torr em aproximadamente meia hora.

Instalamos na câmara da evaporadora uma parede divisória, conforme mostra a figura 2.1. Esta parede separa a câmara em dois compartimentos onde são evaporados, simultaneamente, os dois materiais constituintes da multicamada. Cada compartimento é recoberto por uma aba (ver fig 2.1) com fendas reguláveis que limitam a quantidade de material que chega ao substrato,

possibilitando, assim, uma maior flexibilidade nas espessuras das camadas que se podem obter.

2.3.1.2) Sistema de monitoramento das taxas de evaporação

Conforme já mencionamos, existe na evaporadora um monitor de taxa de evaporação que utiliza cristal de quartzo. Construímos um segundo monitor, semelhante ao primeiro (utilizando inclusive o mesmo cristal de quartzo), para possibilitar o monitoramento simultâneo e independente das duas fontes.

O cristal de quartzo, cuja frequência de ressonância é de 5 MHz, é acoplado a um circuito oscilador de um lado e exposto ao material evaporado do outro. As figuras 2.3 e 2.4 mostram em detalhe, respectivamente, o circuito oscilador e a parte mecânica do monitor que construímos. Este possui um sistema de refrigeração a água e um colimador, que diminui a quantidade de

Figura 2.3 - Esquema do circuito oscilador.

material depositado no cristal e permite o posicionamento do

monitor perto da fonte de evaporação. Nossa idéia inicial era colocar o monitor abaixo do "shutter" que cobre a fonte de evaporação para podermos ajustar a taxa de evaporação antes de começar a deposição no substrato. Excluindo o colimador, que é de latão, todo o restante do monitor é de cobre. A parte A, que faz contato elétrico (terra) com o cristal, é dourada.

Figura 2.4 - Esquema mecânico do monitor de quartzo.

As partes mais críticas para que o monitor funcione adequadamente são: (i) os pinos com mola que fazem contato elétrico e exercem uma leve pressão sobre o cristal. Estes pinos devem possuir a ponta afinada e a mola deve ser suave; (ii) o

ajuste da faixa de frequência de oscilação do circuito, que varia quando de sua montagem na cavidade da parte B do monitor. Esta variação é devida à mudança das capacitâncias parasíticas no sistema; (iii) a geometria do colimador deve ser tal que, embora limite a quantidade de material, permita uma deposição uniforme em toda a superfície do cristal e, ainda, evite a formação de uma camada grossa que o obstrua. As bordas em forma de faca na ponta do colimador fazem esta última função. Deve-se tomar também muito cuidado para não se deixar nenhum vazamento no passante dos cabos elétricos e da água para a câmara de vácuo e, ainda, deve-se tomar um cuidado todo especial com os circuitos de terra. É ainda aconselhável o uso de cabos torcidos para a alimentação do circuito oscilador e de um filtro na alimentação geral do sistema, o que diminui a captação de ruídos externos.

A variação da frequência natural de oscilação do quartzo pode ser associada à variação de sua massa da seguinte maneira:

$$\frac{\Delta f}{f} = -\frac{\Delta e}{e} = -\frac{\Delta m}{\rho_q F e} \quad (2.1)$$

onde f é a frequência natural do cristal de quartzo, e é a espessura do cristal, ρ_q é a densidade do quartzo, F a área do quartzo e Δm a massa do material depositado uniformemente no cristal.

De (2.1) temos a taxa de evaporação do material:

$$\text{taxa} = \frac{K}{\rho_m T} \left(\frac{1}{f} - \frac{1}{f_0} \right) \quad (2.2)$$

com K =constante, T =tempo para a frequência mudar de f_0 para f , f_0 =frequência inicial, f =frequência e ρ_m =densidade do material depositado.

Nas evaporações feitas calibramos o segundo monitor, que foi construído, com o da Balzers. A leitura da variação da frequência daquele monitor foi feita num micro-computador, através de um sistema de interfaces desenvolvido no Grupo de Ótica de Raios-x e Instrumentação da UFPR. Este sistema, denominado SCOPE, é esquematizado mais adiante, na figura 3.7.

2.3.1.3) Fontes de evaporação

(a) Barquinha - O material contido na barquinha é evaporado passando-se uma corrente elétrica de aquecimento através de seu corpo. A taxa de evaporação é controlada através do ajuste da corrente, que pode variar até 40 A. O uso da barquinha é indicado para materiais com ponto de fusão baixos.

Utilizamos uma barquinha de tungstênio funda para evaporar prata e ouro. Preferimos uma barquinha funda para diminuir a variação da taxa (e consequentemente da corrente) com a diminuição da massa.

Abandonamos a idéia de colocar o monitor abaixo do "shutter", pois com o colimador inclinado (única posição que cabe abaixo do "shutter") a variação do cone de material evaporado devido ao efeito geométrico de sombreamento (com a diminuição do material na barquinha), traz erros na leitura da taxa depositada. A melhor posição para o monitor é com o colimador apontando

diretamente de cima da fonte. Neste caso não podemos monitorar a taxa antes da abertura do "shutter".

(b)Canhão de elétrons - Evapora-se o material através da incidência de um feixe focalizado de elétrons. O material fica em um cadinho rotatório refrigerado. O feixe de elétrons, emitido por um filamento aquecido, é desviado de 180° por um campo magnético, em direção ao cadinho. Podemos variar a taxa de evaporação através da corrente de emissão ou ainda através da focalização / desfocalização do feixe de elétrons. Para certos materiais, e é o caso do carbono, que sublima, o feixe de elétrons cava uma "trincheira" no material, provocando o mesmo efeito que a diminuição do material na barquinha, i.e, alteração do cone de evaporação. Para se diminuir este efeito pode-se varrer lentamente a posição do feixe de elétrons.

2.3.2) Preparo do substrato

Utilizamos dois tipos de substratos: vidro e silício (111). Segundo a literatura (Warburton et al 1983) os substratos de Si(111), comparados a Si(100) e vidro Hoya, dão os melhores resultados, i.e, possuem melhor qualidade de superfície. Os substratos utilizados têm aproximadamente 3 e 5 cm de diâmetro, respectivamente e de 2 a 4 mm de espessura. Ambos os tipos de substrato foram polidos mecanicamente na Oficina de Ótica do IFQSC com qualidade de polimento ótico, normalmente utilizado em lentes.

A limpeza dos substratos foi feita inicialmente num

aparelho de ultrasom; em seguida num sistema de condensação de vapor de álcool (o vapor de álcool condensa-se sobre o substrato e escorre retornando ao banho com a sujeira da superfície do substrato) e, finalmente, já na câmara de vácuo da evaporadora é feita uma descarga iônica ("glow discharge"), que livra o substrato, por repulsão eletrostática, principalmente de poeiras. Este procedimento tem dado resultados muito satisfatórios já que a aderência do filme depositado ao substrato está muito boa.

Para diminuirmos o efeito das rugosidades do substrato (bastante importantes na faixa de comprimentos de onda em que se pretende trabalhar) depositamos uma camada "buffer" inicial mais espessa.

2.3.3) Controle das espessuras

Conforme já mencionamos, monitoramos as duas fontes de evaporação simultaneamente através de dois monitores de quartzo. O controle das espessuras foi feito da seguinte maneira: fixamos a taxa de evaporação dos dois elementos que estavam sendo evaporados e controlamos o tempo de deposição ajustando a velocidade de rotação da calota suporte dos substratos.

Devido à pouca flexibilidade das taxas de evaporação (para o carbono uma taxa superior a 10 Å/s faz com que esta fique bastante instável), e da velocidade de rotação da calota, fizemos a deposição sem as abas sobre as fontes.

2.3.4) Deposição

Consideraremos neste item duas combinações específicas

de materiais, ouro/carbono e prata/carbono.

