



República Federativa do Brasil
Ministério do Desenvolvimento, Indústria
e do Comércio Exterior
Instituto Nacional da Propriedade Industrial

(11) (21) **PI 0305389-0 A**

(22) Data de Depósito: 24/10/2003
(43) Data de Publicação: 28/06/2005
(RPI 1799)



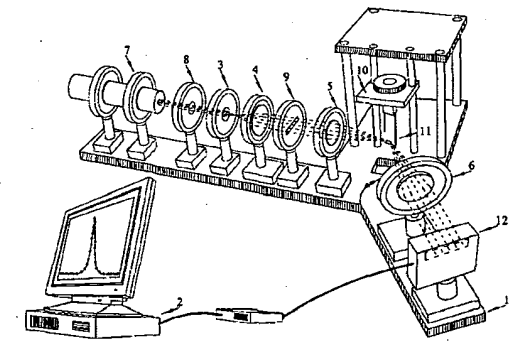
(51) Int. CI⁷.:
G01N 21/43

(54) Título: **APARELHO MONITORADOR PARA MEDIDA DIRETA E MULTI-ANGULAR DO ÍNDICE DE REFRAÇÃO, MÉTODO E USO DO MESMO**

(71) Depositante(s): Universidade Federal do Rio Grande do Sul (BR/RS)

(72) Inventor(es): Flavio Horowitz, Alexandre Fassini Michels, Hans Peter Henrik Grieneisen, Jorge Amoretti Lisboa

(57) Resumo: "APARELHO MONITORADOR PARA MEDIDA DIRETA E MULTI-ANGULAR DO ÍNDICE DE REFRAÇÃO, MÉTODO E USO DO MESMO". É descrito um aparelho monitorador para medida direta e multi-angular do índice de refração durante a evolução temporal e/ou espacial no processo de fabricação de uma amostra, o aparelho compreendendo um módulo constituído de uma base (1) com parte articulada sobre a qual são montados pelo menos uma fonte luminosa (7), que emite luz que é polarizada ao passar por pelo menos um polarizador de luz (8), a luz sendo expandida e colimada ao passar por lentes (3) e (4) convergentes, por uma fenda (9) e por uma lente (5) convergente, o cone de luz apresentando variação angular adequada ao intervalo varrido, dito cone sendo então focalizado sobre a amostra (11) adaptada a um suporte (10) dotado de sistema de determinação angular, o cone de luz sendo coletado e colimado por uma lente (6) convergente na direção de um detetor (12), sendo que para cada ângulo de incidência da luz, o cone de luz é coletado e colimado por uma lente (6) convergente na direção de um detetor (12), sendo que para cada ângulo de incidência da luz, o detetor (12) detecta a refletância, os valores de refletância nos diversos ângulos sendo comparados como padrão de referência de refletância, pelo que é possível detectar a evolução temporal da refletância da amostra (11). É igualmente descrito o método de determinação do índice de refração de uma amostra resultante de um processo utilizando o aparelho da invenção, bem como os usos do dito aparelho em processos industriais.



APARELHO MONITORADOR PARA MEDIDA DIRETA E MULTI-ANGULAR DO ÍNDICE DE REFRAÇÃO, MÉTODO E USO DO MESMO

CAMPO DA INVENÇÃO

5 A presente invenção refere-se a um aparelho e a um método para medição do índice de refração durante a evolução temporal - isto é em tempo real – e/ou espacial no processo de fabricação de uma amostra. Mais especificamente, a presente invenção refere-se a um aparelho para medição direta e multi-angular do índice de refração
10 através da medida em diversos ângulos da refletância de uma amostra, utilizando luz polarizada.

A invenção é igualmente dirigida ao método de medição do índice de refração de uma amostra utilizando o aparelho descrito.

A invenção encontra aplicação em processos industriais de
15 fabricação de filmes - tais como deposição física a vácuo por evaporação ou *sputtering* ou por bombardeamento de elétrons; deposição a vapores químicos; deposição por *spin coating* ou *dip coating* – na análise de superfícies de materiais, ou no acompanhamento de alterações superficiais - tais como por corrosão,
20 oxidação ou nitretação.

FUNDAMENTOS DA INVENÇÃO

Os aparelhos do estado da técnica destinados a medir o índice de refração de filmes em tempo real fornecem o valor do índice de refração médio da camada a ser medida. Dessa forma, os
25 monitoradores existentes não possibilitam a obtenção do perfil do índice de refração em função da profundidade da amostra a ser monitorada – de alta relevância para filmes de índice gradual e para materiais inomogêneos (compósitos, de densidade ou microestrutura

variável).

Outra limitação dos monitoradores existentes é a interdependência no resultado da medida entre o índice de refração e a espessura física.

5 Ainda, os monitoradores de filmes do estado da técnica estão baseados em medida interferométrica, onde a modulação de sinal ocorre em função da espessura óptica (espessura física multiplicada pelo índice de refração), ou em reconstrução iterativa da resposta espectral do filme. Assim, a obtenção do índice de refração por estes
10 instrumentos dá-se de forma indireta, após cálculo numérico dos dados experimentais, resultando em tempo e complexidade de processamento, assim como aumentos das incertezas envolvidas por sua propagação no cálculo.

