



UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO
CENTRO DE TECNOLOGIA E GEOCIÊNCIAS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA ELÉTRICA

GABRIEL DE FREITAS FERNANDES

**CARACTERIZAÇÃO DE
DISPOSITIVOS OTTO CHIP POR
REFLECTOMETRIA ÓPTICA DE
VARREDURA**

Recife
2021

UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO
CENTRO DE TECNOLOGIA E GEOCIÊNCIAS
PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA ELÉTRICA

CARACTERIZAÇÃO DE DISPOSITIVOS OTTO CHIP POR REFLECTOMETRIA ÓPTICA DE VARREDURA

Trabalho apresentado ao PROGRAMA DE PÓS-GRADUAÇÃO EM ENGENHARIA ELÉTRICA da UNIVERSIDADE FEDERAL DE PERNAMBUCO como requisito parcial para obtenção do título de Mestre em Engenharia Elétrica

Orientador: *Eduardo Fontana*

Recife
2021

.Catalogação de Publicação na Fonte. UFPE - Biblioteca Central

Fernandes, Gabriel de Freitas.

Caracterização de dispositivos Otto chip por reflectometria óptica de varredura / Gabriel de Freitas Fernandes. - Recife, 2021.

77f.: il.

Dissertação (Mestrado) - Universidade Federal de Pernambuco, Centro de Tecnologia e Geociências, Programa de Pós-Graduação em Engenharia Elétrica, 2021.

Orientação: Eduardo Fontana.

Inclui referências e apêndices.

1. Plasmônica; 2. Reflectometria; 3. Otto Chip; 4. Sensores Integrados; 5. Microfabricação; 6. Transdutores Ópticos. I. Fontana, Eduardo. II. Título.

UFPE-Biblioteca Central

Aos meu avôs, Eça e Luciano.

AGRADECIMENTOS

Gostaria de agradecer aos meus pais, Sérgio e Luciana pelo apoio na minha empreitada estudantil desde o início. Agradeço também às minhas irmãs, Beatriz, Isadora e Thais, minhas tias Daniella e Mariana.

Agradeço ao professor Eduardo Fontana pela orientação e acompanhamento ao longo de quatro anos de minha graduação e mais dois anos de mestrado e também aos demais professores e alunos da pós-graduação que em algum momento me acompanharam durante meu percurso no laboratório, Leonardo Machado Cavalcanti, Gustavo Oliveira Cavalcanti e José Otávio Maciel Neto.

Também expresso minha gratidão aos colegas do Departamento de Eletrônica e Sistemas que de forma direta ou indireta me ajudaram no período da execução deste trabalho, Edmar, Túlio, Alexandre, Brianne, Bernardo, Jaqueline e Emerson, que pelo menos em algum momento contribuíram em debates, experimentos e *coffee breaks*.

Agradeço aos colegas do Laboratório de Computação Embarcada e Tecnologias Industriais, LaCETI, pelas oportunidades de aprendizado durante a execução deste projeto, Victor, Pedro, Vanessa, Leon e Lucas, que de forma indireta contribuíram para o enriquecimento deste trabalho.

Por fim, agradeço ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Elétrica da UFPE, ao Departamento de Eletrônica e Sistemas e ao CNPq pelo apoio financeiro.

RESUMO

O fenômeno de Ressonância de Plásmons de Superfície (RPS) tem sido amplamente aplicado ao projeto e construção de sensores ópticos em tempo real. Com poucos dispositivos em fase comercial e cabíveis de serem empregados em sistemas de medição embarcados, a possibilidade de sensor plasmônico integrado confiável é uma busca tecnológica em aberto. Desta necessidade surge o *Otto chip*, dispositivo em substrato de silício que implementa a configuração de *Otto* a partir de técnicas de microfabricação. Este trabalho propõe a técnica de reflectometria óptica de varredura para caracterização destes dispositivos e busca identificar parâmetros de qualidade, confiabilidade e modos de operação do transdutor. Quatro versões diferentes do *Otto chip* são caracterizadas com esta técnica, em conjunto com a caracterização por microscopia óptica a fim de obter informações sobre qualidade de selamento entre camadas, regiões de desgaste do substrato e área da região ativa, tida como a região onde o fenômeno de RPS é observado. As etapas de caracterização indicam que o *Otto chip* é uma plataforma apta à ser empregada como sensor RPS e é um dispositivo estável do ponto de vista estrutural, portanto, apto à ser empregado em um sistema embarcado de medição.

Palavras-chave: Plasmônica. Transdutores Ópticos. Microfabricação. Sensores Integrados. *Otto Chip*. Reflectometria.

ABSTRACT

The surface plasmon resonance (SPR) phenomenon has been widely applied to the design and construction of real-time optical sensors. With few devices in the commercial phase that are suitable to be used in embedded measurement systems, the possibility of a reliable integrated plasmonic sensor is an open technological question. From this need arises the Otto Chip, a device on a silicon substrate that implements the Otto configuration achieved by microfabrication techniques. This work proposes a scanning optical reflectometry characterization technique for such devices so as to identify parameters of quality, reliability and operating modes of the transducer. Four different versions of the Otto Chip are characterized by use of this approach in conjunction with optical microscopy in order to obtain information on sealing quality between layers, substrate wear regions and area of the active region, which is the region that is able to support the SPR phenomenon. The characterization procedure indicates that the Otto chip is a suitable SPR platform for use as a sensor and is a structurally stable device, therefore, suitable for use in an embedded system of measurement.

Keywords: Plasmonics. Optical Transducers. Microfabrication. Integrated Sensors. Otto Chip. Reflectometry

LISTA DE ILUSTRAÇÕES

Figura 1 – Interface plana e feixes incidente e transmitido.	12
Figura 2 – Componente x do vetor de Poynting.	17
Figura 3 – Permissividade de um metal segundo o modelo de Drude	18
Figura 4 – Relação de Dispersão de Plásmon de Superfície	19
Figura 5 – Configuração de Kretschmann	20
Figura 6 – Configuração de Otto	20
Figura 7 – Interface simples.	21
Figura 8 – Estrutura de m interfaces	23
Figura 9 – (a) Resina fotosensível depositada. (b) Cavidade é produzida pelo processo DRIE. (c) Remoção da resina. (d) Resina fotosensível positiva é adicionada. (e) Metalização. (f) Remoção da resina positiva. (g) Quartzo é selado. (h) Canais são produzidos através da máscara de Al.	27
Figura 10 – (a) Dimensões do chip. (b) Ilustração tridimensional. (c) Imagem comparativa com moeda US <i>quarter dollar</i>	27
Figura 11 – (a) Resina fotosensível depositada. (b) Cavidade é produzida pelo processo DRIE. (c) Remoção da resina. (d) Resina fotosensível positiva é adicionada. (e) Metalização. (f) Remoção da resina positiva. (g) Máscara de Al é depositada. (h) Canais são produzidos através da máscara de Al.	28
Figura 12 – Etapas de fabricação do dispositivo com espessura de canal variável.	29
Figura 13 – Ilustração tridimensional.	29
Figura 14 – Dispositivo real para comparação com moeda do Euro.	30
Figura 15 – Espaçamento entre o filme metálico e a cavidade.	30
Figura 16 – Reflectômetro automático: I - Íris, S - Semi-espelho, D_1 - Fotodetector de saída, D_2 - Fotodetector de referência, $MP(\theta)$ - Motor de passo de rotação, $MP(x)$ - Motor de passo da direção x , $MP(y)$ - Motor de passo da direção y , $MP(w)$ - Motor de passo para correção de D_1 e θ - Ângulo de incidência. . .	31
Figura 17 – Representação do reflectômetro automatizado: I - Íris, S - Semi-espelho, D_1 - Fotodetector de saída, D_2 - Fotodetector de referência, $MP(\theta)$ - Motor de passo de rotação, $MP(x)$ - Motor de passo da direção x , $MP(y)$ - Motor de passo da direção y , L - Lente	33
Figura 18 – Vista superior do prisma e parâmetros.	34
Figura 19 – Pinagem para <i>Driver</i> de motor de passo A4988.	37
Figura 20 – Placa de Desenvolvimento ESP32 DevKit V1.	37
Figura 21 – Esquemático para Módulo de Controle e Aquisição	38
Figura 22 – Modelo CAD para Módulo de Controle e Aquisição e <i>Layout</i> da PCI.	39
Figura 23 – PCI Fabricada	39

Figura 24 – Fluxograma do funcionamento do Reflectômetro Automatizado.	41
Figura 25 – Curvas experimentais de reflectância e respectivas previsões/estimativas teóricas, para uma dada localização do feixe.	43
Figura 26 – Curvas experimentais de reflectância e respectivas previsões/estimativas teóricas, para diferentes localizações do feixe.	43
Figura 27 – Curvas experimentais de reflectância e respectivas previsões/estimativas teóricas, para diferentes localizações do feixe.	44
Figura 28 – Curvas experimentais de reflectância e respectivas previsões/estimativas teóricas, para diferentes localizações do feixe.	44
Figura 29 – Mapeamento do dispositivo Otto Chip em relação à imperfeições de fabricação.	45
Figura 30 – Região ativa medida em dispositivo Otto Chip.	45
Figura 31 – Visão tridimensional de região ativa medida em dispositivo Otto Chip. . . .	46
Figura 32 – Regressão não-linear - Ponto 72.	46
Figura 33 – Sensibilidade no Otto Chip Padrão.	47
Figura 34 – Sensibilidade - Ponto 50.	48
Figura 35 – Visão tridimensional da sensibilidade.	48
Figura 36 – Região ativa e curvas de nível em <i>chip</i> sem selamento.	49
Figura 37 – Visão tridimensional de região ativa em <i>chip</i> sem selamento.	49
Figura 38 – Região ativa e curvas de nível em <i>chip</i> sem furos.	50
Figura 39 – Visão tridimensional de região ativa em <i>chip</i> sem furos.	50
Figura 40 – Regiões de não-uniformidade no selamento em <i>chip</i> sem furos.	51
Figura 41 – Configuração espacial dos experimentos de varredura realizados com dois espaçamentos diferentes. Cada marcação corresponde a uma curva de reflectância medida.	52
Figura 42 – Mapa de cores de Reflectância mínima.	52
Figura 43 – Mapa de cores de Reflectância mínima.	53
Figura 44 – Curvas experimental (vermelho) e teórica (azul) para $gap = 1,8 \mu m$	54
Figura 45 – Região A indica não-uniformidade no selamento.	54
Figura 46 – Resultado de regressão não-linear para célula 60.	55
Figura 47 – Sensibilidade máxima - Ponto 71.	55
Figura 48 – Sensibilidade para Otto Chip <i>multigap</i>	56
Figura 49 – Sensibilidade para Otto Chip <i>multigap</i>	56
Figura 50 – Região de $gap 1.8 \mu m$	57
Figura 51 – Região de $gap 2.3 \mu m$	58
Figura 52 – Região de $gap 2.8 \mu m$	58
Figura 53 – Região de $gap 3.3 \mu m$	59
Figura 54 – Região metálica de <i>chip</i> Padrão	59

SUMÁRIO

	LISTA DE ILUSTRAÇÕES	6
	SUMÁRIO	8
1	INTRODUÇÃO E OBJETIVOS	9
2	FUNDAMENTAÇÃO FÍSICA	12
2.1	Plásmons de Superfície	12
2.1.1	Plásmons em Superfície Simples	12
2.1.1.1	Confinamento de Onda	15
2.1.1.2	Comportamento da Potência Eletromagnética	16
2.2	Excitação de Plásmons de Superfície	17
2.2.1	Relação de Dispersão do Plásmom de Superfície	17
2.2.2	Acoplamento por Prisma	19
3	MATERIAIS E MÉTODOS	26
3.1	Dispositivo Otto Chip	26
3.2	Reflectômetro Automatizado e Montagem Experimental	31
3.2.1	Montagem Experimental	31
3.2.2	Projeto de Novo Reflectômetro de Varredura	32
3.2.3	Módulo de Controle e Aquisição	35
4	RESULTADOS E DISCUSSÃO	42
4.1	Resultados Experimentais	42
4.1.1	Reflectometria Óptica	42
4.1.2	Microscopia Óptica	57
4.2	Discussão	60
5	CONCLUSÃO	62
	REFERÊNCIAS	64
A	APÊNDICE A - CÓDIGOS MATLAB	67
A.1	Leitor de Dados Experimentais para Curvas de Reflectância	67
A.2	Manipulador de Arquivos de Dados Experimentais Brutos	68
B	APÊNDICE B - CÓDIGOS MATHEMATICA	70
B.1	Regressão Não-Linear de Dados RPS	70
B.2	Mapa de Cores de Região Ativa	73

1 INTRODUÇÃO E OBJETIVOS

A Plasmônica está inserida no campo da nanofotônica e consiste no estudo da interação entre campos eletromagnéticos e metais, mais precisamente no confinamento desses campos em estruturas metálicas. Os efeitos observados baseiam-se na interação entre a radiação eletromagnética e os elétrons de condução de superfícies ou nanoestruturas metálicas.

Esse campo de estudo traz possibilidades interessantes tanto na perspectiva tecnológica como na de ciência básica. A interação entre o campo eletromagnético e os elétrons livres permite, por exemplo, o confinamento de onda além do limite de difração, intensificação de não-linearidades de interfaces, além de ser um mecanismo de transdução óptica muito útil para a construção de sensores o que tem sido amplamente explorado pela comunidade científica (SCHASFOORT, 2008; HECHT, 2006; CHOI; CHOI, 2012).

O efeito de ressonância de plásmons de superfície (RPS) pode ser observado experimentalmente em três configurações: grades de difração; Kretschmann e Otto, sendo as duas últimas dependentes de um prisma de acoplamento. Tal efeito evidencia-se experimentalmente através de uma absorção ressonante da radiação incidente na estrutura, caracterizando o confinamento (MAIER, 2007).

A configuração de Kretschmann (KRETSCHMANN, 1971) é definida por uma estrutura de três camadas Vidro(Óxido)/Metal/Dielétrico e tem sido amplamente adotada para a construção de sensores práticos e até mesmo portáteis (MASSON, 2020; YESUDASU; PRADHAN; PANDYA, 2021). Um exemplo é o *Biacore*, equipamento desenvolvido pela empresa homônima e comercializado em 1990. Foi desenvolvido como tecnologia médica, principalmente para caracterizar parâmetros de interação entre proteínas. Além da *Biacore* a *Texas Instruments* comercializou um equipamento portátil baseado na configuração de Kretschmann e comercializado pela Texas Instruments na década de 1990, o SPREETA (INSTRUMENTS, 1999). Este sistema realiza medidas resolutas em ângulo por meio de múltiplas fontes luminosas. Outras plataformas sucederam o SPREETA e sistemas de medição embarcados foram desenvolvidos capazes de realizar detecção de proteínas específicas em veículo aéreo (CHINOWSKY et al., 2004). Estes sistemas precisam de alinhamento preciso e a qualidade da medida depende do sistema opto-mecânico empregado. As tecnologias baseadas nesta configuraçã são volumosas e de difícil integração com outros sistemas.

A configuração de Kretschmann tem sido amplamente adotada devido à alta sensibilidade teórica, possibilidade de adicionar outras camadas sobre o metal com fim de aumentar a sensibilidade ou a adesão do analito e simplicidade de fabricação da estrutura do sensor, considerando que o filme metálico é de dezenas de nanômetros e pode ser diretamente depositado sobre superfície vítrea com o uso de uma camada de adesão.

A configuração de grades de difração oferece a possibilidade de observar o efeito RPS sem a necessidade de varredura angular ou espectral e também tem sido utilizada para criação de nanoestruturas sensoras implementadas em substratos opacos (PATSKOVSKY; MEUNIER, 2013) e também transparentes, como fibras ópticas (CHEN et al., 2021; ORTEGA-GOMEZ et al., 2021). Esta configuração também é explorada em estruturas de nanofuros (MASSON; MURRAY-MÉTHOT; LIVE, 2010).

Em constraste, este trabalho relata o estudo de um dispositivo baseado na configuração de Otto (OTTO, 1968), o Otto *chip*, previamente relatado na literatura (FONTANA et al., 2015). Essa configuração requer uma separação entre a camada metálica e o vidro da ordem do comprimento de onda incidente para que o efeito RPS seja observado. Esta dificuldade de fabricação é, provavelmente, a razão desta configuração ser pouco explorada para construção de sensores práticos. Esta configuração permite emprego de filmes espessos o que diminui perdas ópticas e permite obter propriedades similares à do material volumétrico. Esta possibilidade também traz o benefício de evitar perdas devido à camada de adesão.

O dispositivo Otto *chip* supera a dificuldade de criar um espaçamento dielétrico entre prisma e metal sem prejudicar o acoplamento plasmônico. Este dispositivo é fabricado por técnicas de fabricação adotadas pela indústria de semicondutores e permite construir um sensor integrado em substrato de silício. O Otto *chip*, desde seu relato na literatura, permanece sendo a única plataforma fabricada baseada na configuração de Otto, dentro dos limites do conhecimento do autor.

Com o advento do Otto *chip*, surge o questionamento da viabilidade deste dispositivo como transdutor RPS confiável e sua possibilidade de ser empregado em um sistema embarcado de medição. Para investigar a hipótese de que o Otto *chip* é um dispositivo viável para produção em massa e para aplicações de campo, é proposta uma técnica de caracterização baseada em reflectometria óptica de varredura. Essa técnica permite caracterização das constantes ópticas de filme metálico além de parâmetros estruturais do dispositivo, de forma automatizada ao longo de toda a área ocupada pelo dispositivo. Esta técnica é resoluta em ângulo, o que permite maior resolução na obtenção de curvas experimentais, além de não depender de medidas espectroscópicas como acontece na excitação por varredura espectral (PFEIFER et al., 1999). Em comparação, medidas referentes ao efeito RPS resolvidas angularmente são mais susceptíveis a vibrações mecânicas quando utilizadas múltiplas fontes luminosas, o que neste trabalho é contornado com o uso de um estágio de rotação e apenas um *laser*. Os experimentos são conduzidos de forma automatizada (CAVALCANTI, 2008) o que permite minimização de erro, medidas rápidas e obtenção de dados em larga escala.

Neste trabalho, são caracterizados dispositivos Otto *chip* por reflectometria óptica de varredura. Os dispositivos são também analisados por microscopia óptica. Como parte da investigação aqui relatada, tendo em vista que o reflectômetro atualmente em operação se tornou um equipamento obsoleto, integra a presente contribuição, o projeto e construção parcial de uma

nova configuração de reflectômetro de varredura, com melhorias substanciais no esquema de medição optomecânico e nos sistemas de controle e aquisição.

Este trabalho descreve no Capítulo 2 a fundamentação física do dispositivo, incluindo aspectos teóricos e experimentais. O dispositivo *Otto chip*, suas etapas de fabricação e o aparato experimental baseado em reflectômetro automatizado utilizado em sua caracterização são discutidos no Capítulo 3. Também nesse capítulo, é relatado o projeto de implementação do novo reflectômetro de varredura, e são descritos os resultados obtidos no presente no que diz respeito à confecção do novo sistema de controle e aquisição do reflectômetro. Resultados e discussões a respeito da caracterização dos *chips* são expostos no Capítulo 4, onde é feita uma investigação detalhada acerca da viabilidade do dispositivo *Otto chip* como plataforma de transdução baseada em RPS. A metodologia empregada na reflectometria óptica de varredura é também exposta e são analisados quais parâmetros dos dispositivos são relevantes para sua caracterização. No Capítulo 5 são reunidas as conclusões e propostas de trabalhos futuros resultantes deste trabalho. Nossos resultados indicam que o *Otto chip* é um candidato a ser empregado em sistemas de instrumentação embarcado com potencial de produção em massa.

2 FUNDAMENTAÇÃO FÍSICA

2.1 Plásmons de Superfície

Plásmons de superfície são oscilações eletrônicas confinadas à interface entre um condutor e um dielétrico (MAIER, 2007; HECHT, 2006; SCHASFOORT, 2008). Esse tipo de oscilação é muito sensível às alterações de caráter óptico ou estrutural da interface podendo ser usada para sensoriamento e caracterização de metais (CHEN; CHEN, 1981). Este capítulo discute aspectos teóricos e experimentais sobre as condições de confinamento de onda, efeito de Ressonância de Plásmons de Superfície (RPS) e configurações experimentais básicas para a compreensão das etapas adotadas neste trabalho e os resultados obtidos.

2.1.1 Plásmons em Superfície Simples

Para uma interface separando meios de mesma permeabilidade magnética, plásmons de superfície só podem ser observados para polarização do campo elétrico no plano de incidência (KRETSCHMANN, 1971; OTTO, 1968). Para modelar o efeito, considera-se a configuração da Figura 1, em que há um campo incidente e um campo transmitido, ambos com polarização paralela (FONTANA, 2018a; CAVALCANTI, 2008; CAVALCANTI, 2016).

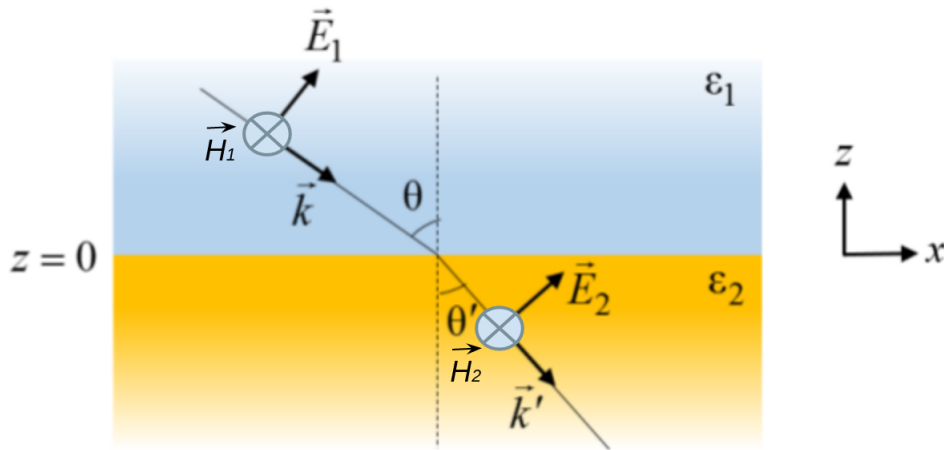


Figura 1 – Interface plana e feixes incidente e transmitido.

Os campos $\vec{E}$ e $\vec{H}$ nos dois meios são assumidos na forma de uma onda plana, i.e.,

$$\vec{E}_i = \vec{E}_{oi} \exp[-j(\vec{k}_i \bullet \vec{X})], \quad (2.1)$$

e

$$\vec{H}_i = \frac{1}{\omega \mu_0} (\vec{k}_i \times \vec{E}_i), \quad (2.2)$$

para vetor posição $\vec{X} = x\hat{a}_x + y\hat{a}_y + z\hat{a}_z$ e o vetor de onda dado por $\vec{k}_i = (k_{ix}, 0, k_{iz})$ com $i=1,2$.

A Lei de Gauss nos fornece que $\vec{\nabla} \bullet (\epsilon \vec{E}_i) = 0$, que para meios homogêneos podemos escrever $\vec{\nabla} \bullet \vec{E}_i = 0$. Logo,

$$\vec{\nabla} \bullet \vec{E}_{oi} \exp[-j(\vec{k}_i \bullet \vec{X})] = 0 \quad (2.3)$$

e consequentemente,

$$\vec{k}_i \bullet \vec{E}_{oi} = 0. \quad (2.4)$$

Sendo $\vec{E}_{oi} = (E_{oxi}, 0, E_{ozi})$, a Equação (2.4) fornece:

$$k_{ix}E_{oxi} + k_{iz}E_{ozi} = 0. \quad (2.5)$$

Uma solução para o campo inicial $\vec{E}_o$ tem a seguinte forma:

$$\vec{E}_{oi} = A_i(-k_{iz}, 0, k_{ix}), \quad (2.6)$$

portanto, de (2.1), temos:

$$\vec{E}_i = A_i(-k_{iz}, 0, k_{ix}) \exp[-j(k_{ix}x + k_{iz}z)]. \quad (2.7)$$

Fazendo uso da seguinte expressão:

$$\vec{k}_i \bullet \vec{k}_i = k_{iz}^2 + k_{ix}^2 = \epsilon_i k_o^2, \quad (2.8)$$

com $k_o = \omega/c = 2\pi/\lambda$ e ϵ_i denotando a permissividade relativa do meio, podemos derivar uma equação para o campo magnético. A partir da manipulação do produto vetorial da Equação (2.2), temos:

$$\vec{k}_i \times \vec{E}_i = -A_i(0, k_{iz}^2 + k_{ix}^2, 0) \exp[-j(k_{ix}x + k_{iz}z)] \quad (2.9)$$

e

$$\vec{k}_i \times \vec{E}_i = -A_i \epsilon_i k_o^2 (0, 1, 0) \exp[-j(k_{ix}x + k_{iz}z)]. \quad (2.10)$$

Logo, os campos magnéticos são descritos por:

$$\vec{H}_i = \frac{-A_i \epsilon_i k_o^2}{\omega \mu_o} (0, 1, 0) \exp[-j(k_{ix}x + k_{iz}z)]. \quad (2.11)$$

Para satisfazer as condições de continuidade da componente tangencial do campo elétrico na interface $z = 0$, ou seja, $\vec{E}_{1t} = \vec{E}_{2t}$, deve-se satisfazer que:

$$A_1 k_1 \exp[-j(k_{1x}x)] = A_2 k_2 \exp[-j(k_{2x}x)], \quad (2.12)$$

o que implica que nas seguintes igualdades,

$$A_1 k_1 = A_2 k_2, \quad (2.13)$$

$$k_{1x} = k_{2x}. \quad (2.14)$$

Vemos então, que a componente horizontal do vetor de onda se conserva, de forma que $k_{1x} = k_{2x} = k_x$.

Para o campo magnético, aplicando a condição de continuidade para componente tangencial sem presença de carga, obtêm-se:

$$\frac{A_1 \epsilon_1 k_o^2}{\omega \mu_o} = \frac{A_2 \epsilon_2 k_o^2}{\omega \mu_o}, \quad (2.15)$$

$$A_1 \epsilon_1 - A_2 \epsilon_2 = 0, \quad (2.16)$$

escrevendo na forma matricial,

$$\begin{bmatrix} k_1 & -k_2 \\ \epsilon_1 & -\epsilon_2 \end{bmatrix} \begin{bmatrix} A_1 \\ A_2 \end{bmatrix} = \begin{bmatrix} 0 \\ 0 \end{bmatrix}$$

o sistema homogêneo só admite solução se o determinante da matriz dos coeficientes for nulo, logo:

$$\det \begin{bmatrix} k_1 & -k_2 \\ \epsilon_1 & -\epsilon_2 \end{bmatrix} = 0,$$

$$\epsilon_1 k_2 - \epsilon_2 k_1 = 0. \quad (2.17)$$

A Equação (2.17) fornece dois cenários. Meios transparentes, ou seja, $\epsilon_1, \epsilon_2, k_1$ e k_2 são reais e ocorre transmissão total no ângulo de Brewster. O segundo cenário traz k_1 e k_2 puramente imaginários e a possibilidade de confinamento de onda. O segundo cenário é explorado a seguir.