2.3.4.1) Ouro/Carbono

Para as primeiras amostras (A-1 a A-10 e B-1 a B-10) que fabricamos escolhemos, devido a vários motivos, o par ouro/carbono: dos elementos pesados disponíveis o ouro era o mais acessível; o carbono é o elemento mais indicado na literatura (R.P.Haelbich e C.Kunz 1976) para o elemento leve, pois forma interfaces estáveis com a maioria dos metais pesados e, ainda, ambos os elementos podiam ser evaporados na evaporadora existente.

Fixamos a taxa de evaporação do carbono em $10 \text{ \AA/s}$ e a do ouro em $2.5 \text{ \AA/s}$. Na ocasião destas evaporações dispunhamos de apenas um monitor de quartzo. Tentamos controlar as duas fontes com um sistema de polia acoplado a um "shutter" de uma fonte não utilizada, que ora expunha o monitor a uma fonte, ora a outra.

Para estas amostras, A e B, trabalhamos a uma pressão de 6×10^{-6} Torr. A camada "buffer" foi feita com aproximadamente 1000 $\text{\AA}$ de carbono.

As amostras A foram feitas com a calota a 0.086 rot/s. Isso corresponde teoricamente a camadas de 58 $\text{\AA}$ de carbono e 14.5 $\text{\AA}$ de ouro. Para comprimentos de onda de 1.54 $\text{\AA}$ a reflexão teórica de primeira ordem está a 0.6° (sem considerar a correção de refração na lei de Bragg). Infelizmente, ocorreram dois fatos indesejáveis nessa deposição. Em primeiro lugar não foi possível monitorarmos a taxa de evaporação do ouro a partir da segunda ou terceira camada pois o acoplamento que permitia expor o monitor a

uma ou outra fonte rompeu-se. Em segundo, o ouro utilizado não foi suficiente e acabou-se durante a evaporação. Acreditamos que foram evaporadas aproximadamente 12 camadas de ouro, ao invés das 20 planejadas. Além disso observamos frequentemente descargas elétricas perto do carbono acompanhadas de quedas bruscas na alta tensão do canhão de elétrons e aumentos bruscos da pressão na câmara de vácuo.

A deposição das amostras B foi feita para a primeira reflexão teórica a 0.9° , o que significa velocidade de rotação da calota igual a 0.133 rot/s e período com 38 Å de carbono e 9.5 Å de ouro. Nesta deposição as descargas continuaram, mas conseguimos controlar a taxa de deposição do ouro. Foram depositadas 35 camadas de cada elemento a um vácuo de 9×10^{-6} Torr. Aproximadamente no meio da deposição o canhão de elétrons desligou sendo religado imediatamente. As amostras certamente foram afetadas por este fato.

2.3.4.2) Prata/Carbono

Fizemos uma série de amostras (C-1 a C-4, D-1 a D-4, E-1 a E-4 e F-1 a F-4) com prata/carbono, com as características de projeto dadas na tabela 2.1.

Estas deposições já foram feitas com os dois monitores de taxa instalados. Com isso, o controle das duas fontes melhorou bastante em relação à deposição anterior, apesar de termos tido problemas de flutuações bruscas na alta tensão do canhão de elétrons e problemas com a interface do microcomputador, devido a esta ser muito sensível a ruídos externos.

TABELA 2.1

AMOSTRA	C	D	E	F
$d(\text{\AA})$	70	70	70	70
β	0.5	0.4	0.3	0.2
TAXA DO CARBONO ($\text{\AA}/s$)	7	10	10	10
TAXA DA PRATA ($\text{\AA}/s$)	7	6.7	4.3	2.6
PERIODO DA CALOTA (s)	10	8.4	9.8	10.8
NUM. DE CAMADADAS	50	50	42	50

As taxas lidas variaram de aproximadamente 10% durante estas evaporações.

A camada "buffer" destas amostras foi formada com carbono e prata durante os ajustes das taxas de evaporação. Depositamos também uma camada protetora de carbono sobre o dispositivo.

A prata utilizada nestas deposições continha impurezas. Notamos que havia bastante cobre recobrindo a prata que restava após a deposição. O tarugo de carbono utilizado foi o mesmo da outra deposição, com ouro.

CAPITULO 3

CARACTERIZAÇÃO

A caracterização das MES é feita geralmente através da medida direta da refletividade em função do ângulo de incidência ou da energia, embora também possam ser utilizados a microscopia eletrônica e a difração de elétrons.

O teste da refletividade pode ser feito no comprimento de onda para o qual a MES foi projetada (raio-x mole com $\lambda \approx 2d$) ou, como é comum, com a radiação Cu K α de $\lambda = 1.54 \text{ \AA}$ (neste caso $\lambda \ll 2d$ e os ângulos envolvidos são, conseqüentemente, rasantes).

As vantagens de se fazer o teste com comprimentos de onda curtos é que se evitam problemas de absorção do feixe devido ao ar (evitando-se assim a preocupação de se fazer o experimento a vácuo) e os problemas de polarização do feixe (a ângulos baixos a curva da refletividade para o caso σ e π coincidem). Há, no entanto, a desvantagem de se trabalhar com ângulos muito baixos (de zero a alguns graus apenas).

3.1) Caracterização das amostras fabricadas

A caracterização das amostras fabricadas foi feita através da medida da refletividade contra o ângulo de incidência, utilizando-se a radiação Cu K α , de comprimento de onda $1.5418 \text{ \AA}$. Para as séries de amostras A e B fizemos medidas preliminares em

um difratômetro de pó do IFQ5C. Encontramos dois problemas com este difratômetro trabalhando a baixo ângulo: ruído de fundo elevado na região de 0° a 1° e baixa resolução angular. Projetamos então um difratômetro de raios-x do tipo duplo eixo, com o intuito de diminuir estes problemas.

As medidas das amostras A e B, apresentadas adiante, foram feitas em um difratômetro de duplo-eixo no Grupo de Ótica de Raios-x e Instrumentação, em Curitiba.

3.1.1) Medida experimental da refletividade

A figura 3.1 mostra o arranjo experimental para as medidas da refletividade. Os dois monocromadores de silício (111), M1 e M2, nos dão uma resolução angular de aproximadamente 7 segundos de arco. A divergência do feixe incidente no conjunto de monocromadores é limitada a 0.5° pela fenda F1. Isto já elimina a linha $K\beta$ do feixe difratado pelo monocromador M1. A fenda F2 limita o feixe incidente na MES a 0.1 mm de largura, iluminando a amostra inteira (de 3 cm) a um ângulo rasante de 0.2° . O anteparo F3 intercepta o feixe direto, deixando passar aproximadamente 1/4 deste. Sua função é diminuir o ruído de fundo a ângulos baixos devido ao efeito geométrico de interceptação parcial do feixe incidente pela MES. Uma consequência desta interceptação parcial a ângulos baixos é o fato do máximo da reflexão total ser menor que a intensidade do feixe direto. A reflexão fundamental não é afetada por isto pois todo o feixe incidente já caberá na MES. Há também uma fenda horizontal (não mostrada no desenho) que limita o feixe a aproximadamente 3 mm de

altura. O detetor de cintilação D possui uma janela grande o suficiente para que possamos trabalhar com ele fixo.

A radiação $\text{CuK}\alpha$ é fornecida por um gerador de raios-x TuR M62. Usamos sistematicamente durante o trabalho tensão de 40 kV, corrente de 20 mA e foco ponto (0.4 mm x 0.4 mm).

Figura 3.1 - Esquema experimental utilizado para caracterização das MES.