Os aparelhos do estado da técnica, ao fornecerem o valor médio
15 do índice de refração da camada a ser medida, acabam impedindo que seja estabelecido o perfil da variação do índice na superfície da camada da amostra a ser monitorada, durante ou pós-processo de industrialização.

A maioria dos problemas que afetam a acurácia e a
20 reprodutibilidade na produção de películas, ou dos filmes, podem ser evitadas com o controle do índice de refração em uma região espectral de interesse durante o processo.

Neste sentido, diversos monitoradores foram propostos para análise do índice refração em tempo real.

25 Vidal, B., Fornier, A. e Pelletier, E. "Wideband optical monitoring of nonquarterwave multiplayer filters", Applied Optics, vol.18, **22**, pp.3851-3856, (1979) propuseram um monitorador baseado em um espectrômetro de varredura rápida, acoplado a um microcomputador,

que mede uma larga distribuição espectral durante a deposição do filme. Utilizavam para a monitoração uma função que permite obter as propriedades ópticas através da comparação entre a banda larga espectral, medida durante a deposição, e a banda espectral teórica, calculada para cada camada. Uma das dificuldades deste método de monitoração está no controle de filmes inhomogêneos, já que os cálculos teóricos consideram o índice de refração constante em profundidade para cada camada.

Milligem, F.J.; Bovard, B.; Jacobson, M.R.; Mueller, J.; Potoff, R.; Shoemaker, R.L. e Macleod, H.A., "Development of an automated scanning monochromator for monitoring thin films", Applied Optics, vol.24, 12, pp.1799-1802 (1985) descrevem um monitorador semelhante, a múltiplos comprimentos de onda, usando um monocromador com uma grade de difração móvel, associado a um elemento sensor linear do tipo CCD. Para obtenção dos valores do índice de refração, adicionalmente foi empregado um monitorador de espessura física a microbalança de quartzo.

Bovard, B.; Milligem, F.J.; Masserly, M.J.; Saxe, S.G. e Macleod, H.A. "Optical constants derivation for an inhomogeneous thin film from *in situ* transmission measurements", Applied Optics, vol.24, 12, pp.1803-1807, (1985) assim como Mouchart, J.; Lagier, G. e Pointu, B., "Détermination des constantes optiques n et k de matériaux faiblement absorbants". Applied Optics, vol.24, 12, pp.1808-1813, (1985), incorporaram na técnica o método das envoltórias, conforme anteriormente descrito por Manificier, J. C.; Gasiot J. e Fillard J. P., "A simple method for the determination of the optical constants n, k and the thickness of a weakly absorbing thin film", J.Phys.E: Sci. Instrum., vol. 9, p. 1002-1004, (1976) e aperfeiçoado por Swanepoel,

R. " Determination of the thickness and optical constants of amorphous silicon", J. Phys. E: Sci. Instrum., vol. 16, p. 1214-1222 (1983).

Este método apresenta limitações para filmes absorventes, além da complexidade instrumental.

Eickhoff, M.L. e Hall, J.L., "Real time precision refractometry: new approaches", Applied Optics, vol.36, (6), pp.1223-1230, (1997) descrevem um monitorador do índice de refração do ar atmosférico, utilizando um interferômetro do tipo Fabry-Perot, onde é medida a variação das franjas causada pela variação do índice do ar. Todos os monitoradores ópticos relatados acima são do tipo interferométrico, e portanto apresentam modulação de sinal dependente do índice de refração e da espessura física simultaneamente. Para separar o índice de refração, faz-se então necessária a introdução de medidas adicionais ou de tratamento computacional, este último gerando propagação de erros e conseqüente perda de precisão nos resultados.

Sainty, W.G.; Mcfall, W.D.; Mckenzie, D.R. e Yin, Y., "Time-dependent phenomena in plasma-assisted chemical vapor deposition of rugate optical films", Applied Optics, vol.34, (25), pp.5659-5664 (1995) relatam um sistema de monitoração do índice de refração que envolve polarização e fase da luz, através de um elipsômetro *in situ* automatizado, acoplado a um sistema de deposição, bem mais complexo.

A patente US 4.335.961 apresenta um aparelho que fornece, a partir de medida em largo espectro, à incidência de um único ângulo (normal à superfície da amostra), o índice de refração médio ao longo da espessura do filme, em função da distribuição espectral.

Adicionalmente, a patente US 4.335.961 não utiliza a natureza da polarização da luz, conforme reivindicado no presente pedido.

Portanto, a técnica ainda necessita de um aparelho e de um método que forneçam, para cada componente do espectro, a variação do índice de refração na superfície da amostra em evolução, de forma independente da espessura física, podendo produzir resultados a diferentes posições na superfície de amostras não-uniformes ou na profundidade de amostras não-homogêneas, conforme descrito e reivindicado no presente pedido.