2.1.1.1 Confinamento de Onda

Para a situação de confinamento de onda, k_1 e k_2 devem ser puramente imaginários. E para garantir que haja onda propagando-se na superfície, k_x deve ser real. Da Equação (2.8), obtêm-se:

$$k_x^2 + k_1^2 = \epsilon_1 k_o^2 \quad (2.18)$$

$$k_x^2 + k_2^2 = \epsilon_2 k_o^2 \quad (2.19)$$

substituindo as Equações (2.18) e (2.19) na Equação (2.17), temos:

$$\epsilon_1 \sqrt{\epsilon_2 k_o^2 - k_x^2} = \epsilon_2 \sqrt{\epsilon_1 k_o^2 - k_x^2}, \quad (2.20)$$

e

$$k_x = k_o \sqrt{\frac{\epsilon_1 \epsilon_2}{\epsilon_1 + \epsilon_2}}. \quad (2.21)$$

Usando o resultado (2.21) em (2.18) e em (2.19) é possível obter as seguintes expressões para as componentes do vetor de onda:

$$k_1 = k_o \sqrt{\frac{\epsilon_1^2}{\epsilon_1 + \epsilon_2}}, \quad (2.22)$$

e

$$k_2 = k_o \sqrt{\frac{\epsilon_2^2}{\epsilon_1 + \epsilon_2}}. \quad (2.23)$$

Para a condição de k_1 e k_2 imaginários puros e k_x real, deve-se satisfazer $\epsilon_1 + \epsilon_2 < 0$ e $\epsilon_1 \epsilon_2 < 0$. Para tal:

$$\epsilon_2 < -\epsilon_1 \quad (2.24)$$

que é satisfeita para um dos meios com permissividade negativa.

Nesta condição, há propagação na direção x e decaimento nos meios 1 e 2, uma vez que k_1 e k_2 são puramente imaginários. Por fim, os campos (2.7) e (2.11) são reformulados com o auxílio das Equações (2.13) e (2.16):

$$\vec{E}_1 = A_1(-j|k_1|, 0, k_x) \exp(-jk_x x) \exp(|k_1|z), \quad (2.25)$$

$$\vec{E}_2 = A_1(-j|k_1|, 0, \frac{\epsilon_1}{\epsilon_2}k_x)\exp(-jk_x x)\exp(-|k_2|z), \quad (2.26)$$

$$\vec{H}_1 = -\frac{A_1\epsilon_1 k_0^2}{\omega\mu_0}(0, 1, 0)\exp(-jk_x x)\exp(|k_1|z), \quad (2.27)$$

e

$$\vec{H}_2 = -\frac{A_1\epsilon_1 k_0^2}{\omega\mu_0}(0, 1, 0)\exp(-jk_x x)\exp(-|k_2|z). \quad (2.28)$$

Para decaimento nos dois lados da interface, toma-se os valores positivo de k_1 e negativo de k_2 .

2.1.1.2 Comportamento da Potência Eletromagnética

Na condição de confinamento de onda é de se esperar que a potência eletromagnética assuma valores mais altos na interface, para verificar tal comportamento analisa-se o vetor de Poynting:

$$\vec{S} = \frac{1}{2}\vec{E} \times \vec{H}^*, \quad (2.29)$$

que para os campos previamente calculados fornece:

$$\vec{S} = \begin{cases} \frac{|A_1|^2\epsilon_1 k_0^2}{2\omega\mu_0}(k_x, 0, j|k_1|)\exp(2|k_1|z) & \text{se } z < 0 \\ \frac{|A_1|^2\epsilon_1 k_0^2}{2\omega\mu_0}(\frac{\epsilon_1}{\epsilon_2}k_x, 0, j|k_1|)\exp(-2|k_2|z) & \text{se } z > 0. \end{cases} \quad (2.30)$$

Vemos que a componente z do vetor de onda é puramente imaginária, logo, não há fluxo de potência ativa nessa direção. Em contrapartida, a componente x denota fluxo de potência ativa nessa direção, o que é expresso na Equação (2.31),

$$S_x = \begin{cases} \frac{|A_1|^2\epsilon_1 k_0^2 k_x}{2\omega\mu_0}\exp(2|k_1|z) & \text{se } z < 0 \\ \frac{|A_1|^2\epsilon_1 k_0^2 k_x}{2\omega\mu_0}\frac{\epsilon_1}{\epsilon_2}\exp(-2|k_2|z) & \text{se } z > 0. \end{cases} \quad (2.31)$$

O comportamento expresso por (2.31) denota confinamento de onda na direção z , conforme ilustrado no gráfico da Figura 2. Na imagem é possível observar o comportamento da potência na interface entre um metal e um dielétrico, onde é possível ver um aumento significativo da potência em $z = 0$, indicando confinamento da onda.

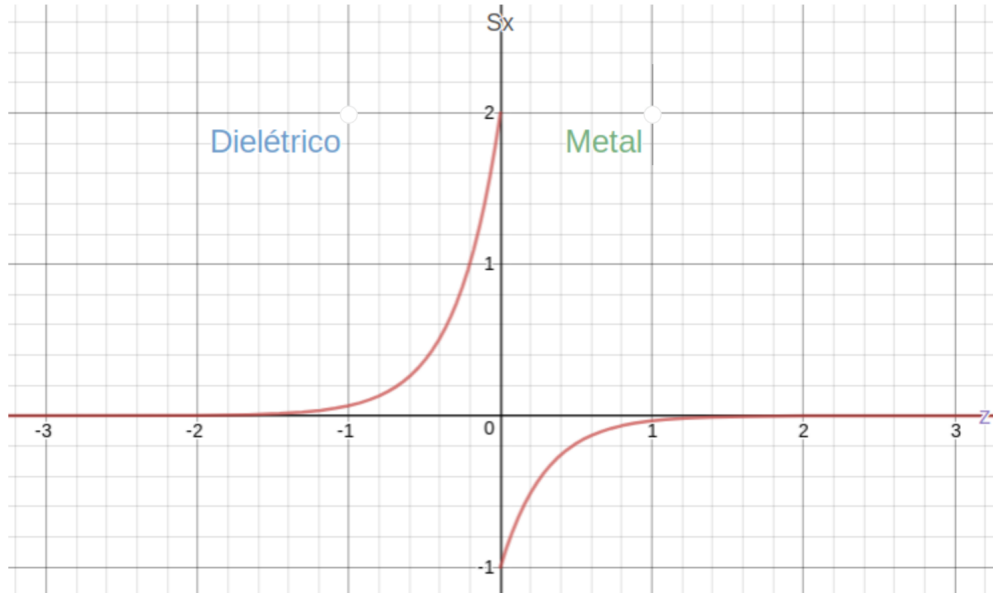


Figura 2 – Componente x do vetor de Poynting.

2.2 Excitação de Plásmons de Superfície

Para pensarmos em uma estrutura em que seja possível observar excitação de plásmons de superfície é necessário observar a relação de dispersão da oscilação. Nas seções subsequentes a relação de dispersão da estrutura Metal/Dielétrico é apresentada e a partir dela configurações experimentais são sugeridas.

2.2.1 Relação de Dispersão do Plásmon de Superfície

A partir do modelo de Drude dos metais (ASHCROFT, 2011), é possível derivar uma função da frequência para a permissividade do metal em altas frequências, definida na expressão

$$\epsilon_2(\omega) = 1 - \frac{\omega_p^2}{\omega^2}. \quad (2.32)$$

Essa expressão implica que para $\omega < \omega_p$ os metais exibem uma permissividade negativa, como mostra a Figura 3.

Nas condições de uma interface entre metal e dielétrico de permissividade ϵ_1 , aplica-se a condição (2.24) na Equação (2.32).

$$1 - \frac{\omega_p^2}{\omega^2} < -\epsilon_1 \quad (2.33)$$

implicando que

$$\omega < \frac{\omega_p}{\sqrt{1 + \epsilon_1}}. \quad (2.34)$$

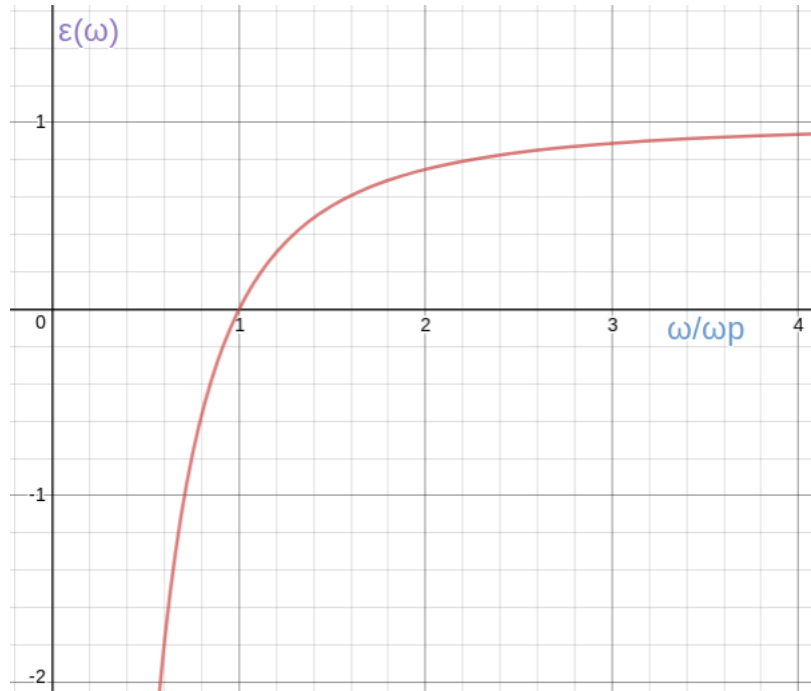


Figura 3 – Permissividade de um metal segundo o modelo de Drude

Inserindo (2.32) em (2.21) fornece a relação de dispersão de plásmons de superfície em uma interface metal-dielétrico. A Figura 4 mostra o diagrama de dispersão correspondente. Como se pode observar, para valores altos de k_x , a curva se aproxima de $\omega = \omega_p / \sqrt{1 + \epsilon_1}$, enquanto que para baixos valores, se aproxima da relação de dispersão no dielétrico. Como a luz incide do dielétrico para o metal, a linha hachurada indica os valores possíveis da componente $k_x = \sqrt{\epsilon_1} k_o \sin \theta$, para incidência direta. Como o vetor de onda do plásmon é sempre maior que o vetor de onda no dielétrico, $k_{ps} > k_x$ e também maior que a projeção deste ao longo da interface, $k_{ps} > k_o \sin \theta$, é possível concluir a impossibilidade de excitação de plásmon de superfície por iluminação direta da interface dielétrico-metal.

Da Figura 4 podemos ainda observar a dependência do ângulo de ressonância com as constantes dielétricas dos materiais que fazem compõem a estrutura, denotado pelo valor de θ em que $k_x = k_{ps}$.

Para contornar o problema de incidência direta é necessário uma técnica experimental que aumente o valor de k_x incidente. Com essa motivação surgem as técnicas de acoplamento por prisma, discutidas na seção a seguir.

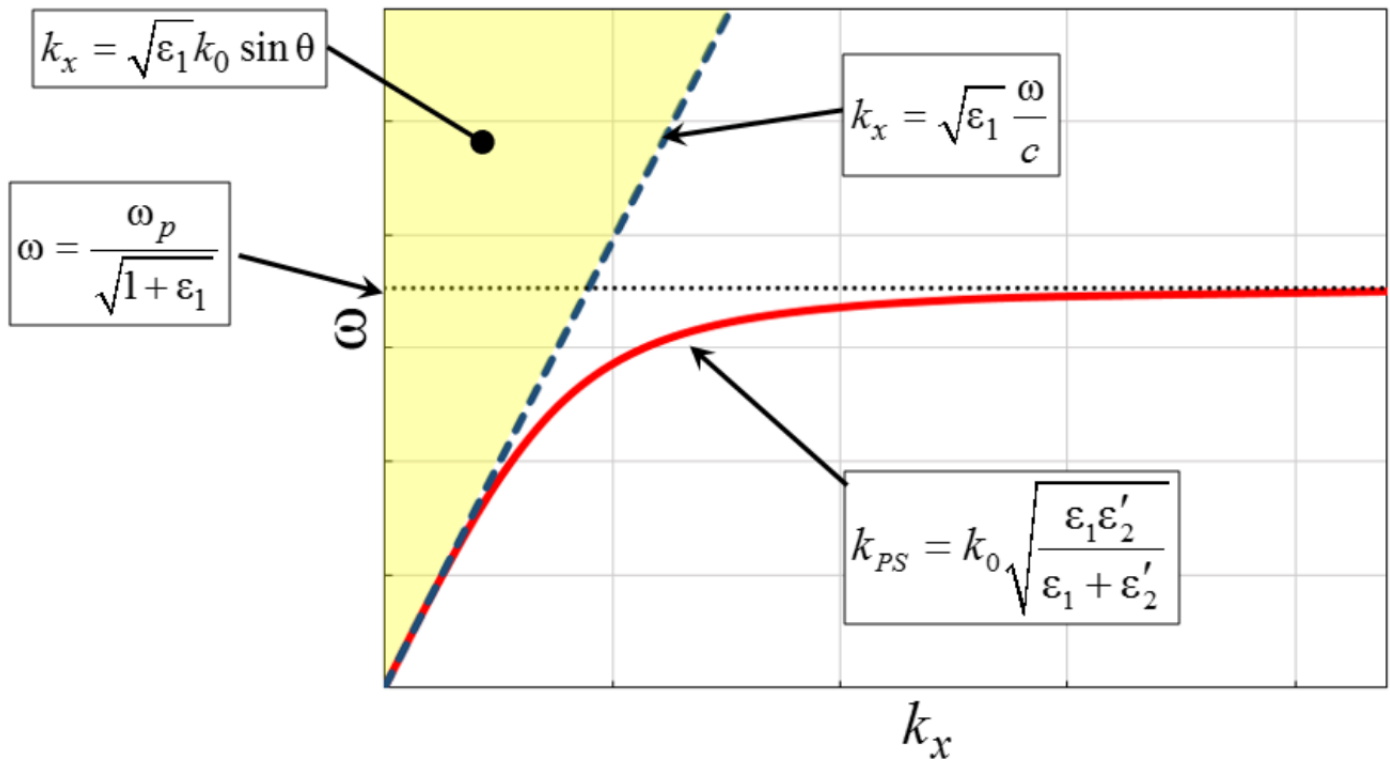


Figura 4 – Relação de Dispersão de Plásmom de Superfície

2.2.2 Acoplamento por Prisma

Baseando-se na reflexão interna total, campos evanescentes causados pela situação de reflexão interna total podem se converter em modos propagantes à partir da inserção de um terceiro meio na estrutura que previamente compreendia apenas a interface ar/metal (OTTO, 1968). Com o uso de um prisma de acoplamento, como mostra a Figura 5, o modo evanescente uma vez confinado à superfície entre o prisma e o metal, tunela para o terceiro meio correspondente ao ar, e o coeficiente de reflexão da estrutura depende da distância entre as interfaces. A estrutura final compreende três meios, prisma, metal e ar, onde o campo evanescente da reflexão interna total na primeira interface excita plásmom de superfície na segunda. Nesse contexto surgem duas configurações, a de Otto e a de Kretschmann.

A configuração de Kretschmann (KRETSCHMANN, 1971) é exemplificada na Figura 5. Essa configuração é definida pelas três camadas definidas da seguinte forma: Prisma, metal e ar(dielétrico), sendo o metal indicado pela camada amarela. Como a Figura 5 indica, o plásmom de superfície se propaga na interface entre o metal e o dielétrico.

A configuração de Otto (OTTO, 1968), ilustrada na Figura 6, requer uma separação da ordem do comprimento de onda, entre o metal e o prisma. Assim como na configuração de Kretschmann, o plásmom de superfície se propaga na interface entre o metal e o dielétrico.

A configuração de Kretschmann tem sido amplamente empregada na construção de sistemas de monitoramento de tempo real com filmes metálicos da ordem de 50 à

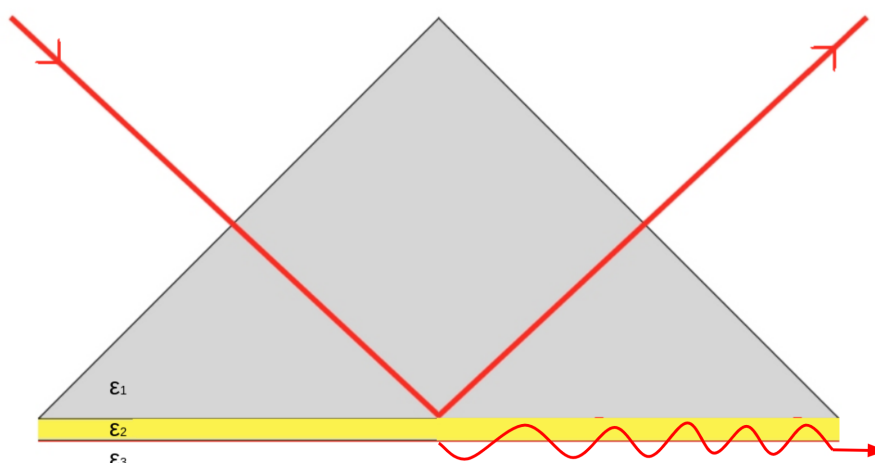


Figura 5 – Configuração de Kretschmann

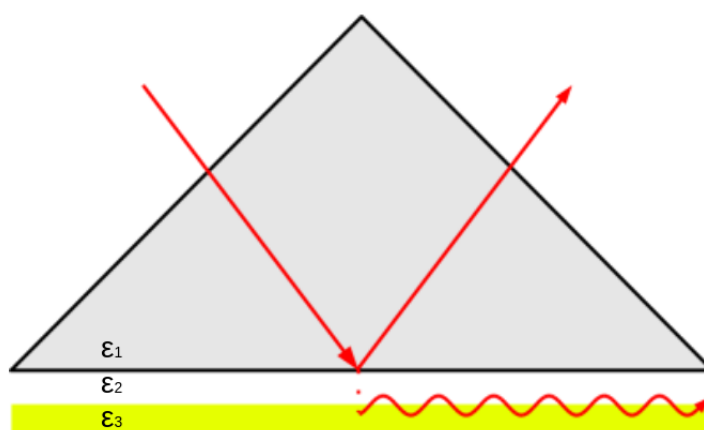


Figura 6 – Configuração de Otto

70nm (HOMOLA; YEE; GAUGLITZ, 1999). A configuração de Otto em contrapartida, permite emprego de filmes com espessura de centenas de nanômetros. Em ambos os casos o meio sensoriado é aquele adjacente à superfície externa do filme metálico, onde pode haver variação de índice de refração.

Na configuração de Kretschmann ou de Otto, a caracterização dos dispositivos é feita através da análise da reflectância da estrutura. Para derivarmos a função reflectância de uma estrutura plasmônica na configuração de Otto vamos analisar uma interface simples, como na Figura 7, e posteriormente obter uma expressão para o coeficiente de reflexão de uma estrutura multicamadas.

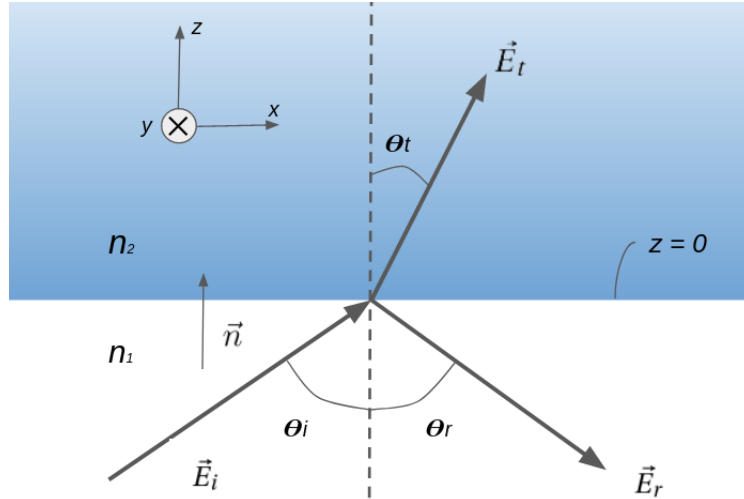


Figura 7 – Interface simples.

Assumindo polarização paralela, temos para a onda incidente:

$$\vec{E}_i = \frac{E_o}{n_1 k_o} (k_1, 0, -k_x) \exp[-j(k_x x + k_1 z)], \quad (2.35)$$

e

$$\vec{H}_i = \frac{n_1 k_o}{\omega \mu_1} E_o (0, 1, 0) \exp[-j(k_x x + k_1 z)]. \quad (2.36)$$

Para onda refletida:

$$\vec{E}_r = \Gamma_p \frac{E_o}{n_1 k_o} (k_1, 0, k_x) \exp[-j(k_x x - k_1 z)], \quad (2.37)$$

e

$$\vec{H}_r = -\Gamma_p \frac{n_1 k_o}{\omega \mu_1} E_o (0, 1, 0) \exp[-j(k_x x - k_1 z)], \quad (2.38)$$

sendo Γ_p o coeficiente de reflexão para polarização paralela. Para onda transmitida, temos:

$$\vec{E}_t = \tau_p \frac{E_o}{n_2 k_o} (k_2, 0, -k_x) \exp[-j(k_x x + k_2 z)], \quad (2.39)$$

e

$$\vec{H}_t = \tau_p \frac{n_2 k_o}{\omega \mu_2} E_o (0, 1, 0) \exp[-j(k_x x + k_2 z)]. \quad (2.40)$$

para τ_p sendo o coeficiente de transmissão.

Partindo do princípio de continuidade dos campos em uma interface, escreve-se,

$$\vec{n} \times (\vec{E}_2 - \vec{E}_1) = 0 \Big|_{z=0}, \quad (2.41)$$

$$\vec{n} \times (\vec{H}_2 - \vec{H}_1) = 0 \Big|_{z=0}. \quad (2.42)$$

Como as Equações (2.41) e (2.42) são calculadas na interface, escrevemos os campos $\vec{E}_1$, $\vec{E}_2$, $\vec{H}_1$ e $\vec{H}_2$ em $z = 0$ da seguinte forma:

$$\vec{G}_1 = \vec{G}_i + \vec{G}_r \Big|_{z=0}, \quad (2.43)$$

e

$$\vec{G}_2 = \vec{G}_t \Big|_{z=0}. \quad (2.44)$$

Podendo o vetor $\vec{G}$ assumir a representação do campo elétrico ou magnético.

Substituindo as Equações (2.35), (2.37) e (2.39) em (2.43) e (2.44) e posteriormente em (2.41), temos a seguinte expressão,

$$1 + \Gamma_p = \frac{n_1 k_2}{n_2 k_1} \tau_p. \quad (2.45)$$

Seguindo procedimento análogo para o campo magnético, obtêm-se:

$$1 - \Gamma_p = \frac{n_2 \mu_1}{n_1 \mu_2}. \quad (2.46)$$

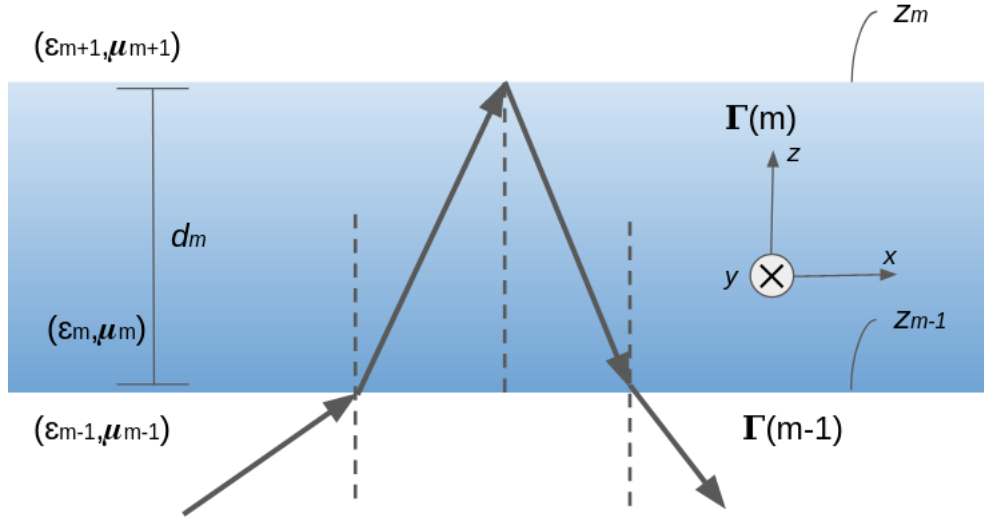
Solucionando o sistema de Equações em (2.45) e (2.46) para Γ_p , temos a seguinte expressão para o coeficiente de reflexão:

$$\Gamma_p = \frac{\epsilon_1 k_2 - \epsilon_2 k_1}{\epsilon_1 k_2 + \epsilon_2 k_1}. \quad (2.47)$$

Com o coeficiente de reflexão para interface simples calculado, devemos aplicá-lo no cálculo de coeficiente de reflexão para múltiplas camadas. Nesta etapa, consideramos uma estrutura de m interfaces, como indicado na Figura 8 (FONTANA, 2018b).

Assumindo amplitude de campo magnético incidente $H_o = 1$, escrevemos as expressões para os campos elétrico e magnético incidentes e refletidos nos meios $m - 1$ e m . Para campos incidentes no meio $m-1$, temos:

$$\vec{E}_{(m-1)i} = \frac{(k_{m-1}, 0, -k_x)}{\omega \epsilon_{n-1}} \exp[-j(k_x x + k_{m-1}(z - z_{m-1}))], \quad (2.48)$$

Figura 8 – Estrutura de m interfaces

e

$$\vec{H}_{(m-1)i} = (0, 1, 0) \exp[-j(k_x x + k_{m-1}(z - z_{m-1}))]. \quad (2.49)$$

Para os campos refletidos:

$$\vec{E}_{(m-1)r} = \Gamma_p(m-1) \frac{(k_{m-1}, 0, k_x)}{\omega \epsilon_{n-1}} \exp[-j(k_x x - k_{m-1}(z - z_{m-1}))], \quad (2.50)$$

e

$$\vec{H}_{(m-1)r} = \Gamma_p(m-1) (0, -1, 0) \exp[-j(k_x x - k_{m-1}(z - z_{m-1}))], \quad (2.51)$$

para $\Gamma_p(m-1)$ como o coeficiente de interface simples em $m-1$ e k_{m-1} o vetor de onda na direção z no meio $m-1$.

Para campos incidentes no meio m :

$$\vec{E}_{mi} = a_m \frac{(k_m, 0, -k_x)}{\omega \epsilon_n} \exp[-j(k_x x + k_m(z - z_{m-1}))], \quad (2.52)$$

e

$$\vec{H}_{mi} = a_m (0, 1, 0) \exp[-j(k_x x + k_n(z - z_{m-1}))], \quad (2.53)$$

para campos refletidos:

$$\vec{E}_{mr} = b_m \frac{(k_m, 0, k_x)}{\omega \epsilon_n} \exp[-j(k_x x - k_m(z - z_{m-1}))], \quad (2.54)$$

e

$$\vec{H}_{mr} = b_m(0, 1, 0)\exp[-j(k_x x - k_m(z - z_{m-1}))]. \quad (2.55)$$

Nas quais as constantes a_m e b_m representam as amplitudes dos campos incidentes e refletidos no meio m, respectivamente.