3.1.2) Resolução angular do experimento

A resolução angular do experimento é dada pelo arranjo dos monocromadores de silício. Podemos entender mais facilmente as propriedades de resolução da radiação difratada sucessivamente por estes dois monocromadores se utilizarmos os diagramas de Dumond. A figura 3.2 representa um gráfico da equação de Bragg para o primeiro cristal, com θ o eixo das abcissas e λ o eixo das ordenadas. Sendo a largura da reflexão finita, para um comprimento de onda fixo ocorre reflexão para um pequeno intervalo de $\Delta\theta$ nas vizinhanças do ângulo de Bragg. O segundo cristal está colocado de maneira que um aumento do ângulo de

incidência no primeiro cristal corresponde a uma diminuição, de mesma magnitude, do ângulo de incidência no segundo cristal. Se o ângulo entre as faces dos dois cristais for ω , então quando $\theta_1 = 0$, $\theta_2 = \omega$ e quando $\theta_2 = 0$, $\theta_1 = \omega$. Como a intensidade final após as duas reflexões é o produto das intensidades das reflexões em cada um dos cristais separadamente, então podemos representar a situação através da superposição dos gráficos de reflexão dos dois cristais com os eixos θ invertidos e deslocados de maneira que quando $\theta_1 = 0$, $\theta_2 = \omega$. Esta superposição é mostrada na figura 3.3.

Figura 3.2 - Condição de difração de um cristal, dada pela equação de Bragg.

A largura horizontal da região da interseção dos dois gráficos nos dá a resolução angular do sistema. No caso deste arranjo é dado por

$$\Delta\theta = (\omega_1 \tan\theta_{1B} + \omega_2 \tan\theta_{2B}) / |\tan\theta_{1B} + \tan\theta_{2B}| \quad (3.1)$$

e

$$\Delta\lambda = \lambda_0 (\omega_1 + \omega_2) / |\tan\theta_{1B} + \tan\theta_{2B}| \quad (3.2)$$

onde ω_1 e ω_2 são as larguras intrínsecas da reflexão do silício (figura 3.3). Para os dois monocromadores de silício (111) temos $\omega_1 = \omega_2 \cong 7$ segundos de arco e $\theta_{1B} = \theta_{2B} = 14.2^\circ$. Temos então $\Delta\theta = 7$ segundos de arco, que é a resolução angular do experimento.

Figura 3.3 - Diagrama de Dumond do arranjo de monocromadores.

3.1.3) Alinhamento das MES

Alinhamos as MES fazendo primeiramente uma varredura em ângulo com estas bem afastadas do feixe incidente. A varredura é iniciada com a MES na posição 1 da figura 3.4 e terminada na posição 2. Obtém-se o perfil de intensidade mostrado na figura 3.5. O patamar de intensidade corresponde ao feixe direto e as

Figura 3.4 - Posições inicial e final da MES para o seu alinhamento

quedas nas duas laterais correspondem ao efeito geométrico de obstrução do feixe pela MES. Sabemos que a queda da intensidade correspondente à MES na posição 2 da figura 3.5 é devida a efeitos geométricos e não devido à borda de reflexão total porque forçamos o cristal a ficar bem afastado do feixe incidente e, além disso, temos a esperada simetria nas duas laterais do gráfico. O centro de simetria deste gráfico é tomado como ângulo inicial de varredura para a caracterização.

Figura 3.5 - Alinhamento da MES.

3.1.4) Descrição do difratômetro

As figuras 3.6 (a, b e c) mostram o difratômetro em perspectiva, em uma vista de cima e uma de baixo. O eixo de precisão é o eixo 3, no qual colocamos a MES. O movimento angular deste eixo é feito mediante um braço que está acoplado a um motor de passos através de um eixo com rosca fina. Cada passo do motor corresponde a um passo angular no eixo 3 de 0.002° . Nos eixos 1 e 2 ficam os monocromadores de silício. Estes, uma vez alinhados, ficam fixos e, por esta razão, o seu movimento é manual e menos preciso que o do eixo 3. O eixo 1 na verdade é um "acessório" do difratômetro. Foi feita também uma peça (que não está mostrada nas figuras) para prender o monocromador ao eixo 1, munida de uma mola para ajuste angular fino.

Figura 3.6(a) - Perspectiva do difratômetro.

Acoplamos ao difratômetro um micro-computador através do mesmo sistema de interface já mencionado no capítulo 2 (lá usado

para medir a frequência do oscilador de quartzo). Assim, automatizamos o movimento do eixo 3 e a medida da intensidade. Além disso o sistema permite plotar diretamente os dados obtidos. A figura 3.7 mostra um diagrama em blocos do sistema.

Figura 3.6(b) - Vista de cima do difratômetro.

Figura 3.6(c) - Vista de baixo do difratômetro.

Fizemos um teste do passo angular do eixo 3 através da medida da distância entre as linhas $K\alpha_1$ e $K\alpha_2$ do cobre utilizando uma "rocking curve" obtida com dois monocromadores de silício

(111) nos eixos 2 e 3. A distância angular θ entre estas linhas é bem conhecida e vale $\theta = 130$ segundos de arco. Na figura 3.8 temos o feixe 1 em condição de reflexão nos dois cristais. Para que o

Figura 3.7 - Diagrama em blocos do sistema de interface SCOPE utilizado no controle do experimento.

feixe 2 entre na condição de reflexão, o segundo cristal deve girar de um ângulo $(\theta_2 - \alpha) = 2(\theta_2 - \theta_1)$. Assim se n_p for o número de passos entre $K\alpha_1$ e $K\alpha_2$ então o passo angular será $2\theta/n_p$.

Figura 3.8 - Geometria dos feixes mostrando que $\Delta\theta = 2(\theta_2 - \theta_1)$.

Os resultados que obtivemos ajustando parábolas nas

extremidades dos picos por mínimos quadrados nos deram 1% de erro no passo angular medido em relação ao projetado.

3.2) Resultados

A tabela 3.1 sumariza as características das amostras C, D, E e F. Os parâmetros que constam desta tabela são definidos na figura 3.9.

TABELA 3.1

AMOSTRA	C		D		E		F	
	exp.	ajus.	exp.	ajus.	exp.	ajus.	exp.	ajus.
$\theta_1 - \theta_c$	0.25°	0.25°	0.23°	0.23°	0.20°	0.20°	0.22°	0.23°
$\theta_2 - \theta_1$	-	-	0.38°	0.37°	0.32°	0.32°	0.37°	0.37°
Ω_1	0.06°	0.05°	0.05°	0.05°	0.05°	0.05°	?	0.04°
$d \text{ (Å)}$		96		105		122		110
β		0.5		0.4		0.35		0.2
$\Delta\delta_b(\%)^{(a)}$		30		30		30		22.5
$\text{Reflet}_{\text{MAX}}^{(b)}$	41%	72%	41%	82%	51%	83%	49%	89%

(a) $\Delta\delta$ é a variação do δ ajustado em relação àquele da prata pura.

(b)Refletividade de pico do fundamental.

Figura 3.9 - Definição dos parâmetros da tabela 3.1.

Figuras 3.10 (a) e (b) - Curvas experimentais de refletividade contra ângulo de incidência para as amostras A e B.

Figuras 3.10 (c) e (d) - Refletividades medida e ajustada para as amostras C e D.

Figuras 3.10(e) e (f) - Refletividades medida e ajustada para as amostras E e F. No gráfico de F também apresentamos o resultado experimental em escala de intensidade 50 vezes menor (pontos).

As curvas de reflexão experimental e teoricamente ajustada destas amostras e as curvas experimentais das amostras A e B são mostradas nas figuras 3.10(a, b, c, d, e e f).

No gráfico (f) a curva pontilhada é a refletividade medida multiplicada por 50. Todas as curvas experimentais estão normalizadas em relação à intensidade do feixe direto.