10 **SUMÁRIO DA INVENÇÃO**

De um modo geral, o aparelho monitorador da invenção para medida direta e multi-angular do índice de refração durante a evolução temporal e/ou espacial no processo de fabricação de uma amostra compreende um módulo constituído de uma base com parte articulada sobre a qual são montados pelo menos uma fonte luminosa que emite luz que é polarizada ao passar por pelo menos um polarizador de luz, a luz sendo expandida e colimada ao passar por lentes convergentes, por uma fenda e por uma outra lente convergente, o cone de luz formado apresentando variação angular adequada ao intervalo varrido, dito cone sendo então focalizado sobre a amostra adaptada a um suporte dotado de sistema de determinação angular, o cone de luz sendo coletado e colimado por uma lente convergente na direção de um detetor, sendo que para cada ângulo de incidência da luz, o dito detetor detecta a refletância da dita amostra, os valores de refletância nos diversos ângulos sendo comparados com o padrão de referência, pelo que é possível detectar a evolução temporal da refletância da dita amostra, e onde:

i) a medida do índice de refração é direta, sendo obtida de forma

desacoplada da espessura física da amostra e dispensando processamento computacional;

5 ii) a medida do índice de refração é a múltiplos ângulos já que varre uma faixa angular correspondente a possíveis valores para esse índice, dita faixa sendo obtida pela incidência da luz em cone sobre a dita amostra.

Assim, a invenção provê um aparelho monitorador onde, para cada componente do espectro é estabelecida a variação do índice de refração na superfície da amostra independente da espessura física.

10 A invenção provê ainda um aparelho monitorador que pode produzir resultados a diferentes posições na superfície de amostras não-uniformes ou na profundidade de amostras não-homogêneas.

15 A invenção provê ainda um aparelho monitorador que mede o índice de refração de um filme sólido ou líquido tendo uma superfície lisa.

A invenção provê ainda um método para a medida do índice de refração de filmes sólidos ou líquidos tendo uma superfície lisa com auxílio do aparelho monitorador descrito.

20 A invenção provê ainda um aparelho para ser usado na determinação do índice de refração de amostras resultantes de processos industriais de fabricação, como deposição física a vácuo por evaporação ou *sputtering* ou por bombardeamento de elétrons.

25 A invenção provê ainda um aparelho para ser usado na determinação do índice de refração de amostras resultantes de processos de deposição a vapores químicos; deposição por *spin coating* ou *dip coating*.

BREVE DESCRIÇÃO DOS DESENHOS

A FIGURA 1 anexa é um desenho esquemático do módulo que

compõe o aparelho monitorador conforme a invenção.

A FIGURA 2 a apresenta um gráfico referente à monitoração do índice de refração de um óleo-padrão, durante o processo de *dip coating* de banho, demonstrando a estabilidade e reprodutibilidade do aparelho, assim como a precisão do método. Sua acurácia foi verificada pela concordância com o resultado obtido pelo tradicional método, pós-processo, de refratometria Abbé.

A FIGURA 3 a apresenta um gráfico referente à monitoração do índice de refração de um filme sol-gel durante o processo de *dip coating* de banho, em três velocidades distintas, demonstrando a rapidez da aplicação do método.

DESCRIÇÃO DETALHADA DA INVENÇÃO

Um primeiro aspecto da invenção é um aparelho monitorador para medição direta e a múltiplos ângulos do índice de refração de um filme sólido ou líquido ou de um material espesso qualquer, de superfície lisa.

O aparelho da invenção mede a distribuição angular da refletância de amostras de filmes sólidos ou líquidos ou de uma substância qualquer.

O conceito à base do aparelho da invenção é a natureza da polarização da luz por distinguir a componente do vetor campo elétrico associado à radiação eletromagnética.

Conforme a Figura 1, o aparelho para medição do índice de refração de acordo com a invenção compreende um módulo constituído de uma base (1) com parte articulada sobre a qual são montados os seguintes componentes: uma ou mais fontes luminosas (7), polarizadas ou não, polarizadores de luz (8), fenda (9), móvel ou não, lentes (3),(4),(5) e (6), convergentes cilíndricas ou não, suporte

(10) de amostra com sistema de determinação angular e detetor (12) do tipo CCD ou com movimento angular conectado a um microcomputador (2) dotado de software para análise e colocação em gráfico das medidas de refletância obtidas.

5 A fonte luminosa é um laser, um LED (LED = diodo emissor de luz), lâmpada fluorescente ou incandescente, halógena ou não.

O sistema de determinação angular adaptado ao suporte (10) é destinado a varrer uma faixa de possíveis valores para o índice de refração e permite medição rápida, precisa e acurada.

10 O detetor (12) é do tipo CCD. Alternativamente o detector (12) é de apenas um, com movimento angular, ou poucos elementos.

O aparelho monitorador pode ser posicionado de modo a variar o ângulo da parte articulada da base (1) e assim efetuar medidas em diversos ângulos. Os ângulos variam tipicamente entre 5 e 15 graus de arco. A variação angular permite varrer uma faixa de possíveis valores para o índice de refração.

15 Adicionalmente, dois ou mais lasers, ou ainda fontes luminosas polarizadas ou não (não representados na Figura) podem fazer parte do aparelho, iluminando toda a amostra ou focalizados em uma ou mais regiões, permitindo a obtenção de resultados em diferentes posições, no caso de amostras não uniformes.

A base (1) com parte articulada e amostra (11) apresentam uma geometria arbitrária.

