

19



OFICINA ESPAÑOLA DE
PATENTES Y MARCAS

ESPAÑA



11 Número de publicación: **2 928 703**

51 Int. Cl.:

G01B 17/02 (2006.01)

G01N 29/04 (2006.01)

12

TRADUCCIÓN DE PATENTE EUROPEA

T3

86 Fecha de presentación y número de la solicitud internacional: **16.02.2015 PCT/US2015/016033**

87 Fecha y número de publicación internacional: **27.08.2015 WO15126784**

96 Fecha de presentación y número de la solicitud europea: **16.02.2015 E 15707477 (4)**

97 Fecha y número de publicación de la concesión europea: **10.08.2022 EP 3108205**

54 Título: **Dispositivo y método fotoacústico para la medición sin contacto de capas delgadas**

30 Prioridad:

18.02.2014 US 201461941404 P

45 Fecha de publicación y mención en BOPI de la traducción de la patente:
22.11.2022

73 Titular/es:

**NOVELIS, INC. (100.0%)
3560 Lenox Road, Suite 2000
Atlanta, GA 30326, US**

72 Inventor/es:

**PRINZHORN, HEINRICH;
ERDMANN, STEFAN;
WUTTKE, THOMAS;
BAUER, ANDREAS;
ABEL, BERND y
CHARVAT, ALES**

74 Agente/Representante:

FERNÁNDEZ POU, Felipe

ES 2 928 703 T3

Aviso: En el plazo de nueve meses a contar desde la fecha de publicación en el Boletín Europeo de Patentes, de la mención de concesión de la patente europea, cualquier persona podrá oponerse ante la Oficina Europea de Patentes a la patente concedida. La oposición deberá formularse por escrito y estar motivada; sólo se considerará como formulada una vez que se haya realizado el pago de la tasa de oposición (art. 99.1 del Convenio sobre Concesión de Patentes Europeas).

DESCRIPCIÓN

Dispositivo y método fotoacústico para la medición sin contacto de capas delgadas

5 Referencia cruzada con las solicitudes relacionadas

Esta solicitud reivindica prioridad, conforme a 35 U.S.C. § 119(e), de la Solicitud Provisional de EE. UU. No. 61/941.404, presentada el 18 de febrero de 2014, titulada "PHOTO-ACOUSTIC DEVICE AND METHOD FOR NON-CONTACT MEASUREMENT OF THIN LAYERS".

10

Campo de la invención

La presente invención se refiere generalmente a un dispositivo y a un método para medir una capa y, en particular, a un dispositivo fotoacústico y a un método de medición para la medición sin contacto mecánico de recubrimientos de capa delgada.

15

Antecedentes

Los términos películas delgadas o capas delgadas se refieren a capas en el intervalo de grosores micrométricos (μm) y/o nanométricos (nm). La fabricación de capas delgadas es importante en los procesos de producción industrial, por ejemplo, para aplicar capas funcionales con propiedades finamente ajustadas a la vez que ahorran materias primas costosas. Tales películas delgadas tienen una diversidad de aplicaciones en óptica, microelectrónica y en el tratamiento de superficies. Un grosor uniforme y una caracterización bien definida de la capa es un desafío para el fabricante.

20

25

Por ejemplo, para mejorar la resistencia a la corrosión y la adherencia de lacas, selladores y adhesivos sobre tiras de aluminio, puede aplicarse un recubrimiento de conversión mediante un proceso denominado recubrimiento de bobinas. Anteriormente, estos recubrimientos de conversión contenían componentes químicos con cromo como un ingrediente; sin embargo, la industria se mueve hacia el uso de recubrimientos de conversión sin cromo. Durante la producción puede ser necesario monitorizar la calidad del recubrimiento de conversión aplicado y/o su composición química, en particular la cantidad de ingredientes fundamentales en tiempo real. Sin embargo, en un proceso de recubrimiento de bobinas, la tira de aluminio puede moverse con una velocidad de hasta varios cientos de metros por minuto a través de la maquinaria de producción.

30

35

Se conocen algunas técnicas para analizar estos tipos de capas delgadas. Todas ellas comparten el problema de que no son capaces de analizar las muestras en movimiento rápido ni las capas de grosor nanométrico que se aplican sobre superficies ásperas. La interferometría de luz blanca requiere al menos un grosor de película que se encuentre dentro del intervalo de la longitud de onda de la luz visible mientras que el grosor normal de un recubrimiento de conversión se encuentra por debajo de 100 nanómetros. La fotometría también requiere capas más gruesas para obtener la sensibilidad deseada. La fluorescencia de rayos X (XRF en línea) puede ser demasiado lenta y, como la retrodispersión Beta, requiere protección contra las radiaciones que sería costoso en un entorno industrial. Dado que las irregularidades de la superficie de una tira de aluminio típica se encuentran en el intervalo micrométrico, es difícil usar la elipsometría, la cual requiere superficies muy planas tal como en la industria de los semiconductores. Durante el proceso de recubrimiento de bobinas, la tira de aluminio se moverá rápido y vibrará, lo cual descarta la espectroscopía de reflexión total atenuada (ATR), que necesita una distancia hasta la superficie de las muestras menor que la longitud de onda usada.

40

45

50

Además, se sabe que las técnicas fotoacústicas (en lo sucesivo denominadas además PA) basadas en el principio PA miden las capas de películas en las cuales una muestra se expone a radiación electromagnética. La absorción de la radiación conduce a una temperatura más alta de la muestra y a un cambio del volumen, al cual sigue una dilatación de la superficie de la muestra. A su vez, la dilatación de la superficie provoca un impulso o cambios periódicos de la densidad del medio circundante, que pueden detectarse como sonido con un micrófono. La sensibilidad a los ingredientes de la muestra mediante el uso de la técnica fotoacústica puede ser mejor que con la espectroscopía convencional basada en la luz. Sin embargo, en las técnicas PA conocidas, el grosor de la muestra no ha sido menor que aproximadamente 12 micrómetros y el micrófono se coloca en contacto mecánico con (es decir, tocando) la muestra o requiere un medio líquido en contacto con la muestra para transmitir el sonido al micrófono, lo cual puede no ser adecuado para medir recubrimientos de conversión por debajo de 100 nanómetros en el proceso de fabricación con recubrimiento de bobinas.

55

60

Documentos de la técnica anterior

PA1: Kanstad S.O. et al, "Open membrane spectrophone for photoacoustic spectroscopy", Optics Communications, North-Holland Publishing Co. Amsterdam, NL, vol. 26, no. 3, 1 de septiembre de 1978 (1978-09-01), páginas 367-371, XP024476239, ISSN: 0030-4018, DOI: 10.1016/0030-4018(78)90224-9;

65

PA2: A Mandelis et al.: "Photoacoustic Spectroscopy of Thin SiO₂ Films Grown on (100) Crystalline Si Substrates A Thermal Interferometric Technique Complementary to Optical Interferometry", Appl. Phys. A33, 1 de enero de 1984 (1984-01-01), páginas 153-159, XP55184358;

5 PA3: D. M. Todorovic et al.: "Photoacoustic investigation of thermal and transport properties of amorphous GeSe thin films", Journal of Applied Physics, vol. 76, no. 7, 1 de enero de 1994 (1994-01-01), página 4012, XP55184438, ISSN: 0021-8979, DOI: 10.1063/1.357348;

10 PA4: Kopylova D.S et al: "Thickness measurement for submicron metallic coatings on a transparent substrate by laser photoacoustic technique", Acoustical Physics, Pleiades Publishing/AIP, Melville, NY, US, vol. 54, no. 6, 1 de noviembre de 2008 (2008-11-01), páginas 783-790, XP001517799, ISSN: 1063-7710, DOI: 10.1134/S1063771008060067:

15 PA5: US 2004/0085550 A1; y

PA6: US 2012/0186348 A1

20 describen la técnica anterior relevante. De entre los documentos de la técnica anterior PA1 a PA6 enumerados anteriormente, los documentos PA1 a PA4 son artículos científicos que describen métodos y dispositivos fotoacústicos convencionales para medir capas submicrónicas estacionarias. En ellos, la capa que se va a medir se ilumina con luz láser modulada y se detecta la señal acústica resultante.

25 PA1 describe un método y dispositivo de espectroscopía fotoacústica según el cual una capa delgada que tiene un grosor de 44nm y que está apoyada fijamente en el lado exterior de la membrana de una cámara cerrada llena de gas se ilumina desde el exterior con luz láser pulsada y se mide la señal acústica resultante con un micrófono conectado a la cámara.

30 PA2 describe un método y dispositivo de espectroscopía fotoacústica según el cual la capa que se va a medir se pone en el interior de una celda fotoacústica sellada herméticamente y se ilumina con luz láser modulada sinusoidalmente.

35 PA3 describe un método y dispositivo de espectroscopía fotoacústica según el cual la muestra que se va a medir se pone en una celda fotoacústica y se ilumina con luz láser modulada sinusoidalmente. El grosor se determina ajustando un modelo teórico frente a la fase de la señal acústica como una función de la frecuencia del láser.

40 PA4 describe un método y dispositivo de espectroscopía fotoacústica según el cual la muestra que se va a medir se sumerge en un fluido de acoplamiento tal como etanol o acetona. Posteriormente, la muestra sumergida se ilumina con luz láser pulsada, y se determina el grosor sobre la base del perfil de tiempo medido del pulso acústico resultante.

45 PA5 describe un método y dispositivo para medir el grosor de un material en movimiento en el rango de grosor de aproximadamente un centímetro. En PA5, se ilumina una superficie incidente del material con luz láser pulsada creando un pulso ultrasónico longitudinal transmitido a través del material. En la superficie opuesta del material, una parte de este pulso ultrasónico se refleja como un pulso ultrasónico longitudinal de nuevo a la superficie de material incidente y otra parte del mismo se refleja como un pulso ultrasónico transversal. PA5 mide el tiempo en el que estos dos pulsos reflejados llegan a la superficie de material incidente y determina el grosor del material sobre la base de la diferencia de tiempo detectada. En la versión de medición sin contacto mecánico descrita en PA5, la detección se realiza mediante una técnica ultrasónica con láser.

50 PA6 describe un método y dispositivo para la medición sin contacto mecánico del grosor de una capa delgada en movimiento que recubre un sustrato mediante ultrasonidos. En PA6, las ondas ultrasónicas se transmiten a través de la muestra que consiste en capa y sustrato, y se determina el grosor de la capa sobre la base del factor de atenuación de las ondas ultrasónicas transmitidas en comparación con el factor de atenuación determinado para el sustrato sin ninguna capa aplicada al mismo.

60 Por lo tanto, se desea una técnica de medición rápida, en tiempo real, no destructiva y sin contacto mecánico para capas de conversión que sea insensible al ruido, a la suciedad y a los golpes, y adecuada para su uso en el proceso de fabricación con recubrimiento de bobinas.

Compendio

65 De acuerdo con la presente invención, se propone un dispositivo de medición para la medición sin contacto mecánico de una capa con las características de la reivindicación 8. El dispositivo de medición incluye una fuente de luz funcional para generar un pulso adaptado para interactuar con la capa para generar una onda

térmica en un medio gaseoso presente adyacente a la capa. La onda térmica provoca que se genere una señal acústica. El dispositivo de medición incluye, además, un detector adaptado para detectar una primera señal sensible a la señal acústica. El detector no está en contacto mecánico con la capa. La primera señal es representativa de la capa medida.

5

De acuerdo con una realización, el pulso se adapta para interactuar con la capa sin alterar de manera permanente la capa. De acuerdo con una realización, una longitud de onda del pulso se asocia con una profundidad de penetración del pulso en la capa. De acuerdo con una realización, la longitud de onda del pulso se selecciona, preferiblemente, en el rango de aproximadamente 150 a aproximadamente 500 nanómetros, más preferiblemente, en el rango de aproximadamente 180 a aproximadamente 350 nanómetros, lo más preferiblemente, aproximadamente 213 nanómetros. La profundidad de penetración es mayor que un grosor de la capa.