Em $z = z_{m-1}$ temos a partir dos campos elétrico e magnético, respectivamente:

$$1 + \Gamma_p(m-1) = \frac{\epsilon_{m-1}k_m}{\epsilon_m k_{m-1}}(a_m + b_m), \quad (2.56)$$

e

$$1 - \Gamma_p(m-1) = a_m + b_m. \quad (2.57)$$

Em $z = z_m$,

$$\Gamma_p(m) = \frac{b_m \exp[jk_m(z_m - z_{m-1})]}{a_m \exp[-jk_m(z_m - z_{m-1})]}, \quad (2.58)$$

$$\Gamma_p(m) = \frac{b_m}{a_m} \exp(2jk_m d). \quad (2.59)$$

Substituindo (2.59) em (2.56):

$$1 + \Gamma_p(m-1) = \frac{\epsilon_{m-1}k_m}{\epsilon_m k_{m-1}} a_m (1 + \Gamma_p(m) \exp(-2jk_m d)). \quad (2.60)$$

E substituindo (2.59) em (2.57), temos:

$$1 - \Gamma_p(m-1) = a_m (1 - \Gamma_p(m) \exp(-2jk_m d)). \quad (2.61)$$

Dividindo (2.60) por (2.61) e resolvendo para $\Gamma_p(m-1)$, obtêm-se:

$$\Gamma_p(m-1) = \frac{\Gamma_{p(m-1),m} + \Gamma_p(m) \exp(-2jk_m d)}{1 + \Gamma_{p(m-1),m} \Gamma_p(m) \exp(-2jk_m d)}. \quad (2.62)$$

Para $\Gamma_p(m-1)$, m sendo o coeficiente de reflexão em interface simples entre os meios m-1 e m. Para o caso da estrutura em configuração Otto, temos duas interfaces, logo:

$$\Gamma(1) = \frac{\Gamma_{1,2} + \Gamma_{2,3} \exp(-2jk_m d)}{1 + \Gamma_{1,2} \Gamma_{2,3} \exp(-2jk_m d)}. \quad (2.63)$$

A função reflectância é definida como:

$$R = |\Gamma(1)|^2, \quad (2.64)$$

$$R = \left| \frac{\Gamma_{12} + \Gamma_{23} \exp(-2jk_2d)}{1 + \Gamma_{12}\Gamma_{23} \exp(-2jk_2d)} \right|^2. \quad (2.65)$$

onde o i - ésimo coeficiente é dado por:

$$\Gamma_{i,i+1} = \frac{\epsilon_{i+1}k_i - \epsilon_i k_{i+1}}{\epsilon_{i+1}k_i + \epsilon_i k_{i+1}}, \quad (2.66)$$

com $i = 1, 2$ e

$$k_i = k_0 \sqrt{\epsilon_i - \epsilon_1 (\sin\theta)^2}. \quad (2.67)$$

Para este trabalho, o meio 1 é um prisma de vidro BK7, o meio 2 é o canal dielétrico a ser sensoriado e o meio 3 é o filme metálico.

Fabricar um canal dielétrico com a precisão exigida para acoplamento crítico é difícil. Tal dificuldade pode ser a razão pela qual a configuração de Otto não é comumente implementada para sensores ópticos práticos. Por outro lado, a configuração de Otto traz benefícios como o emprego de superfícies metálicas mais espessas, o que diminui as perdas ópticas. Estas perdas são causadas pelo aumento do tempo médio de colisão causado pela dimensão diminuída da espessura do filme (KRETSCHMANN, 1971), além da perda devido à interação da onda incidente com a camada de adesão. Esta configuração também permite o uso de substratos opacos o que leva à possibilidade de materiais como o silício, por exemplo, compatíveis com a tecnologia CMOS (*Complementary Metal-Oxide-Semiconductor*) e todos seus benefícios de desempenho e fabricação, além da possibilidade da integração de tecnologias microfluídicas e microeletrônica. Também é possível fabricar canais finos, de aproximadamente dois comprimentos de onda, o que permite análise de volumes de amostras consideravelmente menores do que na configuração de Kretschmann (FONTANA et al., 2015).

3 MATERIAIS E MÉTODOS

Neste capítulo o sujeito de estudo, o dispositivo Otto Chip, é discutido em termos da necessidade de sua criação e descrição da fabricação de suas diferentes versões. Além disso, as técnicas e métodos utilizados são expostos e discutidos em termos da necessidade de uma pesquisa descritiva à respeito do dispositivo Otto Chip.

3.1 Dispositivo Otto Chip

O Otto Chip é um dispositivo microfabricado em substrato de silício desenvolvido por Fontana et. al (FONTANA et al., 2015). A configuração de Otto permite o emprego de filme metálico espesso garantindo propriedades similares à do material volumétrico, o que fornece menos perdas ópticas. Esta configuração é, usualmente, evitada devido à dificuldade de implementar uma espessura de canal dielétrico sem prejudicar o acoplamento plasmônico na interface e, ao conhecimento do autor, é única plataforma fabricada baseada nesta configuração, além de ser implementada em substrato opaco, o que permite futuras integrações com circuitos eletrônicos fabricados no mesmo substrato. O canal dielétrico (*gap*) de ordem micrométrica também permite análise de volumes pequenos sem presença de volume morto dentro do dispositivo.

Foram construídos dispositivos em cinco diferentes versões, sendo quatro delas objeto de estudo neste trabalho. Três destas versões apresentam *gap* de espessura única, sendo elas aqui denominadas configuração Padrão, sem furos e sem selamento. A quarta versão traz um dispositivo com *gap* de espessura variável, diferenciando-se em dimensões e geometria dos filmes metálicos.

Como ilustra a Figura 9, para fabricação do dispositivo Otto Chip (FONTANA et al., 2015) uma pastilha de silício é usada e inicialmente uma cavidade de $2,5\ \mu\text{m}$ é formada no substrato de silício por meio do processo de corrosão iônica reativa profunda - DRIE - e uma camada de resina fotosensível positiva (PR) é usada como máscara óptica. Após a remoção da resina um filme de Cr de 10 nm é depositado na superfície do silício seguido de uma camada de Au de 300 nm. A camada de Cr é utilizada para fins de adesão ao silício. A parte inferior do dispositivo foi marcada pelo processo Bosch DRIE usando uma máscara de alumínio, a fim de garantir a entrada e saída do canal. Por fim, o dispositivo é selado por uma camada de quartzo fundido pelo método de selagem assistida por plasma de oxigênio. As medições que podem ser feitas com essa estrutura consistem, basicamente, na detecção da variação do índice de refração da amostra dentro do canal. A Figura 10 mostra as dimensões do dispositivo e o produto final.

A versão fabricada sem furos apresenta um processo de fabricação similar à versão Padrão, porém a última etapa indicada pela Figura 9(h) não é feita, resultando em um *chip* similar

porém sem acesso ao canal.

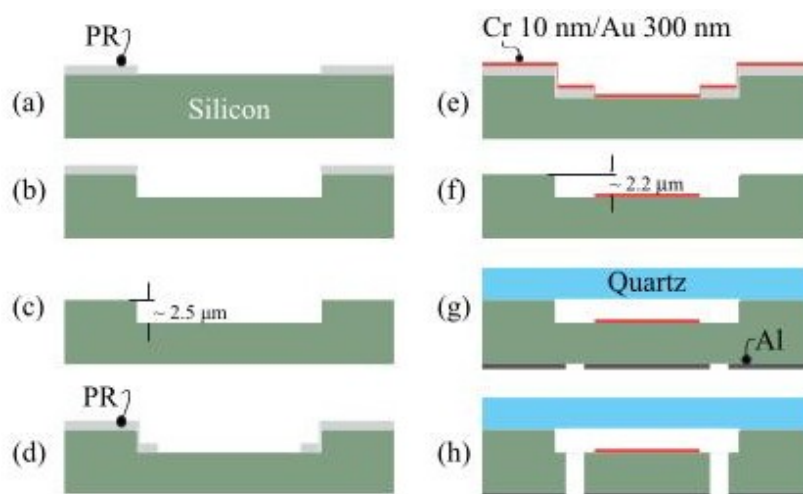


Figura 9 – (a) Resina fotosensível depositada. (b) Cavidade é produzida pelo processo DRIE. (c) Remoção da resina. (d) Resina fotosensível positiva é adicionada. (e) Metalização. (f) Remoção da resina positiva. (g) Quartzo é selado. (h) Canais são produzidos através da máscara de Al.

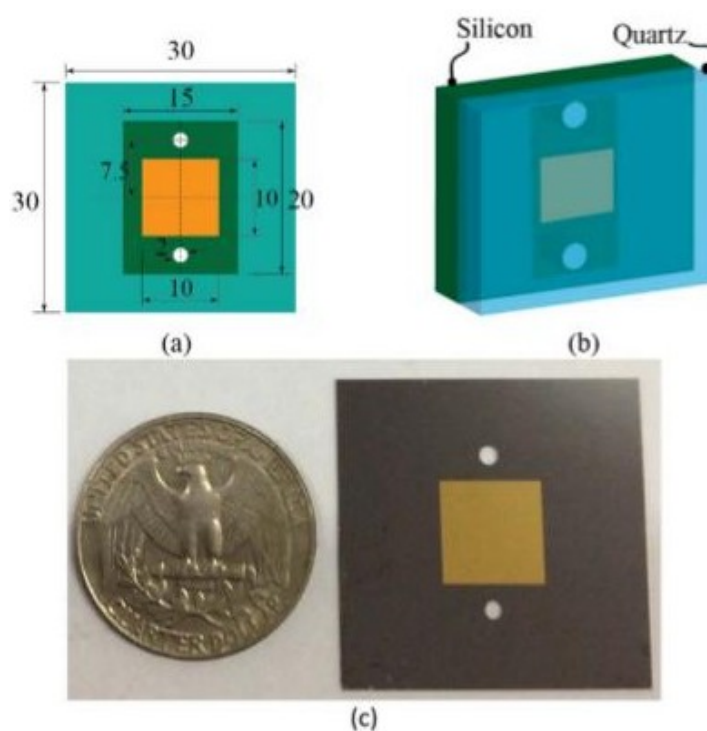


Figura 10 – (a) Dimensões do chip. (b) Ilustração tridimensional. (c) Imagem comparativa com moeda US *quarter dollar*.

A versão sem selamento também possui processo de fabricação similar e mesmas dimensões, porém não é realizada a etapa de selamento, como mostra a Figura 11(g) (NETO et al., 2016).

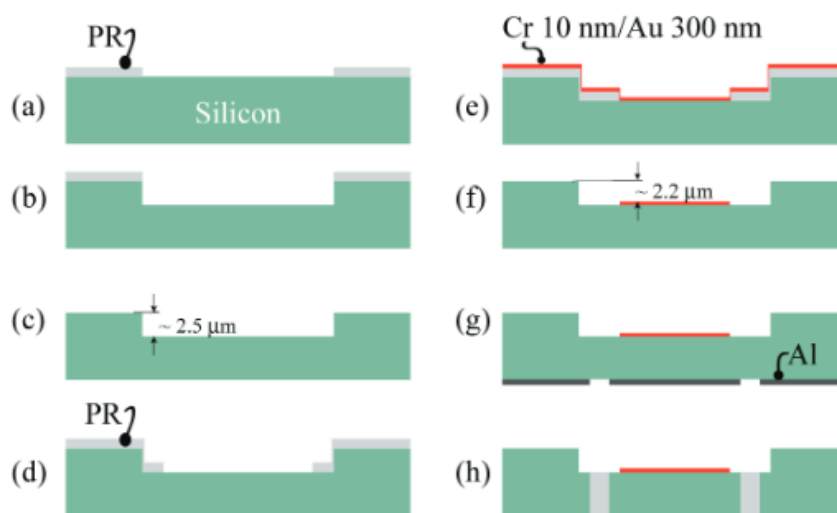


Figura 11 – (a) Resina fotosensível depositada. (b) Cavidade é produzida pelo processo DRIE. (c) Remoção da resina. (d) Resina fotosensível positiva é adicionada. (e) Metalização. (f) Remoção da resina positiva. (g) Máscara de Al é depositada. (h) Canais são produzidos através da máscara de Al.

A partir de procedimentos de fabricação similares, o dispositivo de *gap* com espessura variável, denotado por Otto Chip *multigap*, é fabricado com o uso de múltiplas máscaras. Além de dimensões reduzidas para 11,4 mm de lado o canal é fabricado com espessura gradativa. Foram fabricados 6 *chips* de filme retangular e 5 de filme circular em um lote, sendo apenas um dispositivo de filme retangular investigado neste trabalho. As etapas de fabricação para *chip* com filme retangular são exibidas na Figura 12.

Para a fabricação do *chip* com filme retangular foram usadas quatro máscaras, são feitas cavidades de 1,8, 2,3, 2,8 e 3,3 μm a partir do processo DRIE. Em seguida, é depositado um filme de 10 nm de Cr seguido de 200 nm de Au e uma camada de 500 μm de quartzo é selada ao Si por meio do processo de selagem assistida por plasma de oxigênio como ilustrado na Figura 12.

Apresentamos esquematicamente as dimensões dos *gaps* e o dispositivo real nas Figuras 13 e 14, respectivamente, assim como a ilustração denotando o espaçamento entre o filme metálico e a cavidade na Figura 15.

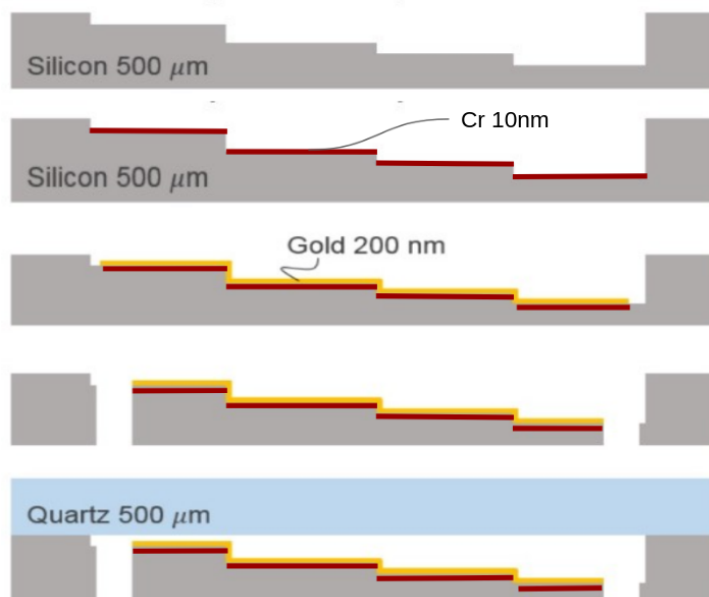


Figura 12 – Etapas de fabricação do dispositivo com espessura de canal variável.

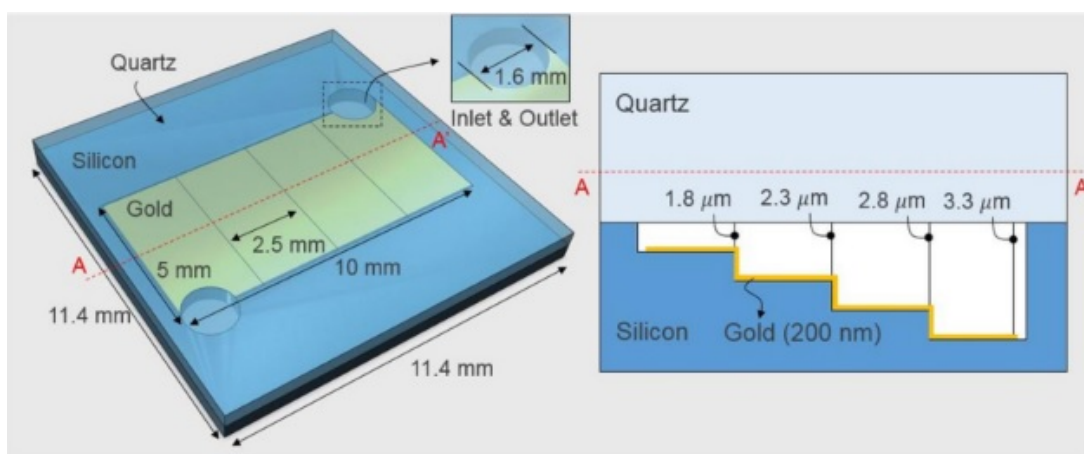


Figura 13 – Ilustração tridimensional.

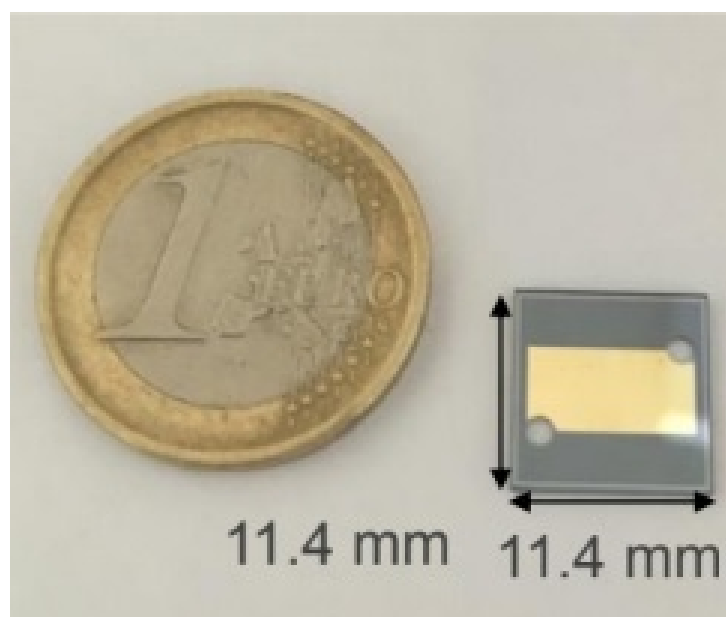


Figura 14 – Dispositivo real para comparação com moeda do Euro.

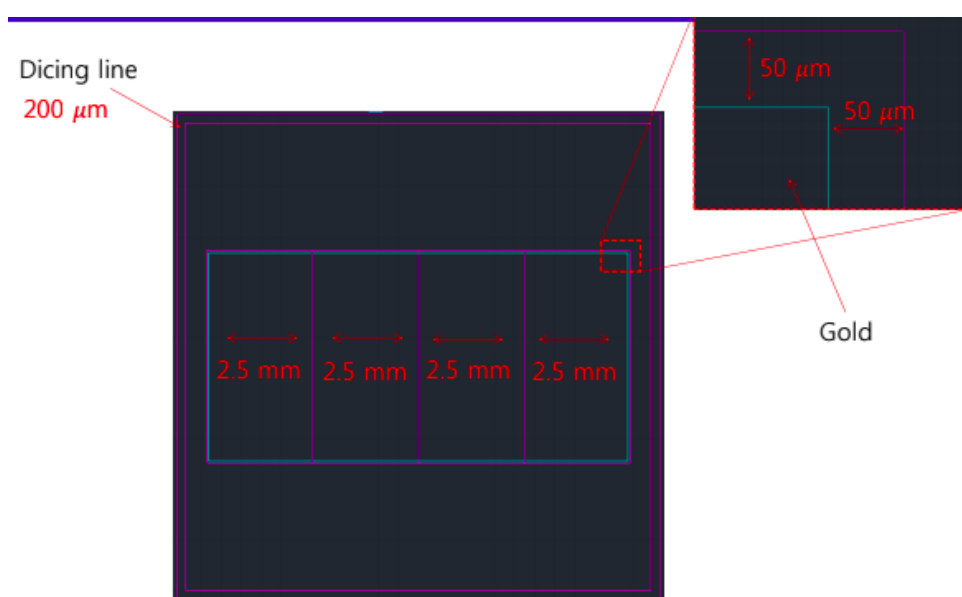


Figura 15 – Espaçamento entre o filme metálico e a cavidade.

Tabela 1 – Tabela comparativa de dispositivos Otto Chip

<i>Característica/Dispositivo</i>	Padrão	Sem selamento	Sem furos	Multigap
Gap variável	-	-	-	X
Selagem anódica	X	-	X	X
Entrada/saída para canal	X	X	-	X

A Tabela 1 traz, em resumo, as principais características de cada dispositivo, sendo o **X** o indicativo de presença da característica em questão e -, o indicativo de ausência da mesma.

3.2 Reflectômetro Automatizado e Montagem Experimental

3.2.1 Montagem Experimental

Para conduzir um trabalho de caracterização, é necessária uma plataforma que permita o desenvolvimento de uma pesquisa de caráter descritivo, ou seja, exige-se que seja possível descrever os dispositivos objeto de estudo no que diz respeito à qualidade do selamento, região ativa, denotada pela região metalizada em que foi possível observar efeito RPS, e possíveis desgastes nas múltiplas camadas do dispositivo.

Para realizar os experimentos faz-se o uso de um reflectômetro automatizado (CAVALCANTI, 2008) que garante a varredura angular necessária para excitar o plásmon de superfície. Tal sistema é esquematizado na Figura 16. É utilizado um laser 975.1 nm cujo feixe ocupa região elíptica de aproximadamente 1,4 x 1mm na superfície, com maior dimensão paralela ao plano de incidência, e um prisma de acoplamento de vidro BK7. Parte do feixe é refletido no semi-espelho S e detectado pelo fotodetector D_2 , a intensidade recebida neste fotodetector é o sinal de referência para eliminar flutuações de intensidade do laser. Em seguida, o feixe incide no prisma e é detectado no fotodetector D_1 após ser refletido na face superior. A razão dos sinais D_1/D_2 é a medida da reflectância da estrutura.

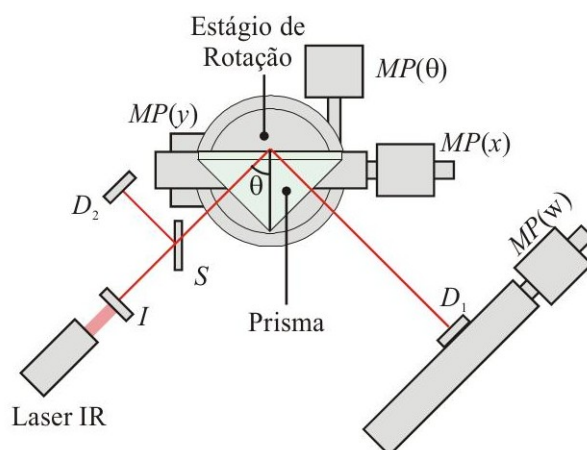


Figura 16 – Reflectômetro automático: I - Íris, S - Semi-espelho, D_1 - Fotodetector de saída, D_2 - Fotodetector de referência, $MP(\theta)$ - Motor de passo de rotação, $MP(x)$ - Motor de passo da direção x, $MP(y)$ - Motor de passo da direção y, $MP(w)$ - Motor de passo para correção de D_1 e θ - Ângulo de incidência.

Os sinais de D_1 e D_2 são enviados para uma placa de aquisição de dados DAS-16 (Keythley-Metrabyte) para processamento. O motor de passos $MP(\theta)$ é necessário para garantir a varredura angular e consequentemente excitar o plásmon de superfície, $MP(x)$ e $MP(y)$ são importantes para acessar diferentes pontos da superfície do sensor. O motor $MP(w)$ é responsável por garantir que, durante a variação angular do experimento, o fotodetector D_1 continue recebendo o feixe de saída.

Este reflectômetro permite realizar medições de reflectância em diversos pontos espalhados em uma matriz 11×11 com espaçamento configurável de resolução micrométrica, isso significa que podemos realizar mais ou menos medidas nas regiões de interesse. O equipamento permite resolução angular de até $0,05^\circ$. Este equipamento foi utilizado para caracterização de todos os dispositivos apresentados neste trabalho.

Após a caracterização dos dispositivos relatados neste trabalho, o equipamento em questão apresentou problemas referentes à alimentação do sistema de controle e comunicação com o computador onde era hospedado a interface do usuário. Devido ao mau funcionamento do equipamento durante os experimentos, uma nova etapa foi adicionada no decorrer da execução do trabalho de pesquisa, que foi o projeto de um novo reflectômetro automatizado. Este projeto tinha como principal requisito a fácil e rápida manutenção para evitar longos hiatos nos experimentos realizados através desta plataforma. Os detalhes deste projeto são descritos a seguir. Notavelmente, os dados experimentais que são exibidos no Capítulo 4 foram obtidos anteriormente à observação de comportamento defeituoso no reflectômetro empregado em tais medições.

3.2.2 Projeto de Novo Reflectômetro de Varredura

Diante da necessidade de projetar um novo reflectômetro automatizado, foram definidos requisitos com a finalidade de guiar o projeto e refletir as necessidades técnicas, operacionais e de manutenção da máquina de forma que o novo sistema se adeque à infraestrutura do laboratório no qual vai operar. Com isso, os seguintes requisitos são definidos.

- Compatibilidade com o sistema anterior.
- Uso mínimo de componentes mecânicos.
- Medição estacionária.
- Controle bidimensional com precisão milimétrica.
- Controle angular com precisão maior ou igual a $0,01^\circ$.
- Rápida manutenção e de baixa complexidade.
- Resolução de leitura analógica maior ou igual a 1mV.

- Funcionalidade *Plug and Play*.
- Possibilidade de operação remota.

A partir destes requisitos o projeto foi delineado.

O reflectômetro foi projetado com uma modificação na estrutura óptica e mecânica do equipamento anteriormente utilizado. O mecanismo de translação do fotodetector D_1 através do motor $MP(w)$ foi substituído por uma lente, simbolizada como L na Figura 17. Esta modificação foi feita para reduzir componentes móveis do sistema e diminuir o tempo de execução do experimento. Na versão anterior do reflectômetro, o fotodetector D_1 buscava a posição de máximo sinal detectado, o que adicionava um retardo significativo na detecção do sinal. Com a lente, o feixe refletido está sempre iluminando a região ativa do fotodetector, reduzindo assim, significativamente, o tempo de aquisição de sinal pelo sistema.

Esta lente tem diâmetro de 5 cm e distância focal de 5 cm, o que garante um ângulo de aceitação de até aproximadamente $26,56^\circ$ para um fotodetector posicionado no foco. Os experimentos referentes ao efeito RPS geralmente utilizam variações de ângulo menores do que 10° (NETO et al., 2016; CAVALCANTI, 2008; SANTOS G. F. FERNANDES, 2018; FONTANA et al., 2015). Medições apresentadas neste trabalho utilizam variação angular de 5° . Outros elementos do sistema óptico e mecânico do reflectômetro permanecem sendo utilizados no novo equipamento, como também exibido na Figura 17. Esta etapa busca cumprir o requisito de uso mínimo de componentes mecânicos no sistema, o que prolonga a vida útil do reflectômetro.

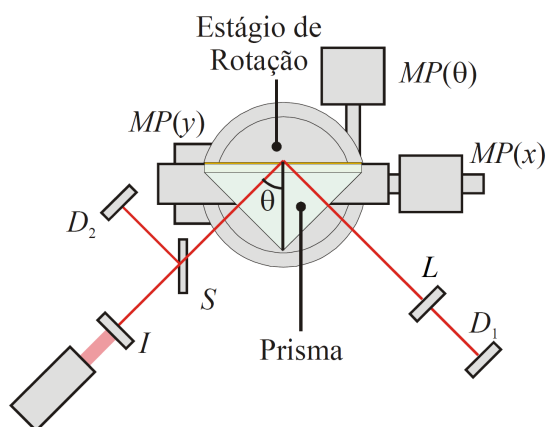


Figura 17 – Representação do reflectômetro automatizado: I - Íris, S - Semi-espelho, D_1 - Fotodetector de saída, D_2 - Fotodetector de referência, $MP(\theta)$ - Motor de passo de rotação, $MP(x)$ - Motor de passo da direção x, $MP(y)$ - Motor de passo da direção y, L - Lente

Para satisfazer o requisito de medição estacionária e garantir que a medição continue sendo feita no mesmo ponto da face superior do prisma, é necessária uma correção linear. Esse problema foi explorado por Fontana e Cavalcanti (FONTANA; CAVALCANTI, 2013). O artigo explicita uma expressão para correção linear, neste projeto implementada pelo motor de passo

MP(x), que deve ser considerada para que a medição não seja feita em pontos diferentes ao rotacionar. O problema é ilustrado na Figura 18 e para w sendo a posição inicial na qual o feixe atinge a superfície, a expressão para correção linear pode ser encontrada na expressão.

$$d = -w + \frac{1}{\cos(\alpha + \theta)} \{ 2\sin(\theta/2)[(-l + \alpha/2)\sin(\alpha + \theta/2) + r\cos(\alpha + \theta/2)] - \frac{(w + \alpha/2)\sin\alpha\sin(\theta - \theta_r)}{\cos(\theta_r)} \} \quad (3.1)$$

com,

$$r = \frac{\alpha}{\cot(\alpha/2) + \cot(\beta/2)}, \quad (3.2)$$

$$l = \alpha \frac{\sin(\beta/2)\cos(\alpha/2)}{\sin[(\alpha + \beta)/2]}, \quad (3.3)$$

e

$$\theta_r = \cos^{-1} \left(\frac{1}{n} \sqrt{n^2 - \sin^2(\theta)} \right), \quad (3.4)$$

sendo n o índice de refração do prisma utilizado. As variáveis em questão são representadas no esquema exposto na Figura 18.