3.2.1) Ajuste dos parâmetros

Fizemos o ajuste teórico dos parâmetros somente para as amostras C, D, E, e F. As curvas de refletividade das amostras A e B (figuras 3.10 a e b) apresentam muitas estruturas secundárias tão intensas quanto as fundamentais, indicando que as camadas estão muito irregulares. A tendência de separação da reflexão fundamental em vários picos, notada nestas amostras, é característica de MES com uma camada mais espessa de carbono no meio (pois temos neste caso um interferômetro Fabry-Perot).

Para as outras amostras, a determinação dos parâmetros foi feita através do ajuste das distâncias entre as reflexões fundamental e primeiro harmônico, $\theta_2 - \theta_1$; da distância entre a borda da reflexão total e a reflexão fundamental, $\theta_1 - \theta_c$; e da largura Ω da reflexão fundamental (ver figura 3.8). Foi dada maior importância aos dois primeiros ajustes. Baseamo-nos somente nas distâncias angulares relativas entre as reflexões para evitar um possível erro introduzido na determinação do zero experimental.

O período médio de repetição foi inicialmente obtido através das expressões dadas pela teoria dinâmica, citadas no

capítulo 1, que nos conduzem a:

$$d \approx \frac{5\lambda}{8(\theta_2 - \theta_1) + 6(\theta_1 - \theta_c)} \quad (3.3)$$

O ajuste fino do período médio e o ajuste dos outros parâmetros foi feito através de tentativa e erro. A dificuldade maior neste ajuste das curvas está no fato de que a alteração de um parâmetro qualquer altera quase sempre todos os valores que queremos ajustar. A teoria dinâmica não nos dá mais, neste caso, resultados muito bons para a largura do pico na região de ângulos rasantes da reflexão fundamental, pois a aproximação de que $(\theta - \theta_B)$ é muito pequeno não é mais verdadeira.

3.3) Conclusões

Quanto ao ajuste teórico dos resultados experimentais, vemos nos gráficos das figuras 3.10 (c), (d), (e), e (f) que as distâncias relativas entre o pico fundamental, o primeiro harmônico e a borda de reflexão total coincidem bem em todas as amostras. As refletividades de pico estão abaixo do valor teórico, como era esperado, devido à rugosidade nas interfaces não levada em conta na teoria) e à flutuações no espaçamento d entre as camadas. Esta última afetando principalmente a refletividade de pico do primeiro harmônico. Se toda a diferença entre as refletividades experimental e teoricamente ajustada fosse devido à rugosidade nas camadas, teríamos da ordem de 10 Å, que é aproximadamente 10% do período. Para a amostra F (figura

3.10 f) percebe-se nitidamente o segundo harmônico na curva pontilhada, aumentada de 50 vezes.

Os outros picos secundários que aparecem nos gráficos são também devidos às flutuações no espaçamento d mas muito mais sensíveis às particularidades desta flutuação. Percebemos este fato comparando as diferentes amostras da mesma evaporação. As posições dos picos principais e da borda de reflexão total coincidem, mas nem a posição nem o número de picos secundários coincidem. A única diferença entre tais amostras, da mesma deposição, é a posição ocupada por estas no suporte rotatório durante a fabricação. Esta distribuição de amostras nos 360° da calota faz com que haja uma defasagem na deposição das camadas. Assim uma variação rápida na taxa de evaporação de uma das fontes afeta apenas algumas das amostras.

Quanto à comparação entre as características projetadas no início, antes da evaporação, e as obtidas, vemos que há grandes diferenças entre os valores. Em especial destaca-se a espessura das camadas, com diferenças da ordem de 40%. Este fato está associado, em parte, à existência de uma região de superposição dos dois elementos evaporados. Através de um cálculo geométrico estimamos que esta região, mostrada na figura 3.11, introduz um erro de aproximadamente 10% na espessura de cada camada.

Há também uma correção a ser feita devido à diferença entre as distâncias da fonte ao cristal de quartzo e ao substrato. Se tivéssemos apenas um elemento sendo depositado e tirássemos a parede divisória, a espessura depositada no

Figura 3.11 - Esquema do arranjo experimental mostrando a região de superposição dos elementos evaporados.

substrato em uma volta seria igual à depositada no quartzo (o tempo em que o substrato está mais perto da fonte é compensado pelo tempo em que está mais afastado). Como temos deposição apenas na meia volta mais próxima à fonte, a espessura no substrato é um pouco maior que a no quartzo em meia volta. Estimamos esta correção calculando o valor médio de $1/r^2$, (r =distância da fonte ao substrato) e comparando à distância da fonte ao quartzo. As coordenadas usadas são mostradas na figura 3.12. A correção, para as medidas da evaporadora, é de 5%.

As principais fontes de erros são, no entanto, o sistema de controle de taxas de evaporação e o método de evaporação empregado. O controle das taxas de evaporação utilizando o monitor que foi contruído, embora tenha melhorado as condições de fabricação das MES, ainda apresenta vários inconvenientes:

(i) Supondo-se que a taxa lida pelo monitor da Balzers é correta, há uma flutuação de 2 Hz na mudança de frequência do segundo

Figura 3.12 - Coordenadas usadas no cálculo da média de $1/r^2$.

monitor para uma taxa de evaporação constante (quando aquela devia ser constante também).

(ii) A utilização do colimador com um orifício causa a deposição não uniforme do material no cristal de quartzo. Podemos pensar que a área em que o material se deposita é uma imagem da fonte de evaporação. Assim, vemos que quando a área da fonte de evaporação varia, a imagem no cristal também varia.

(iii) Resposta temporal lenta, não permitindo correções de variações rápidas de taxa. No circuito do monitor da Balzers a frequência lida, em torno de 5MHz, é multiplicada para 60MHz. Assim, pode-se diminuir o tempo de contagem, aumentando a resposta temporal do sistema. No sistema da Balzers, o tempo de contagem dos pulsos do oscilador é de 0.2 segundos; no segundo monitor usamos 1 segundo.

Outra fonte causadora de erro na espessura e,

principalmente, de erro no índice de refração obtido é o fato de termos usado prata com impurezas. O erro na espessura é introduzido pelo erro na densidade do material, usada na conversão da variação de massa lida para a espessura da camada depositada. Temos ainda a incerteza na densidade do carbono, que pode variar de 1.8 a 2.3 g/cm³.

Conclui-se, então, que é muito difícil, se não impossível, de se conseguir fabricar MES de acordo com especificações pré-determinadas se não melhorarmos muito a estabilidade das taxas de evaporação, inclusive a flexibilidade nos valores destas taxas, e utilizarmos um sistema de monitoração mais confiável. São justamente estes fatores que levaram ao desenvolvimento de outras fontes de evaporação, como as por bombardeamento iônico ("sputtering") onde a taxa de evaporação é mais estável e uniforme sobre uma grande área e a outros meios de monitoramento de espessura como a medida da refletividade "in situ". Ambos os métodos requerem equipamentos mais sofisticados e um trabalho mais elaborado para serem implantados.

Existem, porém, possibilidades de se melhorar ainda o método por nós utilizado:

(i) Modificação do desenho do monitor de quartzo, eliminando-se o colimador, para que a deposição no cristal seja mais uniforme. Sugerimos o esquema mostrado na figura 3.13, que evita sombreamento no cristal e a obstrução do orifício que expõe o cristal ao elemento evaporado.

Figura 3.10 - Sugestão do encaixe do cristal de quartzo no monitor de taxa de evaporação.

(ii) Diminuição da região de superposição dos dois elementos evaporados através da instalação de proteções na parede divisória da câmara da evaporadora.

(iii) Utilização de materiais de maior pureza química.

(iv) Estudo de novas geometrias das barquinhas para diminuir os efeitos geométricos citados anteriormente causados pela variação da quantidade de material na barquinha.