10

De acuerdo con una realización, un ancho temporal del pulso se asocia con una longitud de difusión térmica de la capa. La longitud de difusión térmica es sustancialmente igual a un grosor de la capa. De acuerdo con una realización, el ancho del pulso se selecciona, preferiblemente, para que esté en el rango de aproximadamente 50 picosegundos (pseg) a aproximadamente 100 nanosegundos (nseg), más preferiblemente, en rango de aproximadamente 1 nseg a aproximadamente 50 nseg.

15

De acuerdo con una realización, el pulso se asocia con una absorción del pulso dentro de la capa. La absorción es sustancialmente mayor que una absorción del pulso dentro de un sustrato en contacto mecánico con la capa. La capa se dispone entre el sustrato y el medio gaseoso.

20

De acuerdo con una realización, un grosor de la capa es menor de 100 nm. De acuerdo con una realización, la capa se selecciona del grupo que consiste en un sólido, un gel, un líquido, y un polvo.

25

De acuerdo con una realización, el detector incluye un transductor adaptado para tener una respuesta de frecuencia mayor que un rango de frecuencia de un ambiente ruidoso en la cercanía del detector y para generar la primera señal. De acuerdo con una realización, la respuesta de frecuencia del transductor está por encima de 200 kilohercios.

30

De acuerdo con una realización, el detector incluye un acoplador de sonido adaptado para dirigir una porción de la señal acústica hacia el detector. De acuerdo con una realización, el acoplador de sonido incluye un cuerpo cilíndrico hueco que incluye una abertura próxima al detector. De acuerdo con una realización, el acoplador de sonido incluye un eje longitudinal orientado en una primera dirección que se interseca con una región donde el pulso interactúa con la capa. De acuerdo con una realización, el acoplador de sonido se adapta, además, para rechazar una porción del ruido acústico del ambiente que se origina desde una segunda dirección diferente de la primera dirección.

35

De acuerdo con la invención, el dispositivo de medición incluye, además, un procesador de señales adaptado para mejorar una relación de señal a ruido de la primera señal para formar una segunda señal, y calcular una distancia entre el detector y una región del medio gaseoso que genera la onda térmica. El procesador de señales se adapta, además, para compensar la segunda señal de acuerdo con la distancia calculada y un ajuste hiperbólico a una función de amplitud de presión acústica frente a la distancia del detector a la capa de muestra que se ha establecido por un proceso de calibración previo para producir una tercera señal que es sustancialmente independiente de una fluctuación de la distancia, y determinar una característica de la película de la capa sobre la base de una medición sensible a una composición y al grosor de la película de acuerdo con una amplitud de la tercera señal en combinación con una tabla de consulta predeterminada o en combinación con un modelo de calibración calculado, en el que la tabla de consulta o el modelo de calibración calculado se han establecido por una calibración previa adicional.

40

45

50

De acuerdo con una realización, el procesador de señales incluye un filtro adaptado para dejar pasar de manera selectiva una porción de alta frecuencia de la primera señal para formar la segunda señal. De acuerdo con una realización, el filtro incluye un factor de calidad mayor de diez a 3 decibelios por debajo de una amplitud máxima de la primera señal a una frecuencia resonante del filtro.

55

De acuerdo con la invención, el procesador de señales se adapta, además, para calcular la distancia de acuerdo con una velocidad de la señal acústica en el medio gaseoso multiplicada por un tiempo de viaje de la señal acústica. De acuerdo con una realización, el procesador de señales se adapta, además, para determinar el tiempo de viaje mediante la sustracción de un tiempo asociado con la generación del pulso de un tiempo asociado con la recepción de la señal acústica en el detector.

60

De acuerdo con una realización, el dispositivo de medición incluye, además, un cabezal de medición que incluye un orificio de salida por donde el pulso sale del cabezal de medición hacia el medio gaseoso. El detector y el orificio de salida se unen rígidamente cada uno al cabezal de medición. De acuerdo con una realización, el cabezal de medición se adapta para moverse en una dirección sustancialmente paralela a una

65

superficie de la capa. De acuerdo con una realización, el orificio de salida se acopla a la fuente de luz por medio de una fibra óptica.

5 De acuerdo con una realización, la fuente de luz es, además, funcional para generar una multitud de pulsos, donde cada uno tiene diferentes características asociadas seleccionadas para interactuar con una multitud de diferentes constituyentes asociados de la capa. El dispositivo de medición incluye una multitud de detectores diferentes, cada uno de los cuales está asociado con uno diferente de la multitud de pulsos.

10 De acuerdo con una realización, el dispositivo de medición incluye, además, un detector de energía adaptado para medir una energía del pulso. De acuerdo con una realización, el dispositivo de medición incluye, además, un procesador de señales adaptado para compensar la primera señal de acuerdo con la energía para formar una segunda señal que es sustancialmente independiente de una fluctuación de la energía.

15 De acuerdo con una realización, la capa es un recubrimiento aplicado en un proceso de recubrimiento de bobinas o de recubrimiento de rodillo a rodillo y la primera señal se detecta en tiempo real a medida que la capa se mueve con relación al dispositivo de medición. De acuerdo con una realización, la capa es un recubrimiento de conversión aplicado sobre un sustrato de aluminio y la capa incluye silicio (Si) y/o un metal seleccionado del grupo que consiste en circonio (Zr), titanio (Ti) y cromo (Cr).

20 De acuerdo con otro aspecto de la presente invención, se propone un método para la medición sin contacto mecánico de una capa con las características de la reivindicación 1. El método incluye generar un pulso adaptado para interactuar con la capa para generar una onda térmica en un medio gaseoso presente adyacente a la capa, provocando de esa manera que se genere una señal acústica. El método incluye, además, detectar una primera señal sensible a la señal acústica sin hacer contacto mecánico con la capa. La
25 primera señal es representativa de la capa medida.

De acuerdo con una realización, el método incluye, además, seleccionar la capa del grupo que consiste en un sólido, un gel, un líquido y un polvo. De acuerdo con una realización, el método incluye, además, generar la primera señal mediante el uso de un transductor que tiene una respuesta de frecuencia mayor que un
30 rango de frecuencia de un ambiente ruidoso en la cercanía del detector. De acuerdo con una realización, el método incluye, además, dirigir una porción de la señal acústica hacia un detector.

De acuerdo con una realización, el método incluye, además, usar un acoplador de sonido que tiene un cuerpo cilíndrico hueco que incluye una abertura dispuesta en la proximidad del detector. De acuerdo con
35 una realización, el método incluye, además, orientar un eje longitudinal del acoplador de sonido en una primera dirección que se interseca con una región donde el pulso interactúa con la capa. De acuerdo con una realización, el método incluye, además, rechazar una porción del ruido acústico del ambiente que se origina desde una segunda dirección diferente de la primera dirección mediante el uso del acoplador de sonido.

40 De acuerdo con la invención, el método incluye, además, mejorar una relación de señal a ruido de la primera señal para formar una segunda señal, y calcular una distancia entre un detector y una región del medio gaseoso que genera la onda térmica. El método incluye, además, compensar la segunda señal de acuerdo con la distancia calculada y un ajuste hiperbólico a una función de amplitud de presión acústica frente a la
45 distancia del detector a la capa de muestra que se ha establecido por un proceso de calibración previo para producir una tercera señal que es sustancialmente independiente de una fluctuación de la distancia, y determinar una característica de la película de la capa sobre la base de una medición sensible a una composición y al grosor de la película de acuerdo con una amplitud de la tercera señal en combinación con una tabla de consulta predeterminada o en combinación con un modelo de calibración calculado, en el que la
50 tabla de consulta o el modelo de calibración calculado se han establecido por una calibración previa adicional.

De acuerdo con una realización, el método incluye, además, pasar de manera selectiva una porción de alta frecuencia de la primera señal para formar la segunda señal. De acuerdo con una realización, el método
55 incluye, además, usar un filtro que incluye un factor de calidad mayor de diez a 3 decibelios por debajo de una amplitud máxima de la primera señal a una frecuencia resonante del filtro.

De acuerdo con la invención, el método incluye, además, calcular la distancia de acuerdo con una velocidad de la señal acústica en el medio gaseoso multiplicada por un tiempo de viaje de la señal acústica. De
60 acuerdo con una realización, el método incluye, además, determinar el tiempo de viaje mediante la sustracción de un tiempo asociado con la generación del pulso de un tiempo asociado con la recepción de la señal acústica en el detector.

De acuerdo con una realización, el método incluye, además, proporcionar un cabezal de medición que incluye un orificio de salida por donde el pulso sale del cabezal de medición hacia el medio gaseoso, y unir
65 rigidamente el detector y el orificio de salida al cabezal de medición. De acuerdo con una realización, el método incluye, además, mover el cabezal de medición en una dirección sustancialmente paralela a una

superficie de la capa. De acuerdo con una realización, el método incluye, además, acoplar el orificio de salida a la fuente de luz por medio de una fibra óptica.

5 De acuerdo con una realización, el método incluye, además, generar una multitud de pulsos, donde cada uno tiene diferentes características seleccionadas para interactuar con una multitud de diferentes constituyentes asociados de la capa, y usar una multitud de detectores diferentes, cada uno de los cuales está asociado con uno diferente de la multitud de pulsos.

10 De acuerdo con una realización, el método incluye, además, medir una energía del pulso. De acuerdo con una realización, el método incluye, además, compensar la primera señal de acuerdo con la energía para formar una segunda señal que es sustancialmente independiente de una fluctuación de la energía. De acuerdo con una realización, el método incluye, además, aplicar la capa como un recubrimiento en un proceso de recubrimiento de bobinas o de recubrimiento de rodillo a rodillo, y detectar la primera señal en tiempo real a medida que la capa se mueve con relación al dispositivo de medición.

15 Una mejor comprensión de la naturaleza y las ventajas de las realizaciones de la presente invención puede obtenerse con referencia a la siguiente descripción detallada y los dibujos anexos.

20 Breve descripción de los dibujos

La FIG. 1 representa una vista lateral esquemática simplificada de un cabezal de medición fotoacústica para su uso en un proceso de recubrimiento de bobinas, de acuerdo con una realización de la presente invención.

25 La FIG. 2A representa la exposición de una capa ilustrativa en movimiento a un pulso de luz que penetra la capa formando una región irradiada de la capa, de acuerdo con una realización de la presente invención.

30 La FIG. 2B representa la energía del pulso de luz que se absorbe ópticamente y se difunde térmicamente desde la región irradiada de la capa representada en la FIG. 2A, de acuerdo con una realización de la presente invención.

La FIG. 2C representa la energía de la región irradiada representada en la FIG. 2B que forma una onda térmica en un medio gaseoso en una interfaz entre la capa delgada y el medio gaseoso, de acuerdo con una realización de la presente invención.

35 La FIG. 2D representa la energía de la onda térmica representada en la FIG. 2C que genera una señal acústica, de acuerdo con una realización de la presente invención.

40 La FIG. 3 representa la selección de las características para el pulso de luz para que coincidan con las características de la capa delgada y el sustrato o la tira de aluminio que la soporta, de acuerdo con una realización de la presente invención.

La FIG. 4 representa un diagrama de bloques esquemático simplificado del sistema de medición fotoacústica sin contacto mecánico, de acuerdo con una realización de la presente invención.

45 La FIG. 5 representa un diagrama de bloques esquemático simplificado del cabezal de medición representado en la FIG. 4, de acuerdo con una realización de la presente invención.

50 La FIG. 6 representa una señal eléctrica de medición en bruto en el dominio del tiempo desde el detector representado en la FIG. 4.

La FIG. 7 representa una señal eléctrica de medición en bruto en el dominio de la frecuencia desde el detector representado en la FIG. 4.