25 A base (1) pode ser usada com ou sem uma cúpula protetora (não representada na Figura 1), para efetuar medidas com temperatura controlada e/ou atmosfera controlada.

O módulo é conectado a um microcomputador (2), que coleta o sinal do detetor (12) para o processo de medição.

Conforme o conceito da invenção, o aparelho monitorador efetua a medição do índice de refração de modo direto e a múltiplos ângulos.

A medida do índice de refração é dita direta porque é obtida de forma desacoplada da espessura física e sem necessidade de processamento computacional, com conseqüente propagação de erros.

A medida é dita a múltiplos ângulos porque varre uma faixa angular correspondente a possíveis valores para o índice de refração, dita faixa sendo obtida pela incidência da luz em cone sobre a amostra.

O comprimento de onda gerado pela fonte luminosa pode ser qualquer, em função da região de interesse no espectro.

A medida do índice de refração da amostra (11) em diversos ângulos de incidência permite detectar a evolução temporal da intensidade da luz refletida (refletância) pela amostra (11).

O aparelho da invenção permite determinar a variação do índice de refração na superfície da amostra independente da espessura física por ser baseado em uma medida interfacial direta e em tempo real.

O funcionamento do aparelho monitorador da invenção é como segue:

A fonte (7) emite luz, que é polarizada ao passar pelo polarizador (8), expandida e colimada ao passar pelas lentes (3) e (4), e em seguida passa pela fenda (9) e logo pela lente (5). Por esta lente (5), o feixe ou cone de luz é então focalizado sobre a amostra (11), posteriormente coletado e colimado pela lente (6), na direção do detetor (12).

Para cada ângulo de incidência da luz, o detetor (12) detecta a

intensidade da luz refletida e envia os dados para o computador (2).

A intensidade da luz refletida nos diversos ângulos é comparada com o padrão de referência de intensidade de luz refletida, obtendo o índice de refração durante o tempo de processo de um filme.

5 Na calibração angular do instrumento, os valores de índice de refração dele resultantes são comparados aos conhecidos em substratos padrão de referência. Os valores de índice de refração dos substratos padrão foram obtidos com alta precisão, pela técnica elipsométrica, complexa e de forma estática no tempo.

10 Conforme a presente invenção, o funcionamento do aparelho compreende as etapas de: (a) registrar a refletância luminosa angular $R_p(\theta)$ do conhecido padrão de referência; (b) incidir a luz em diversos ângulos sobre o padrão de referência e medir a intensidade luminosa angular $I_p(\theta)$ da luz refletida pelo padrão de referência com o
15 instrumento de medida; (c) incidir a luz sobre a amostra e medir a intensidade angular $I_a(\theta)$ refletida pela amostra com o instrumento de medida; (d) calcular $R_a(\theta)=[I_a(\theta)/R_p(\theta)]$, estabelecendo $R_a(\theta)$ como a refletância luminosa angular da amostra sendo medida. e (e) calcular o valor $x=[I_p(\theta)/R_p(\theta)]/R_a(\theta)$; converter o valor unitário de x no
20 correspondente valor de índice de refração n .

Um outro aspecto da invenção é o método para medir o índice de refração de modo direto, a múltiplos ângulos, com auxílio do aparelho da invenção.

Assim, o método para medição do índice de refração durante a
25 evolução de um processo com o auxílio do aparelho da invenção, compreende as etapas de:

a) Prover um módulo constituído de uma base (1) com parte articulada sobre a qual são montados pelo menos uma fonte

luminosa (7), que emite luz que é polarizada ao passar por pelo menos um polarizador de luz (8), a luz sendo expandida e colimada ao passar por lentes (3) e (4) convergentes, por uma fenda (9) e por uma lente (5) convergente, o cone de luz formado apresentando variação angular adequada ao intervalo varrido, dito cone sendo então focalizado sobre a amostra (11) adaptada a um suporte (10) dotado de sistema de determinação angular, o cone de luz sendo coletado e colimado por uma lente (6) convergente na direção de um detetor (12), sendo que para cada ângulo de incidência da luz, o detetor (12) detecta a refletância da amostra (11);

- b) Com auxílio de microcomputador acoplado ao detetor (12), registrar em gráfico a distribuição angular da refletância da amostra (11) em função do tempo;
- c) A partir dos dados obtidos, analisar a intensidade da luz refletida nos diversos ângulos e comparar com o padrão de referência de intensidade de luz refletida, obtendo o índice de refração durante o tempo de processo de obtenção de uma amostra, com baixa absorção da luz.

Portanto, o aparelho monitorador da invenção permite medir o índice de refração de uma amostra de filme sólido ou líquido, em um ou diversos comprimentos de onda, em diversas regiões da amostras, uniformes ou não.

Pode-se obter o índice de refração médio ou alternativamente seu perfil em função da profundidade para amostras não homogêneas.

Ainda, o aparelho monitorador permite obter o índice de refração para uma amostra (11) em diversas regiões em uma mesma profundidade para amostras não uniformes.

A estabilidade e reprodutibilidade do aparelho, assim como a precisão e acurácia do método de monitoração, podem ser comprovadas a partir dos Exemplos a seguir.