Não percebemos nenhuma melhora na utilização dos substratos de silício. Estes devem, talvez, ser polidos de maneira diferente da que fizemos (polimento mecânico com óxido de zircônio, semelhante aos substratos de vidro). Sugere-se um polimento químico-mecânico ao invés do puramente mecânico.

Observamos que houve um processo de envelhecimento nas amostras A e B, fabricadas há mais tempo. Quando testadas novamente, seis meses após a sua fabricação, notou-se uma diminuição dos picos de reflexão, indicando que as interfaces são pouco estáveis.

APÊNDICE I

O PROGRAMA PARA O CÁLCULO DA REFLETIVIDADE

Este programa foi elaborado para o cálculo da refletividade em função do ângulo de incidência para raios-x incidentes em multicamadas com número finito de camadas que podem ou não ser periódicas.

Foi feita a aproximação de que o índice de refração dos materiais é muito próximo e menor que um e é dado por

$$n = 1 - \delta - i\beta$$

onde

$$\delta = N r_e \lambda^2 (Z + \Delta f') / 2\pi$$

$$\beta = \mu \lambda / 4\pi$$

Os termos δ e β , que representam as correções de dispersão anômala para o índice de refração, são da ordem de 10^{-6} , r_e é o raio clássico do elétron, N o número de átomos por unidade de volume e λ o comprimento de onda da radiação. O termo $\Delta f'$ é muito pequeno a não ser próximo à borda de absorção. A parte imaginária β é responsável pela absorção e é uma função linear do coeficiente de absorção μ . Os termos da ordem de δ^2 , β^2 e $\delta\beta$ foram desprezados em comparação à unidade.

Este programa inclui diversas subrotinas que calculam os

valores de δ e β para diversos materiais através de valores tabulados para μ e da expressão de Holn para $\Delta f'$.

Os valores de μ foram interpolados por uma curva do tipo $\mu = A\lambda^B$, através do método dos mínimos quadrados, com os valores de μ tabelados no "International Tables of X-Ray Crystallography".

A expressão de Holn para $\Delta f'$ (ver W. James; "The Optical Principles of X-Ray Diffraction") é:

$$\Delta f' = \frac{2^7}{9} e^{-4} \left\{ \frac{4}{(1-\delta_k)^2} \frac{1}{x^2} \log_e |x^2-1| - \frac{1}{(1-\delta_k)^3} \left(\frac{2}{x^2} + \frac{1}{x^3} \log_e \left| \frac{x-1}{x+1} \right| \right) \right\}$$

onde

$$x = \frac{\lambda_K}{\lambda}$$

$$\delta_k = \frac{1}{A} \left(A - \frac{g_{II}}{\lambda_K} \right), \quad \lambda_K \text{ em } \text{\AA}.$$

$$A = Z_1^2 + 1.33 \times 10^{-5} Z_1^4 + 3.55 \times 10^{-10} Z_1^6 + 11.7 \times 10^{-15} Z_1^8$$

$$Z_1 = Z - 0.3$$

Z é o número atômico e λ_K o comprimento de onda da borda K.

A relação entre os parâmetros δ e β , e χ_{ro} e χ_{io} é dado por:

$$\chi_{ro} = -2\delta \quad \text{e} \quad \chi_{io} = -2\beta$$

O arquivo de entrada de dados do programa é muito fácil de ser utilizado. Na primeira parte definem-se certos parâmetros

utilizados no programa tais como o comprimento de onda, o intervalo angular do gráfico, etc. (ver o exemplo do arquivo de entrada de dados). Na segunda parte define-se a estrutura da MES através de uma sequência de letras e números, onde cada letra representa uma camada e o número que antecede o grupo de letras representa a quantidade de vezes que este grupo aparece na sequência de camadas. Na terceira e última parte definem-se as características de cada camada através do símbolo químico deste elemento e da espessura da camada.

ARQUIVO DE DADOS

\$PARAM NPUNTOS=600,
LAMBDA=1.54,
THETAMAX=2.0,
THETAMIN=0.
NCONJ=3,
NELEM=4

} DEFINIÇÃO DOS PARÂMETROS
UTILIZADOS NO PROGRAMA.

\$END
1A
1B
1SCD
SI 1000.0
C 1000.0
AU 15.0
C 60.0
↑ ↑
ELEMENTO ESPESSURA

} DEFINIÇÃO DA MES

} DEFINIÇÃO DE CADA TIPO
DE CAMADA.

C -N É O NÚMERO QUE INDICA QUANTAS VEZES O CONJUNTO A SEGUIR (AB NO
 C EXEMPLO) SE REPETE
 C -A,B,ETC, SÃO LETRAS. CADA LETRA REPRESENTA UMA CAMADA DE UM ELEMENTO
 C COM DADA ESPESSURA, DEFINIDA NA ENTRADA DE DADOS.
 C
 C O FORMATO PARA NAB É O DEVELOU PORTANTO A SOMA DOS ALGARISMOS E DAS
 C LETRAS SER <= 6

```

      DO 20 I=1,NT
        READ(7,25)AN(I)
25    FORMAT(A6)
        Y=AN(I)
  
```

C CONTAZEN DO NUMERO DE ALGARISMOS E DO NUMERO DE LETRAS DE CADA DADO

```

      NL=0
      NN=0
      DO 30 L=1,6
        YY=Y(L:L)
        NX1=ICHAR(YY)
        IF (NX1.EQ.32) GOTO 30
        IF (NX1.GT.64) GOTO 40
        IF (NX1.LE.57) GOTO 50
40     NL=NL+1
        GOTO 30
50     NN=NN+1
      CONTINUE
  
```

C NUMERO DE CAMADAS DIFERENTES EM CADA PERIODO
NC(I)=NL

C DECODIFICACAO DO CODIGO ASCII DO NUMERO DE REPETICAO DE CADA CONJUNTO

```

      DO 60 L=NN,1,-1
        YY=Y(L:L)
        NX1=ICHAR(YY)
        NP(I)=NP(I)+(NX1-48)*10**(NN-L)
60    CONTINUE
  
```

C CODIFICACAO EM NUMERO DE CADA CAMADA PARA CADA I-ESIMO PERIODO

C EX: SE O SEGUNDO PERIODO FOR = ACB ACB , TEREMOS

```

C          NTC(2,1)=1      (A)
C          NTC(2,2)=3      (C)
C          NTC(2,3)=2      (B)
  
```

```

      DO 70 L=NN+1,NN+NL
        YY=Y(L:L)
        NTC(I,L-NN)=ICHAR(YY)-64
        IF (ICHAR(YY).GT.96) GOTO 73
        GOTO 70
73     NTC(I,L-NN)=NTC(I,L-NN)-6
70    CONTINUE
  
```

20 CONTINUE

C LEITURA DO ELEMENTO E ESPESSURA DE CADA CAMADA

```

      DO 80 I=1,NELEM
        READ(7,82)EL(I),D(I)
82    FORMAT(A2,2X,F9.3)
        Y=EL(I)
        LELE=0
  
```

C CONVERSAO DOS ELEMENTOS PARA UM NUMERO DE ACORDO COM O CODIGO ASCII.
 C O NUMERO DE CADA ELEMENTO E' A JUSTaposICAO DO NUMERO DE CADA LETRA
 C QUE O COMPoe. EX!