55 La FIG. 8A representa un diagrama de bloques esquemático de una porción del circuito del procesador de señales representado en la FIG. 4, de acuerdo con una realización de la presente invención.

La FIG. 8B representa un diagrama de bloques esquemático mejorado de una porción del circuito del procesador de señales representado en la FIG. 4, de acuerdo con una realización de la presente invención.

60 La FIG. 9 representa la dependencia de la amplitud de la presión acústica de la distancia desde el detector a la capa de muestra, de acuerdo con una realización de la presente invención.

La FIG. 10 representa el ruido acústico del ambiente sin filtrar en una aplicación industrial medido por el detector representado en la FIG. 4.

65

La FIG. 11A representa una respuesta de un filtro de factor de calidad alto (Q alto) representado en la FIG. 8A, de acuerdo con una realización de la presente invención.

5 La FIG. 11B representa una comparación del comportamiento simulado con respecto a la frecuencia de las porciones del circuito representadas en las FIGS. 8A-8B, de acuerdo con una realización de la presente invención.

10 La FIG. 12 representa la eficacia del filtro de Q alto en la eliminación del ruido acústico del ambiente en la aplicación industrial representada en la FIG. 10, de acuerdo con una realización de la presente invención.

La FIG. 13 representa un método de medición que usa el aparato de medición fotoacústica representado en la FIG. 4, de acuerdo con una realización de la presente invención.

15 La FIG. 14 representa una comparación entre las mediciones obtenidas mediante el uso del aparato de medición fotoacústica representado en la FIG. 4 y las mediciones mediante el uso de una técnica XRF, de acuerdo con una realización de la presente invención.

Descripción detallada

20 La FIG. 1 representa una vista lateral esquemática simplificada 20 de un cabezal de medición fotoacústica 9 para su uso en un proceso de recubrimiento de bobinas, de acuerdo con una realización de la presente invención. Se presenta un dispositivo de medición para la medición sin contacto mecánico de una capa, en lo sucesivo también denominada como una capa de muestra, el cual usa el efecto fotoacústico para permitir el muestreo de calidad en línea de las muestras que se mueven rápidamente de películas delgadas en el rango nanométrico en tiempo real durante un proceso industrial de recubrimiento. Una parte del dispositivo de medición puede incluir un cabezal de medición 9. El dispositivo de medición puede incluir una fuente de luz (no se muestra) funcional para generar un pulso 12 de luz y/o de energía electromagnética adaptado para interactuar con la capa de muestra 2 para generar una onda térmica (no se muestra) en un medio gaseoso 50 presente adyacente a la capa 2 cerca de una interfaz entre la capa 2 y el medio gaseoso 50 sin alterar de manera permanente la capa 2 cuando se usa el dispositivo de medición para medir la capa. La onda térmica provoca que se genere una señal acústica 6. El dispositivo de medición incluye, además, un detector (no se muestra) en el cabezal de medición 9 adaptado para detectar una primera señal sensible a la señal acústica 6. La primera señal puede ser representativa de una característica de la capa medida 2, tal como, por ejemplo, el grosor y/o la cantidad de un material constituyente de la capa 2. El detector no está en contacto mecánico con la capa 2. En una realización, el medio gaseoso 50 puede ser aire o cualquier ambiente gaseoso adecuado adaptado para el proceso de fabricación.

40 En una realización, la capa 2 puede ser un recubrimiento de conversión aplicado sobre una tira de aluminio en movimiento 13, en lo sucesivo denominada además como un sustrato, durante un proceso de fabricación por recubrimiento de bobinas o de rodillo a rodillo. En una realización, la capa 2 puede incluir silicio (Si), y/o un metal como constituyente tal como circonio (Zr), titanio (Ti) y/o cromo (Cr). Una porción de la maquinaria del proceso de recubrimiento de bobinas puede incluir tres rodillos. Un rodillo de medición 22 recoge una solución ácida acuosa de un baño 21. La solución líquida en el rodillo de medición se transfiere a un rodillo de aplicación 23, el cual a su vez transfiere el líquido a través de una separación pequeña entre la tira de aluminio 13 y el rodillo de aplicación 23. La tira de aluminio 13 puede enrollarse parcialmente alrededor del rodillo de soporte y transporte de aluminio 24, el cual mueve la tira de aluminio. Los rodillos se mueven en las direcciones tal como se indica por las flechas curvadas para recubrir la tira de aluminio a medida que esta se mueve a través del ensamblaje de rodillos.

50 Después de salir del rodillo de soporte y transporte 24, la tira de aluminio 13 puede cubrirse con una solución de película líquida que puede tener un grosor de hasta 20 μm aplicada con una velocidad del proceso de hasta varios cientos de metros por minuto a medida que la tira de aluminio 13 se mueve fuera del rodillo de soporte y transporte 24 en una dirección indicada por la flecha 40. Después de un proceso de secado, la solución de película líquida se seca y produce la capa 2, la cual puede tener un grosor en un rango de 20 a 55 70 nm. En una realización, la capa 2 puede estar en forma de un sólido, líquido, gel o polvo.

60 En una realización, el cabezal de medición 9 puede montarse dentro de una distancia de alrededor de 40 milímetros (mm) lejos de la tira en movimiento de manera que el cabezal de medición 9 no está en contacto mecánico con la capa en movimiento rápido 2, sino que más bien se separa de la capa 2 por el medio gaseoso 50, el cual transmite el pulso 12 y la señal acústica 6 como se describe más abajo. En una realización, el cabezal de medición 9 puede adaptarse para moverse en una dirección sustancialmente paralela a una superficie de la capa, por ejemplo, en la dirección del movimiento de la película y/o en una dirección hacia la figura. En consecuencia, el cabezal de medición 9 puede montarse en una primera unidad de control de movimiento lineal 30 que tiene un eje longitudinal que puede ser perpendicular a la dirección de movimiento de la tira de aluminio y paralela al eje de rotación de los rodillos. Mover el cabezal de medición proporciona la capacidad de medir, por ejemplo, el grosor de la capa delgada con respecto al ancho de la

muestra. El mapeo de la superficie bidimensional en el plano de la película delgada puede proporcionarse por una segunda unidad de control de movimiento lineal (no se muestra) que mueve el eje longitudinal de la primera unidad de control de movimiento lineal 30 de forma paralela a la dirección del movimiento de la capa delgada. El control del movimiento del cabezal de medición 9 puede no ser crítico porque el sistema PA compensa automáticamente las variaciones entre el cabezal de medición y la superficie de la capa delgada, tal como se describe más abajo.

Las FIGs. 2A-2D representan etapas simplificadas de la generación de una señal fotoacústica, de acuerdo con una realización de la presente invención. La FIG. 2A representa la exposición de la capa ejemplar en movimiento 2 al pulso 12 que penetra la capa 2 y forma una región irradiada de la capa, de acuerdo con una realización de la presente invención. La capa 2 se superpone a la tira de aluminio 13, las cuales se mueven en una dirección indicada por la flecha 40 durante el proceso de recubrimiento de bobinas.

La FIG. 2B representa la energía del pulso 12 que se absorbe ópticamente y se difunde térmicamente en una región 220 desde la región irradiada de la capa representada en la FIG. 2A, de acuerdo con una realización de la presente invención. Se ha descubierto por medio de modelos en computadoras de la técnica PA que para las películas delgadas que tienen un grosor por debajo de 100 nm, el cambio volumétrico en la película debido al calentamiento del pulso, tal como se describe en técnicas PA anteriores, no produce una señal acústica de magnitud suficiente para detectarla en el ambiente ruidoso encontrado comúnmente en el proceso de recubrimiento de bobinas.

La FIG. 2C representa la energía de la región irradiada representada en la FIG. 2B que forma una onda térmica 230 en el medio gaseoso 50 en una interfaz entre la capa delgada 2 y el medio gaseoso 50, de acuerdo con una realización de la presente invención. En lugar de cambiar sustancialmente el volumen de la película 2, la energía térmica en la región irradiada de la película calienta el medio gaseoso 50 en la interfaz entre la capa delgada 2 y el medio gaseoso 50. El medio gaseoso calentado se expande después rápidamente formando una onda térmica 230 en la región representada por la línea discontinua.

La FIG. 2D representa la energía de la onda térmica 230 representada en la FIG. 2C que genera una señal acústica asociada 6, de acuerdo con una realización de la presente invención. El calentamiento y el enfriamiento posterior del medio gaseoso 50 activado por la onda térmica 230 en la interfaz entre la capa delgada 2 y el medio gaseoso 50 se producen rápidamente. La respectiva expansión y contracción rápida del volumen del gas genera una señal acústica ultrasónica 6 que se irradia hacia afuera desde la superficie de la película irradiada a través del medio gaseoso 50, tal como se indica por las flechas de líneas discontinuas, y que porta la información relacionada con el grosor y la composición de la capa delgada 2. La velocidad de los procesos PA representados en las FIGs. 2A-2D, con la exclusión del tiempo de viaje de la señal acústica, tiene lugar en varias decenas de microsegundos.

La FIG. 3 representa la selección de las características para el pulso de luz 12 para que coincidan con las características de la capa delgada 2 y el sustrato o la tira de aluminio que la soporta 13, de acuerdo con una realización de la presente invención. La capa o recubrimiento de conversión 2 se representa con una gran ampliación e incluye un grosor, d , que se aplica sobre la superficie irregular de la tira de aluminio 13. Las irregularidades típicas de las superficies industriales no pulidas de aluminio están en un rango de 0,2 a 1 μ m. La capa 2 puede disponerse entre el sustrato y el medio gaseoso 50.

Se enfatiza que los métodos y el aparato de la técnica PA para medir películas con un grosor d menor de 100 nm en el ambiente industrial de recubrimiento de bobinas, tal como se describe mediante las realizaciones de la presente invención, son significativamente diferentes de los descritos anteriormente tales como, por ejemplo, las técnicas PA conocidas para medir películas con un grosor mucho mayor de 100 nm en una instalación de laboratorio. En consecuencia, las características del pulso de luz pueden seleccionarse especialmente para cumplir con al menos una de las siguientes tres características del pulso para aumentar la señal acústica generada y la información asociada con la capa 2 contenida en esta. Además, las realizaciones de la presente invención no se limitan al proceso de recubrimiento de bobinas de metal en movimiento descrito en la presente memoria, sino que pueden usarse, por ejemplo, para caracterizar o medir la aplicación de pretratamientos, lubricantes y/o adhesivos en varias industrias, tales como, por ejemplo, la industria automotriz, e incluye las mediciones de capas diana estacionarias que se encuentran en el rango de grosor por debajo de aproximadamente 100 nm.

En una realización, una longitud de onda del pulso 12 puede seleccionarse de manera que la profundidad de penetración, μ_{opt} , del pulso en la capa 2 es mayor que el grosor d . Seleccionar $\mu_{opt} > d$ tiene la ventaja de que la señal acústica resultante puede contener la información asociada con el límite entre el sustrato y la capa de conversión, la cual puede usarse para una mejor caracterización de la medición del grosor de la capa d . En una realización, la longitud de onda del pulso se selecciona, preferiblemente, en el rango de aproximadamente 150 a aproximadamente 500 nanómetros, más preferiblemente, en el rango de aproximadamente 180 a aproximadamente 350 nanómetros, y/o lo más preferiblemente, aproximadamente 213 nanómetros, la cual incluye el rango espectral desde el ultravioleta (UV) hasta el visible.