EXEMPLO 1

5 A Figura 2 apresenta um gráfico onde são apresentados os dados experimentais obtidos com a monitoração do óleo mineral OP60 que, por ser estável e não-volátil, mantém o valor do seu índice de refração durante o processo de *dip coating* de banho. Adicionalmente, os valores do índice de refração resultantes do método, deste e de outros líquidos estáveis, foram comparados aos
10 obtidos pós-processo pela tradicional técnica de refratometria Abbé, ficando a acurácia do método verificada pela concordância obtida ($n = 1,470 \pm 0,001$). Estes dados foram obtidos após introdução da região da amostra (11) em uma câmara ambiental, garantindo condições
15 estáveis de temperatura e umidade.

EXEMPLO 2

Este Exemplo é ilustrado pela Figura 3, onde são apresentados os valores experimentais medidos durante o processo de formação de um filme sol-gel, obtido também pelo processo de *dip coating* de
20 banho, em distintas velocidades de retirada ou de arraste. Este é um exemplo em que o índice de refração varia rapidamente, demonstrando a agilidade na aquisição e no tratamento dos dados – indicativo da aplicabilidade do método e do aparelho a outros processos que apresentem variações rápidas no índice de refração.
25 Para garantir condições ambientais estáveis e dificultar a contaminação da amostra, foi introduzida a região da amostra (11) em uma câmara ambiental.

REIVINDICAÇÕES

1. Aparelho monitorador para medida direta e multi-angular do índice de refração durante a evolução temporal e/ou espacial no processo de fabricação de uma amostra (11), caracterizado por que
- 5 compreende um módulo constituído de uma base (1) com parte articulada sobre a qual são montados pelo menos uma fonte luminosa (7), que emite luz que é polarizada ao passar por pelo menos um polarizador de luz (8), a luz sendo expandida e colimada ao passar por lentes (3) e (4) convergentes, por uma
- 10 fenda (9) e por uma lente (5) convergente, o cone de luz apresentando variação angular adequado ao intervalo varrido, dito cone sendo então focalizado sobre a amostra (11) adaptada a um suporte (10) dotado de sistema de determinação angular, o cone de luz é então coletado e colimado por uma lente (6) convergente
- 15 na direção de um detetor (12), sendo que para cada ângulo de incidência da luz, o detetor (12) detecta a refletância, os valores de refletância nos diversos ângulos sendo comparados com o padrão de referência de refletância, pelo que é detectada a evolução temporal da refletância da amostra (11), e onde:
- 20 i) a medida do índice de refração é direta, sendo obtida de forma desacoplada da espessura física da amostra (11) e dispensando processamento computacional;
- ii) a medida do índice de refração da amostra (11) é a múltiplos ângulos já que varre uma faixa angular correspondente a possíveis
- 25 valores para o índice de refração, dita faixa sendo obtida pela incidência da luz em cone sobre a dita amostra (11).
2. Aparelho monitorador de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por que a amostra (11) da qual o índice de refração

é medido é um filme, película ou material espesso de superfície lisa.

3. Aparelho monitorador de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por que a amostra (11) da qual o índice de refração é medido é constituída de uma substância qualquer.
4. Aparelho monitorador de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por que o índice de refração é medido em diversas regiões da amostra (11).
5. Aparelho monitorador de acordo com a reivindicação 2, caracterizado por que a medida do índice de refração da amostra (11) é efetuada no filme ou película no estado sólido ou líquido.
6. Aparelho monitorador de acordo com a reivindicação 5, caracterizado por que a medida é efetuada sobre o filme ou película uniforme.
7. Aparelho monitorador de acordo com a reivindicação 5, caracterizado por que a medida é efetuada sobre o filme ou película não homogêneo.
8. Aparelho monitorador de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por que o índice de refração da amostra (11) é o índice de refração médio.
9. Aparelho monitorador de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por que alternativamente para amostras (11) não homogêneas é obtido o perfil do índice de refração em função da profundidade da amostra (11).
10. Aparelho monitorador de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por que alternativamente para amostras (11) não homogêneas é obtido o índice de refração em diversas regiões em uma mesma profundidade.

11. Aparelho monitorador de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por que a pelo menos uma fonte de luz (7) é polarizada.
12. Aparelho monitorador de acordo com a reivindicação 1,
5 caracterizado por que a pelo menos uma fonte de luz (7) é não polarizada, seguida de um polarizador (8).
13. Aparelho monitorador de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por que a pelo menos uma fonte de luz (7) é um laser, um LED, ou uma lâmpada fluorescente ou incandescente,
10 halógena ou não.
14. Aparelho monitorador de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por que a pelo menos uma fonte de luz (7) emite luz em um ou em diversos comprimentos de onda.
15. Aparelho monitorador de acordo com a reivindicação 1,
15 caracterizado por que compreende alternativamente duas ou mais fontes de luz (7) para iluminar toda a amostra (11) ou parte da mesma.
16. Aparelho monitorador de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por que a fenda (9) é móvel.
- 20 17. Aparelho monitorador de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por que a fenda (9) é fixa.
18. Aparelho monitorador de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por que as lentes (3), (4), (5) e (6) convergentes são cilíndricas.
- 25 19. Aparelho monitorador de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por que as lentes (3), (4), (5) e (6) convergentes são não cilíndricas.
20. Aparelho monitorador de acordo com a reivindicação 1,

caracterizado por que o detetor (12) é do tipo CCD.