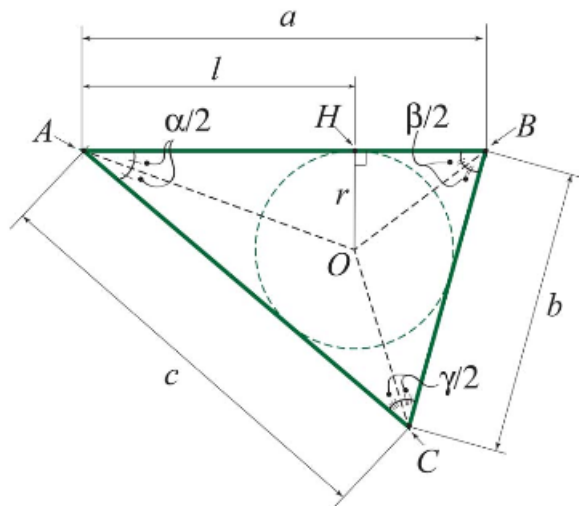


Figura 18 – Vista superior do prisma e parâmetros.

Para realizar as medições de forma precisa e automatizada, um módulo de controle e aquisição para o reflectômetro foi projetado. Os detalhes deste projeto são discutidos a seguir.

3.2.3 Módulo de Controle e Aquisição

O projeto do Módulo de Controle e Aquisição (MCA) visa acelerar o tempo de execução de experimentos assim como minimizar erros de medição. O reflectômetro necessita de controle simultâneo de três motores de passo, além de aquisição de leituras analógicas provenientes dos fotodetectores. O sistema a ser projetado deve ser de fácil operação em que apenas parâmetros do experimento a ser feito são entregues ao MCA. É importante também que este módulo seja construído com componentes de fácil acesso no mercado de componentes eletrônicos, viabilizando manutenção e reparos futuros. Estes requisitos apontam para um sistema onde os reparos, manutenções e modificações sejam realizadas o mais rápido possível, fazendo assim com que o sistema nunca fique estagnado por longos períodos de tempo.

O projeto se inicia com a escolha de um microcontrolador que supra as necessidades estipuladas nos requisitos. Dentre os dispositivos disponíveis comercialmente de forma abundante são selecionados o ATmega328p produzido pela *Atmel Corporation*, STM32 produzido pela *STMicroelectronics* (STMICROELECTRONICS, 2020) e ESP32 produzido pela *Espressif Systems* (SYSTEMS, 2021). Dentre estas três opções o microcontrolador empregado foi o ESP32, escolhido pela sua robustez, com uma frequência de *clock* ajustável de até 240 MHz e memória *flash* de 4 MB. A memória RAM de 520 KB se demonstra suficiente para as variáveis utilizadas nesse projeto. O microcontrolador ainda possui antena embutida para conexão sem fio via protocolo Wi-Fi IEEE 802.11 e Bluetooth 4.2, o que pode ser explorado para acesso remoto e demais funcionalidades que envolvam conectividade em etapas futuras de desenvolvimento. Este *chip* ainda permite criação de partições de memória, o que possibilita a atualização remota de *firmware* garantindo ainda mais controle sobre a máquina a distância.

A placa possui ADC interno de 12 bits com leitura em uma faixa de tensão de 0 V à 3,3 V. Existe uma limitação no conversor deste microcontrolador, pois há uma não-linearidade na conversão no início e no fim da faixa de leitura. Essa zona "morta" vai de 0V até 0,1 V e de 3,2 V até 3,3 V, significando que o ADC não diferencia 0V de 0,1 V e nem 3,2 V de 3,3 V. Esse problema pode ser contornado com uma linearização da curva de conversão. Porém, essa não-linearidade não apresenta riscos à leitura, pois os circuitos fotodetectores utilizados fazem uso de potenciômetro para ajuste de tensão de saída. Isso traz a possibilidade de adequar a leitura para a faixa de tensão desejada. Com este aparato é possível fazer medições na faixa de 0,1 V à 3,2 V com uma resolução de 0,8 mV, o que é suficiente para os experimentos à serem realizados e obedece o requisitos de resolução menor ou igual a 1 mV.

Outra vantagem deste microcontrolador é a possibilidade de ser programado utilizando *framework* Arduino, conferindo uma programação de fácil acesso e maior compatibilidade entre protótipos e produto final. Essa questão pode ser útil caso futuros reparos sejam feitos por estudantes de graduação, já que é uma ferramenta amplamente conhecida e utilizada no curso de Engenharia Eletrônica, além de diminuir o tempo de desenvolvimento do sistema.

O *driver* utilizado para mover os motores de passo é o A4988. Essa placa é útil para controlar motores bipolares ou híbridos. O *driver* é controlado digitalmente de forma que seu uso é executado diretamente através dos pinos da DevKit V1. É possível alcançar correntes de até 1A sem a necessidade de gerenciamento térmico, mas o dispositivo é capaz de entregar correntes de até 2A caso haja controle de temperatura. Um esquemático de conexão para o A4988 é visto na Figura 19. A corrente que o *driver* entrega é ajustada diretamente na placa através de um potenciômetro, de forma que não é necessário uso de componentes externos ao A4988 para isso.

Do ponto de vista lógico, o A4988 trabalha em 5V ou 3,3 V, o que o torna possível a conexão direta com a DevKit V1 sem a necessidade de condicionamento de potência, já que esta placa opera em 3,3 V. Para a alimentação dos motores, este módulo traz dois pinos, um de alimentação e outro para terra. O fabricante alerta pela sensibilidade da placa à variações de tensão de alimentação dos motores e por isso esse projeto é feito com um capacitor de 100 μ F em paralelo com a alimentação para evitar flutuações de potência.

Por último, o A4988 permite subdivisão do passo dos motores em até 1/16, o que garante maior precisão angular no reflectômetro e isso é feito digitalmente de forma que a subdivisão é controlada pela DevKit V1 dependendo do valor de ângulo que o usuário deseja rotacionar. Esse modo de operação do *driver* permite alcançar as precisões necessárias para o movimento bidimensional e rotação angular.

O motor utilizado é um NEMA 17, motor bipolar que opera em 2.55 V de tensão elétrica e 1.7 A de corrente por fase, devido a isso devem ser empregados dissipadores nos *drivers*. O motor possui torque de 4.2 kgf e possui resolução angular de 1.8° por passo.

O MCA se resume então a uma única placa de circuito impresso (PCI), composta por uma placa de desenvolvimento baseada em ESP32, a DevKit V1 que é vista na Figura 20, três *drivers* de motor de passo A4988 e um capacitor eletrolítico.

Verifica-se que o requisitos de rápida manutenção e baixa complexidade é atendido considerando que o sistema final possui componentes de fácil acesso e modificações e reparos podem ser feitas com facilidade em termos de *hardware* e também do *software* executado pelo microncontrolador.

O esquemático e *layout* da PCI são etapas feitas pela ferramenta KiCAD, alternativa *open-source* para projetos de placas de circuito impresso. É possível verificar o esquemático, modelo tridimensional CAD (*Computer Aided Design*) para a placa final e o *layout* contendo as trilhas do circuito para o módulo de controle e aquisição à ser empregado no reflectômetro automatizado nas Figuras 21, e 22, respectivamente. A PCI final do MCA fabricada e com os componentes montados pode ser vista na Figura 23.

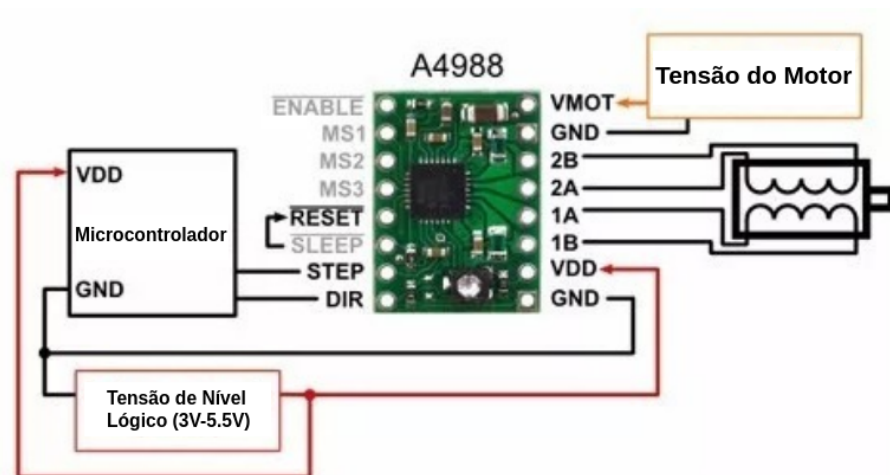
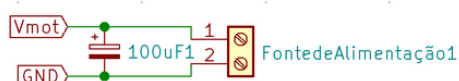


Figura 19 – Pinagem para *Driver* de motor de passo A4988.



Figura 20 – Placa de Desenvolvimento ESP32 DevKit V1.

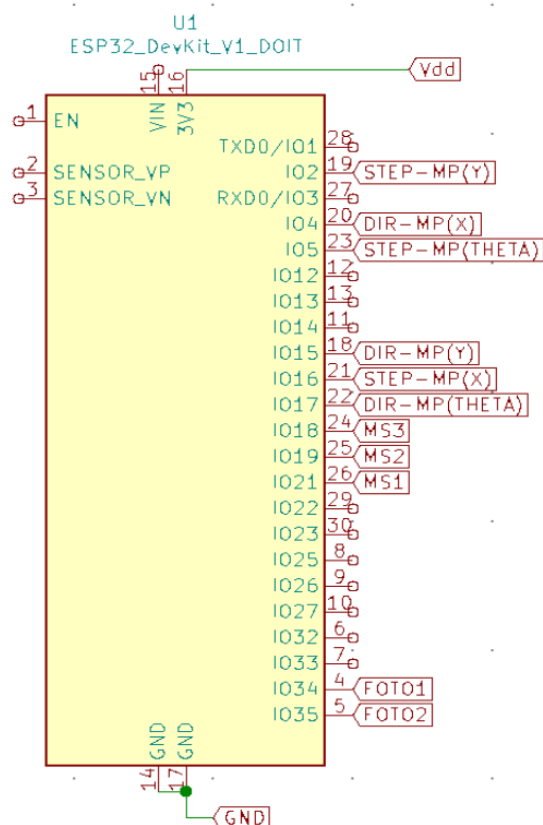
Entrada Fonte de Alimentacao



ENTRADA – Fotodetectores



Módulo – ESP32 DevKit V1



DRIVERS – Motores

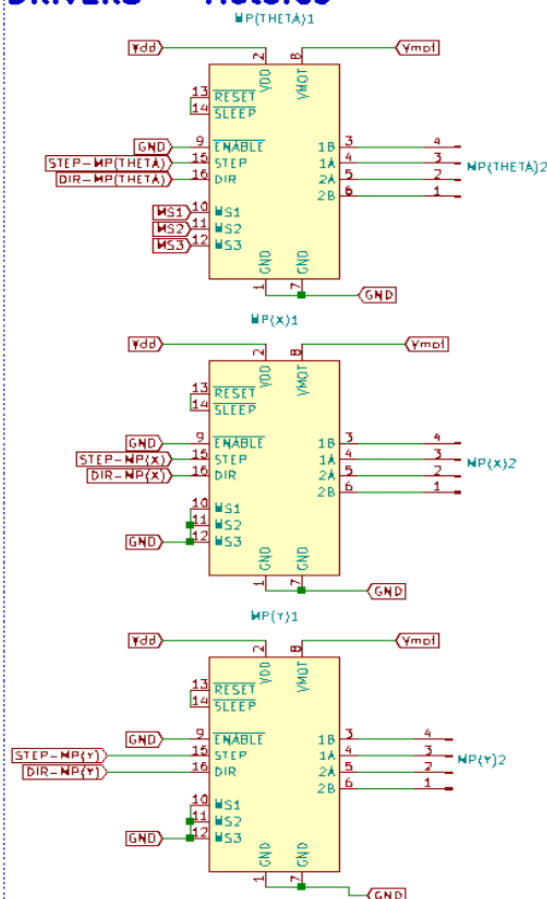


Figura 21 – Esquemático para Módulo de Controle e Aquisição

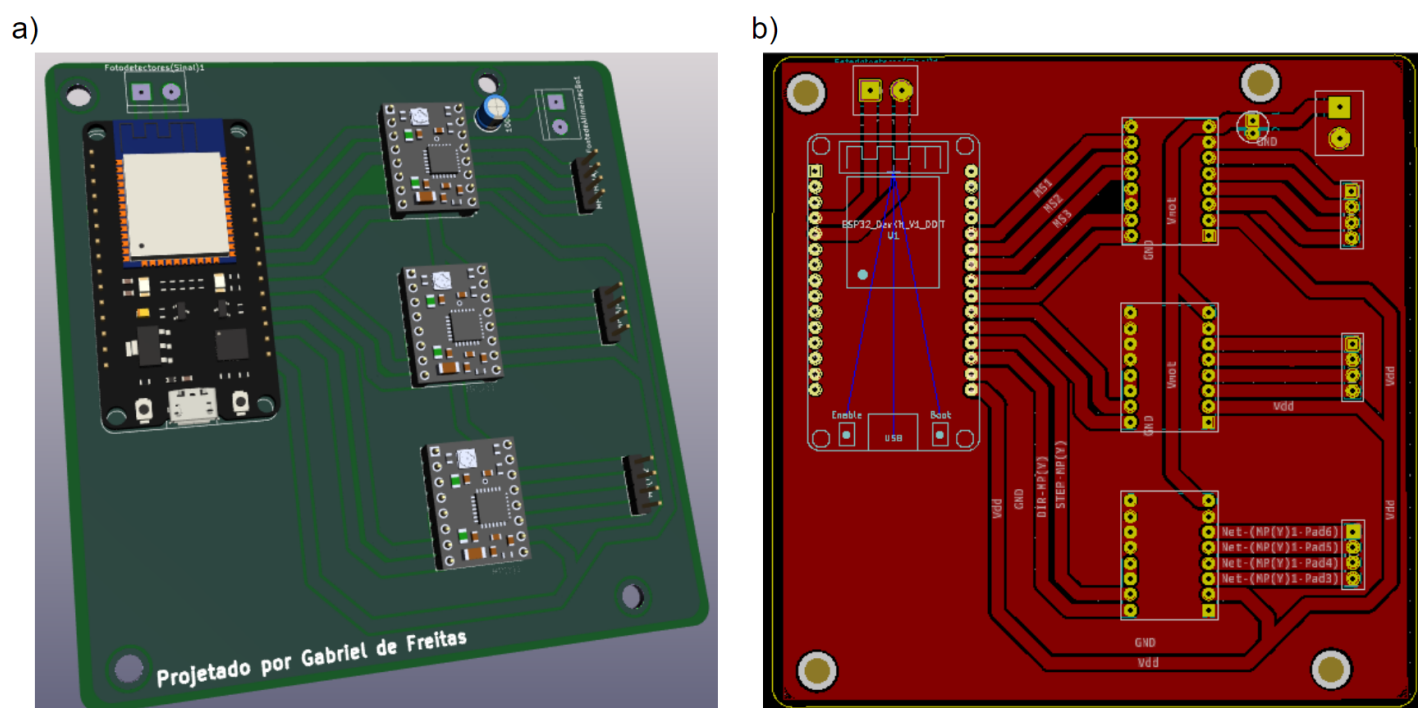


Figura 22 – Modelo CAD para Módulo de Controle e Aquisição e *Layout* da PCI.

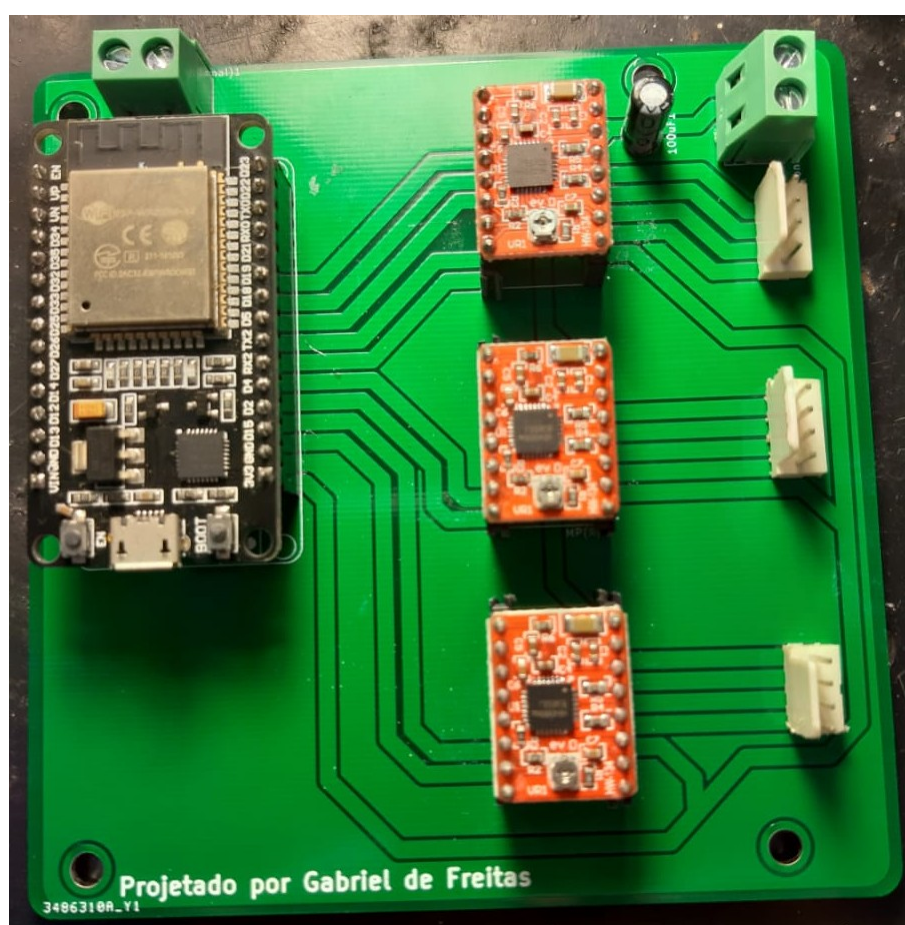


Figura 23 – PCI Fabricada

Para garantir a compatibilidade com o sistema anterior, o novo sistema deve fazer medições em uma matriz 11x11 de pontos sobre a superfície do prisma. Além disso o espaçamento entre cada ponto de medição, ou célula, deve ser configurável. Este requisito deve ser implementado pelo *software* executado pelo microcontrolador, assim como o almejo por um sistema *Plug and Play*, ou seja, um módulo que possa ser acoplado e desacoplado do sistema optomecânico e também do computador que se comunica com o MCA e recebe os dados dos experimentos. O fluxograma na Figura 24 sumariza o funcionamento do *software* embarcado e operação geral do sistema. Inicialmente o usuário calibra e alinha o sistema optomecânico e em seguida fornece ao MCA dados de espaçamento entre células, variação angular, precisão angular, denotada na imagem por δ , e células a serem medidas. O sistema inicia o algoritmo aplicando o espaçamento recebido do usuário e em seguida se move até a primeira célula a ser medida, rotaciona a amostra em $\pm\delta$, adquire valor de tensão proveniente dos fotodetectores e envia dado do ponto no formato de uma variável *string* da forma "((Medida de Reflectância, Ângulo))" via Serial. Em seguida o sistema verifica se a variação angular desejada foi completa, senão volta a etapa de rotação, aquisição e envio. Caso a variação necessária tenha sido completa o MCA comunica o fim da medição na célula em questão e um arquivo com dados deste experimento é criado no computador que se comunica com o MCA. Além disso, o sistema verifica se todas as células estipuladas pelo usuário foram medidas, caso negativo o algoritmo volta para a etapa de movimentação bidimensional até a célula desejada, caso positivo indica o fim do processo.

Com a PCI fabricada, as etapas posteriores são as de calibração dos subsistemas de aquisição, movimento bidimensional, rotação angular, além de integração dos subsistemas e caracterização de *offset* angular causado pela folga do esquema de parafusos utilizados no sistema mecânico do reflectômetro. Estas etapas estão sendo executadas pelo autor junto ao grupo de pesquisa.

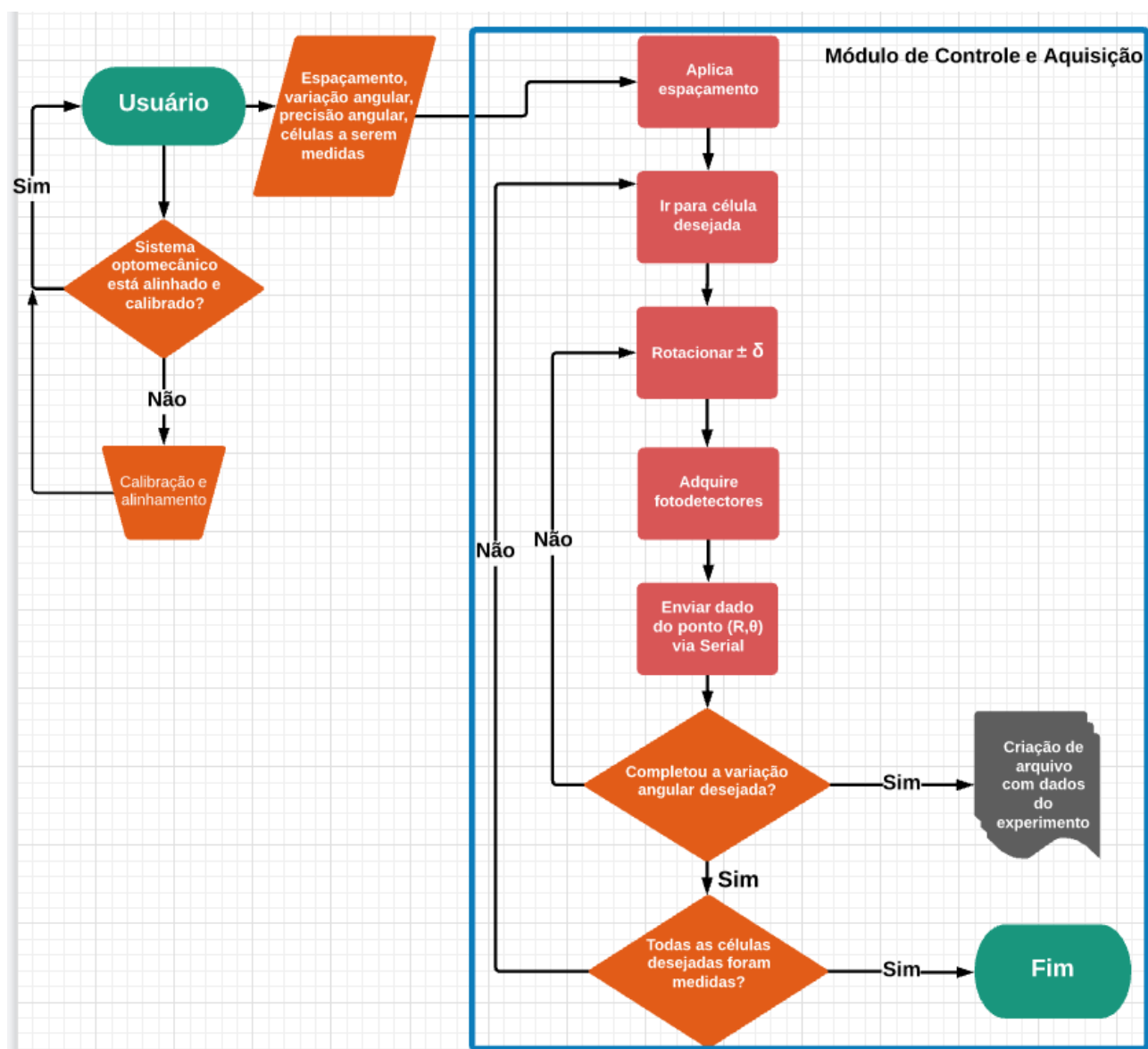


Figura 24 – Fluxograma do funcionamento do Reflectômetro Automatizado.

4 RESULTADOS E DISCUSSÃO

Este capítulo descreve os resultados obtidos para caracterização de quatro diferentes versões de dispositivos Otto Chip. A caracterização destes dispositivos se dá por medições de reflectometria óptica para mapeamento de região ativa do dispositivo, definida pela área do filme metálico em que é possível observar efeito RPS, e regiões de não-uniformidades no selamento entre quartzo e silício além de imagens de microscopia óptica para visualização de regiões desgastadas e identificação de demais problemas.

4.1 Resultados Experimentais

4.1.1 Reflectometria Óptica

A etapa de reflectometria óptica é conduzida para mapeamento topográfico de regiões do dispositivo, como mencionado. Esta medida é feita com o emprego do reflectômetro automatizado descrito no capítulo anterior deste trabalho e permite investigar 121 pontos na superfície do Otto Chip. Os pontos de medição estão espaçados entre si por uma distância de 2 mm, pontos estes que atingem a região metálica mas também regiões da cavidade e de selamento entre Quartzo e Si.

Um simulador foi desenvolvido em *Mathematica* para ajustar qualitativamente os parâmetros ópticos e estruturais do dispositivo aos dados obtidos experimentalmente. Tal ajuste é feito em comparação a valores disponíveis na literatura (JOHNSON; CHRISTY, 1972).

Esta primeira análise permite identificar regiões onde há uniformidade do canal dielétrico na região ativa, a qualidade da adesão entre o quartzo e silício e a topografia aproximada da região desgastada de silício perto dos limites físicos do dispositivo (SANTOS G. F. FERNANDES, 2018). As figuras a seguir mostram a posição aproximada do feixe do laser e a curva de reflectância experimentalmente obtida naquele ponto, assim como a curva teórica correspondente.

Na Figura 25 tem-se uma curva medida na região ativa do ouro, claramente exibindo o efeito de RPS, juntamente com a curva teórica correspondente calculada para a estrutura Quartzo/Ar/Au com o valor projetado do canal tendo $d = 2,2 \mu\text{m}$.

A imagem superior na Figura 26 mostra uma curva obtida na região da cavidade onde o feixe interage com uma estrutura do tipo Quartzo/gap/Silício, acompanhada de uma curva teórica calculada para a estrutura com um canal de espessura $d = 2,5 \mu\text{m}$. A curva inferior mostra uma medição feita na região de selamento Quartzo/Si, juntamente com a curva calculada para essa interface.

Na Figura 27, a imagem superior mostra uma medição da região de selamento Quartzo/Si com um padrão diferente, provavelmente relacionado à não-uniformidade do selamento entre as

duas superfícies. A fim de comparação, é plotada a curva teórica para a estrutura quartzo/Ar/Si para um canal $d = 2,5\mu\text{m}$. Na imagem inferior temos uma medição feita em uma das perfurações do Otto Chip, a previsão teórica para a interface Quartzo/Ar.