En otra realización, un ancho temporal del pulso 12, por ejemplo, la duración del pulso en el tiempo, puede seleccionarse de manera que una longitud de difusión térmica $\mu_{1\text{térm}}$ de la capa 2 es sustancialmente igual a un grosor, d , de la capa 2. Seleccionar $\mu_{1\text{térm}} \sim d$ ayuda a impedir el drenaje del calor hacia el sustrato, lo cual puede afectar adversamente la excitación de la señal acústica. En cambio, la energía térmica puede dirigirse hacia el ambiente gaseoso por medio de la onda térmica para ayudar a generar la señal acústica deseada como se explicó anteriormente. En una realización, las fuentes de luz pulsada con un ancho temporal del pulso pueden seleccionarse, preferiblemente, para que se encuentren en el rango de aproximadamente 50 picosegundos (pseg) a aproximadamente 100 nanosegundos (nseg), más preferiblemente, en el rango de aproximadamente 1 nseg a aproximadamente 50 nseg.

En una realización, el pulso 12 se selecciona de manera que una absorción óptica, α_1 , del pulso 12 dentro de la capa 2 puede ser sustancialmente mayor que una absorción óptica, α_2 , del pulso dentro de un sustrato, por ejemplo, la tira de aluminio 13, la cual puede estar en contacto mecánico con la capa 2 y soportarla. En otras palabras, $\alpha_1 \gg \alpha_2$. Seleccionar $\alpha_1 \gg \alpha_2$ asegura que la longitud de onda del pulso se selecciona para favorecer la absorción en la capa 2 en lugar de en el sustrato, nuevamente para mejorar la generación de la señal acústica. Una señal acústica fuerte es más fácil de detectar y las señales débiles desde el sustrato pueden desecharse.

La FIG. 4 representa un diagrama de bloques esquemático del sistema de medición PA sin contacto mecánico 1, también denominado en la presente memoria como el sistema PA, de acuerdo con una realización de la presente invención. El sistema PA 1 incluye un láser de pulsos 3, un módulo de óptica no lineal 15, un componente de filtro óptico 16, un atenuador variable 17, un espejo 18, un divisor de haz 19 y un detector de energía 14. El láser de pulsos 3 genera el pulso 12 y puede incluir, por ejemplo, un módulo láser de granate de itrio y aluminio dopado con neodimio (Nd:YAG), el cual puede bombearse con una lámpara de destellos. En una realización, la fuente del pulso puede ser un láser supercontinuo y/o un oscilador paramétrico óptico (OPO).

En una realización, la energía de excitación del pulso 12 puede seleccionarse de manera que se genere una señal acústica que sea suficientemente fuerte para detectarse con una relación señal a ruido suficientemente alta para obtener de manera fiable los datos asociados con las características de la capa 2. En otras palabras, la señal acústica puede ser representativa de una característica de la capa medida que incluye datos, tales como, por ejemplo, el grosor de la capa y/o la cantidad de un material constituyente de la capa. Por otra parte, la energía de excitación se selecciona suficientemente baja de manera que se eviten los procesos no lineales y la ablación de la capa 2. Si la energía de excitación es demasiado alta, la amplitud de la señal puede no correlacionarse linealmente con el grosor de la capa 2, y/o el pulso 12 puede incluso dañar la capa 2.

El módulo de óptica no lineal 15 alimentado por el láser 3 genera el haz de luz UV 11 mediante la conversión de la longitud de onda del láser, 1064 nm, en su quinto armónico, 213 nm, el cual se filtra por el componente de filtro óptico 16 para bloquear las longitudes de onda no deseadas mediante ángulos de reflexión por debajo de 45 grados. La energía de la luz filtrada puede disminuirse según sea necesario mediante el atenuador 17. El haz de luz UV 11 se refleja por el espejo 18 hacia el divisor de haz 19, el cual distribuye aproximadamente dos tercios de la energía hacia el detector de energía 14 y envía aproximadamente un tercio de la energía hacia la capa de muestra. El detector de energía 14 puede adaptarse para medir la energía del pulso y acopla las señales de control de realimentación (no se muestran) al atenuador 17 de manera que la energía de cada pulso puede mantenerse uniforme tal como se describe más abajo. La energía y la longitud del pulso emitido 12 proporcionan la medición no destructiva de la capa 2 mediante la prevención de la ablación o de reacciones fotoquímicas en la capa 2. El láser 3, el módulo de óptica no lineal 15, el componente de filtro óptico 16, el atenuador variable 17, el espejo 18, el divisor de haz 19 y el detector de energía 14 pueden incluirse en una subsección óptica, la cual puede alojarse por separado de las otras partes del sistema PA 1.

El sistema PA 1 incluye, además, el cabezal de medición 9 y el detector 4,5. El cabezal de medición 9 puede incluir el detector 4,5, y un orificio de salida de la luz 8, donde el pulso 12 puede salir del cabezal de medición 9 hacia el medio gaseoso 50. El detector 4,5 y el orificio de salida 8 pueden unirse rígidamente cada uno al cabezal de medición 9, lo cual proporciona la ventaja de que la distancia relativa entre el detector y el orificio de salida de la luz no se ve afectada por los golpes o las vibraciones de manera que la distancia entre el detector y la superficie irradiada de muestra de la capa 2 puede determinarse con precisión por medio de un tiempo de viaje de la señal acústica 6 tal como se describe más abajo.

El cabezal de medición 9 puede unirse de manera flexible a la subsección óptica por medio de un cable flexible de fibra óptica 26, el cual puede acoplarse entre el orificio de salida 8 y el divisor de haz 19. El cabezal de medición 9, el cual ocupa poco espacio en comparación con la subsección óptica, puede así manejarse más fácilmente y colocarse de manera flexible extremadamente cerca de la capa 2 en la tira de aluminio 13 pero no en contacto mecánico con esta, y ambos se mueven rápidamente después del sistema

PA 1, sin modificación significativa para la configuración del proceso de recubrimiento de bobinas. Por lo tanto, la subsección óptica puede ubicarse lejos o de forma remota de la tira en movimiento para proteger ventajosamente los componentes ópticos de la vibración y la contaminación con polvo provocada por el proceso de recubrimiento de bobinas. El sistema resultante con el cabezal de medición separado de la subsección óptica proporciona mejores requisitos de mantenimiento y seguridad para la aplicación industrial que si el cabezal de medición y la sección óptica estuviesen en el mismo recinto del sistema cerca de la tira de aluminio en movimiento.

El pulso 12 puede salir del orificio de salida 8, el cual puede incluir un extremo terminado del cable de fibra óptica 26, y transmitirse a través del medio gaseoso 50 hacia la capa 2 y dirigirse, en una realización, de forma sustancialmente ortogonal con respecto a la superficie de la capa 2. En una realización, el pulso 12 se dirige de forma sustancialmente ortogonal pero no de forma exactamente ortogonal para evitar la reflexión no deseada del pulso 12 de vuelta hacia la subsección óptica, lo cual puede degradar los componentes en la subsección óptica con el paso del tiempo. En consecuencia, el ángulo del pulso 12 con relación a la superficie de la capa 2 puede estar en el rango de menos de 90 grados, pero más de 80 grados, por ejemplo, preferiblemente, en el rango de 89 a 86 grados.

En una realización, el pulso 12 puede hacer que el cabezal de medición 9 no esté enfocado. En otra realización, el pulso 12 puede enfocarse sobre la capa 2. Después de que el pulso 12 sale del orificio de salida 8, una región de la capa 2 puede irradiarse para producir la señal acústica 6 por medio de una onda térmica tal como se describió anteriormente. La señal acústica 6 se propaga después desde la región generadora de la onda térmica donde la capa 2 se irradió a través del medio gaseoso 50 hacia el detector 4,5. Por lo tanto, debido a que el cabezal de medición 9 puede separarse de la capa 2 por el medio gaseoso 50, el sistema PA 1 proporciona la medición sin contacto mecánico de la capa 2. Además, la señal acústica 6 puede detectarse en tiempo real a medida que la capa 2 se mueve con relación al sistema PA 1 porque la velocidad de la medición es rápida en comparación con el movimiento de la capa 2 en el proceso de recubrimiento de bobinas.

El sistema PA 1 incluye, además, el procesador de señales 7, el cual puede acoplarse al detector 4,5 mediante el cable flexible 10, y se entiende que se acopla al láser 3, el atenuador 17 y el detector de energía 14 para cumplir funciones de comunicación y/o de control, cuyas señales de acoplamiento no se muestran a efectos de explicar mejor las realizaciones de la invención. El procesador de señales 7, puede incluir elementos electrónicos de control, un procesador de computadora y una memoria permanente adaptada para almacenar el código del programa para controlar las funciones del sistema PA 1, las cuales se describen más abajo.

En una realización, la subsección óptica es funcional, además, para generar una multitud de pulsos, donde cada uno tiene diferentes características asociadas seleccionadas para interactuar con una multitud de diferentes constituyentes asociados de la capa 2. Un dispositivo de medición puede incluir una multitud de detectores diferentes, cada uno asociado con uno diferente de la multitud de pulsos. Por ejemplo, la capa 2 puede incluir un compuesto activo que contiene circonio dentro de un aglutinante orgánico. Un pulso puede seleccionarse para que incluya las características ajustadas para generar una onda acústica sensible a la cantidad del compuesto activo que contiene circonio, mientras que otro pulso puede seleccionarse para que incluya las características ajustadas para generar una onda acústica sensible a la cantidad de aglutinante orgánico en la capa 2. Los dos pulsos diferentes pueden diferenciarse en la longitud de onda, la energía y/o la duración del pulso para monitorizar en tiempo real tanto el compuesto activo que contiene circonio como el aglutinante orgánico.

En una realización, el sistema PA 1 puede incluir una multitud de fuentes de láser diferentes, donde cada una tiene diferentes características ajustadas. En otra realización, el sistema PA 1 puede incluir un láser de espectro de banda ancha procesado ópticamente para generar la multitud de pulsos a longitudes de onda diferentes. En una realización, el sistema PA 1 puede incluir una multitud de cabezales de medición, cada uno adaptado para tomar muestras de una multitud de regiones diferentes en la capa 2. Por ejemplo, el grosor y/o la concentración de los constituyentes de la capa 2 a través de todo el ancho en la tira de aluminio 13 pueden medirse simultáneamente en tiempo real.

Las realizaciones descritas en la presente memoria proporcionan una vía para realizar investigaciones espectroscópicas complejas. Por ejemplo, la multitud seleccionada de longitudes de onda pueden dirigirse individualmente a una multitud de diferentes moléculas asociadas incrustadas en una matriz en la capa 2, lo que permite medir sus concentraciones independientes entre sí, lo que produce información química múltiple como la cinética de las reacciones en la capa 2.

La FIG. 5 representa un diagrama de bloques esquemático del cabezal de medición 9 representado en la FIG. 4, de acuerdo con una realización de la presente invención. El cabezal de medición 9 puede incluir el detector 4,5, y un soporte de montaje 99. El soporte de montaje 99 puede incluir una cubierta 54 y el orificio de salida 8. La cubierta 54 puede incluir el detector 4,5, el cual a su vez puede incluir un micrófono 4 y un

5 acoplador de sonido 5. En una realización, el micrófono 4 puede adaptarse para incluir un transductor 56, el cual a su vez puede adaptarse para tener una respuesta de frecuencia mayor que un rango de frecuencia de un ambiente ruidoso cerca del detector y para generar la primera señal eléctrica asociada con una porción de alta frecuencia de la señal acústica 6 para mejorar adicionalmente la relación señal a ruido del sistema PA tal como se describe más abajo.