21. Aparelho monitorador de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por que o detetor (12) é com movimento angular.

22. Aparelho monitorador de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por que é posicionado de modo a variar o ângulo da parte articulada da base (1) e efetuar medidas em diversos ângulos.

23. Aparelho monitorador de acordo com a reivindicação 22, caracterizado por que os ângulos variam tipicamente entre 5 e 15 graus de arco, a variação angular permitindo varrer uma faixa de possíveis valores para o índice de refração.

24. Aparelho monitorador de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por que a geometria da base com parte articulada (1) e da amostra (11) é arbitrária.

25. Aparelho monitorador de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por que alternativamente a base (1) é usada com uma cúpula protetora, para efetuar medidas com temperatura controlada e/ou atmosfera controlada.

26. Aparelho monitorador de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por que o método de operação do aparelho compreende as etapas de: (a) registrar a refletância luminosa angular $R_p(\theta)$ do conhecido padrão de referência; (b) incidir a luz em diversos ângulos sobre o padrão de referência e medir a intensidade luminosa angular $I_p(\theta)$ da luz refletida pelo padrão de referência com o instrumento de medida; (c) incidir a luz sobre a amostra e medir a intensidade angular $I_a(\theta)$ refletida pela amostra com o instrumento de medida; (d) calcular $R_a(\theta)=[I_a(\theta)/R_p(\theta)]$, estabelecendo $R_a(\theta)$ como a refletância luminosa angular da

amostra (11) medida; (e) calcular o valor $x = [I_p(\theta)/R_p(\theta)]/R_a(\theta)$; e converter o valor unitário de x no correspondente valor de índice de refração n .

27. Aparelho monitorador de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por que, para obter o índice de refração de uma amostra (11), o dito aparelho desempenha as funções de:

a) fazer incidir sobre a dita amostra um cone de luz proveniente de pelo menos uma fonte de luz (7) montada sobre uma base (1) com parte articulada;

b) polarizar a luz fazendo passar por pelo menos um polarizador de luz (8);

c) expandir e colimar a luz fazendo passar por lentes (3) e (4) convergentes, por uma fenda (9) e por uma lente (5) convergente, o cone de luz apresentando variação angular adequada ao intervalo varrido;

d) focalizar dito cone sobre a amostra (11) adaptada a um suporte (10) dotado de sistema de determinação angular;

e) coletar e colimar o cone de luz por uma lente (6) convergente na direção de um detetor (12);

f) para cada ângulo de incidência da luz, fazer o detetor (12) detectar a refletância;

g) comparar os valores de refletância da amostra (11) nos diversos ângulos com o padrão de referência de refletância, pelo que é detectada a evolução temporal da refletância da amostra (11);

h) colocar em gráfico os valores de refletância obtidos para a amostra (11) com auxílio de computador (2).

28. Método para medir, de modo direto e a múltiplos ângulos, o índice de refração de uma amostra (11) durante a evolução

temporal e/ou espacial de um processo de fabricação dessa amostra, com auxílio do aparelho de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por que compreende:

- 5 a) Prover um módulo constituído de uma base (1) com parte articulada sobre a qual são montados pelo menos uma fonte luminosa (7), que emite luz que é polarizada ao passar por pelo menos um polarizador de luz (8), a luz sendo expandida e colimada ao passar por lentes (3) e (4) convergentes, por uma fenda (9) e por uma lente (5) convergente, o cone de luz formado
- 10 apresentando variação angular adequado ao intervalo varrido, dito cone sendo então focalizado sobre a amostra (11) adaptada a um suporte (10) dotado de sistema de determinação angular, o cone de luz sendo coletado e colimado por uma lente (6) convergente na direção de um detetor (12), sendo que para cada ângulo de
- 15 incidência da luz, o detetor (12) detecta a refletância da amostra (11);
- b) Com auxílio de microcomputador acoplado ao detetor (12), registrar em arquivo digital ou em gráfico a distribuição angular da refletância da amostra (11) em função do tempo;
- 20 c) A partir dos dados do arquivo digital ou dos gráficos obtidos, analisar a refletância nos diversos ângulos e comparar com o padrão de referência, obtendo o índice de refração durante o tempo de processo de obtenção da dita amostra (11), com baixa absorção da luz.
- 25 29. Método de acordo com a reivindicação 28, caracterizado por que a variação angular adequada ao possível intervalo varrido do índice de refração no processo é de 5 a 15 graus de arco, em diversos ângulos de incidência, de modo a detectar a evolução

temporal da intensidade da luz refletida pela amostra (11).

30. Método de acordo com a reivindicação 28, caracterizado por que a medida do índice de refração é dita direta porque envolve obter o dito índice para uma amostra (11) de forma desacoplada da espessura física da dita amostra.

31. Método de acordo com a reivindicação 28, caracterizado por que a medida do índice de refração da amostra (11) varre uma faixa angular correspondente a possíveis valores para o índice de refração, dita faixa sendo obtida pela incidência da luz em cone sobre a dita amostra (11).