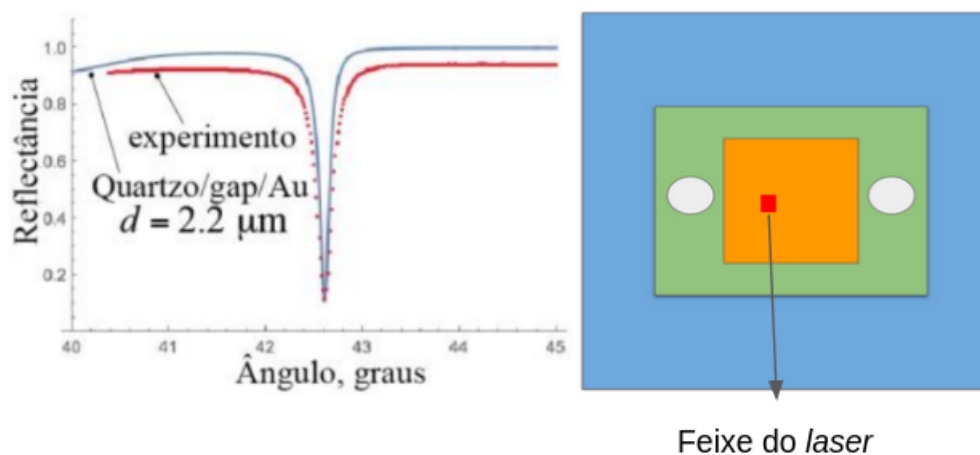


Figura 25 – Curvas experimentais de reflectância e respectivas previsões/estimativas teóricas, para uma dada localização do feixe.

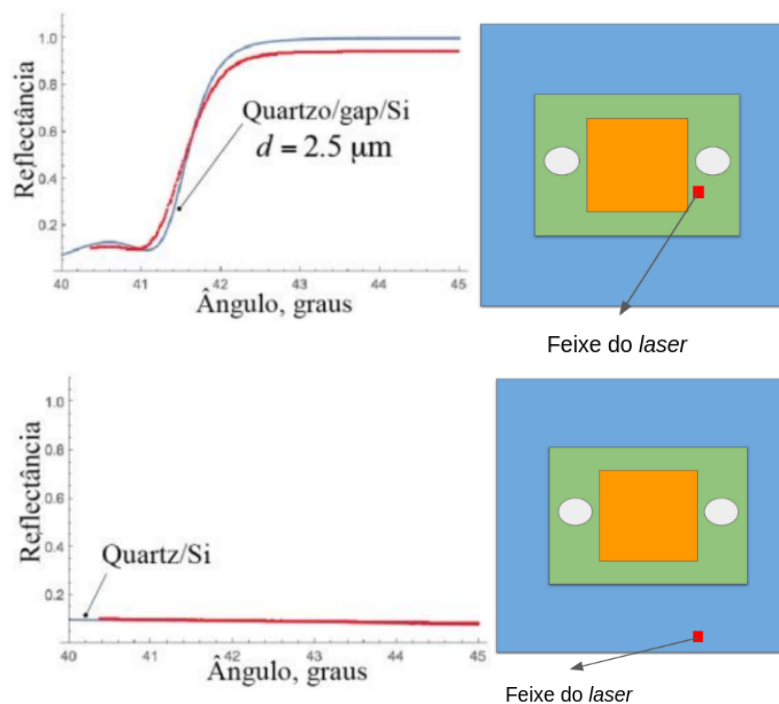


Figura 26 – Curvas experimentais de reflectância e respectivas previsões/estimativas teóricas, para diferentes localizações do feixe.

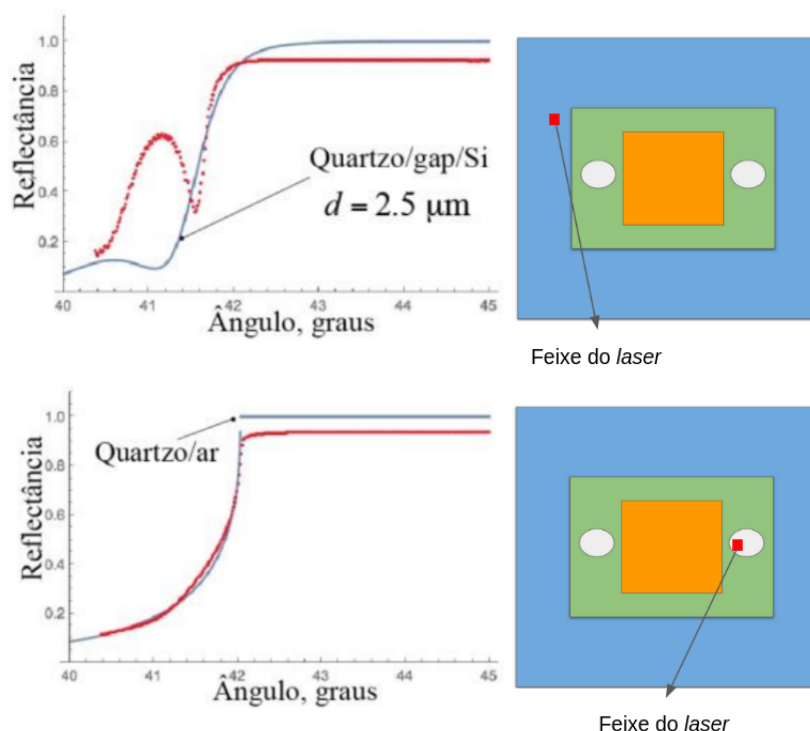


Figura 27 – Curvas experimentais de reflectância e respectivas previsões/estimativas teóricas, para diferentes localizações do feixe.

Por último, é exibida, na Figura 28, uma curva de reflectância obtida na região de transição entre Si e Au, correspondendo a uma curva com leve característica RPS e similaridade com a da região desgastada de Si.

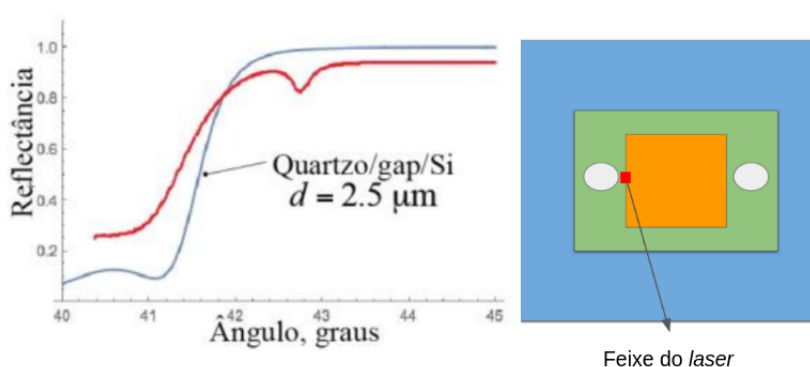


Figura 28 – Curvas experimentais de reflectância e respectivas previsões/estimativas teóricas, para diferentes localizações do feixe.

A varredura completa do Otto Chip evidencia com clareza as variadas características de reflectância da estrutura. A região de Au foi totalmente caracterizada por um total de 25 curvas. As imperfeições de fabricação do dispositivo foram mapeadas e dispostas visualmente na Figura 29. A região A mostra curvas que denotam não-uniformidade na adesão quartzo/Si.

A região ativa do dispositivo é mapeada e visualizada através de um mapa de cores na Figura 30, no qual é possível também identificar curvas de nível à fim de identificar regiões de alta, média e baixa sensibilidade a partir de uma interpolação polinomial de ordem 8. A Figura

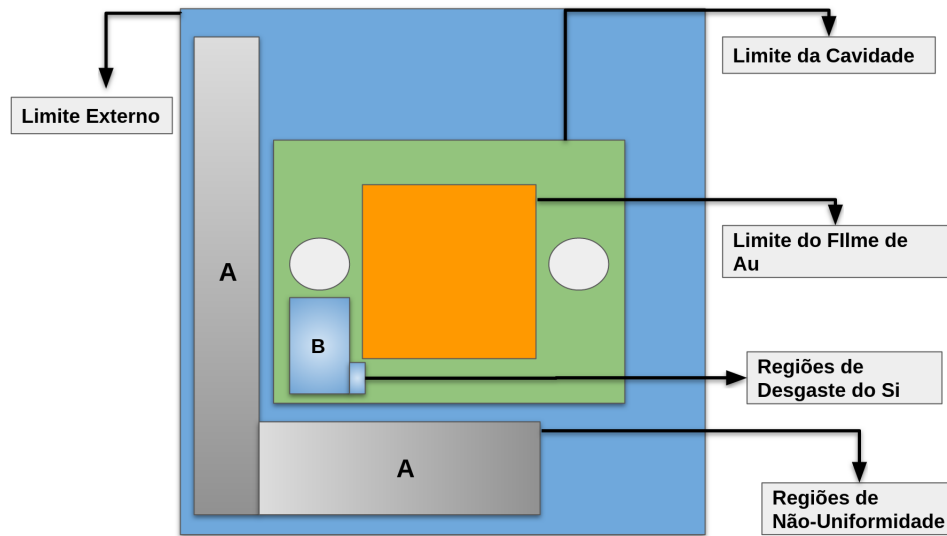


Figura 29 – Mapeamento do dispositivo Otto Chip em relação à imperfeições de fabricação.

31 ilustra tridimensionalmente a região em questão deste dispositivo e destaca o ponto medido com menor reflectância mínima, indicando o ponto de maior acoplamento plasmônico.

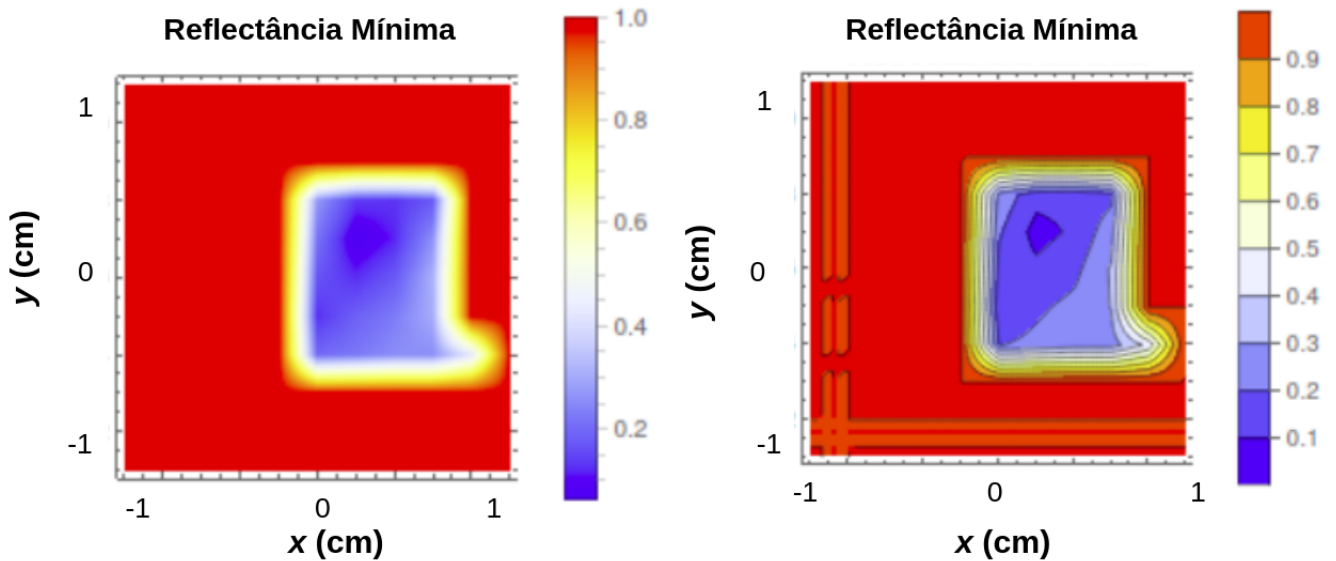


Figura 30 – Região ativa medida em dispositivo Otto Chip.

Para obter as constantes ópticas e estruturais do dispositivo, uma análise de regressão não-linear baseada em minimização do erro quadrático é feita nas curvas que apresentam comportamento ressonante, indicando um claro acoplamento plasmônico. Esse método requer a inserção de um valor inicial para cada parâmetro a ser obtido, neste caso, parte real e complexa do índice de refração do Au e espessura de canal. Os valores iniciais escolhidos são provenientes da literatura (JOHNSON; CHRISTY, 1972) e no caso da espessura do canal, o valor inicial é o mesmo estabelecido na etapa de fabricação. Tais valores são: $n_{real} = 0,22169$, $n_{complexo} = 6,3770$ e $d_{gap} = 2,2\mu m$.

O caso do ponto 72 é exibido na Figura 32 por ser o ponto medido com menor

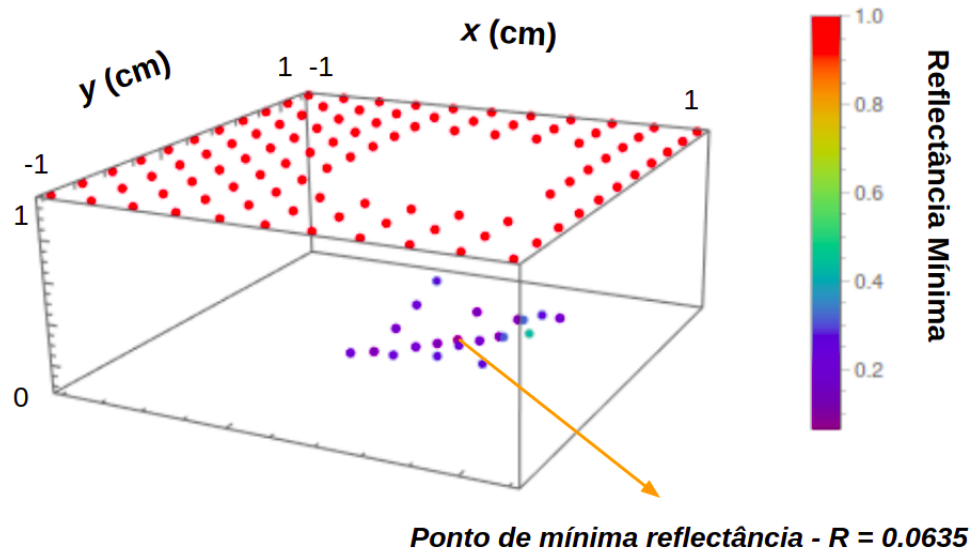


Figura 31 – Visão tridimensional de região ativa medida em dispositivo Otto Chip.

reflectância em todo o dispositivo. A Figura 32(a) mostra visualmente a concordância entre curvas experimental e proveniente da regressão. A Figura 32(b) mostra o erro individual para cada um dos 350 pontos da curva experimental e tem valor máximo de aproximadamente 0,01. A tabela na Figura 32(c) exibe os valores a e b que denotam os índices de refração real e complexo, respectivamente, além de valor denotado por gap indicando a espessura de canal. Os valores são acompanhados de erro médio, valor-t e valor-p.

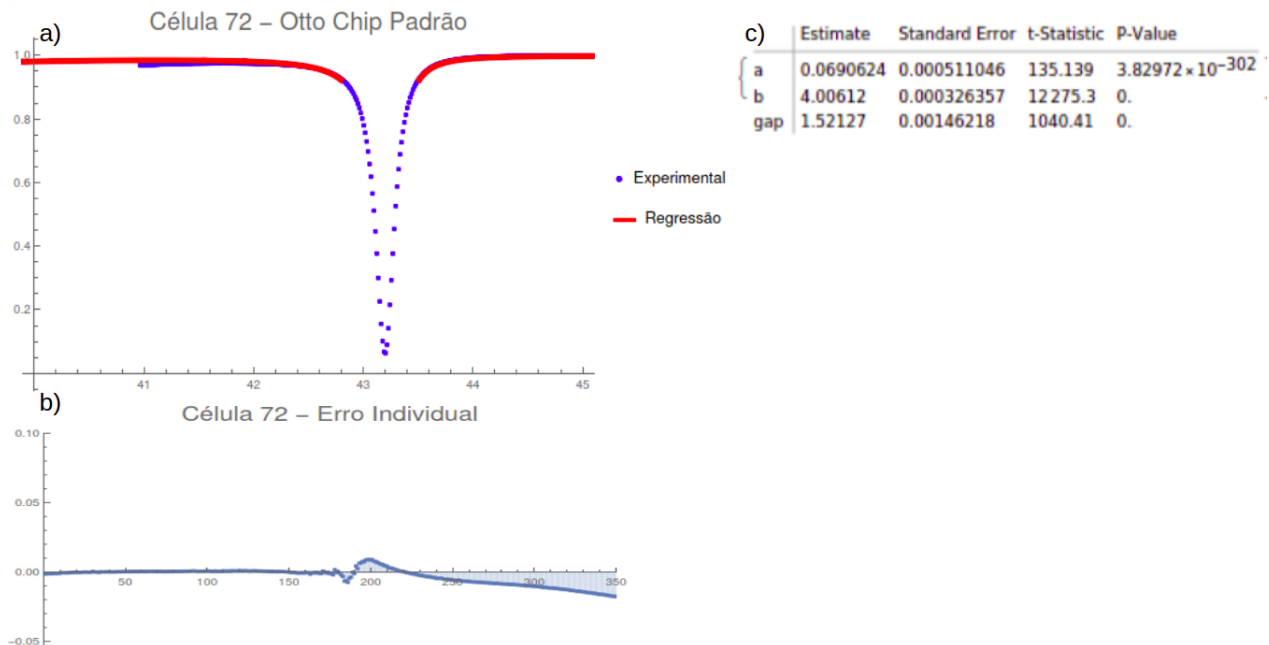


Figura 32 – Regressão não-linear - Ponto 72.

A partir das curvas obtidas pela regressão é possível calcular a sensibilidade da estrutura,

que é equacionada pela seguinte expressão:

$$S = \left\| \frac{dR}{d(n_{gap})} \right\|, \quad (4.1)$$

onde R é a reflectância da estrutura.

O gráfico na Figura 33 a seguir mostra a sensibilidade máxima calculada para cada célula onde foi observado acoplamento significativo.

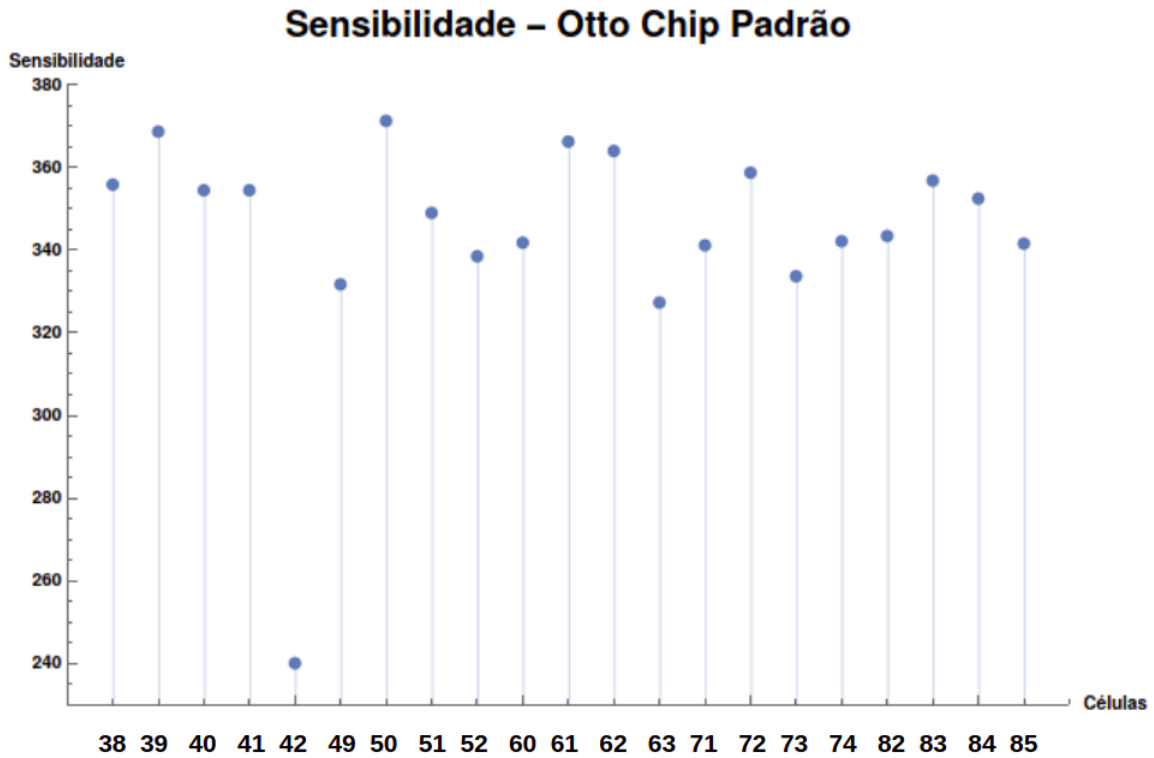


Figura 33 – Sensibilidade no Otto Chip Padrão.

O ponto de maior sensibilidade é o 50, com máxima sensibilidade de $S = 371,228$ no ângulo $\theta = 43,267$, o que é visto na Figura 34.

A Figura 35 ilustra a sensibilidade máxima em cada posição do chip.

Com o fim de investigar possíveis efeitos negativos de etapas críticas de fabricação na região ativa de uma estrutura Otto *chip*, dois dispositivos alternativos são caracterizados por reflectometria óptica, um com selamento de quartzo porém sem furos de entrada do canal e outro com furos e sem selamento. Tais etapas são o selamento por plasma de oxigênio e realização dos furos pelo método Bosch DRIE. Nesta análise o autor busca comparar a área da região ativa de cada estrutura.

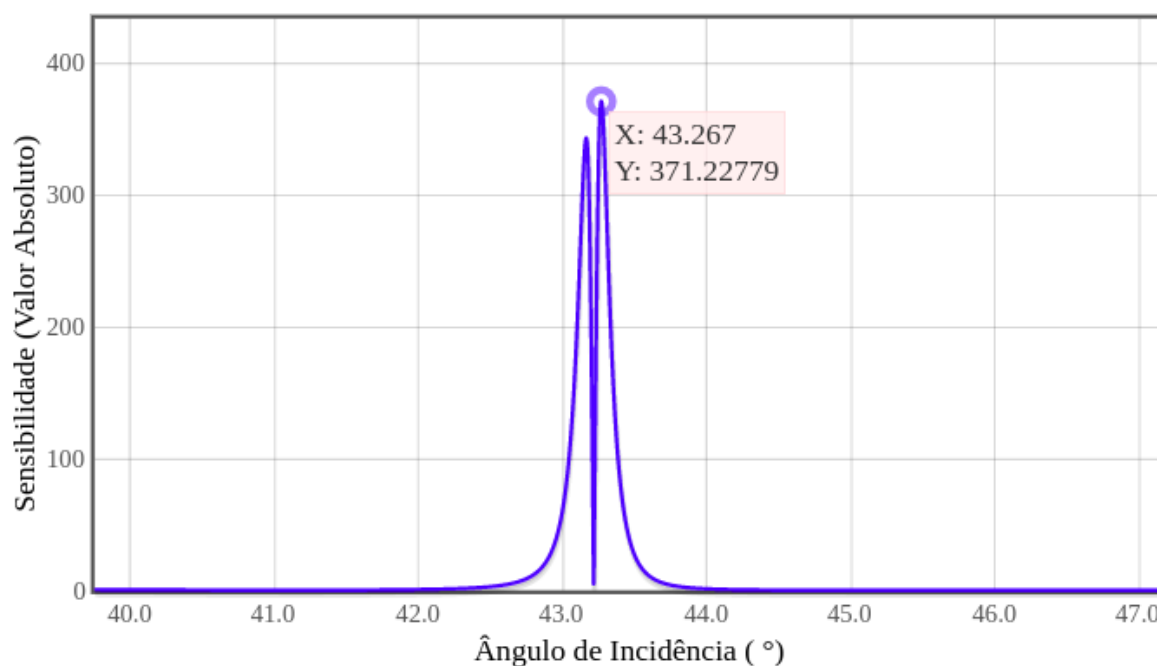


Figura 34 – Sensibilidade - Ponto 50.

Sensibilidade Máxima do Dispositivo - $S = 371.2278$

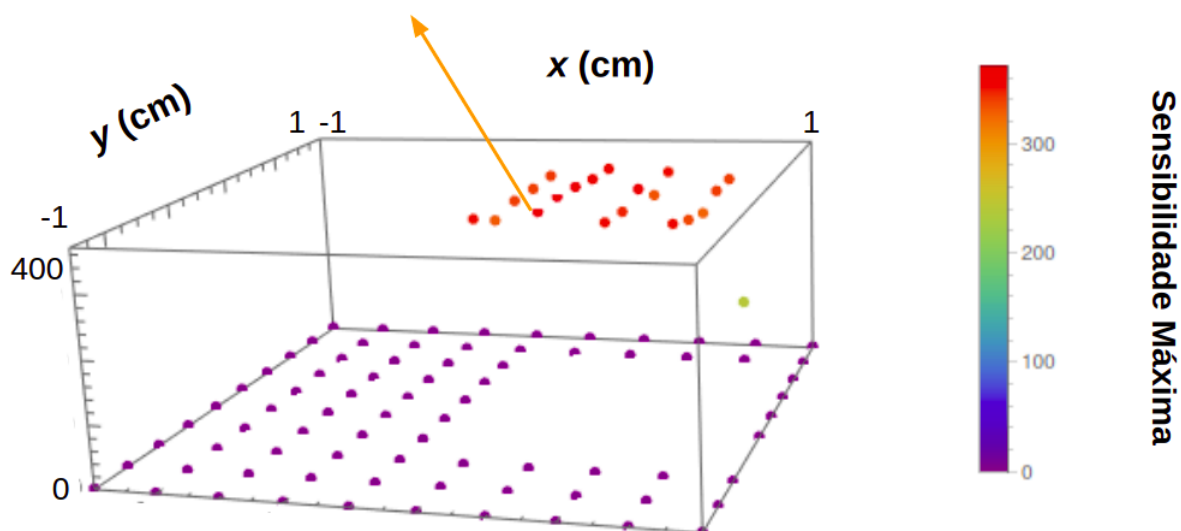


Figura 35 – Visão tridimensional da sensibilidade.

O primeiro dispositivo analisado é o *chip* sem selamento. A Figura 36 mostra o mapa de cores da região ativa assim como as curvas de nível obtidas com a interpolação. Este experimento foi feito com 49 pontos medidos e espaçamento de 2mm, pois o objetivo era obter informação da região metalizada apenas. A Figura 37 mostra visão tridimensional da região ativa.

Para o *chip* com selamento e sem furos, uma análise similar é feita, porém desta vez com 121 pontos medidos pois deseja-se obter também informações a respeito da qualidade do selamento. O mapa de cores da região ativa de tal dispositivo é vista na Figura 38 e visão tridimensional é vista na Figura 39.