10 En una realización, el acoplador de sonido 5 puede adaptarse para dirigir una porción de alta frecuencia de la señal acústica 6 hacia el transductor 56 del micrófono 4 del detector 4,5. En una realización, el acoplador de sonido 5 puede incluir un cuerpo cilíndrico hueco que incluye dos aberturas en los extremos opuestos del cuerpo cilíndrico hueco. Una abertura 59 del acoplador 5 puede disponerse cerca del transductor 56 del micrófono 4 del detector 4,5. En una realización, el acoplador de sonido 5 puede incluir un diámetro exterior, d_s , que es aproximadamente igual a un diámetro, d_m , del transductor 56. En una realización, el acoplador de sonido 5 puede incluir, además, un eje longitudinal 57 orientado sustancialmente en línea con un eje longitudinal 58 del micrófono 4. En una realización, el eje longitudinal 58 del micrófono 4 puede formar un ángulo menor de 90 grados con respecto a la superficie de la capa 2. En una realización, el eje longitudinal 57 del acoplador de sonido 5 puede orientarse en una primera dirección para intersectar sustancialmente en una región 510 en la superficie de la región 220 de la capa 2, donde el pulso 12 interactúa con la capa 2, para dirigir la señal acústica 6 desde la onda térmica hacia el micrófono 4, mientras rechaza una porción del ruido acústico del ambiente generado desde una segunda dirección diferente de la primera dirección en el ambiente industrial. El rechazo del ruido en la segunda dirección por parte del acoplador de sonido 5 puede ser otro componente para mejorar la relación señal a ruido del sistema PA. En una realización, el acoplador de sonido 5 puede estar formado por un tubo de acero inoxidable aproximadamente de 40 mm de largo que tiene un diámetro exterior de aproximadamente 3 mm y un grosor de la pared de aproximadamente 0,2 mm.

25 El rechazo del ruido puede lograrse, además, mediante la unión directa del acoplador de sonido 5 a través de un orificio 520 en la cubierta 54 de manera que la cubierta 54 y el soporte de montaje 99 puedan actuar como una protección acústica que disminuye más el ruido ambiental que llega al micrófono 4, a la vez que dirigen la señal acústica de alta frecuencia 6 hacia el micrófono 4. En una realización, el acoplador de sonido 5 puede unirse a la cubierta 54 y orientarse en la primera dirección mediante la inserción de aproximadamente la mitad del acoplador de sonido 5 dentro del orificio 520. En una realización, el micrófono 4 puede unirse directamente a la cubierta 54 de manera que la única abertura para que las ondas acústicas entren en el micrófono 4 sea a través del orificio 520 en la cubierta 54 y por medio del acoplador de sonido 5. Además, el acoplador de sonido 5 puede proporcionar el beneficio adicional de proteger el micrófono 4 contra el estrés o el daño mecánico.

35 El soporte de montaje 99 puede incluir el orificio 8 para unir la fibra óptica terminada 26 que dirige el pulso 12 como un haz hacia la capa 2. El soporte de montaje 99 puede incluir, además, un agujero de montaje en ángulo adaptado para mantener la cubierta 54 en la orientación deseada. La señal eléctrica correspondiente a la señal acústica 6 puede transmitirse por medio del cable protegido que tiene los terminales 51-53, donde el terminal 53 puede ser la protección a tierra del cable. El soporte de montaje 99 puede incluir, además, agujeros o ranuras (no se muestran) para montar de manera segura el cabezal de medición 9 a una distancia fija y segura de la bobina metálica en movimiento 2, 13.

45 La FIG. 6 representa una señal eléctrica de medición en bruto 600 en el dominio del tiempo desde el detector 4,5 representado en la FIG. 4 adquirida en un ambiente tranquilo de laboratorio. El eje vertical 610 de la Fig. 6 representa la amplitud de la señal eléctrica de medición en bruto en voltios (V) de -0,05 a 0,07 V, mientras que el eje horizontal 620 representa el tiempo transcurrido en microsegundos (μs) de 20 a 110 μs . El transductor que responde a la señal acústica 6 puede tener un rango de respuesta de frecuencia para convertir directamente las señales acústicas de alta frecuencia, acopladas en el aire a partir de la interacción del pulso 12 y la capa 2, en la señal eléctrica de medición en bruto, es decir, no filtrada. En una realización, el transductor puede adaptarse para responder a una frecuencia más alta que la frecuencia del ruido ambiental en el ambiente industrial. La respuesta desde el transductor puede generar la señal eléctrica acoplada de manera selectiva al procesador de señales tal como se describe más abajo. La señal eléctrica de medición en bruto representada en la FIG. 6 representa un promedio de varias adquisiciones de señales individuales por el detector 4,5. La señal eléctrica de medición en bruto 600 desde el transductor del micrófono asociado con el pulso PA incluye varios grupos de oscilaciones en el tiempo. Un primer grupo de oscilaciones identificado entre las flechas 630 se encuentra en el flanco delantero en el transcurso del tiempo de la señal eléctrica de medición en bruto 600 que dura aproximadamente 10 μs y se recibe entre aproximadamente 60 y 70 μs . El primer grupo de oscilaciones identificado entre las flechas 630 corresponde a la señal acústica 6 emitida por la onda térmica 230 y convertida en una señal eléctrica por el transductor. Un segundo grupo de oscilaciones identificado entre las flechas 640 dura más de 40 μs y oscila a menor frecuencia que el primer grupo de oscilaciones. El segundo grupo de oscilaciones identificado entre las flechas 640 se recibe después de aproximadamente 70 μs y corresponde al sonido del transductor en respuesta a la señal acústica emitida por la onda térmica.

65

La FIG. 7 representa una señal eléctrica de medición en bruto en el dominio de la frecuencia 700 desde el detector 4,5 representado en la FIG. 4, adquirida en un ambiente tranquilo de laboratorio. El eje vertical 710 de la Fig. 7 representa la amplitud de la señal eléctrica de medición en bruto en unidades arbitrarias (a.u.) de aproximadamente -10 a aproximadamente 63 a.u., mientras que el eje horizontal 720 representa la frecuencia en kilohercios (kHz) de 0 a 1.000 kHz. La señal representada es la transformada de Fourier de la señal eléctrica de medición en bruto desde el detector representado en la FIG. 6. La FIG. 7 representa dos picos de amplitud. El primer pico de amplitud 730 centrado en aproximadamente 110 kHz, el cual tiene una amplitud más alta y un rango de frecuencia más estrecho que el segundo pico de amplitud 740, puede provocarse por medio del modo de resonancia del transductor o el sonido del transductor correspondiente al segundo grupo de oscilaciones identificado entre las flechas 640 en la FIG. 6, y no es la señal más asociada con las características de la capa 2. Por el contrario, el segundo pico de amplitud 740 centrado en aproximadamente 280 kHz corresponde al primer grupo de oscilaciones identificado entre las flechas 630 en la FIG. 6 y es más en respuesta a la señal acústica emitida por la onda térmica 230 descrita anteriormente. El segundo pico de amplitud 740 es, por lo tanto, el más asociado con las características de la capa 2. La FIG. 7 muestra que el primer pico de amplitud y el segundo pico de amplitud están separados por aproximadamente 150 kHz.

En una realización, la respuesta de frecuencia más alta producida por el transductor y asociada con el flanco delantero en el transcurso del tiempo de la señal acústica 6 se usa por el sistema PA para medir la capa de muestra, mientras que el modo de resonancia de menor frecuencia del transductor y la mayor parte del ruido acústico del ambiente del ambiente industrial se filtra de manera selectiva por el procesador de señales tal como se describe más abajo. La señal del flanco delantero de más alta frecuencia puede usarse, preferiblemente, en lugar del modo de resonancia del flanco posterior del transductor porque el ruido provocado por la maquinaria del proceso de recubrimiento de bobinas es de mayor amplitud a menores frecuencias. Por lo tanto, la selección de la señal del flanco delantero de más alta frecuencia en el rango de frecuencias más altas donde hay menos ruido contribuye a mejorar la relación señal a ruido y, por lo tanto, a la sensibilidad del sistema PA. En una realización, la respuesta de frecuencia del transductor puede seleccionarse para que se encuentre por encima de aproximadamente 150 kilohercios para que sea capaz de responder al segundo pico de amplitud deseado medido en la FIG. 7. Varios micrófonos acoplados por aire comercialmente disponibles se evaluaron en cuanto a su capacidad para producir una respuesta conveniente de frecuencia más alta. Se determinó que un micrófono preferido era un micrófono electret acústico con número de modelo FG23329 fabricado por Knowles Electronics, Inc.

La FIG. 8A representa un diagrama de bloques esquemático de una porción del circuito 800A del procesador de señales 7 representado en la FIG. 4, de acuerdo con una realización de la presente invención. La porción del circuito 800A del procesador de señales 7 incluye un bloque de entrada de alta impedancia del micrófono 810 al procesador de señales 7, un bloque de filtro 820 y un bloque del conversor y salida de 50 ohmios de la señal filtrada 830A. El bloque de entrada de alta impedancia del micrófono 810 incluye tres terminales 51-53, una resistencia de impedancia del micrófono 840 usada para representar la impedancia aproximada del micrófono, y un condensador de desacoplamiento del ruido 841 entre el terminal 52 y la tierra. Los terminales 51-53 se acoplan a las correspondientes salidas analógicas del micrófono 4. El terminal 53 acopla el correspondiente terminal del micrófono a tierra. El terminal 52 acopla el correspondiente terminal del micrófono a una alimentación de corriente directa (DC) de 9 V en el nodo 82 por medio de inductor de bloqueo de corriente alterna (AC) 842. El terminal 51 acopla el correspondiente terminal del micrófono, es decir, la salida de señal analógica del micrófono 4, a una entrada del filtro 824 por medio del condensador de acoplamiento de señales de AC 843.

En una realización, el bloque de filtro 820 puede incluir un filtro de Q alto adaptado para dejar pasar de manera selectiva una porción del flanco delantero en el transcurso del tiempo de alta frecuencia de la señal de respuesta del micrófono producida por el transductor, mientras que filtra la resonancia de menor frecuencia del transductor y del ruido de fondo industrial para producir una salida de señal filtrada. El filtro de Q alto puede acoplarse entre la entrada del filtro 824 y la salida del filtro 826. En una realización, el filtro de Q alto incluye un filtro resonante de inductancia y capacitancia (LC) que tiene un factor de calidad mayor de diez a 3 db por debajo de una amplitud máxima de la señal de más alta frecuencia a una frecuencia resonante del filtro medida con un generador de señal sinusoidal (no se muestra) que suministra la señal de entrada mediante el reemplazo del micrófono 4 en el terminal 51 para facilitar las mediciones de la respuesta del filtro. Sin embargo, pueden existir desajustes de impedancia entre la impedancia del micrófono 4 y la impedancia que se considera en la porción del circuito 800A en el terminal 51 que puede provocar la degradación en el factor de calidad del circuito de filtro general cuando el micrófono 4 se una al terminal 51 para suministrar la señal de entrada en lugar de la señal sinusoidal usada solamente para las mediciones. A continuación, se describen mejoras del circuito que mejoran el ajuste de la impedancia en las entradas y salidas del filtro y conducen a mejores características de la señal.

El filtro de Q alto puede incluir una capacitancia C acoplada entre la entrada del filtro 824 y la salida del filtro 826. La C se forma mediante la combinación en paralelo del condensador 844, y los diodos 845, 846. Los diodos 845, 846 pueden funcionar como condensadores controlados por voltaje cuya capacitancia/voltaje se

determina por la resistencia del circuito de polarización 847 y el potenciómetro variable 848. El potenciómetro 848 puede funcionar como un divisor de voltaje acoplado entre la tierra y la alimentación de 9 V de manera que el potenciómetro 848 proporciona un voltaje de polarización a la combinación en serie de la resistencia 847 y la combinación en paralelo de los diodos 845, 846, los cuales a su vez se acoplan a tierra por medio de un inductor 849. El valor de C puede ajustarse así por el potenciómetro 848. El inductor 849 puede acoplarse entre la salida del filtro 826 y la tierra. El inductor 849 = L puede resonar con el condensador C a una frecuencia de $f = (2\pi\sqrt{L * C})^{-1}$ para formar el filtro de Q alto. Por ejemplo, para resonar a unos 251 kHz preferidos con un factor Q por encima de 10, los valores de LC en el bloque de filtro 820 pueden elegirse respectivamente como 3,3 mH, y 112 pF.