C A=65
 C U=85 AB=6585
 C =32 C =6732
 C C=67

DD 85 M=1,2
 YY=Y(M:M)
 LELE=LELE+ICHAR(YY)*10**(4-2*M)
 85 CONTINUE

IF (LELE.EQ.8732) GOTO 8732
 IF (LELE.EQ.8732) GOTO 8732
 IF (LELE.EQ.6585) GOTO 6585
 IF (LELE.EQ.8373) GOTO 8373
 IF (LELE.EQ.6571) GOTO 6571
 IF (LELE.EQ.8465) GOTO 8465
 IF (LELE.EQ.7378) GOTO 7378
 IF (LELE.EQ.6785) GOTO 6785
 IF (LELE.EQ.7069) GOTO 7069
 IF (LELE.EQ.7873) GOTO 7873
 IF (LELE.EQ.6669) GOTO 6669
 IF (LELE.EQ.6576) GOTO 6576
 IF (LELE.EQ.7169) GOTO 7169
 IF (LELE.EQ.9078) GOTO 9078
 IF (LELE.EQ.6779) GOTO 6779
 GOTO 80

8732 CALL TUNGSTENIO(C,DELTA,BETA)
 DEL(I)=DELTA
 BET(I)=BETA
 GOTO 80

6732 CALL CARBONO(C,DELTA,BETA)
 DEL(I)=DELTA
 BET(I)=BETA
 GOTO 80

6585 CALL OURO(C,DELTA,BETA)
 DEL(I)=DELTA
 BET(I)=BETA
 GOTO 80

8373 CALL SILICIO(C,DELTA,BETA)
 DEL(I)=DELTA
 BET(I)=BETA
 GOTO 80

6571 CALL PRATA(C,DELTA,BETA)
 DEL(I)=DELTA
 BET(I)=BETA
 GOTO 80

8465 CALL TANTALO(C,DELTA,BETA)
 DEL(I)=DELTA
 BET(I)=BETA
 GOTO 80

7378 CALL INDIO(C,DELTA,BETA)
 DEL(I)=DELTA


```

      BET(I)=BETA
      GOTO 80

6785 CALL COBRE(C,DELTA,BETA)
      DELT(I)=DELTA
      BET(I)=BETA
      GOTO 80

7069 CALL FERRO(C,DELTA,BETA)
      DELT(I)=DELTA
      BET(I)=BETA
      GOTO 80

7873 CALL NIQUEL(C,DELTA,BETA)
      DELT(I)=DELTA
      BET(I)=BETA
      GOTO 80

8669 CALL BERILIO(C,DELTA,BETA)
      DELT(I)=DELTA
      BET(I)=BETA
      GOTO 80

8676 CALL ALUMINIO(C,DELTA,BETA)
      DELT(I)=DELTA
      BET(I)=BETA
      GOTO 80

7169 CALL GERMANIO(C,DELTA,BETA)
      DELT(I)=DELTA
      BET(I)=BETA
      GOTO 80

9078 CALL ZINCO(C,DELTA,BETA)
      DELT(I)=DELTA
      BET(I)=BETA
      GOTO 80

6779 CALL COBALTO(C,DELTA,BETA)
      DELT(I)=DELTA
      BET(I)=BETA
      GOTO 80

      80 TYPE *,I,DELTA,BETA

      CONTINUE

C PASSO ANGULAR DADOS ANGULOS MAXIMO E MINIMO E NUMERO DE PPONTOS
      DX=(TMAX-TMIN)/NPON

      RMAX=0

      DO 100 II=1,NPON+1

C INCREMENTO NO ANGULO
      T=TMIN+(II-1)*DX

      DO 110 J=1,NELEM

C CALCULO DE G E A (VER REF.1)
      CALL G(T,DELT(J),BET(J),FR,FI)
      GR(J)=FR

```

```

        GI(J)=F1
        Z=12.566*B(J)/C
        AR(J)=EXP(Z*GI(J))*COS(Z*GR(J))
        AI(J)=-EXP(Z*GI(J))*SIN(Z*GR(J))
110 CONTINUE

C G PARA O AR (REF.1)
    GAR=SIND(T)

C GERAR A SEQUENCIA ORDENADA DOS ELEMENTOS DE TODA MULTICAMADA COM A
C FINALIDADE DE OBTEN TODAS AS INTERFACES EXISTENTES NA MULTICAMADA.
C NSEQ REPRESENTA O ELEMENTO EM CODIGO NUMERICO
C K E O PARAMETRO DE ORDENACAO

    K=0
    DO 120 I=1,NT
    DO 120 J=1,NC(I)
        K=K+1
        NSEQ(K)=NTC(I,J)

120 CONTINUE

C GUARDAR O ULTIMO INDICE
    KS=K

C*****
C      REFLEXAO SIGMA      *
C*****

C CALCULO DE F (REF.1) PARA TODAS AS INTERFACES DA MULTICAMADA
    DO 130 L=1,KS-1
        L1=NSEQ(L)
        L2=NSEQ(L+1)
        VR=GR(L1)-GR(L2)
        VI=GI(L1)-GI(L2)
        UR=GR(L1)+GR(L2)
        UI=GI(L1)+GI(L2)
        CALL QUOCIENTE(VR,VI,UR,UI,FSRA,FSIA)
        FSR(L1,L2)=FSRA
        FSI(L1,L2)=FSIA
        FSR(L2,L1)=-FSR(L1,L2)
        FSI(L2,L1)=-FSI(L1,L2)
130 CONTINUE

C CALCULO DE F PARA A INTERFACE ENTRE A ULTIMA CAMADA E O AR
    NULT=NC(NT)
    NQ=NTC(NT,NULT)
    VR=GAR-GR(NQ)
    VI=-GI(NQ)
    UR=GAR+GR(NQ)
    UI=GI(NQ)

    CALL QUOCIENTE(VR,VI,UR,UI,FS1R,FS1I)

C CALCULO ITERATIVO DE R (REF.1)
    RSR=0
    RSI=0

C LOOP PARA OS PERIODOS DA MULTICAMADA
    DO 140 I=2,NT
        NX=NTC(I,1)

```

```

      NY=NTC(I-1,NC(I-1))
      CALL REFLECT(RSR,RSI,FSR(NX,NY),FSI(NX,NY),AR(NX),AI(NX),DR,DI)
      RSR=DR
      RSI=DI

C LOOP PARA OS CONJUNTOS DE CADA PERIODO
      DO 150 J=1,NP(1)

C LOOP PARA AS CAMADAS DE CADA CONJUNTO
      DO 160 K=2,NC(I)
        K1=NTC(I,K)
        K2=NTC(I,K-1)
        CALL REFLECT(RSR,RSI,FSR(K1,K2),FSI(K1,K2),AR(K1),AI(K1),DR,DI)
        RSR=DR
        RSI=DI
160    CONTINUE

      IF (J.EQ.NP(1)) GOTO 150
      K1=NTC(I,1)
      K2=NTC(I,NC(I))
      CALL REFLECT(RSR,RSI,FSR(K1,K2),FSI(K1,K2),AR(K1),AI(K1),DR,DI)
      RSR=DR
      RSI=DI

150  CONTINUE

140  CONTINUE

C CALCULO DA REFLETANCIA=R(1,2) (REF,1)
      BR=1
      BI=0
      CALL REFLECT(RSR,RSI,FS1R,FS1I,BR,BI,DR,DI)
      REFS=DR**2+DI**2

C*****
C      REFLEXAO PI      *
C*****

      DO 170 J=1,NELEM
        HR(J)=(1-DELTA(J))**2+BETA(J)**2
        HI(J)=-2*(1-DELTA(J))*BETA(J)
170    CONTINUE

      DO 180 L=1,KS-1
        L1=NSEQ(L)
        L2=NSEQ(L+1)
        CALL QUOCIENTE(GR(L1),GI(L1),HR(L1),HI(L1),P1,P2)
        CALL QUOCIENTE(GR(L2),GI(L2),HR(L2),HI(L2),E1,E2)
        CALL QUOCIENTE(P1-E1,P2-E2,P1+E1,P2+E2,FPR(L1,L2),FPI(L1,L2))
        FPR(L2,L1)=-FPR(L1,L2)
        FPI(L2,L1)=-FPI(L1,L2)
180    CONTINUE

      NZ=NTC(NT,NULT)
      CALL QUOCIENTE(GR(NZ),GI(NZ),HR(NZ),HI(NZ),P1,P2)
      CALL QUOCIENTE(GAR-P1,-P2,GAR+P1,P2,FP1R,FP1I)

      RPR=0
      RPI=0

      DO 185 I=2,NT