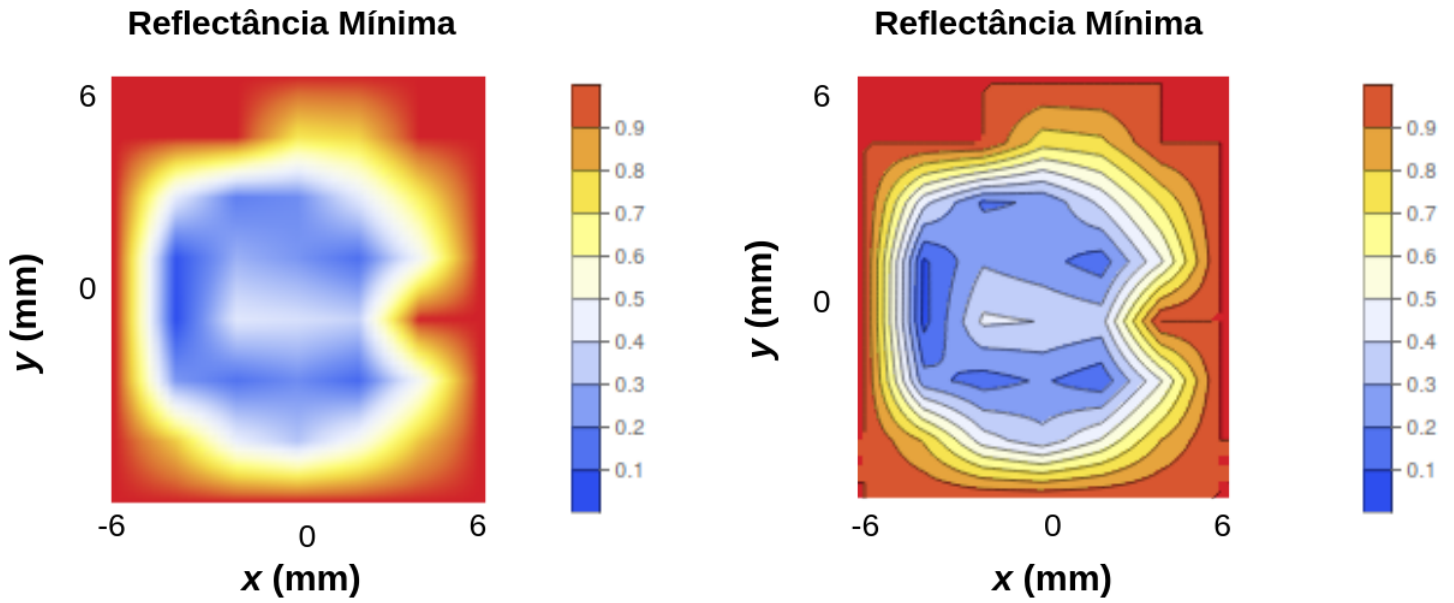
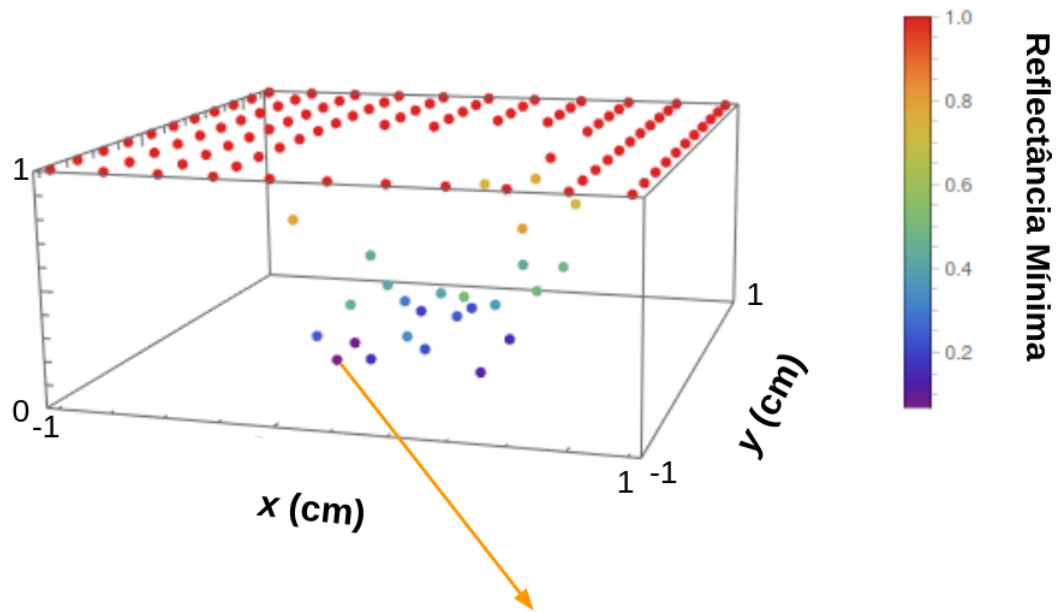


Figura 36 – Região ativa e curvas de nível em *chip* sem selamento.



Reflectância Mínima do Dispositivo - $R = 0.0679$

Figura 37 – Visão tridimensional de região ativa em *chip* sem selamento.

Para fins de comparação entre as três diferentes estruturas, as informações de área da região ativa aproximada e reflectância mínima observada no dispositivo são exibidas na Tabela 1.

Assim como o *chip* Padrão, a etapa de reflectometria com o *chip* sem furos também permite mapeamento de não-uniformidade do selamento, tal região é exposta na Figura 40.

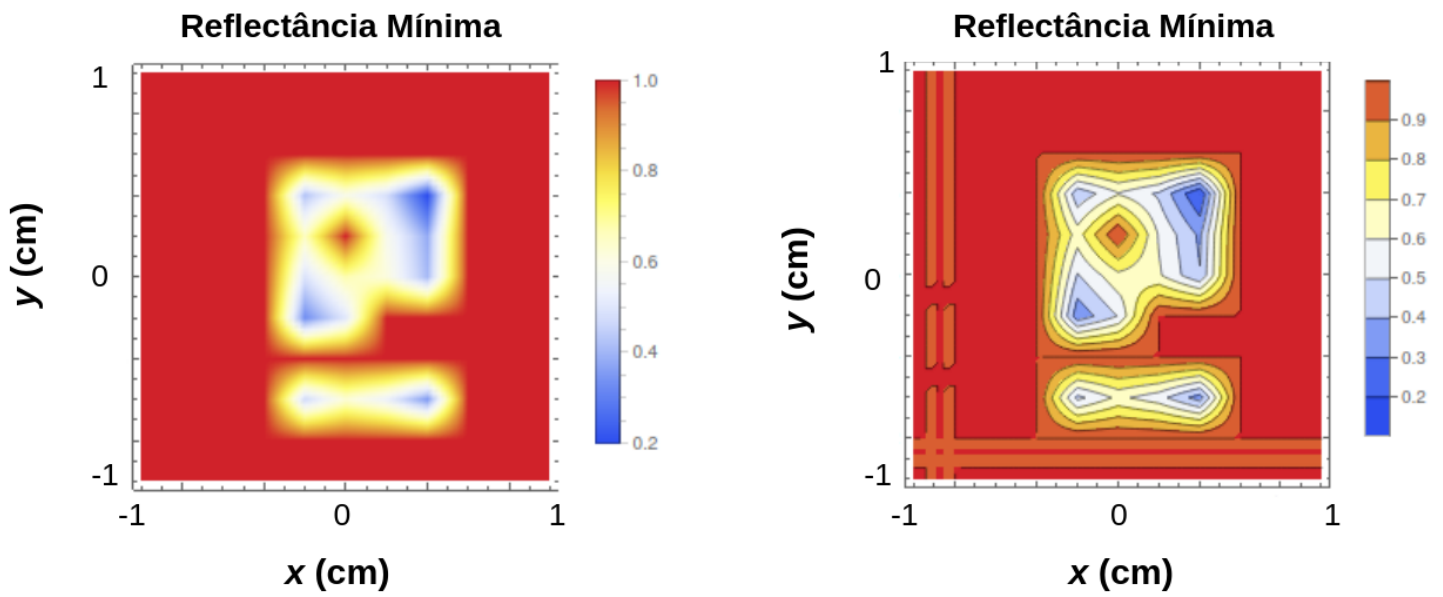
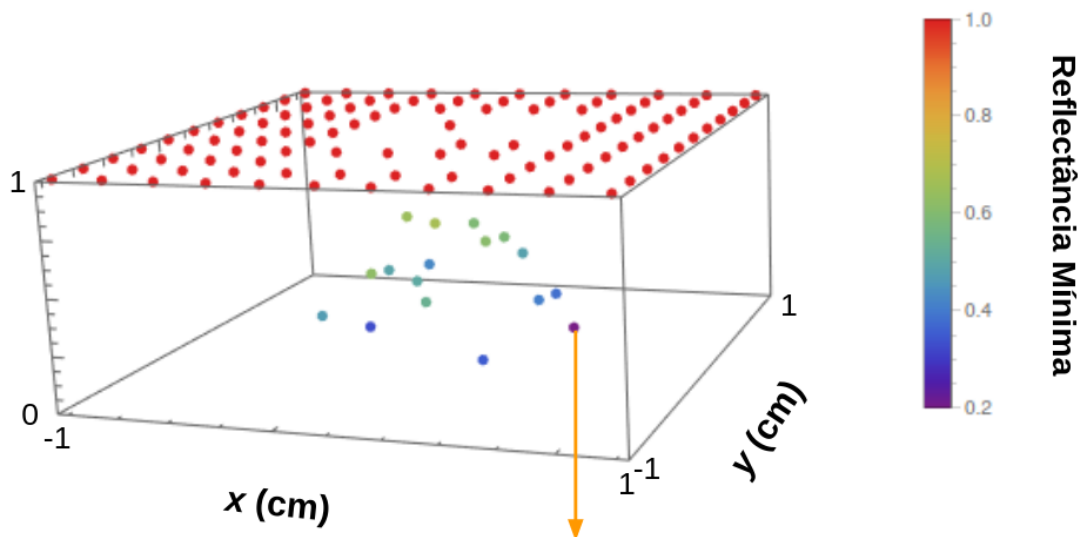


Figura 38 – Região ativa e curvas de nível em *chip* sem furos.

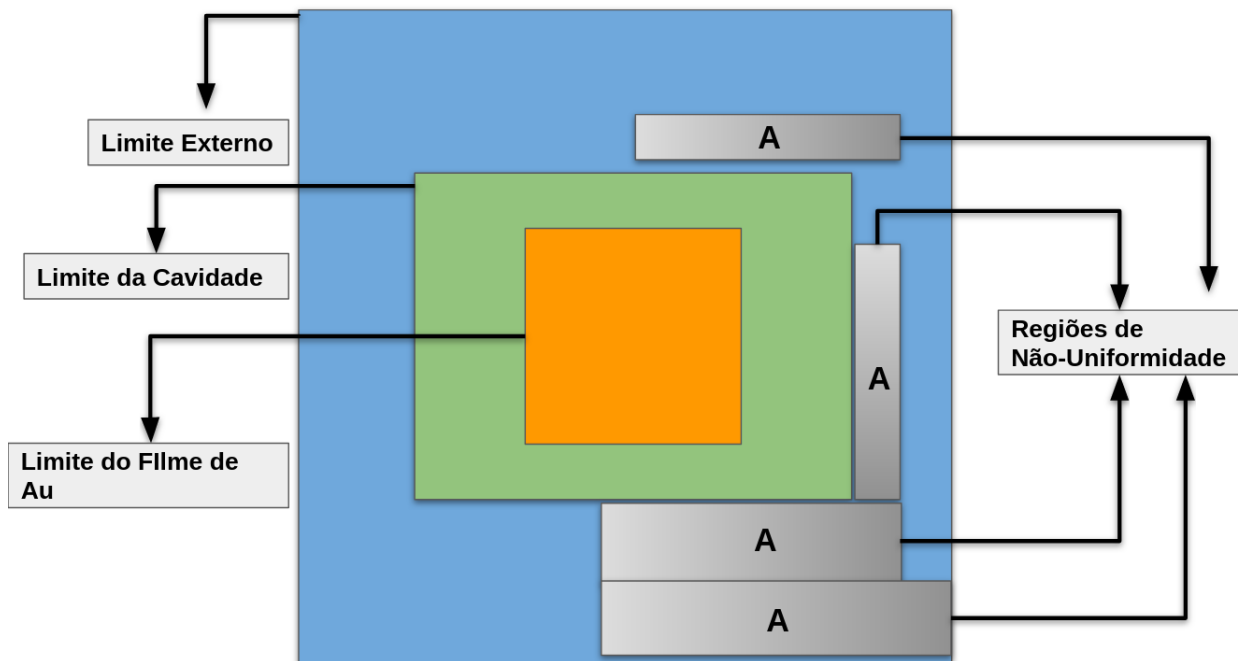


Reflectância Mínima do Dispositivo - $R = 0.1997$

Figura 39 – Visão tridimensional de região ativa em *chip* sem furos.

Tabela 2 – Tabela comparativa

Dispositivo	Área de região ativa (mm^2)	Reflectância mínima
<i>Chip</i> Padrão	94.3	0.0635
<i>Chip</i> sem selamento	64	0.0679
<i>Chip</i> sem furos	26	0.1997

Figura 40 – Regiões de não-uniformidade no selamento em *chip* sem furos.

Para o dispositivo Otto Chip *multigap* dois experimentos são feitos com finalidade de obter informações de todas as regiões do *chip* e um maior número de dados sobre a região ativa, cada experimento foi feito com diferentes valores de espaçamento entre os pontos medidos, conforme ilustrado na Figura 41. O primeiro, ilustrado por marcações vermelhas, foi feito com espaçamento de 1,5 mm entre cada ponto de medição na superfície e tem como objetivo obter curvas em todas as regiões do dispositivo.

O segundo experimento, ilustrado por marcações pretas na Figura 41, foi realizado com espaçamento de 1mm entre pontos medidos. Este experimento busca detalhar a região ativa do dispositivo.

Similarmente ao procedimento adotado com os dispositivos previamente analisados, o mapa de cores na Figura 42 é construído com dados de reflectância mínima e apresenta as regiões de alto, médio e baixo acoplamento na superfície de acordo com a legenda. É interessante ressaltar que os pontos medidos que se situam na linha $x = 0$ mm demonstram acoplamento, mesmo estando entre dois degraus do filme metálico no interior do *chip*. A Figura 43 mostra dados de reflectância mínima tridimensionalmente.

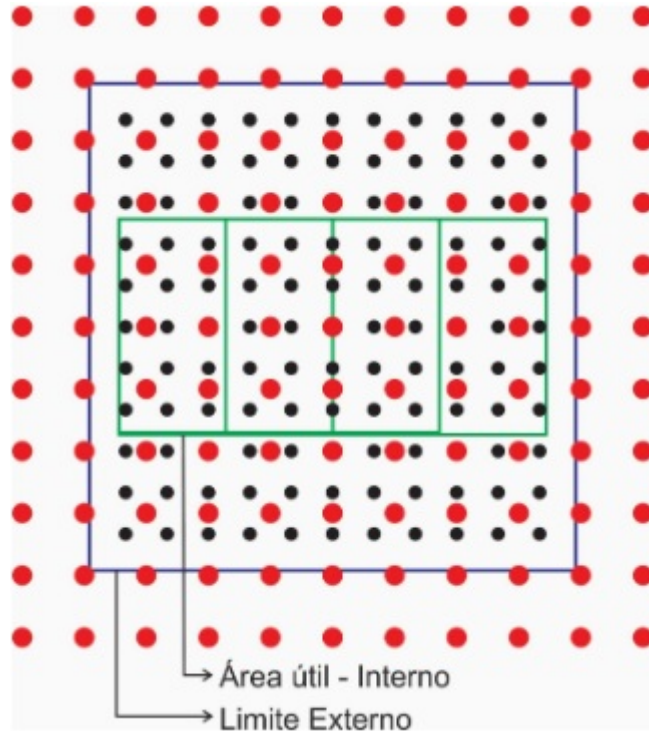


Figura 41 – Configuração espacial dos experimentos de varredura realizados com dois espaçamentos diferentes. Cada marcação corresponde a uma curva de reflectância medida.

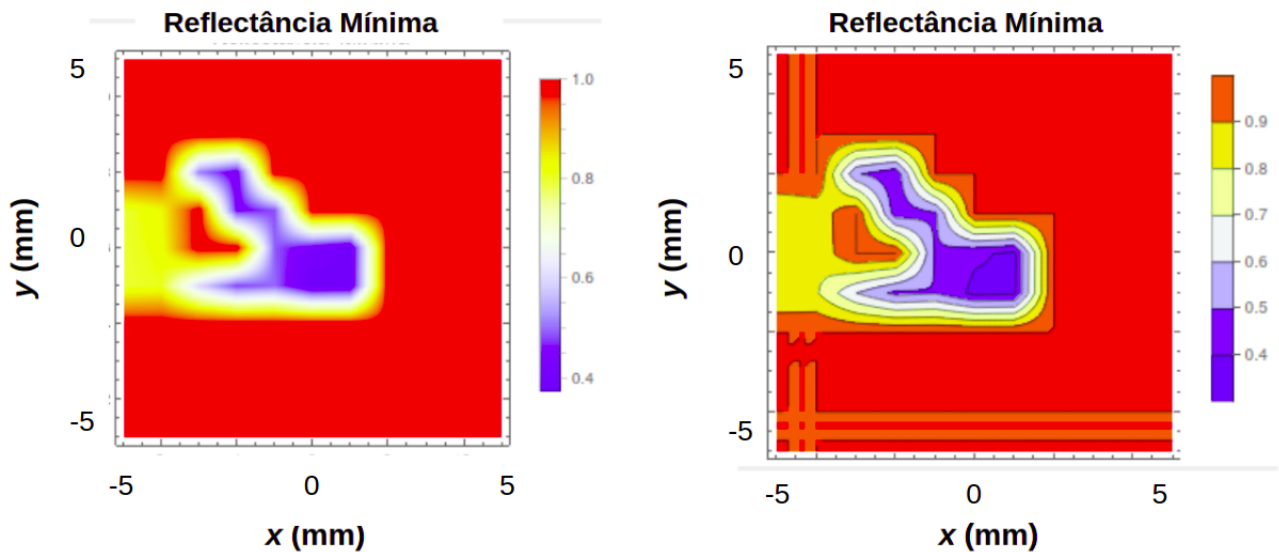
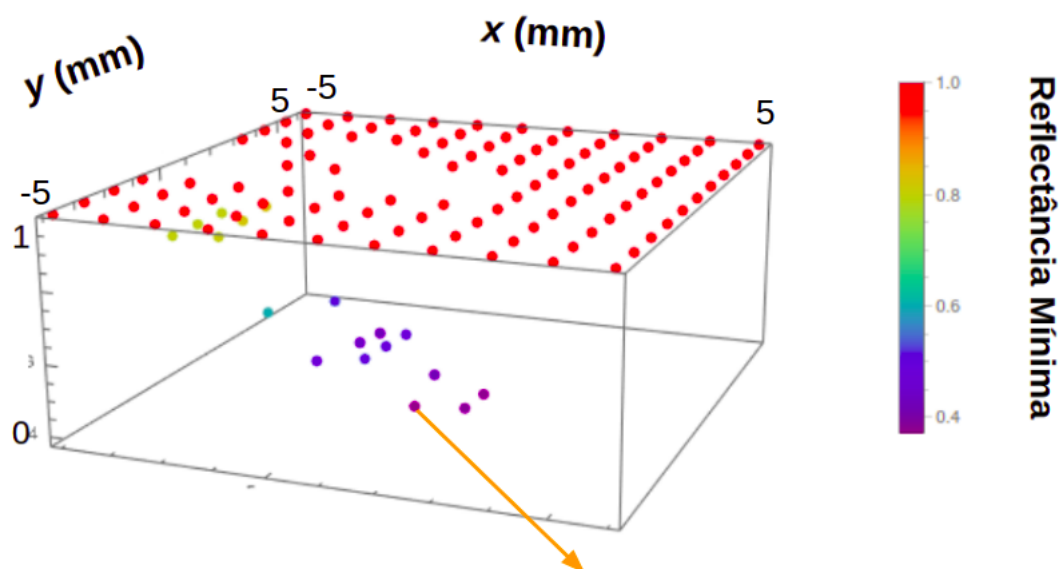


Figura 42 – Mapa de cores de Reflectância mínima.

Observando o mapa de cores é possível identificar as quatro regiões de diferentes *gaps*. Entre $x = -5$ mm e $x = -2.5$ mm encontra-se a região com *gap* de $3.3 \mu\text{m}$, onde a impossibilidade de observar acoplamento significativo é previsto pela Equação 2.35 para esse *gap*. Entre $x = -2.5$ mm e $x = 0$ mm encontra-se a região com *gap* de $2.8 \mu\text{m}$. Nessa região são observadas curvas de ressonância com acoplamento significativo. Entre $x = 0$ mm e $x = 2.5$ mm, identifica-se a região com *gap* igual à $2.2 \mu\text{m}$, onde também é possível observar acoplamento significativo. Entre $x = 2.5$ mm e $x = 5$ mm, temos a região com *gap* de $1.8 \mu\text{m}$, onde observa-se que não há



Ponto de mínima reflectância - $R = 0.3721$

Figura 43 – Mapa de cores de Reflectância mínima.

acoplamento significativo comparado às regiões de gap $2.8 \mu\text{m}$ e $2.2 \mu\text{m}$. O baixo acoplamento dessa região não é previsto pela Equação 2.35.

Não foi possível observar efeito RPS na região de $gap = 1,8 \mu\text{m}$. A Figura 44 mostra uma curva obtida nessa região, a curva teórica exibida é para gap de $1,8 \mu\text{m}$. Esse comportamento também é observado nas demais curvas obtidas nessa região.

Não foram identificadas regiões de desgaste do substrato, porém foi possível identificar não-uniformidade no selamento entre quartzo e Si. Essa região é ilustrada na Figura 45 denotada pela área A.

A curva em que foi observada o maior acoplamento foi a 60. A Figura 46 mostra resultado de regressão não-linear para este ponto.

O ponto com maior sensibilidade é o 71. A sensibilidade calculada a partir da Equação 4.1 é $S = 171,5813$ no ângulo $\theta = 41.031$, como mostra a Figura 47.

A sensibilidade de cada ponto é vista na Figura 48. A Figura 49 ilustra a sensibilidade de cada ponto em visão tridimensional.

As regiões em que não foram possível observar ressonância e sem concordância entre dados experimentais e a teoria que foram observadas no dispositivo *multigap* são investigadas por microscopia óptica com o objetivo de evidenciar desgaste do filme metálico ou defeitos de fabricação.

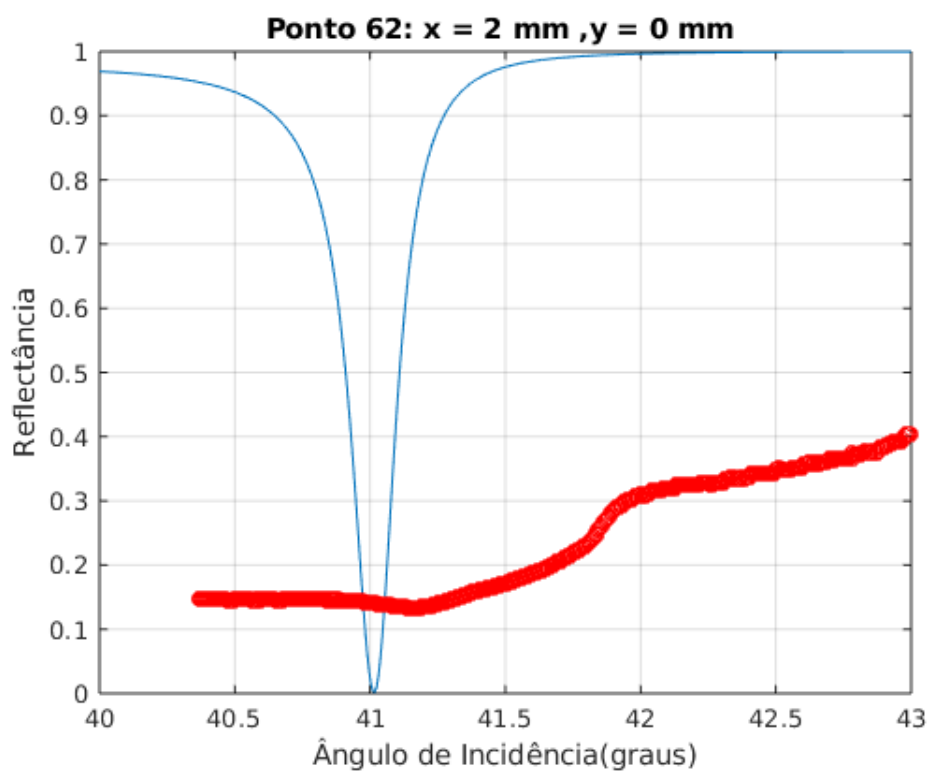


Figura 44 – Curvas experimental (vermelho) e teórica (azul) para $gap = 1,8 \mu\text{m}$.

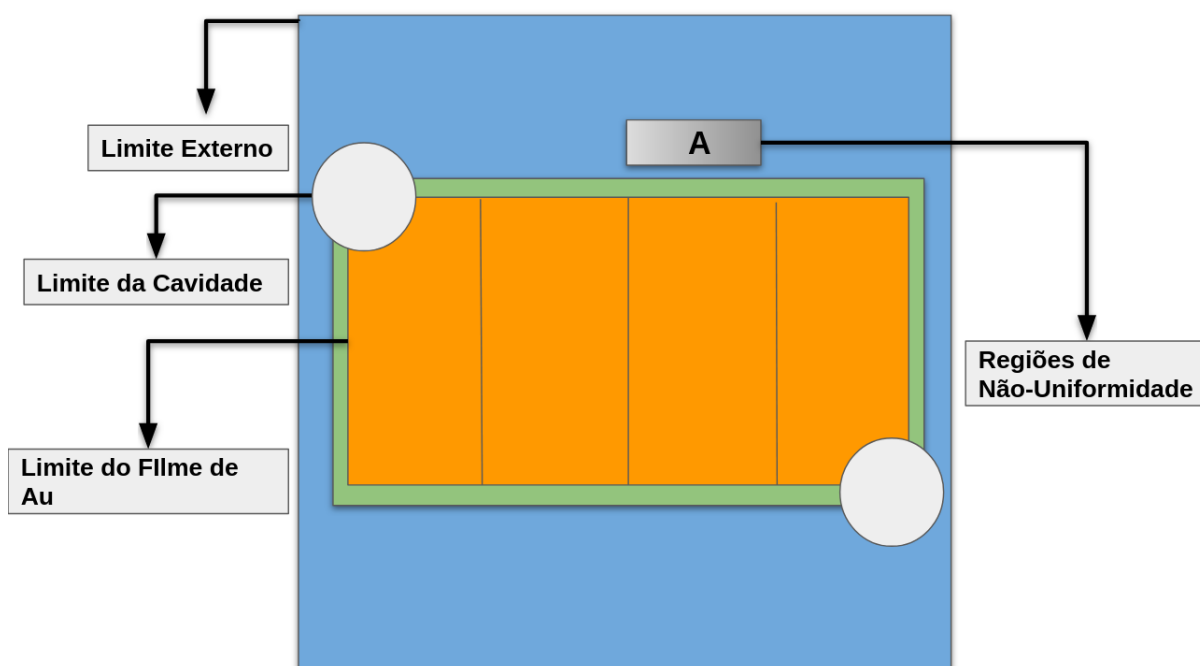


Figura 45 – Região A indica não-uniformidade no selamento.