En una realización, una entrada 832 del bloque del conversor y salida de 50 ohmios de la señal filtrada 830A se acopla a la salida del filtro 826 por medio del condensador de acoplamiento 850, el cual a su vez acciona la base del transistor bipolar 851 que funciona en modo de seguidor de la fuente para aislar la impedancia entre la entrada 832 y el emisor del transistor 851 en el nodo 834. El bloque del conversor y salida de 50 ohmios de la señal filtrada 830A incluye, además, la resistencia de ajuste de impedancia 852 acoplada entre el emisor del transistor 851 y una salida 81 del bloque del conversor y salida de 50 ohmios de la señal filtrada 830A. El colector del transistor 851 puede acoplarse a la alimentación de 9 V DC. El bloque del conversor y salida de 50 ohmios de la señal filtrada 830A incluye, además, la resistencia 853 acoplada entre la base del transistor 851 y la alimentación de 9 V y la resistencia 854 acoplada entre el emisor y la tierra, las cuales se seleccionan para polarizar el transistor 851. Un condensador de desacoplamiento 855 se acopla entre la alimentación de 9 V en el nodo 82 y la tierra para disminuir el ruido. Así, la salida 81 del bloque del conversor y salida de 50 ohmios de la señal filtrada 830A proporciona una salida de 50 ohmios por medio de un conector BNC 856 para hacer corresponder un largo recorrido de los cables con el resto del procesador de señales 7, el cual puede localizarse lejos del cabezal de medición 9 y de la bobina metálica en movimiento 2, 13. La protección del conector BNC 856 puede acoplarse a tierra 83.

En una realización, los valores ejemplares de los componentes para la porción del circuito 800A representada en la FIG. 8A se muestran en la tabla 1 más abajo.

30 Tabla 1.

resistencia	840	10 kΩ
condensador	841	0,1 μF
inductor	842	1 mH
condensador	843	47 nF
condensador	844	100 pF
resistencia	847	100 kΩ
potenciómetro	848	100 kΩ
inductor	849	3,3 mH
condensador	850	0,1 μF
resistencia	852	50 Ω
resistencia	853	1 MegΩ
resistencia	854	1 kΩ
condensador	855	0,1 μF

La FIG. 8B representa un diagrama de bloques esquemático mejorado de una porción del circuito 800B del procesador de señales 7 representado en la FIG. 4, de acuerdo con una realización de la presente invención. La porción del circuito 800B tiene los mismos elementos del circuito y funciona como la porción del circuito 800A representada en la FIG. 8A con las excepciones descritas más abajo para mejorar el ajuste de impedancia en la entrada y salida del filtro respectivas 824, 826, las cuales en parte conducen a un mejor comportamiento de las señales. La porción del circuito 800B incluye un conversor de impedancia 815B

ES 2 928 703 T3

acoplado entre los condensadores de acoplamiento de señales de AC 843, 860. El condensador de acoplamiento de señales de AC 860, a su vez, se acopla a la entrada del filtro 824.

5 El convertor de impedancia 815B incluye una entrada 861, una salida 862, una multitud de resistencias 863-866, un amplificador operacional (op-amp) 867, y un condensador de acoplamiento de señales de AC 870. La señal no filtrada del micrófono 4 puede acoplarse a través de la resistencia 863 a la entrada no inversora 868 del op-amp 867. La impedancia que se considera en la entrada del op-amp es muy alta de manera que la resistencia 864, acoplada entre la entrada 861 y la tierra, puede usarse para facilitar el ajuste de impedancia entre la impedancia del micrófono y la porción del circuito 800B. Una salida del op-amp 867 puede acoplarse a la salida 862. La resistencia 866 se acopla entre la salida del op-amp 867 y una entrada inversora 869 del op-amp 867 para proporcionar realimentación negativa para el op-amp 867. La resistencia 865 se acopla en serie con el condensador de acoplamiento de señales de AC 870 entre la entrada inversora 869 y la tierra. Las resistencias 865, 866 determinan la ganancia de señal del amplificador. En una realización, las resistencias 865, 866 pueden seleccionarse para configurar la ganancia de señal del amplificador para que se encuentre en el rango entre aproximadamente 10 y 50 pero que sea, preferiblemente, de aproximadamente 31. El condensador de acoplamiento de señales de AC 860 acopla la señal amplificada a la entrada del filtro 824.

20 La salida del filtro de Q alto en 826 se acopla a una entrada 881 de un bloque del convertor y salida de 50 ohmios de la señal filtrada 830B por medio de un condensador de acoplamiento de señales de AC 875. El bloque del convertor y salida de 50 ohmios de la señal filtrada 830B incluye la entrada 881, una salida 882, una multitud de resistencias 852, 884-886, un op-amp 887, un condensador de acoplamiento de señales de AC 890 y un conector BNC 856. La impedancia que se considera en la entrada del op-amp es muy alta de manera que la resistencia 884, acoplada entre la entrada 881 y la tierra, puede usarse para facilitar el ajuste de impedancia entre la impedancia del filtro de Q alto y el bloque del convertor y salida de 50 ohmios de la señal filtrada 830B. La entrada 881 puede acoplarse directamente a una entrada no inversora del op-amp 887. Una salida del op-amp 887 puede acoplarse a la salida 882. Las resistencias 885, 886, el condensador de acoplamiento de señales de AC 890, y el op-amp 887 pueden configurarse y funcionar de la misma manera que las resistencias 865, 866, el condensador de acoplamiento de señales de AC 870, y el op-amp 867, con excepción de la amplificación de la señal filtrada. La salida 882 se acopla a la resistencia 852 lo cual proporciona ajuste de impedancia tal como se describió para la porción del circuito 800A en la FIG. 8A.

35 En una realización, los valores ejemplares de los componentes para la porción del circuito 800B representada en la FIG. 8B se muestran en la tabla 2 más abajo.

Tabla 2

condensador	841	0,1 μ F
inductor	842	1 mH
condensador	843	47 nF
condensador	844	100 pF
resistencia	847	100 k Ω
potenciómetro	848	100 k Ω
inductor	849	3,3 mH
resistencia	852	50 Ω
condensador	860	47 nF
resistencia	863	1 k Ω
resistencia	864	100 k Ω
resistencia	865	33 Ω
resistencia	866	1 k Ω
condensador	870	0,1 μ F

condensador	875	47 nF
resistencia	884	1 Meg Ω
resistencia	885	33 Ω
resistencia	886	1 k Ω
condensador	890	0,1 μ F

En una realización, el procesador de señales 7 puede incluir un chip μ controlador capaz de ejecutar el código del programa almacenado en la memoria permanente residente en el chip μ controlador o en un chip de memoria separado tal como una memoria flash. El código del programa puede incluir los comandos y algoritmos ejecutables del sistema PA descritos más abajo. Alternativamente, y/o en combinación con el procesador, la lógica de control dedicada tal como la que se encuentra disponible en una matriz de puertas programable en campo (FPGA), u otra lógica de control cableada, pueden usarse para ejecutar los comandos y algoritmos deseados del sistema.

En una realización, el procesador de señales 7 puede adaptarse para compensar la señal de resonancia de frecuencia más alta de acuerdo con la energía del pulso detectada por el detector de energía 14 en la subsección de óptica para formar una señal compensada que es sustancialmente independiente de una fluctuación pulso a pulso de la energía generada por la subsección de óptica. El pulso de láser 12 tiene una cierta fluctuación pulso a pulso de la energía. En el funcionamiento no destructivo, la señal S asociada con la señal filtrada del micrófono, se duplicará con el doble de la cantidad de energía E. Para mejor estabilidad, la intensidad de la señal se divide por la energía de manera que $S^* = S/E$, donde S^* es la señal normalizada por la energía. Esta normalización por la energía significa que, la señal normalizada resultante es bastante independiente de la energía de excitación del pulso. Esta operación de normalización proporciona, además, la normalización de las mediciones respecto a las muestras de referencia mediante la multiplicación de la señal por un factor de calibración apropiado tal como se describe más abajo para la calibración del sistema.

La FIG. 9 representa la dependencia de la amplitud de la presión acústica en el detector con la distancia de la capa de muestra, de acuerdo con una realización de la presente invención. La amplitud de la presión acústica en a.u. se representa en el eje vertical 910 de 25 a 125 a.u., mientras que el eje horizontal 920 representa la distancia del detector a la capa de muestra en milímetros (mm) de 15 a 80 mm. La distancia del detector a la capa de muestra es muy grande en comparación con el grosor de la capa de muestra. En el proceso de recubrimiento de bobinas, la tira de aluminio en movimiento rápido con la capa de muestra experimenta frecuentemente golpes mecánicos y vibración que pueden provocar fluctuaciones de la distancia entre el detector y la capa de muestra. Estas fluctuaciones de la distancia a su vez producen variaciones en la presión máxima de la señal acústica recibida por el detector, por ejemplo, la señal de la amplitud de la presión acústica en bruto, que disminuye con el aumento de la distancia y se representa gráficamente como cuadrados pequeños 930 que indican aproximadamente 108 unidades arbitrarias de presión a una distancia del detector a la capa de muestra de 20 mm, que disminuye a aproximadamente 30 unidades arbitrarias de presión a una distancia del detector a la muestra de 80 mm. La amplitud de la presión acústica, y, en función de la distancia del detector a la capa de muestra, x, puede establecerse mediante la calibración previa y se descubrió que sigue un ajuste de curva hiperbólica por encima de aproximadamente 25 mm como se indica por la línea continua 940 y se aproxima por un modelo lineal sobre el rango de la distancia aproximada de trabajo normal 950, como se proporciona por la siguiente ecuación $y = A_1 + (P_i/x)$, donde P_i y A_i son constantes con valores 2488,20049 y -0,57308, respectivamente. La distancia aproximada de trabajo normal 950 se representa por la región sombreada con rayas inclinadas entre las flechas horizontales en un rango entre aproximadamente 35 y 45 mm, aunque pueden usarse otros rangos de distancia de trabajo.

El procesador de señales calcula una distancia entre el detector y una región del medio gaseoso que genera la onda térmica de acuerdo con una velocidad de la señal acústica en el medio gaseoso multiplicada por un tiempo de viaje de la señal acústica. El momento y duración en que el láser dispara (menos de aproximadamente 0,1 μ seg tal como se describió anteriormente) se controlan por el procesador de señales 7 y, por lo tanto, son tiempos conocidos. El tiempo que tarda la señal del pulso de láser en viajar a la velocidad de la luz en el medio gaseoso para alcanzar la capa de muestra es insignificamente pequeño. El tiempo que tarda la capa irradiada en generar la onda térmica que genera la señal acústica también es insignificamente pequeño. Por lo tanto, el tiempo en que el detector primero recibe la señal acústica menos el tiempo en que el láser dispara es casi igual al tiempo de viaje de la señal acústica, el cual puede calcularse por el procesador de señales y típicamente puede ser de aproximadamente 120 μ seg, lo cual verifica las suposiciones anteriores acerca de lo que es insignificante. Debido a que la velocidad del sonido en el medio gaseoso 50, aire, se conoce, el procesador de señales 7 puede calcular después la distancia del detector a la capa de muestra en tiempo real mediante la multiplicación de esa velocidad del sonido por el

tiempo de viaje de la señal acústica, que produce un valor típico de la distancia de trabajo de aproximadamente 41 mm para el tiempo de viaje anterior de 120 μ seg. De ese modo, el sistema PA es así capaz de tomar fácilmente una medición una vez cada milisegundo, lo cual proporciona fácilmente una herramienta de análisis en tiempo real incluso para una capa en movimiento rápido 2 en el proceso de recubrimiento de bobinas.