32. Uso do aparelho de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por ser acoplável a processos industriais de deposição física a vácuo por evaporação ou *sputtering*, bombardeamento de elétrons, deposição a vapores químicos, deposição por *spin coating* ou *dip coating*.

33. Uso do aparelho de acordo com a reivindicação 1, caracterizado por ser na análise de superfícies de materiais e no acompanhamento de alterações superficiais.

34. Uso do aparelho de acordo com a reivindicação 33, caracterizado por que são analisadas as alterações superficiais causadas por corrosão, oxidação ou nitretação.

FIGURA 1

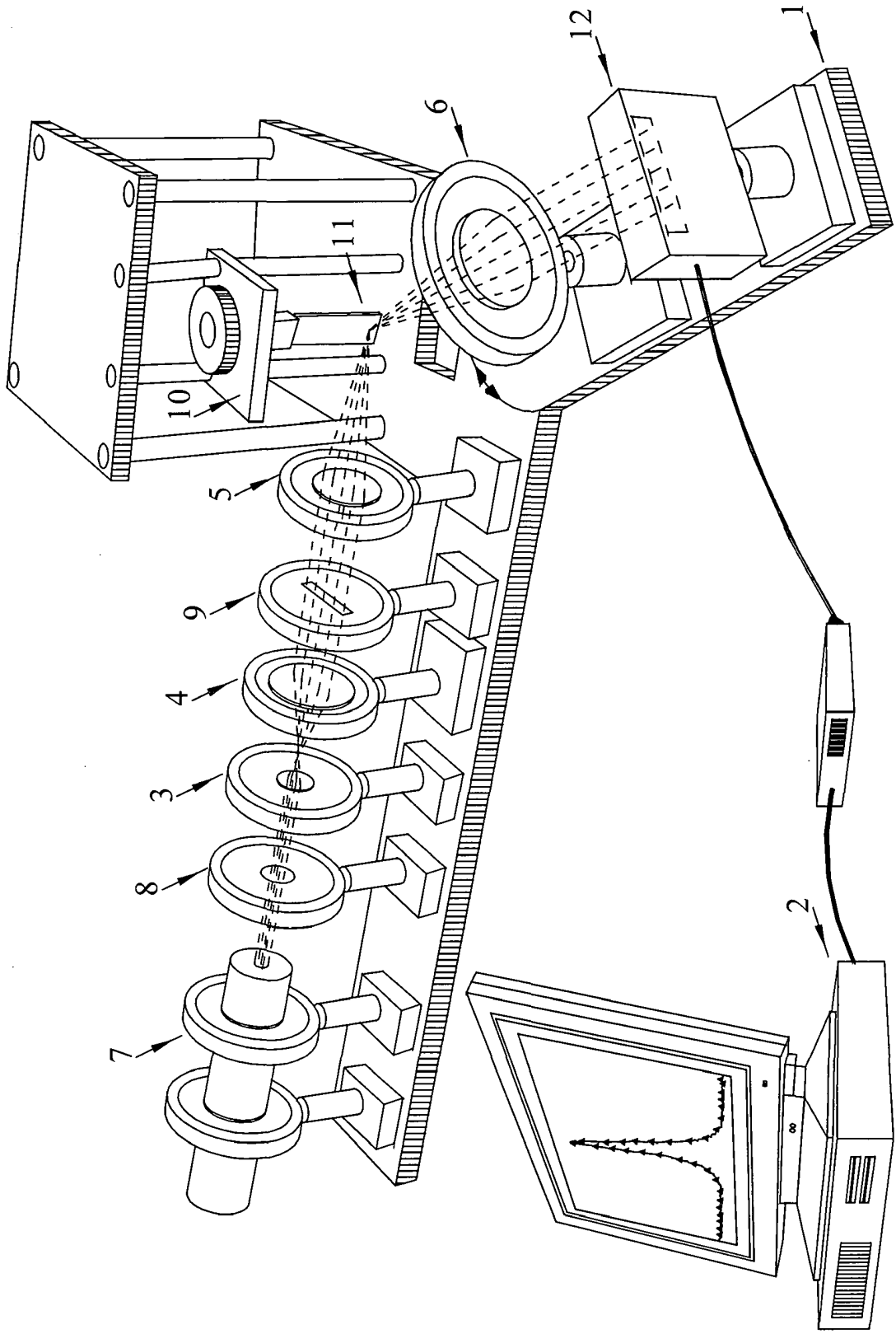


FIGURA 2

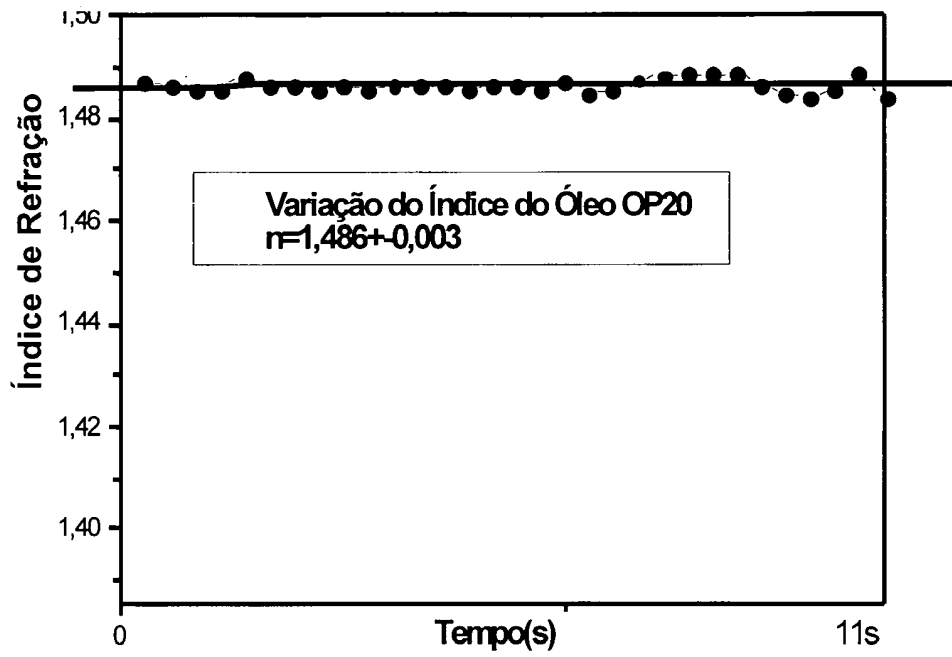
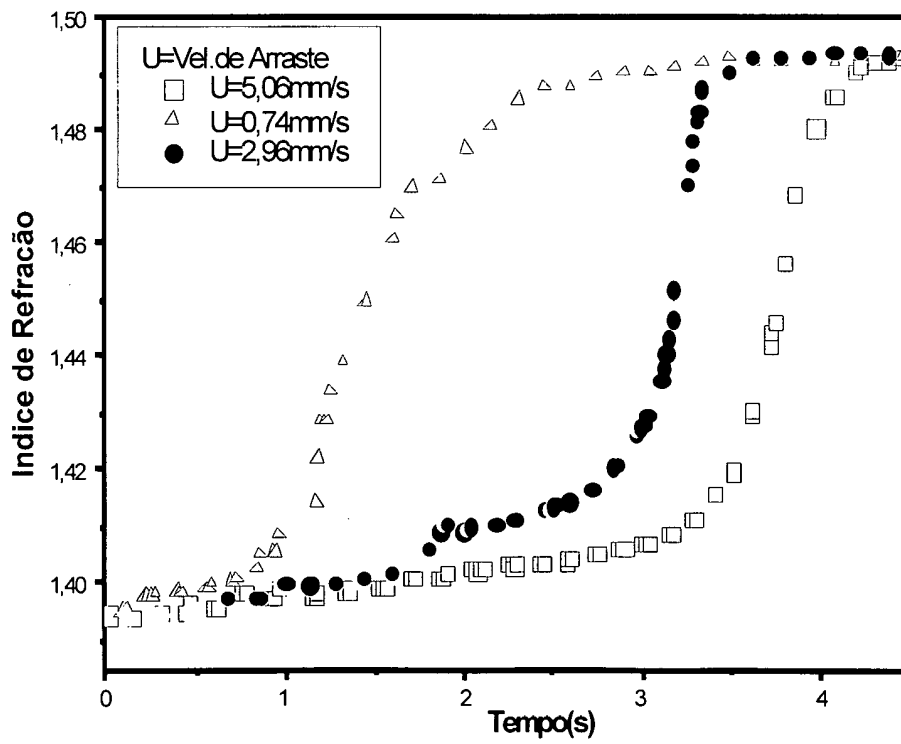


FIGURA 3



RESUMO**APARELHO MONITORADOR PARA MEDIDA DIRETA E MULTI-ANGULAR DO ÍNDICE DE REFRAÇÃO, MÉTODO E USO DO MESMO**

É descrito um aparelho monitorador para medida direta e multi-
5 angular do índice de refração durante a evolução temporal e/ou espacial
no processo de fabricação de uma amostra, o aparelho compreendendo
um módulo constituído de uma base (1) com parte articulada sobre a
qual são montados pelo menos uma fonte luminosa (7), que emite luz
que é polarizada ao passar por pelo menos um polarizador de luz (8), a
10 luz sendo expandida e colimada ao passar por lentes (3) e (4)
convergentes, por uma fenda (9) e por uma lente (5) convergente, o
cone de luz apresentando variação angular adequada ao intervalo
varrido, dito cone sendo então focalizado sobre a amostra (11) adaptada
a um suporte (10) dotado de sistema de determinação angular, o cone
15 de luz sendo coletado e colimado por uma lente (6) convergente na
direção de um detetor (12), sendo que para cada ângulo de incidência
da luz, o cone de luz é coletado e colimado por uma lente (6)
convergente na direção de um detetor (12), sendo que para cada ângulo
de incidência da luz, o detetor (12) detecta a refletância, os valores de
20 refletância nos diversos ângulos sendo comparados com o padrão de
referência de refletância, pelo que é possível detectar a evolução
temporal da refletância da amostra (11). É igualmente descrito o método
de determinação do índice de refração de uma amostra resultante de
um processo utilizando o aparelho da invenção, bem como os usos do
25 dito aparelho em processos industriais.