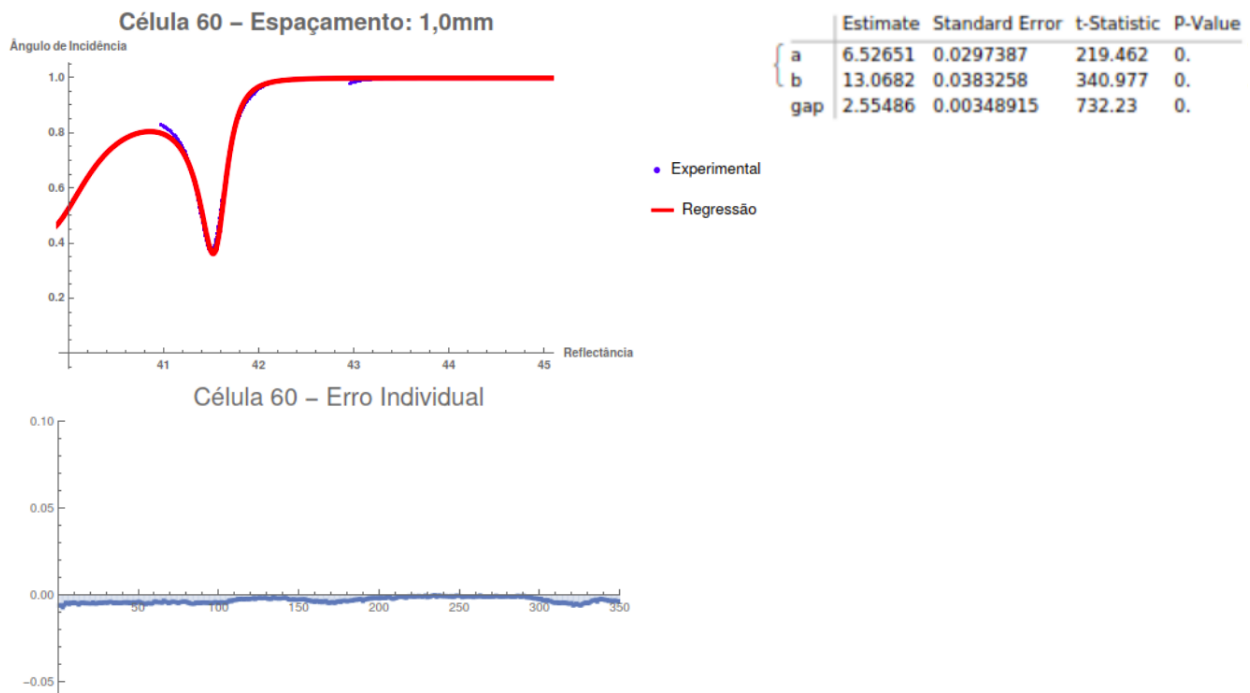


Figura 46 – Resultado de regressão não-linear para célula 60.

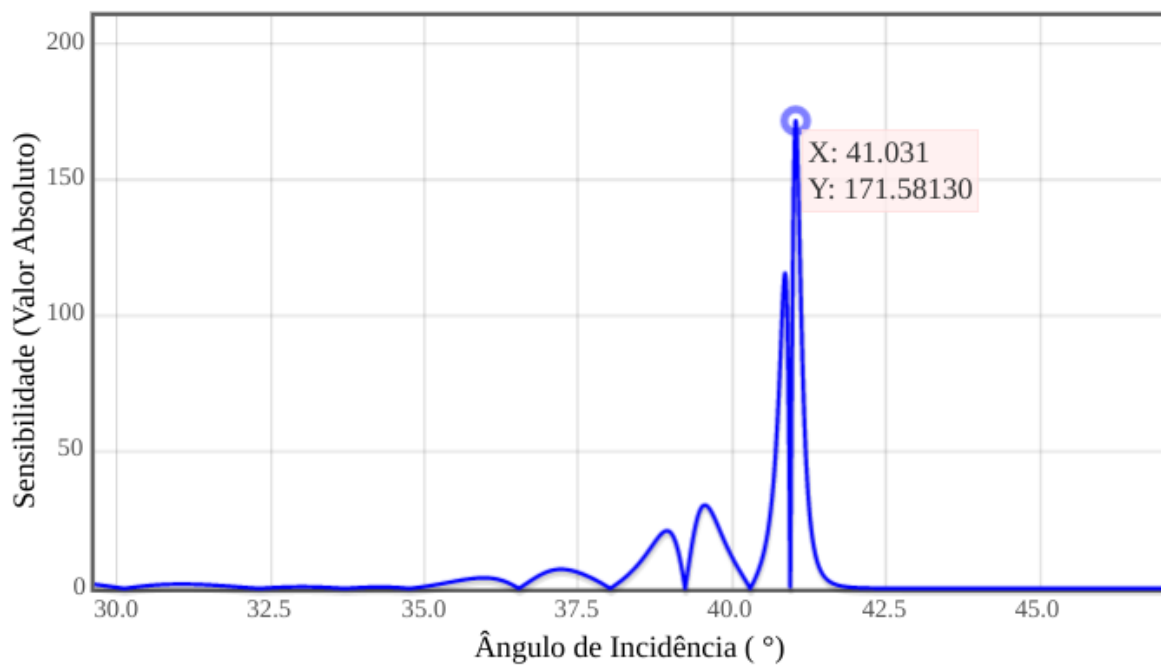


Figura 47 – Sensibilidade máxima - Ponto 71.

Sensibilidade – Otto Chip Multigap Retangular

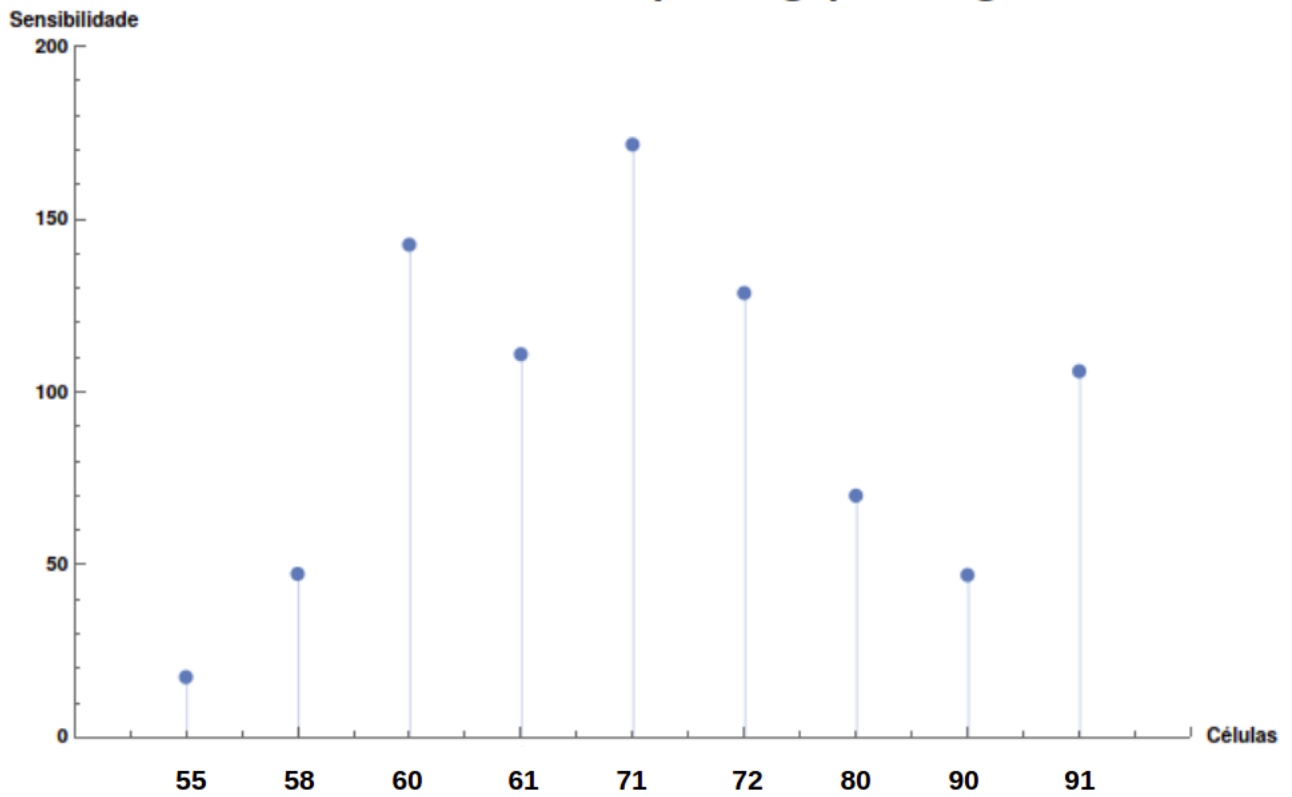


Figura 48 – Sensibilidade para Otto Chip *multigap*.

Sensibilidade Máxima do Dispositivo - $S = 171.5813$

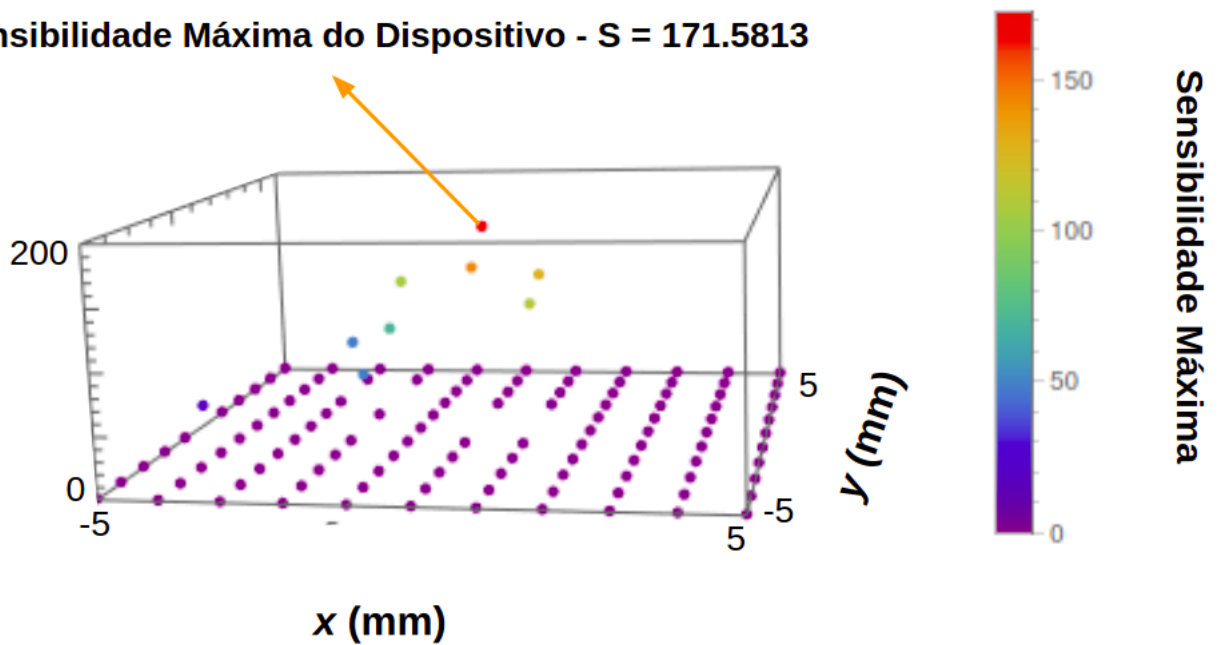


Figura 49 – Sensibilidade para Otto Chip *multigap*.

4.1.2 Microscopia Óptica

Para investigar as regiões do Otto Chip *multigap* em que não foi possível observar acoplamento plasmônico uma inspeção visual foi feita com o uso de microscópios ópticos. Imagens foram feitas de cada região do *gap* do dispositivo para observar possíveis danos no filme metálico. A Figura 50 mostra a região de *gap* 1,8 μm . Nesta imagem é possível ver manchas escuras no filme metálico desta região além de ausência de metal próximo ao furo de entrada. Fora das manchas é possível observar granulações no filme.

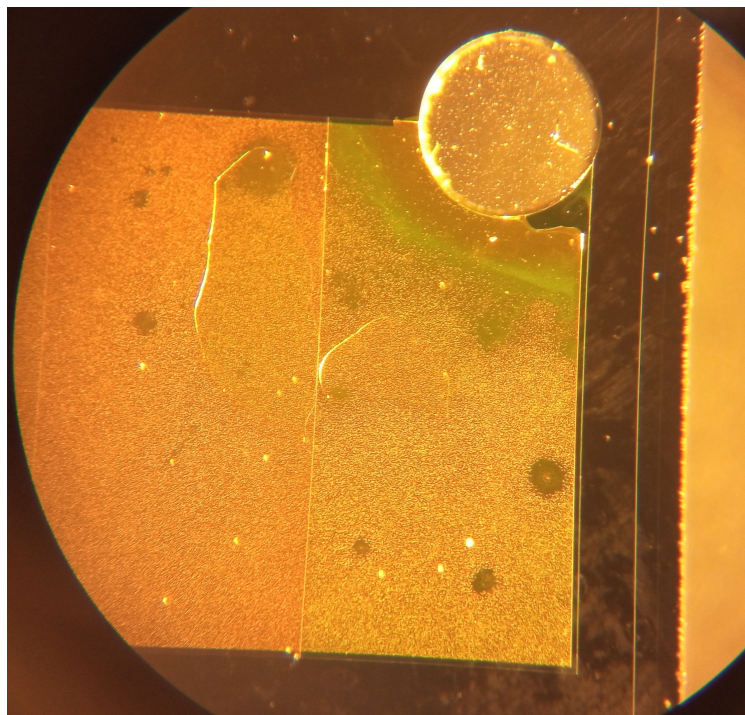


Figura 50 – Região de *gap* 1.8 μm .

Observação similar é feita na região de *gap* 2,3 μm , onde manchas e granulações também são vistas como mostra a Figura 51. A Figuras 52 e 53 mostram as regiões de 2,8 μm e 3,3 μm , respectivamente, onde os desgastes observados previamente também são encontrados. Imagens do *chip* Padrão são feitas para fins comparativos, considerando que este dispositivo apresentou uma região ativa maior e menor reflectância mínima. A Figura 54 mostra um filme metálico sem manchas ou granulações similares ao dispositivo *multigap*.

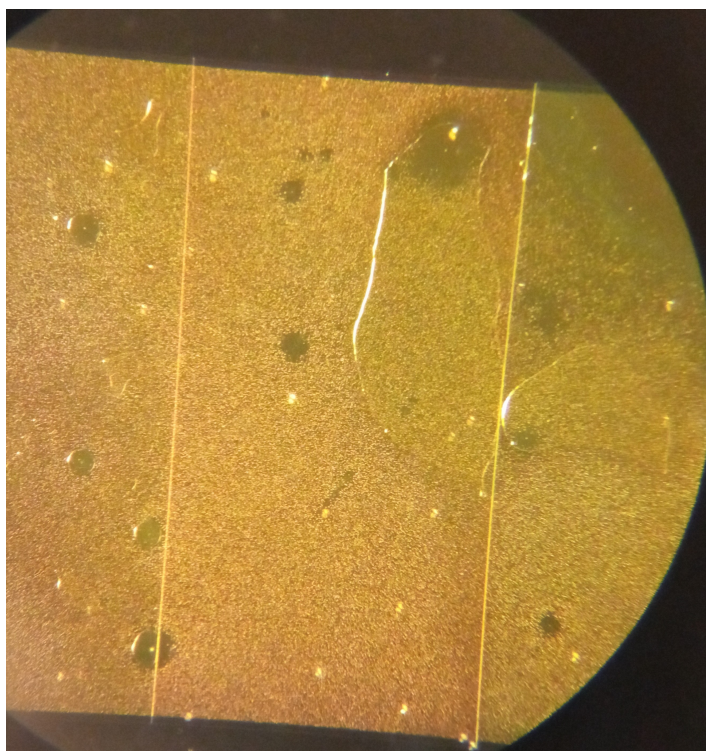


Figura 51 – Região de *gap* 2.3 μm .

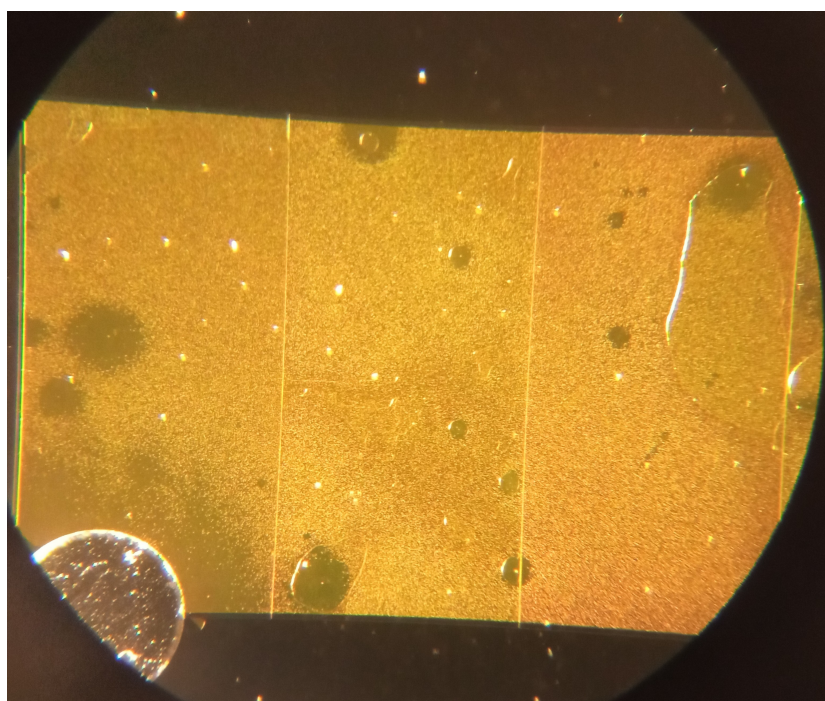


Figura 52 – Região de *gap* 2.8 μm .

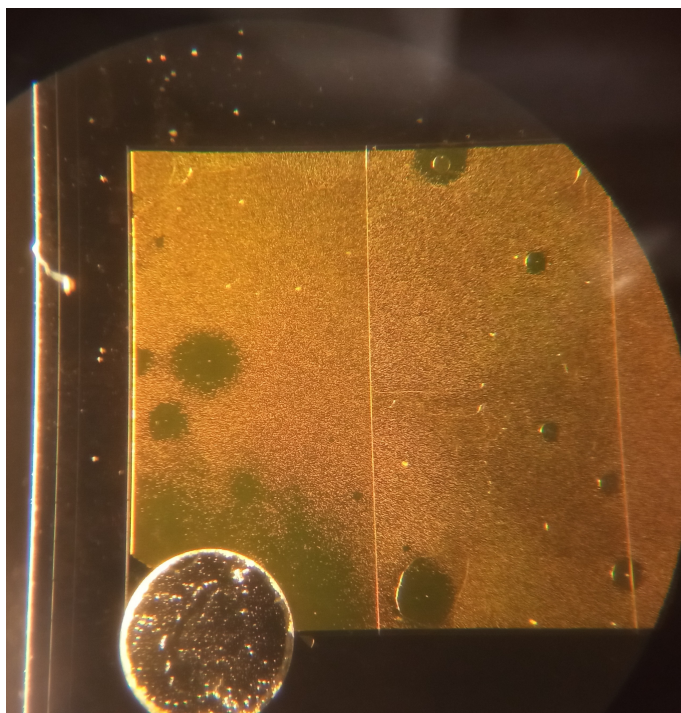


Figura 53 – Região de *gap* 3.3 μm .

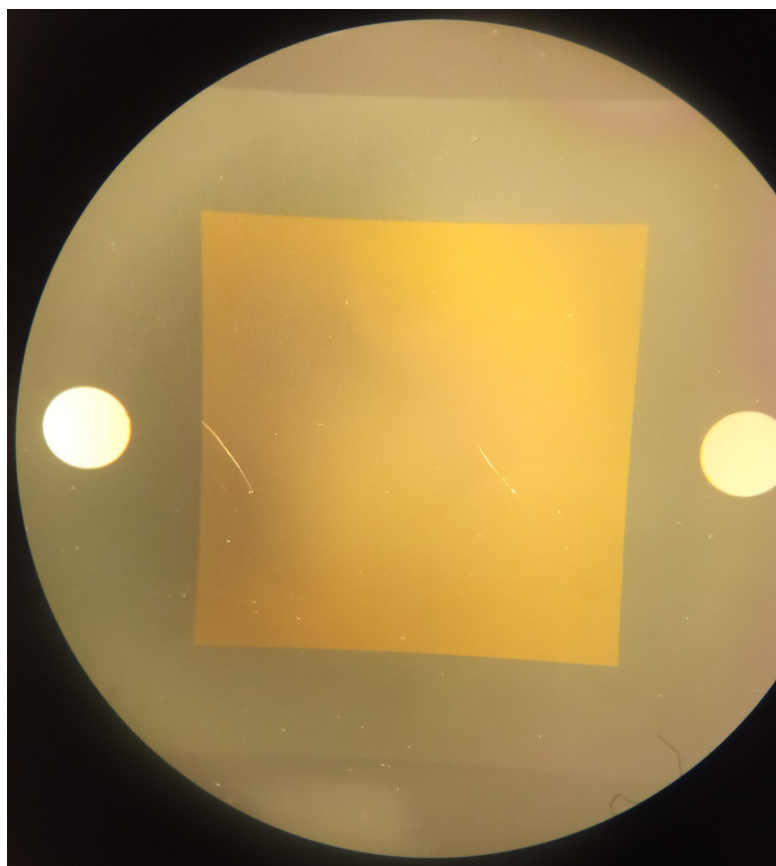


Figura 54 – Região metálica de *chip* Padrão

4.2 Discussão

Os dados e análises provenientes das etapas de caracterização por reflectometria e microscopia óptica indicam que o Otto *chip* é uma plataforma apta à ser empregada como sensor RPS. Em todos os dispositivos caracterizados foi possível observar efeito RPS em ao menos um ponto de medição e os *chips* não apresentam instabilidade mecânica quanto ao selamento. Os dispositivos Padrão e *multigap* apresentam sensibilidade da ordem de 10^2 . Porém, o *chip* Padrão é o candidato a ser empregado em um sistema de medição baseado em Otto Chip devido à sua maior área de região ativa e maior sensibilidade.

A técnica de reflectometria óptica de varredura resolvida em ângulo e sua aplicação na caracterização de dispositivos Otto *chip* apresenta a possibilidade de mapeamento da superfície do dispositivo e foi executada através de um reflectômetro automatizado com resolução milimétrica entre pontos de medição. Esta técnica permitiu identificar múltiplas regiões dos dispositivos e suas peculiaridades, inclusive caracterizar constantes ópticas do material metálico após a finalização das etapas de fabricação do dispositivo.

O mapeamento da região ativa dos dispositivos sem selamento, sem furos e Padrão permitiu investigar o efeito das etapas de selamento de quartzo e fabricação dos furos separadamente no que diz respeito ao seu efeito na área da região ativa. A importância de investigar estas duas últimas etapas de fabricação se deve ao fato de que são executadas posteriormente à metalização. A área de região ativa do *chip* sem furos é menor do que a do *chip* sem selamento, o que inicialmente indicaria que a área da região ativa é afetada negativamente pela etapa de selamento, porém o *chip* Padrão que passou pelas etapas de fabricação de furos e selamento é o dispositivo que apresenta maior área de região ativa. Essa análise indica que a diminuição da região ativa em um Otto Chip não é influência destas etapas de fabricação. É digno de nota, que a região ativa do *chip* sem selamento pode ser maior do que a obtida desta análise considerando que o mapeamento por reflectometria óptica foi feito com espaçamento de 2mm, dada as dimensões do filme metálico, alguns pontos medidos estão fora da região metalizada.

A região ativa do Otto *chip multigap* apresenta regiões de baixo e médio acoplamento e apresenta filme metálico desgastado e/ou defeituoso, como as imagens de microscopia óptica apontam. Foi observado que esse defeito se repete para todos os dispositivos que compõem este lote de *chips multigap*, ou seja, todos os dispositivos que apresentam manchas e granulações na região metálica foram fabricados simultaneamente. Inicialmente levanta-se a hipótese de contaminação biológica devido ao mau armazenamento, porém os outros dispositivos aqui analisados foram armazenados no mesmo recipiente dessecador que os *chips multigap*. O dispositivo em questão foi submetido à imersão em acetona, álcool isopropílico e água destilada, respectivamente, por 24 horas cada e seco por jato de nitrogênio, procedimento executado para limpeza do dispositivo em caso de contaminação biológica. Após o procedimento o filme ainda apresentava as mesmas manchas e granulações. A próxima hipótese a ser investigada é que o procedimento de metalização foi feito com menos material que o necessário, por isso

as granulações indicariam uma etapa de metalização não finalizada, e as manchas seriam Cr exposto. Esta hipótese será investigada desfazendo o selamento de um dispositivo e extraindo uma amostra do filme para análise.

A técnica aqui utilizada para caracterizar os dispositivos em questão, pode ser empregada para caracterização de superfícies em termos de suas constantes ópticas, caracterização de interfaces entre diferentes materiais e demais medidas baseadas em reflectometria, como caracterização de magnetização de superfícies por efeito Kerr magneto-óptico.

O procedimento de caracterização de constantes ópticas e mapeamento de região ativa, assim como a identificação de regiões de alta, média e baixa sensibilidade pode ser utilizado para obtenção de parâmetros de qualidade de demais dispositivos plasmônicos, inclusive os que empregam substratos opacos, como é o caso do *Otto chip*.

5 CONCLUSÃO

Este trabalho apresenta uma técnica de caracterização de dispositivos Otto *chip* baseada em reflectometria óptica de varredura. A técnica foi utilizada para caracterizar quatro dispositivos Otto *chip*. A técnica de reflectometria óptica de varredura é implementada por um reflectômetro automatizado com o qual as medições apresentadas neste trabalho foram obtidas. Em seguida, com a necessidade de um novo sistema automatizado de reflectometria, inicia-se um projeto a partir da postulação dos requisitos necessários para atender às necessidades técnicas referentes aos experimentos à serem realizados, além de necessidades funcionais do ambiente no qual ele está sendo instalado. O equipamento é baseado em microcontrolador ESP32 e engloba um módulo de controle e aquisição construído com componentes eletrônicos disponíveis comercialmente em abundância. O sistema foi descrito em termos de *hardware* e *software* e atende a cada um dos requisitos previamente impostos e se adequa como uma plataforma de caracterização de dispositivos Otto *chip*, além de poder ser utilizado para demais estruturas como mencionado na subseção de discussão.

Com os dados de caracterização dos dispositivos Otto *chip* por reflectometria óptica é possível identificar regiões de baixo, médio e alto acoplamento plasmônico. A partir das curvas obtidas experimentalmente as constantes ópticas do filme metálico e a espessura de *gap* são obtidas a partir de uma regressão não-linear, esta etapa permite caracterizar o filme metálico após a fabricação do dispositivo. Com os dados obtidos pela regressão, a sensibilidade de cada ponto medido é calculada permitindo identificar a sensibilidade máxima observada em cada dispositivo assim como identificar regiões de alta, média e baixa sensibilidade. Com a análise dos quatro dispositivos é possível concluir que as etapas de fabricação empregadas resultam em um dispositivo estável e capaz de suportar o efeito RPS na configuração de Otto. O estudo de mapeamento de região ativa em diferentes estruturas para estudar possíveis efeitos das etapas de fabricação que ocorrem posteriormente à metalização mostra que as estas etapas críticas não produzem, necessariamente, um dispositivo com performance inferior.

O dispositivo *multigap* caracterizado por reflectometria óptica de varredura apresentou região ativa menor e uma baixa sensibilidade em comparação com dispositivo Padrão. A partir da análise por microscopia óptica foi possível observar manchas e regiões granuladas no filme metálico, observação esta que se repetiu para os demais dispositivos fabricados neste lote. Dado o método utilizado para deposição do metal, a evaporação por feixe de elétrons, a explicação plausível é a falta de material depositado no filme que poderia ser ocasionada por um erro humano durante a fabricação, ao realizar o processo com menos material metálico do que o necessário.

Em ambos os dispositivos, Padrão e *multigap*, a interpolação feita no mapa de cores permitiu identificar regiões de alta e média sensibilidade, o que indica diferentes modos de

operação do dispositivo, abrindo assim a possibilidade do sensor ser utilizado com diferentes sensibilidades, desde que o ponto de incidência do feixe seja controlado.

Com os dados obtidos das quatro diferentes estruturas, o autor conclui que o *Otto chip* é uma plataforma viável para sensoriamento plasmônico e um candidato à ser empregado em um sistema embarcado baseado em tal dispositivo.