En una realización, el procesador de señales puede calcular la distancia del detector a la capa de muestra, es decir, calcular una distancia entre el detector y una región del medio gaseoso que genera la onda térmica, a intervalos periódicos o para cada pulso. Después, el procesador de señales puede compensar la amplitud o presión máxima de cada señal acústica recibida de acuerdo con la distancia y el modelo hiperbólico predeterminado descrito anteriormente, el cual puede almacenarse en el procesador de señales, para producir una señal compensada calculada resultante que es sustancialmente independiente de las fluctuaciones de la distancia por encima de una distancia de aproximadamente 25 mm tal como se indica por los triángulos representados 960. En una realización, la distancia de trabajo normal se selecciona entre aproximadamente 35 y 45 mm, la cual puede estar cerca del extremo inferior del rango de compensación lineal para tener la ventaja de una señal de mayor amplitud para lograr una mejor sensibilidad del sistema PA, mientras mantiene una alta linealidad de compensación de acuerdo con la mejor porción de ajuste del modelo lineal descrito anteriormente. Aunque la distancia de la muestra puede variar tanto como +/-1 mm durante el proceso de recubrimiento de bobinas, puede lograrse una sensibilidad de la medición del grosor de la capa de +/-2 nm por el sistema PA.

La FIG. 10 representa el ruido acústico del ambiente sin filtrar en una aplicación industrial medido por el detector representado en la FIG. 4. La amplitud del ruido acústico del ambiente sin filtrar en mV se representa en el eje vertical 1010 desde -70 a 70 mV, mientras que el eje horizontal 1020 representa el tiempo transcurrido en μ s de 0 a 250 μ s. La maquinaria del proceso de recubrimiento de bobinas produce un ruido de fondo que es fuerte en el rango de frecuencias ultrasónicas. Se muestran cinco mediciones de la amplitud del ruido acústico del ambiente sin filtrar, 1031, 1032, 1033, 1034, 1035, que se tomaron en diferentes tiempos durante el proceso de recubrimiento de bobinas, las cuales indican muchos pulsos de ruido que tienen un período mayor de aproximadamente 2 μ seg o frecuencia por debajo de aproximadamente 500 kHz, que solapa el rango de frecuencias ultrasónicas, que el sistema PA usa tal como se mostrará más abajo. El procesador de señales se adaptó para mejorar una relación de señal a ruido de la señal detectada, que es la señal acústica recibida por el detector para formar una señal filtrada tal como se describe más abajo, el cual a su vez, eliminó la mayor parte de las frecuencias no deseadas del ruido generado por el proceso de recubrimiento de bobinas.

La FIG. 11A representa una respuesta del filtro de Q alto 820 representado en las FIGs. 8A-8B, de acuerdo con una realización de la presente invención. El procesador de señales 7 puede incluir el filtro de Q alto adaptado para dejar pasar de manera selectiva la señal del flanco delantero en el transcurso del tiempo de frecuencia más alta desde el transductor. Debido a que se encontró que los filtros pasan banda típicos disponibles en el mercado no tenían un factor Q suficientemente alto, o sea, suficiente discriminación para pasar una banda pasante estrecha en el rango deseado de frecuencias de la salida de la señal de alta frecuencia del transductor, aunque filtraban fuertemente otras frecuencias no deseadas del ruido y la señal de resonancia del transductor 56, se usó el sencillo circuito LC resonante registrado descrito en referencia a las FIGs. 8A-8B. Sin el micrófono 4, la respuesta a una entrada de señal sinusoidal de 50 mV del filtro resonante LC de Q alto 820 se representa en la FIG. 11A donde la señal de respuesta del filtro en mV se representa en el eje vertical 1110 de -25 a 350 mV, y la frecuencia de excitación en kHz se representa en el eje horizontal 1120 de 0 a 325 kHz, para tres configuraciones diferentes del filtro ajustadas respectivamente a 200, 235, 280 kHz mediante el uso del potenciómetro R2 y representadas por medio de las señales de respuesta del filtro 1131, 1132, 1133, respectivamente.

La aplicación de la definición de que el factor Q se define por el centro de la banda pasante dividido por la banda pasante a -3 dB y que -3 dB se define donde la amplitud máxima disminuye por un factor de 1/1,413 proporciona los factores Q resultantes de aproximadamente 10 y 28 respectivamente para las frecuencias resonantes de 200 kHz y 280 kHz de la respuesta del filtro LC resonante registrado. Así, en una realización, el filtro incluye un filtro LC resonante que tiene un factor de calidad mayor de diez a 3 db por debajo de una amplitud máxima de la respuesta de alta frecuencia del transductor a una frecuencia resonante del filtro, la cual puede establecerse, preferiblemente, a 251 kHz para pasar la respuesta de alta frecuencia del transductor representada en la FIG. 7 del micrófono seleccionado.

La FIG. 11B representa una comparación del comportamiento simulado sobre la frecuencia de las porciones del circuito 800A, 800B representadas en las FIGs. 8A-8B, respectivamente, de acuerdo con una realización de la presente invención. Tal como se describió anteriormente, la capacidad del filtro de Q alto 820 representado en las FIGs. 8A-8B para proporcionar una característica de caída abrupta alrededor de la frecuencia resonante, o una alta discriminación, es sensible a los circuitos circundantes que incluyen el ajuste de impedancia en la entrada 824 del filtro de Q alto 820. En la FIG. 11B, la respuesta simulada a las señales en decibelios (dB) de las porciones globales del circuito 800A, 800B a partir de una entrada de señal

simulada por medio del micrófono 4 se representa en el eje vertical 1150 de aproximadamente -90 a 20 dB, mientras que el eje horizontal 1160 representa la frecuencia simulada en kHz de aproximadamente 10 a 550 kHz.

5 La respuesta de frecuencia simulada de la porción del circuito 800A se representa por medio de la línea continua 1172 y representa una señal máxima de aproximadamente -20 dB a 250 kHz, la cual cae por debajo de 250 kHz a una tasa de aproximadamente 0,15 db/kHz. La respuesta de frecuencia simulada de la porción mejorada del circuito 800B se representa por la línea discontinua 1174 y representa una señal máxima más alta de aproximadamente 5 dB a 250 kHz, la cual cae por aproximadamente 50 kHz por debajo de 250 kHz a una mayor tasa de aproximadamente 0,8 db/kHz hasta encontrarse y coincidir con la respuesta de frecuencia de la porción del circuito 800A por debajo de aproximadamente 100 kHz. De ese modo, se espera que la porción mejorada del circuito 800B proporcione características de filtrado más convenientes que la porción del circuito 800A, en base a estos resultados de simulación de los circuitos.

10
15 La FIG. 12 representa la eficacia del filtro de Q alto correspondiente a la respuesta representada en la FIG. 11A en la eliminación del ruido acústico del ambiente en la aplicación industrial representada en la FIG. 10, de acuerdo con una realización de la presente invención. El eje vertical 1210 de la FIG. 12 representa la amplitud de la señal de ruido en mV de -70 a 70 mV, mientras que el eje horizontal 1220 representa el tiempo transcurrido en μ s de 0 a 250 μ s. El resultado de las cinco mediciones diferentes 1230 mediante el uso del filtro LC resonante registrado en el mismo ambiente de ruido acústico representado en la FIG. 10 disminuye de una amplitud máxima de aproximadamente 50 mV a aproximadamente 5 mV en la banda pasante deseada a 251 kHz.

20
25 La FIG. 13 representa un método de medición 1300 con el aparato de medición fotoacústica representado en la FIG. 4, de acuerdo con una realización de la presente invención. Con referencia simultáneamente a las FIG. 4 y 13, el método de medición 1300 incluye una calibración 1302 anterior a un ciclo de mediciones 1303. La calibración 1302 puede calibrar señales de prueba del sistema PA mediante el uso de XRF para determinar un grosor de la capa 2 preciso fuera de línea, o sea, en una instalación de laboratorio y no durante el ruidoso proceso de recubrimiento de bobinas. La señal medida en función del valor real de la característica tal como el grosor puede almacenarse como una tabla de consulta o como un modelo calculado de calibración en la memoria del procesador de señales 7. El ciclo de mediciones 1303 incluye las siguientes etapas que pueden realizarse mientras el sistema PA está en línea durante el proceso de recubrimiento de bobinas.

30
35 La luz láser se pulsa 1304 a periodos predeterminados tal como una vez cada milisegundo. Después comienza la adquisición de datos 1306. Puede detectarse el pulso de láser y determinarse la energía del pulso 1308 mediante el detector de energía 14. El pulso del haz de láser 12 incide después 1310 en la superficie de muestra de la capa 2 y la luz láser se absorbe 1312 por la capa 2. Se produce la relajación no radiante 1314. Después, hay simultáneamente expansión volumétrica 1316, la cual provoca una señal acústica pequeña, y calentamiento térmico 1318 en la película, el cual provoca una onda térmica 1320 en el aire. La onda térmica 1320 en el aire se convierte 1322 en la mayor parte de la señal acústica 6, es decir, una onda sonora.

40
45 La onda sonora o señal acústica 6 se transmite durante un tiempo de viaje a través del aire hacia el detector 4,5 y se detecta 1324 mediante el micrófono 4. La señal eléctrica detectada del transductor en el micrófono tal como se representa en las FIG. 6-7 se filtra 1326 mediante el filtro de Q alto 820 en el procesador de señales 7, el cual realiza después la normalización de la distancia 1328 y la normalización de la energía 1330 en cualquier orden. Después se mide la amplitud de pico a pico de la señal normalizada 1332. El procesador de señales 7 usa después 1334 la tabla de consulta de calibración o el modelo de calibración determinados previamente para determinar la característica de la película de la capa 2. Si el sistema PA determina 1336 que las mediciones no se han hecho por XRF para la composición química de circonio contenido en la película en miligramos por metro cuadrado (mg/m^2) se representa en el eje horizontal 1420. Los puntos de datos representados gráficamente a partir de varias muestras 1430 muestran una característica de correlación lineal 1440 que puede usarse como un modelo para calibrar la señal acústica normalizada del sistema PA 1.

50
55 La FIG. 14 representa una comparación entre las mediciones obtenidas mediante el uso del aparato de medición fotoacústica representado en la FIG. 4 y las mediciones mediante el uso de una técnica XRF. La amplitud de presión máxima en unidades arbitrarias se representa en el eje vertical 1410 y la característica de la película medida fuera de línea por XRF para la composición química de circonio contenido en la película en miligramos por metro cuadrado (mg/m^2) se representa en el eje horizontal 1420. Los puntos de datos representados gráficamente a partir de varias muestras 1430 muestran una característica de correlación lineal 1440 que puede usarse como un modelo para calibrar la señal acústica normalizada del sistema PA 1.

60
65 Las realizaciones anteriores de la presente invención son ilustrativas y no limitantes. Son posibles varios equivalentes y alternativas. Aunque la invención se ha descrito con referencia a una disposición determinada de los componentes ópticos a manera de ejemplo, se entiende que la invención no se limita por la disposición de los componentes ópticos siempre y cuando se proporcione un pulso electromagnético no destructivo con

las características deseadas. Aunque la invención se ha descrito con referencia a una capa de muestra sólida y seca a manera de ejemplo, se entiende que la invención no se limita por la forma de la capa, la cual puede ser un sólido, un gel, un líquido y/o un polvo. Las realizaciones descritas en la presente memoria se han dirigido a medir un recubrimiento de conversión aplicado en un proceso de recubrimiento de bobinas sobre una tira de aluminio, pero no se limitan a este. Las realizaciones de la presente invención no se limitan por el tipo de sustrato que soporta la capa de muestra. Las realizaciones descritas en la presente memoria pueden usarse siempre que sea útil una medición no destructiva y sin contacto de capas de menos de 100 nm, que pueden estar en movimiento y/o tienen una superficie irregular. Por ejemplo, las realizaciones descritas en la presente memoria pueden ser útiles para medir procesos de secado o de polimerización, medir cinéticas químicas, definir propiedades ópticas y/o térmicas de las capas, analizar sistemas compuestos y caracterizar productos de procesos de deposición de capas atómicas. Son evidentes otras adiciones, sustracciones, o modificaciones en función de la presente descripción y se pretende que entren dentro del alcance de las reivindicaciones adjuntas. El alcance de la invención, por lo tanto, debe determinarse no con referencia a la descripción anterior, sino más bien debe determinarse con referencia a las reivindicaciones anexas junto con su alcance completo.