```

```

NX=NTC(1,1)
NY=NTC(1-1,NC(1-1))
CALL REFLECT(RPR,RPI,FPR(NX,NY),FPI(NX,NY),AR(NX),AI(NX),DR,DI)
RPR=DR
RPI=DI

DO 190 J=1,NP(1)

    DO 200 K=2,NC(1)
        X1=NTC(1,K)
        K2=NTC(1,K-1)
        CALL REFLECT(RPR,RPI,FPR(K1,K2),FPI(K1,K2),AR(K1),AI(K1),DR,DI)
        RPR=DR
        RPI=DI
200    CONTINUE

    IF (J.EQ.NP(1)) GOTO 190
    K1=NTC(1,1)
    K2=NTC(1,NC(1))
    CALL REFLECT(RPR,RPI,FPR(K1,K2),FPI(K1,K2),AR(K1),AI(K1),DR,DI)
    RPR=DR
    RPI=DI

190 CONTINUE

185 CONTINUE

    CALL REFLECT(RPR,RPI,FPIR,FPII,BR,BI,DR,DI)
    REEF=DR**2+DI**2

    REFLEX=(REEF+REFP)/2

    IF (RMAX.GT.REFLEX)GOTO 186
    RMAX=REFLEX
186 WRITE(4,220)1,REFLEX
220 FORMAT(2X,F7.3,2X,E6.3)

180 CONTINUE

    TYPE *,RMAX

    STOP
    END

SUBROUTINE PRODUCTO(XR,XI,YR,YI,PR,PI)
PR=XR*YR-XI*YI
PI=XR*YI+XI*YR
RETURN
END

SUBROUTINE QUOCIENTE(XR,XI,YR,YI,QR,QI)
DE=YR**2+YI**2
DR=(XR*YR+XI*YI)/DE
QI=(X1*YR-XR*YI)/DE
RETURN
END

SUBROUTINE G(T,DEL,BET,FR,FI)
RA=SQRT((SIND(T)**2-2*DEL)**2+4*BET**2)
AX=SIND(T)**2-2*DEL

```

```

IF (AX.EQ.0) GOTO 1500
TA=ATAN(-2*BET/(SIND(T)**2-2*DEL))
IF (TA)1000,1000,500
500 TA=TA-3.14159265
GOTO 1000
1500 TA=-3.14159265/2
1000 FR=SQRT(RA)*COS(TA/2)
FI=SQRT(RA)*SIN(TA/2)
RETURN
END

SUBROUTINE REFLECT(RR,RI,FR,FI,AR,AI,DR,DI)
CALL PRODUTO(RR,RI,FR,FI,C1,C2)
XR=RR+FR
XI=RI+FI
C1=C1+1
CALL QUOCIENTE(XR,XI,C1,C2,QR,QI)
CALL PRODUTO(QR,QI,AR,AI,DR,DI)
RETURN
END

SUBROUTINE FLINHA(C,Z,CK,FL)
Z1=Z-0.3
A=Z1**2+1.33E-5*Z1**4+3.55E-10*Z1**6+11.7E-15*Z1**8
DK=(A-911./CK)/A
X=CK/C
FL=0.2605*(4*LOG(ABS(X**2-1))/((1-DK)**2*X**2)-(2./X**2+LOG(ABS((X
*-1)/(X+1)))/X**3)/(1-DK)**3)
RETURN
END

SUBROUTINE CARBONO(C,DELTA,BETA)
Z=6
CK=43.68
DEN=0.11127
CALL FLINHA(C,Z,CK,FL)
DELTA=4.484986E-6*DEN*C**2*(Z+FL)
XMU=2.9056E-8*C**2.89872
BETA=XMU*C/12.56637
RETURN
END

SUBROUTINE SILICIO(C,DELTA,BETA)
Z=14
CK=6.738
DEN=0.05
CALL FLINHA(C,Z,CK,FL)
DELTA=4.484986E-6*DEN*C**2*(Z+FL)
XMU=4.03268E-7*C**2.89063
BETA=XMU*C/12.56637
RETURN
END

SUBROUTINE TUNGSTENIO(C,DELTA,BETA)
Z=74
CK=0.17837
DEN=0.063
CALL FLINHA(C,Z,CK,FL)
DELTA=4.484986E-6*DEN*C**2*(Z+FL)
XMU=1.08823E-5*C**2.56726
BETA=XMU*C/12.56637
RETURN
END

```

SUBROUTINE UURU(C,DELTA,BETA)

Z=79

CK=0.153593

DEN=0.05899

CALL FLINHA(C,Z,CK,FL)

DELTA=4.484986E-6*DEN*C**2*(Z+FL)

XMU=1.31045E-5*C**2.55607

BETA=XMU*C/12.56637

RETURN

END

SUBROUTINE PRATA(C,DELTA,BETA)

Z=47

CK=0.48589

DEN=0.0586

CALL FLINHA(C,Z,CK,FL)

DELTA=4.484986E-6*DEN*C**2*(Z+FL)

XMU=7.18586E-6*C**2.65251

BETA=XMU*C/12.56637

RETURN

END

SUBROUTINE TANTALO(C,DELTA,BETA)

Z=73

CK=0.18594

DEN=0.0552

CALL FLINHA(C,Z,CK,FL)

DELTA=4.484986E-6*DEN*C**2*(Z+FL)

XMU=8.889184E-6*C**2.59835

BETA=XMU*C/12.56637

RETURN

END

SUBROUTINE INDIO(C,DELTA,BETA)

Z=49

CK=0.44371

DEN=0.03926

CALL FLINHA(C,Z,CK,FL)

DELTA=4.484986E-6*DEN*C**2*(Z+FL)

XMU=5.67475E-6*C**2.61444

BETA=XMU*C/12.56637

RETURN

END

SUBROUTINE CUBRE(C,DELTA,BETA)

Z=29

CK=1.38059

DEN=0.08488

CALL FLINHA(C,Z,CK,FL)

DELTA=4.484986E-6*DEN*C**2*(Z+FL)

IF (C.LE.1.38) GOTO 10

XMU=1.35589E-6*C**2.89239

GOTO 20

10 XMU=8.96*126.896E-8*C**2.58347

20 BETA=XMU*C/12.56637

RETURN

END

SUBROUTINE FERRO(C,DELTA,BETA)

Z=26

CK=1.74346

DEN=0.084877

```

CALL FLINHA(C,Z,CK,FL)
DELTA=4.484986E-6*DEN*C**2*(Z+FL)
IF (C.LE.1.745) GOTO 10
XMU=7.874*9.7503E-8*C**2.90101
GOTO 20
10 XMU=7.82393E-6*C**2.61808
20 BETA=XMU*C/12.56637
RETURN
END

```

```

SUBROUTINE NIQUEL(C,DELTA,BETA)
Z=26
CK=1.48807
DEN=0.091295
CALL FLINHA(C,Z,CK,FL)
DELTA=4.484986E-6*DEN*C**2*(Z+FL)
IF (C.LE.1.488) GOTO 10
XMU=1.16274E-6*C**2.89398
GOTO 20
10 XMU=8.902*117.96E-8*C**2.57465
20 BETA=XMU*C/12.56637
RETURN
END

```

```

SUBROUTINE PERILIO(C,DELTA,BETA)
Z=4
CK=111.
DEN=0.1236
CALL FLINHA(C,Z,CK,FL)
DELTA=4.484986E-6*DEN*C**2*(Z+FL)
XMU=0.9375E-8*C**2.50778
BETA=XMU*C/12.56637
RETURN
END