Dentre os objetivos futuros nessa linha de pesquisa envolvendo dispositivos plasmônicos, é possível citar a finalização da construção do reflectômetro automatizado e caracterização de dispositivos *Otto chip* com filmes de Pd, dispositivos estes que já se encontram fabricados. Pretende-se avaliar o potencial de dispositivos *Otto chip* em filme de Pd no tocante à detecção de hidrogênio, bem como outras estruturas *Otto chip* para sensoriamento óptico de forma geral.

REFERÊNCIAS

- ASHCROFT, N. M. N. **Física do Estado Sólido**. [S.l.]: Cengage Learning, 2011. Citado na página 17.
- CAVALCANTI, G. **Reflectômetro controlado por computador e sua aplicação na detecção de hidrogênio com filmes finos de paládio e ouro/paládio**. *Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Elétrica da UFPE*, PPGEE-UFPE, 2008. Disponível em: <<https://repositorio.ufpe.br/handle/123456789/5251>>. Citado 4 vezes nas páginas 10, 12, 31 e 33.
- CAVALCANTI, L. **Aplicativo Web para Projeto de Sensores Ópticos Baseados em Ressonância de Plasmons de Superfície em Interfaces Planares**. *Dissertação de Mestrado apresentada ao Programa de Pós-Graduação em Engenharia Elétrica da UFPE*, PPGEE-UFPE, 2016. Disponível em: <https://repositorio.ufpe.br/jspui/bitstream/123456789/18272/1/DISSERTACAO_LEO_DEFESA%20-%20FINAL%20-%20CATALOGADA%20PDF.pdf>. Citado na página 12.
- CHEN, W. P.; CHEN, J. M. Use of surface plasma waves for determination of the thickness and optical constants of thin metallic films. *Journal of the Optical Society of America*, The Optical Society, v. 71, n. 2, p. 189, fev. 1981. Disponível em: <<https://doi.org/10.1364/josa.71.000189>>. Citado na página 12.
- CHEN, X. et al. **Study on a Plasmonic Tilted Fiber Grating-Based Biosensor for Calmodulin Detection**. *Biosensors*, MDPI AG, v. 11, n. 6, p. 195, jun. 2021. Disponível em: <<https://doi.org/10.3390/bios11060195>>. Citado na página 10.
- CHINOWSKY, T. M. et al. **Airborne surface plasmon resonance biosensing**. In: VO-DINH, T. et al. (Ed.). *Environmental Monitoring and Remediation III*. SPIE, 2004. Disponível em: <<https://doi.org/10.1117/12.543441>>. Citado na página 9.
- CHOI, I.; CHOI, Y. **Plasmonic Nanosensors: Review and Prospect**. *IEEE Journal of Selected Topics in Quantum Electronics*, Institute of Electrical and Electronics Engineers (IEEE), v. 18, n. 3, p. 1110–1121, maio 2012. Disponível em: <<https://doi.org/10.1109/jstqe.2011.2163386>>. Citado na página 9.
- FONTANA, E. **Aula 11 - Profundidade de Penetração, Resistência de Folha e Plásmos de Superfície**. *Notas de Aula da Disciplina PPGEE937-Fundamentos de Óptica e Propagação de Luz*, PPGEE-UFPE, 2018. Disponível em: <<https://drive.google.com/file/d/1W9h8yZksBXIjVh9yo2Ifi77ycY1-TpAV/view>>. Citado na página 12.
- FONTANA, E. **Aula 13 - Reflexão e transmissão em Estruturas Multicamadas**. *Notas de Aula da Disciplina PPGEE937-Fundamentos de Óptica e Propagação de Luz*, mar. 2018. Disponível em: <<https://drive.google.com/file/d/1uUAr1kPScCNvUcGRXkEVz5rVsAd0jVMp/view>>. Citado na página 22.
- FONTANA, E.; CAVALCANTI, G. O. **Maintaining a stationary laser footprint during angular scan in internal-reflection experiments**. *Applied Optics*, The Optical Society, v. 52,

n. 32, p. 7669, nov. 2013. Disponível em: <<https://doi.org/10.1364/ao.52.007669>>. Citado na página 33.

FONTANA, E. et al. **Microfabricated Otto chip device for surface plasmon resonance-based optical sensing**. *Applied Optics*, The Optical Society, v. 54, n. 31, p. 9200, out. 2015. Disponível em: <<https://doi.org/10.1364/ao.54.009200>>. Citado 4 vezes nas páginas 10, 25, 26 e 33.

HECHT, L. N. B. **Principles of Nano-Optics**. [S.l.]: Cambridge University Press, 2006. Citado 2 vezes nas páginas 9 e 12.

HOMOLA, J.; YEE, S. S.; GAUGLITZ, G. **Surface plasmon resonance sensors: review**. *Sensors and Actuators B: Chemical*, Elsevier BV, v. 54, n. 1-2, p. 3–15, jan. 1999. Disponível em: <[https://doi.org/10.1016/s0925-4005\(98\)00321-9](https://doi.org/10.1016/s0925-4005(98)00321-9)>. Citado na página 20.

INSTRUMENTS, T. **SPREETA Application Brief**. In: *Acesso em 30 de Junho de 2021*. Texas Instruments, 1999. Disponível em: <<https://www.ti.com/lit/an/slya017a/slya017a.pdf>>. Citado na página 9.

JOHNSON, P. B.; CHRISTY, R. W. **Optical Constants of the Noble Metals**. *Physical Review B*, American Physical Society (APS), v. 6, n. 12, p. 4370–4379, dez. 1972. Disponível em: <<https://doi.org/10.1103/physrevb.6.4370>>. Citado 2 vezes nas páginas 42 e 45.

KRETSCHMANN, E. **Determination of optical constants of metals through the stimulation for surface plasma oscillations**. *Z. Phys*, 1971. Citado 4 vezes nas páginas 9, 12, 19 e 25.

MAIER, S. A. **Plasmonics: Fundamentals and Applications**. [S.l.]: Springer, 2007. Citado 2 vezes nas páginas 9 e 12.

MASSON, J.-F. **Portable and field-deployed surface plasmon resonance and plasmonic sensors**. *The Analyst*, Royal Society of Chemistry (RSC), v. 145, n. 11, p. 3776–3800, 2020. Disponível em: <<https://doi.org/10.1039/d0an00316f>>. Citado na página 9.

MASSON, J.-F.; MURRAY-MÉTHOT, M.-P.; LIVE, L. S. **Nanohole arrays in chemical analysis: manufacturing methods and applications**. *The Analyst*, Royal Society of Chemistry (RSC), v. 135, n. 7, p. 1483, 2010. Disponível em: <<https://doi.org/10.1039/c0an00053a>>. Citado na página 10.

NETO, J. M. et al. **Pressure sensing by surface plasmon resonance in the Otto configuration**. In: *2016 IEEE SENSORS*. IEEE, 2016. Disponível em: <<https://doi.org/10.1109/icsens.2016.7808472>>. Citado 2 vezes nas páginas 27 e 33.

ORTEGA-GOMEZ, A. et al. **Plasmonic sensors based on tilted Bragg gratings in multicore optical fibers**. *Optics Express*, The Optical Society, v. 29, n. 12, p. 18469, maio 2021. Disponível em: <<https://doi.org/10.1364/oe.430181>>. Citado na página 10.

OTTO, A. **Excitation of nonradiative surface plasma waves in silver by the method of frustrated total reflection**. *Zeitschrift für Physik A Hadrons and nuclei*, Springer Science and Business Media LLC, v. 216, n. 4, p. 398–410, ago. 1968. Disponível em: <<https://doi.org/10.1007/bf01391532>>. Citado 3 vezes nas páginas 10, 12 e 19.

PATSKOVSKY, S.; MEUNIER, M. **Integrated Si-based nanoplasmonic sensor with phase-sensitive angular interrogation**. *Annalen der Physik*, Wiley, v. 525, n. 6, p. 431–436, maio 2013. Disponível em: <<https://doi.org/10.1002/andp.201300078>>. Citado na página 10.

PFEIFER, P. et al. **Real time sensing of specific molecular binding using surface plasmon resonance spectroscopy**. *Sensors and Actuators B: Chemical*, Elsevier BV, v. 54, n. 1-2, p. 166–175, jan. 1999. Disponível em: <[https://doi.org/10.1016/s0925-4005\(98\)00334-7](https://doi.org/10.1016/s0925-4005(98)00334-7)>. Citado na página 10.

SANTOS G. F. FERNANDES, I.-L.-G. J.-M. K. Y. L. S. S. G. d. O. C. E. F. M. R. N. dos. **Perfilometria De Dispositivos Otto Chip Por Reflectometria Óptica**. *Anais do MOMAG 2018*, Sociedade Brasileira de Micro-Ondas e Optoeletrônica, 2018. Citado 2 vezes nas páginas 33 e 42.

SCHASFOORT, A. J. T. R. *Handbook of surface plasmon resonance*. [S.l.]: RSC Publishing, 2008. Citado 2 vezes nas páginas 9 e 12.

STMICROELECTRONICS. **STM32F205xx,STM32F207xx Datasheet**. *STMicroelectronics Documentation*, mar. 2020. Disponível em: <<https://www.st.com/resource/en/datasheet/stm32f205rb.pdf>>. Citado na página 35.

SYSTEMS, E. **ESP32 Series Datasheet**. *Espressif Systems Documentation*, mar. 2021. Disponível em: <https://www.espressif.com/sites/default/files/documentation/esp32_datasheet_en.pdf>. Citado na página 35.

YESUDASU, V.; PRADHAN, H. S.; PANDYA, R. J. **Recent progress in surface plasmon resonance based sensors: A comprehensive review**. *Heliyon*, Elsevier BV, v. 7, n. 3, p. e06321, mar. 2021. Disponível em: <<https://doi.org/10.1016/j.heliyon.2021.e06321>>. Citado na página 9.

A APÊNDICE A - CÓDIGOS MATLAB

Esta seção traz os códigos *Matlab* utilizados neste trabalho.

A.1 Leitor de Dados Experimentais para Curvas de Reflectância

```
%{
LEITOR DE DADOS PARA CURVAS DE REFLECTÂNCIA

Esse código plota curvas teóricas baseadas na formulação de Fresnel, lê
arquivo de planilha e plota os dados experimentais junto das previsões
teóricas. O código se faz útil para estruturas de três camadas.

Laboratório de Sensores e Instrumentação - DES/UFPE
03 de maio de 2020

Escrito por Gabriel de Freitas.
%}

% 1. Leitura de planilha de dados experimentais

array = readtable('')
V = table2array(array); %Transforma o arquivo em uma matriz
theta_exp = V(:, 1); %Separa a primeira coluna em outro vetor
R_exp = V(:, 2); %Mesma coisa para segunda coluna

% 2. Definição dos parâmetros ópticos das camadas.

% Meio 1
n1 = 1.4990;
kappa1 = 4.3756*(10^(-7));
e1 = (n1^2 - kappa1^2) + (-2*n1*kappa1)*j; %Constante dielétrica

% Meio 2
d2 = (10^(-6))*1.8; %Espessura da camada em mí
crons
n2 = 1.00027425;
kappa2 = 0;
e2 = (n2)^2; %Constante dielétrica

% Meio 3
n3 = 3.3994;
kappa3 = 3.5652;
e3 = (n3^2 - kappa3^2) + (-2*n3*kappa3)*j; %Constante dielétrica
```

```

% 3. Equações de Fresnel

syms theta ko
syms lambda                                     %Comprimento de onda usado no
    experimento em nm
lambda = (10^(-9))*975.1
ko = 2*pi/lambda;
offset = -1.7;

% Definição dos vetores de onda de cada meio
syms k1(theta) k2(theta) k3(theta)
k1(theta) = ko*(e1 - e1*(sin((theta + offset)*pi/180)^2))^(1/2);
k2(theta) = ko*(e2 - e1*(sin((theta + offset)*pi/180)^2))^(1/2);
k3(theta) = ko*(e3 - e1*(sin((theta + offset)*pi/180)^2))^(1/2);

% Definição dos coeficientes de reflexão
syms r12(theta) r23(theta)
r12(theta) = (e2*k1 - e1*k2)/(e2*k1 + e1*k2);
r23(theta) = (e3*k2 - e2*k3)/(e3*k2 + e2*k3);

% Definição da função reflectância
syms R(theta)
R(theta) = (abs(r12+r23*exp(-2*i*d2*k2))/abs(1 + r12*r23*exp(-2*i*d2*k2))
    )^2;

% 4. Gráficos
clf;
fplot(R, [35 50]);
grid on;
%title('Ponto 72: x = 1 mm ,y = 1 mm ');
xlabel('Ângulo de Incidência(graus)');
ylabel('Reflectância');
ylim([0 1]);
xlim([35 50])
hold on;
plot(theta_exp,R_exp,'ro');

```

A.2 Manipulador de Arquivos de Dados Experimentais Brutos

```

{%
MANIPULADOR DE DADOS PARA CURVAS RPS

Esse código lê dados brutos e aplica modificações de normalização e offset
angular nos dados brutos.

Laboratório de Sensores e Instrumentação - DES/UFPE
10 de dezembro de 2020

```

Escrito por Gabriel de Freitas.

```
%}

% 1. Leitura de planilha de dados experimentais

array = readtable('')
V = table2array(array);           %Transforma o arquivo em uma matriz
theta_exp = V(:, 1);             %Separa a primeira coluna em outro
    vetor
R_exp = V(:, 2);                 %Mesma coisa para segunda coluna

% 2. Manipulação de Dados

fator_de_normalizacao = max(R_exp);
R = (R_exp)/fator_de_normalizacao;
C = zeros(numel(theta_exp),2)    %Cria uma matriz com os dados
    experimentais
C(:,2) = R;
C(:,1) = theta_exp - 0.1306;
%Nesta linha aplica-se o offset angular
%OBS: offset de ida (células pares) = + 0.6024
%offset de volta (células ímpares) = - 0.1306

% 3. Gerando arquivo modificado

writematrix(C,'/home/gabriel/Music/Celula 73.txt');
```

B APÊNDICE B - CÓDIGOS MATHEMATICA

Esta seção traz os códigos *Mathematica* utilizados neste trabalho.

B.1 Regressão Não-Linear de Dados RPS

```
(*Regression Analysis of SPR Data
By Eduardo Fontana
modifications by Gabriel de Freitas
December 12, 2020*)

(* Define glass refractive index function using Selmeier's equation *)

SilicaPar = {0.6961663, 0.4079426, 0.8974794, 0.004679148, 0.01351206,
  97.934002};
BK7Par = {1.03961212, 0.231792344, 1.01046945, 0.00600069867,
  0.0200179144, 103.560653};
SF2Par = {1.40301821, 0.231767504, 0.939056586, 0.0105795466,
  0.0493226978, 112.405955};
Glass := {SilicaPar, BK7Par, SF2Par};
nGlass[x_,
  y_] := \[Sqrt](1 + y[[1]]*x^2/(x^2 - y[[4]]) +
  y[[2]]*x^2/(x^2 - y[[5]]) + y[[3]]*x^2/(x^2 - y[[6]]));
(*x is the wavelength and y is the list that stores the parameters of the
  glass material named y*)

epsGlass[x_, y_] := nGlass[x, y]^2;

oExpression[StringJoin[BK7, "Par"]]

(* Read directory and read materials filenames *)

(*For different computers the MaterialsDirectory may vary*)
MaterialsDirectory :=
  "/home/gabriel/Documents/Elipsometria - PSO/
  SelectedMaterialsOpticalConstants";
SetDirectory[MaterialsDirectory];
Materials := FileNames["*.txt"];
(*Materials holds the filenames in the set directory having extension txt.
  Now we need to create a new list with names without the extension, to
  use as symbolic calls to the materials parameters latter*)
Acronyms :=
  StringTake[Materials,
    2];(*in this statement, the first two characters are being taken from
  the filenames. The function StringTake is applied elementwise on the
```

```

list Materials*)

(* Define interpolation functions *)

(*OpticalConstants[name_]:=Import[StringJoin[name,"*.txt"],"Table"];*)

(*Here the argument of the OpticalConstants function is the actual acronym
  for the material in the periodic table*)
(*this part has been \
changed. Before the files had to be read everytime the function eps was
called. Now the entire directory is read at once and stored in the
MyOpticalConstants list*)

MyOpticalConstants =
  Table[Import[StringJoin[Acronyms[[i]], "*.txt"], "Table"], {i,
    Length[Acronyms]}}];
OpticalConstants[name_] :=
  Import[StringJoin[name, "*.txt"], "Table"];
(*Here the argument of the OpticalConstants function is the actual acronym
  for the material in the periodic table*)

(*Define a function with the complex refractive indices of any metal or
  semiconductor material*)

ReIndex[x_, name_] :=
  ListInterpolation[OpticalConstants[name][[1]][[All, 2]],
    OpticalConstants[name][[1]][[All, 1]]][x];
ImIndex[x_, name_] :=
  ListInterpolation[OpticalConstants[name][[1]][[All, 3]],
    OpticalConstants[name][[1]][[All, 1]]][x];
ComplexIndex[x_, name_] := ReIndex[x, name] - I*ImIndex[x, name];
(*Determine complex permittivity of the material*)

eps[x_, name_] :=
  If[name == "Vacuum" || name == "vacuum" || name == "Air" ||
    name == "air", 1,
  If[StringLength[name] > 2,
    epsGlass[x, ToExpression[StringJoin[name, "Par"]]],
    ComplexIndex[x, name]^2]];

(* Define wavevector functions - Dedicate the analysis to \[Lambda]=975.1
  nm *)
(*Define Eps to be a general permittivity list to be used in all functions
  *)

\[Lambda] = 0.9751;
K0 := 2*Pi/\[Lambda]; (*define vacuum wavevector*)

```

```

Kx[\[Alpha]_] :=
  K0*eps[\[Lambda], BK7]^(1/2)*
  Sin[\[Alpha]]; (* even though I am using eps instead of nglass, the
  options for calculating kx here are only using a glass or vacuum as
  input medium. Metals cannot be used as it may lead to error*)

Qz[\[Alpha]_, perm_] := (perm*K0^2 - Kx[\[Alpha]]^2)^(1/2);
Kz[\[Alpha]_, perm_] :=
  If[Im[Qz[\[Alpha], perm]] > 0, -Qz[\[Alpha], perm],
  Qz[\[Alpha], perm]];

(* Define single and double interface functions *)

rSingle[i_, Eps_,
  K_] := (Eps[[i]]*K[[i + 1]] -
  Eps[[i + 1]]*K[[i]])/(Eps[[i]]*K[[i + 1]] +
  Eps[[i + 1]]*K[[i]]);
rDouble[r12_, r23_, kz_,
  thickness_] := (r12 + r23*Exp[-I*2*kz*thickness])/(1 +
  r12*r23*Exp[-I*2*kz*thickness]);

(* Calculate Multilayer Reflectance *)

RMultilayer[\[Alpha]_, PERM_,
  THICKNESS_] :=
  (number :=
  Length[PERM]; (*this is the number of materials involved and corresponds
  to the value M+1*)

KLayers := Map[Function[y, Kz[\[Alpha], y]], PERM];
  (*Here the Kz wavevector is being calculated for the entire array of
  materials listed in the X variable. To do this, a Function statement has
  to be used*)

reflectivity = rSingle[number - 1, PERM, KLayers];
  index = number - 1;
  While[index > 1,
    reflectivity =
      rDouble[rSingle[index - 1, PERM, KLayers], reflectivity,
      KLayers[[index]], THICKNESS[[index]]];
    index--;
  Abs[reflectivity]^2);

test1[ncomplex_] := {eps[\[Lambda], BK7], eps[\[Lambda], vacuum],
  ncomplex^2};
pile3[z_] := {1, z, 1};

```

```

RefAdjustment[\[Alpha]_, ncomplex_, z_] :=
  RMultilayer[\[Alpha], test1[ncomplex], pile3[z]];

MyDirectory := "/home/gabriel/Music";
MyFileNames :=
  Part[Import[MyDirectory], 1 ;; Length[Import[MyDirectory]]];

data = Import[StringJoin[MyDirectory, "/", MyFileNames[[1]],
  "Table"];

parameters =
  NonlinearModelFit[data,
    RefAdjustment[(x)*\[Pi]/180., (a - I*b),
    gap], {{a, 0.2}, {b, 6.21}, {gap, 2.2}}, x]

parameters[{"ParameterTable"}]

parameters["FitResiduals"];
ListPlot[%, Filling -> Axis, PlotRange -> {{0, 230}, {-0.1, 0.1}},
  PlotLabel -> Style["Célula 42 - Erro Individual", FontSize -> 20]]

p1 = ListPlot[data, PlotStyle -> {Blue, Thickness[0.02]},
  PlotLegends -> {"Experimental"}];

p2 = Plot[
  RefAdjustment[(x)*\[Pi]/180., (0.278815323340697 -
    I*5.946770710619418), 2.2138576639326817], {x, 39, 46},
  PlotStyle -> {Red, Thickness[0.01]}, PlotLegends -> {"Regressão"}];

Show[p1, p2, PlotRange -> {{40, 45}, {0, 1}}, AxesOrigin -> {40, 0},
  PlotLabel -> Style["Célula 42 - Otto Chip Padrão", FontSize -> 20],
  AxesLabel -> {Reflectância, Ângulo de Incidência},
  LabelStyle -> Directive[GrayLevel, Bold]]

```

B.2 Mapa de Cores de Região Ativa

```

(*
Mapa de Cores de Região Ativa em Dispositivos Otto Chip.

Este código deve ler valores de reflectância mínima de 121 pontos sobre a
superfície do dispositivo e plotar um mapa de cores bidimensional para
obtenção
da região ativa do dispositivo.

Escrito por Gabriel de Freitas
*)

(* 1. Definição de Matrizes *)

```

```

(*Define-se uma matriz que representa a reflectância mínima em cada célula
medida, sendo a célula 0 o elemento 11 da matriz e o valor de cada
elemento representando a reflectância mínima.*)

(*POSICAO = {{0,1,2,3,4,5,6,7,8,9,10},
              {11,12,13,14,15,16,17,18,19,20,21},
              {22,23,24,25,26,27,28,29,30,31,32},
              {33,34,35,36,37,38,39,40,41,42,43},
              {44,45,46,47,48,49,50,51,52,53,54},
              {55,56,57,58,59,60,61,62,63,64,65},
              {66,67,68,69,70,71,72,73,74,75,76},
              {77,78,79,80,81,82,83,84,85,86,87},
              {88,89,90,91,92,93,94,95,96,97,98},
              {99,100,101,102,103,104,105,106,107,108,109},
              {110,111,112,113,114,115,116,117,118,119,120}}

              *)

(*matrix2 são dados do chip multigap retangular*)
matrix2 = {{1,1,1,1,1,1,1,1,1,1,1,1},
           {1,1,1,1,1,1,1,1,1,1,1,1},
           {1,1,1,1,1,1,1,1,1,1,1,1},
           {1,1,1,1,1,1,1,1,1,1,1,1},
           {0.8,0.81,0.6,0.4715,0.4952,0.3721,0.3851,1,1,1,1},
           {0.8,0.8231,1,1,0.4873,0.4184,0.3776,1,1,1,1},
           {0.8,0.8329,1,0.4372,.4792,1,1,1,1,1,1},
           {1,1,0.5103,0.4231,1,1,1,1,1,1,1},
           {1,1,1,1,1,1,1,1,1,1,1,1},
           {1,1,1,1,1,1,1,1,1,1,1,1},
           {1,1,1,1,1,1,1,1,1,1,1,1}};

(*matrix são dados do chip em bolacha de Si(sem furos)*)
matrix = {{1,1,1,1,1,1,1,1,1,1,1,1},
           {1,1,1,1,1,1,1,1,1,1,1,1},
           {1,1,1,1,0.4699,0.6257,0.5368,0.3489,1,1,1,1},
           {1,1,1,1,1,1,1,1,1,1,1,1},
           {1,1,1,1,0.3278,0.5055,1,1,1,1,1,1},
           {1,1,1,1,0.4914,0.6735,0.6137,0.4059,1,1,1,1},
           {1,1,1,1,0.6515,1,0.5865,0.3804,1,1,1,1},
           {1,1,1,1,0.4225,0.5912,0.4814,0.1997,1,1,1,1},
           {1,1,1,1,1,1,1,1,1,1,1,1},
           {1,1,1,1,1,1,1,1,1,1,1,1},
           {1,1,1,1,1,1,1,1,1,1,1,1}};

(*matrix3 são dados do chip sem selamento*)
matrix3 = {{1,1,1,1,1,1,1,1,1,1,1,1},
           {1,1,1,1,0.7896,0.4486,0.3317,0.5103,0.7991,1,1,1},

```

```

{1,1,1,1,0.2387,0.1540,0.2138,0.1309,0.4913,1,1},
{1,1,1,1,0.0679,0.4191,0.3966,0.3602,1,1,1},
{1,1,1,1,0.0820,0.2893,0.2352,0.1460,0.4842,1,1},
{1,1,1,1,0.4324,0.1840,0.2134,0.4271,0.7145,1,1},
{1,1,1,1,1,1,0.7408,0.7754,1,1,1},
{1,1,1,1,1,1,1,1,1,1,1},
{1,1,1,1,1,1,1,1,1,1,1},
{1,1,1,1,1,1,1,1,1,1,1},
{1,1,1,1,1,1,1,1,1,1,1}};

(* 2. Gráficos *)
(* 2.1 Chip multigap retangular *)

Table[ListDensityPlot[matrix2, Mesh -> None, InterpolationOrder -> o,
  ColorFunction -> "TemperatureMap", PlotLegends -> Automatic, PlotLabel->
  Style["Reflectância Mínima", Italic, Black, Larger]], {o, {0, 1}}]
Table[ListContourPlot[matrix2, Mesh -> None, InterpolationOrder -> o,
  ColorFunction -> "TemperatureMap", PlotLegends -> Automatic, PlotLabel->
  Style["Reflectância Mínima", Italic, Black, Larger]], {o, {0, 1}}]
ListPointPlot3D[matrix2, ColorFunction->"Rainbow", PlotLabel -> Style["
  Reflectância Mínima - Visão Tridimensional", Italic, Black, Larger],
  PlotLegends-> Automatic]

(* 2.1 Chip sem furos *)

Table[ListDensityPlot[matrix, Mesh -> None, InterpolationOrder -> o,
  ColorFunction -> "TemperatureMap", PlotLegends -> Automatic, PlotLabel->
  Style["Reflectância Mínima", Italic, Black, Larger]], {o, {0, 1}}]
Table[ListContourPlot[matrix, Mesh -> None, InterpolationOrder -> o,
  ColorFunction -> "TemperatureMap", PlotLegends -> Automatic, PlotLabel->
  Style["Reflectância Mínima", Italic, Black, Larger]], {o, {0, 1}}]
ListPointPlot3D[matrix, ColorFunction->"Rainbow", PlotLabel -> Style["
  Reflectância Mínima - Visão Tridimensional - Chip em Wafer", Italic,
  Black, Larger], PlotLegends-> Automatic]

(* 2.1 Chip sem selamento *)

Table[ListDensityPlot[matrix3, Mesh -> None, InterpolationOrder -> o,
  ColorFunction -> "TemperatureMap", PlotLegends -> Automatic, PlotLabel->
  Style["Reflectância Mínima", Italic, Black, Larger]], {o, {0, 1}}]
Table[ListContourPlot[matrix3, Mesh -> None, InterpolationOrder -> o,
  ColorFunction -> "TemperatureMap", PlotLegends -> Automatic, PlotLabel->
  Style["Reflectância Mínima", Italic, Black, Larger]], {o, {0, 1}}]
ListPointPlot3D[matrix3, ColorFunction->"Rainbow", PlotLabel -> Style["
  Reflectância Mínima - Visão Tridimensional - Chip Sem Selamento", Italic
  , Black, Larger], PlotLegends-> Automatic]

```