```

```

SUBROUTINE ALUMINIO(C,DELTA,BETA)
Z=13
CK=7.94813
DEN=0.0602446
CALL FLINHA(C,Z,CK,FL)
DELTA=4.484986E-6*DEN*C**2*(Z+FL)
XMU=3.736071E-7*C**2.89905
BETA=XMU*C/12.56637
RETURN
END

```

```

SUBROUTINE GERMANIO(C,DELTA,BETA)
Z=32
CK=1.11658
DEN=0.0441196
CALL FLINHA(C,Z,CK,FL)
DELTA=4.484986E-6*DEN*C**2*(Z+FL)
XMU=1.148891E-6*C**2.88962
BETA=XMU*C/12.56637
RETURN
END

```

```

SUBROUTINE ZINCO(C,DELTA,BETA)
Z=30
CK=1.2834
DEN=0.065661
CALL FLINHA(C,Z,CK,FL)
DELTA=4.484986E-6*DEN*C**2*(Z+FL)

```

```

      IF (C.LE,1.283) GOTO 10
      XMU=1.2296439E-6*C**2.89118
      GOTO 20
10  XMU=7.15*136.449E-8*C**2.37679
20  BETA=XMU*C/12.55637
      RETURN
      END

      SUBROUTINE COBALTO(C,DELTA,BETA)
      Z=27
      CK=1.66615
      DEN=0.0898965
      CALL FLINHA(L,Z,CK,FL)
      DELTA=4.484986E-6*DEN*C**2*(Z+FL)
      IF (C.LE,1.608) GOTO 10
      XMU=8.8*11.2782E-8*C**2.90141
      GOTO 20
10  XMU=9.634768E-6*C**2.56766
20  BETA=XMU*C/12.55637
      RETURN
      END

```


APÊNDICE II

REFLETIVIDADE DE UMA MES FORMADA POR DOIS ELEMENTOS A E B DADA PELA TEORIA DINÂMICA

A expressão dada pela teoria dinâmica para a refletividade de uma MES de dois elementos a e b com interfaces abruptas é dada por (U.Bonse e W.Graeff 1977)

$$I/I_0 = |S(y,t)|^2 |C(y,t) + iyS(y,t)|^{-2}$$

com

$$C(y,t) = \cos[A \sqrt{y^2 - v^2}]$$

$$S(y,t) = \frac{\sin[A \sqrt{y^2 - v^2}]}{\sqrt{y^2 - v^2}}$$

$$A = \frac{\pi t}{\Delta e}$$

$$v^2 = \left(\frac{\chi_n}{|\chi_n|} \right)^2$$

$$\Delta e = \frac{\gamma_0}{k |C| |\chi_n|}$$

$$y_i = \frac{k \chi_0 \Delta e}{8\pi \gamma_0} \quad , \quad y = -k \Delta \theta \Delta e \sin 2\theta_B / \gamma_0 - k \chi_0 \Delta e / 2 \gamma_0$$

$$\gamma_0 = \cos \theta$$

onde t é a espessura do cristal, k o vetor de onda e $\Delta\theta = \theta - \theta_0$.

O máximo da refletividade ocorre nos pontos dados por
(W.H.Zachariansen 1945)

$$y_{r\max} = \frac{\chi_{in}}{\chi_{rn}} \frac{|\chi_{rn}|}{\chi_{io}}$$

O programa a seguir calcula o valor da refletividade no ponto máximo do pico em função da espessura relativa β da camada do material mais absorvente.

```

      INTEGER*4 ORDEM
      REAL*8 LAMBDA
      NAMELIST /DADOS / LAMBDA,ORDEM,D,NCAMADAS,NPONTOS
      READ(3,DADOS)
      READ(3,*)XRA,XIA,XRH,XIB
      CO=LAMBDA
      N=ORDEM
      NC=NCAMADAS
      NP=NPONTOS
      DB=.5/NP
      WRITE(2,5)NP
5  FORMAT(I7)

      DO 100 I=1,NP
      B=1*DB
      GO=N*CO/(2*D)
      T=D*NC
      XRB=B*XRH+(1-B)*XRA
      XIB=B*XIB+(1-B)*XIA
      XRH=SIN(3.14159265*N*B)*(XRB-XRA)/(3.14159265*N)
      XIB=SIN(3.14159265*N*B)*(XIB-XIA)/(3.14159265*N)
      XH=SQRT(XRH**2+XIB**2)
      YI=XIB/XH
      YR=XRH/XIB*ABS(XRH)/XRH
      V2R=(XRH**2-XIB**2)/XH**2
      V2I=2*XRH*XIB/XH**2
      R0=SQRT((YR**2-YI**2-V2R)**2+(2*YR*YI-V2I)**2)
      C=YR**2-YI**2-V2R
      IF (C) 200,300,400
300 TH=1.5707963
      GOTU 500
200 TH=ATAN((2*YR*YI-V2I)/(YR**2-YI**2-V2R))
      TH=TH+3.14159265
      GOTU 500
400 TH=ATAN((2*YR*YI-V2I)/(YR**2-YI**2-V2R))
500 UR=SQRT(R0)*COS(TH/2)
      UI=SQRT(R0)*SIN(TH/2)
      A=3.14159265*T*XH/(CO*GO)
      P=TANH(A*UI)/TANH(A*UR)+TANH(A*UR)/TANH(A*UI)
      R=1/((2*(UR/SINH(2*A*UI)+UI/SIN(2*A*UR)))/P-YI)**2+(2*(UI/SINH(2*A*
      *UI)-UR/SIN(2*A*UR))/P+YR)**2)
      WRITE(2,10)P,R
10  FORMAT(5X,F6.3,5X,E10.3)

100 CONTINUE
      STOP
      END

```

REFERENCIAS

- 1) Barbee, T.W. and Keith, D.C. (1978): "Workshop on Instrumentation for Synchrotron Radiation Research", H. Winick and Brown Eds., SSRL Report 78/04, III 36
- 2) Blodgett, K.B. (1935): J. Am. Chem. Soc. 57, 1007
- 3) Bonse, U. and Graeff, W. (1977): "X-Ray Optics", H. J. Queisser Eds., Springer-Verlag, 106
- 4) Dinklage, J. (1967): J. Appl. Phys. 38, 3781
- 5) Dinklage, J. and Frerichs, R. (1963): J. Appl. Phys. 34, 2633
- 6) DuMond, J. and Youtz, J.P. (1940): J. Appl. Phys. 11, 357
- 7) Gaponov, S.V. (1981): Opt. Commun. 38, 1
- 8) Haelbich, R.P. and Kunz, C. (1976): Opt Commun. 17, 287
- 9) Henke, B.L., Lee, P., Tanaka, T.J., Shimabukuro, R.L. and Fujikawa, B.K. (1982): At. Data Nucl. Data Tables 27, 1
- 10) James, R.W. (1965), "The Optical Principles of Diffraction of X-Rays"
- 11) Parrat, L.G., (1945): Phys. Rev. 95, 359
- 12) Rodrigues, A.R.D. (1979): tese dout. Univ. Londres
- 13) Spiller, E. (1972): Appl. Phys Lett. 20, 365
- 14) Spiller, E. (1976): Appl. Opt. 15, 2333
- 15) Spiller, E., Segmüller, A., Rife, J. and Haelbich, R.P. (1980): Appl. Phys. Lett. 37, 1048
- 16) Warburton, W.K. and Reik, Z.U., Barbee, T.W. (1983): "X-Ray Microscopy, G. Schmahl and D. Rudolph Eds., 169
- 17) Underwood, J.H. and Barbee, T.W. (1981): Appl. Opt. 20, 3027
- 18) Zachariasen, W.H. (1945): "Theory of X-Ray Diffraction in Crystals"