REIVINDICACIONES

1. Un método para la medición sin contacto mecánico de una capa (2) que tiene un grosor de capa menor de 100 nm, comprendiendo el método:
 - 5 generar un pulso de luz (12) adaptado para interactuar con la capa (2) para generar una onda térmica en un medio gaseoso (50) presente adyacente a la capa (2), provocando así que se genere una señal acústica (6); y
 - 10 detectar una primera señal sensible a la señal acústica por un detector sin contacto mecánico con la capa, en donde dicha primera señal es representativa de la capa medida (2),
 - y en donde el método comprende, además:
 - 15 mejorar una relación de señal a ruido de la primera señal para formar una segunda señal;
 - 20 calcular una distancia entre el detector y una región del medio gaseoso que genera la onda térmica de acuerdo con una velocidad de la señal acústica (6) en el medio gaseoso (50) multiplicada por un tiempo de viaje de la señal acústica (6);
 - 25 compensar la segunda señal de acuerdo con la distancia calculada y un ajuste hiperbólico a una función de amplitud de presión acústica frente a la distancia del detector a la capa de muestra que se ha establecido por un proceso de calibración previo para producir una tercera señal que es sustancialmente independiente de una fluctuación de la distancia, y
 - 30 determinar una característica de la película de la capa sobre la base de una medición sensible a una composición y al grosor de la película de acuerdo con una amplitud de la tercera señal en combinación con una tabla de consulta predeterminada o un modelo de calibración calculado, en donde la tabla de consulta o el modelo de calibración calculado se han establecido por una calibración previa adicional.
- 35 2. El método de la reivindicación 1, en donde el pulso (12) interactúa con la capa (2) sin alterar de manera permanente la capa (2); y/o en donde el pulso (12) se asocia con una absorción del pulso (12) en la capa, siendo la absorción sustancialmente mayor que una absorción del pulso (12) en un sustrato (13) en contacto mecánico con la capa (2), en donde la capa (2) está dispuesta entre el sustrato (13) y el medio gaseoso (50).
- 40 3. El método de la reivindicación 1 o reivindicación 2, en donde una longitud de onda del pulso (12) se asocia con una profundidad de penetración del pulso (12) en la capa, siendo la profundidad de penetración mayor que el grosor de la capa (2).
- 45 4. El método de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 3, en donde un ancho temporal del pulso (12) se asocia con una longitud de difusión térmica de la capa (2), siendo la longitud de difusión térmica sustancialmente igual a un grosor de la capa (2).
- 50 5. El método de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 4 que comprende, además:
 - generar la primera señal mediante el uso de un transductor (56) que tiene una respuesta de frecuencia mayor que un rango de frecuencia de un ambiente ruidoso cerca del detector.
- 55 6. El método de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 5 que comprende, además:
 - dirigir una porción de la señal acústica a un detector.
- 60 7. El método de cualquiera de las reivindicaciones 1 a 16 que comprende, además:
 - generar una pluralidad de pulsos (12) teniendo cada uno diferentes características asociadas seleccionadas de un grupo que consiste en longitud de onda, energía y/o longitud de pulso temporal, seleccionándose las características para interactuar con una pluralidad de diferentes constituyentes asociados de la capa (2); y
 - 65 usar una pluralidad de detectores diferentes cada uno asociado con uno diferente de la pluralidad de pulsos (12).
8. Un dispositivo de medición (1) para la medición sin contacto mecánico de una capa que tiene un grosor de capa menor de 100 nm, comprendiendo el dispositivo de medición:

- una fuente de luz (3) funcional para generar un pulso (12) adaptado para interactuar con la capa (2) para generar una onda térmica en un medio gaseoso (50) presente adyacente a la capa (2), donde dicha onda térmica provoca que se genere una señal acústica (6); y
- 5 un detector adaptado para detectar una primera señal sensible a la señal acústica (6), donde dicho detector no está en contacto mecánico con la capa (2), en donde dicha primera señal es representativa de la capa medida (2),
- 10 en donde el dispositivo de medición está adaptado para llevar a cabo el método según cualquiera de las reivindicaciones anteriores,
- comprendiendo, además, el dispositivo de medición un procesador de señales (7) adaptado para:
- 15 mejorar una relación de señal a ruido de la primera señal para formar una segunda señal;
- calcular una distancia entre el detector y una región del medio gaseoso (50) que genera la onda térmica de acuerdo con una velocidad de la señal acústica (6) en el medio gaseoso (50) multiplicado por un tiempo de viaje de la señal acústica (6);
- 20 compensar la segunda señal de acuerdo con la distancia calculada y un ajuste hiperbólico a una función de amplitud de presión acústica frente a la distancia del detector a la capa de muestra que se ha establecido por una calibración previa para producir una tercera señal que es sustancialmente independiente de una fluctuación de la distancia, y
- 25 determinar una característica de la película de la capa sobre la base de una medición sensible a una composición y al grosor de la capa de acuerdo con una amplitud de la tercera señal en combinación con una tabla de consulta predeterminada o un modelo de calibración calculado, en donde la tabla de consulta o el modelo de calibración calculado se han establecido por una calibración previa adicional.
- 30
9. El dispositivo de medición de la reivindicación 8, en donde el pulso (12) se adapta para interactuar con la capa (2) sin alterar de manera permanente la capa (2); y/o en donde el pulso (12) se asocia con una absorción del pulso (12) en la capa, siendo la absorción sustancialmente mayor que una absorción del pulso (12) en un sustrato (13) en contacto mecánico con la capa (2), en donde la capa (2) está dispuesta entre el sustrato (13) y el medio gaseoso (50).
- 35
10. El dispositivo de medición de la reivindicación 8 o reivindicación 9, en donde una longitud de onda del pulso (12) se asocia con una profundidad de penetración del pulso (12) en la capa (2), siendo la profundidad de penetración mayor que un grosor de la capa (2), en donde la longitud de onda se selecciona para que esté, preferiblemente, en el rango de aproximadamente 150 a aproximadamente 500 nanómetros, más preferiblemente, en el rango de aproximadamente 180 a aproximadamente 350 nanómetros, lo más preferiblemente, aproximadamente 213 nanómetros.
- 40
11. El dispositivo de medición de cualquiera de las reivindicaciones del dispositivo anteriores, en donde un ancho temporal del pulso (12) se asocia con una longitud de difusión térmica de la capa (2), siendo la longitud de difusión térmica sustancialmente igual a un grosor de la capa (2), en donde el ancho del pulso se selecciona, preferiblemente, para que esté en el rango de aproximadamente 50 pseg a aproximadamente 100 nseg, más preferiblemente, en el rango de aproximadamente 1 nseg a aproximadamente de 50 nseg.
- 45
- 50
12. El dispositivo de medición de cualquiera de las reivindicaciones del dispositivo anteriores, en donde el detector comprende:
- 55 un transductor (56) adaptado para tener una respuesta de frecuencia mayor que un rango de frecuencia de un ambiente ruidoso cerca del detector y para generar la primera señal;
- y/o en donde el detector comprende:
- 60 un acoplador de sonido (5) adaptado para dirigir una porción de la señal acústica (6) hacia el detector.
13. El dispositivo de medición de cualquiera de las reivindicaciones del dispositivo anteriores, en donde la fuente de luz (3) es, además, funcional para generar una pluralidad de pulsos (12) teniendo cada uno diferentes características asociadas seleccionadas de un grupo que consiste en longitud de onda,
- 65

energía y/o longitud de pulso temporal, seleccionándose las características para interactuar con una pluralidad de diferentes constituyentes asociados de la capa, incluyendo dicho dispositivo de medición una pluralidad de detectores diferentes, cada uno asociado con uno diferente de la pluralidad de pulsos (12).

5

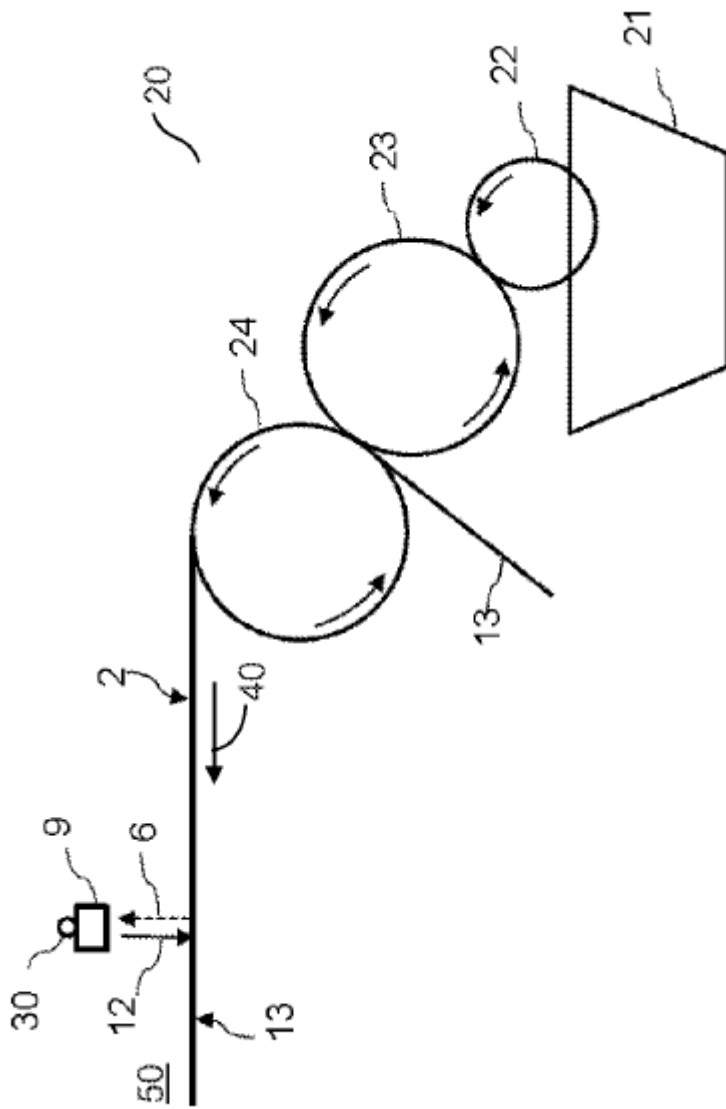


FIG. 1

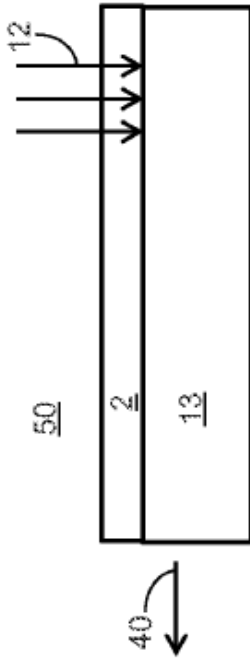


FIG. 2A



FIG. 2B

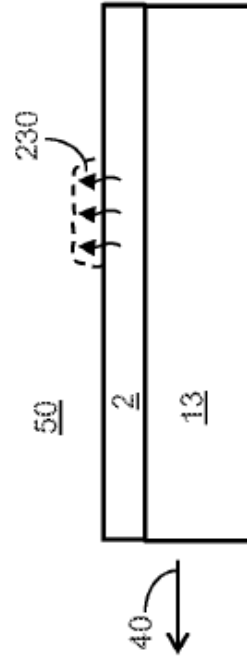


FIG. 2C

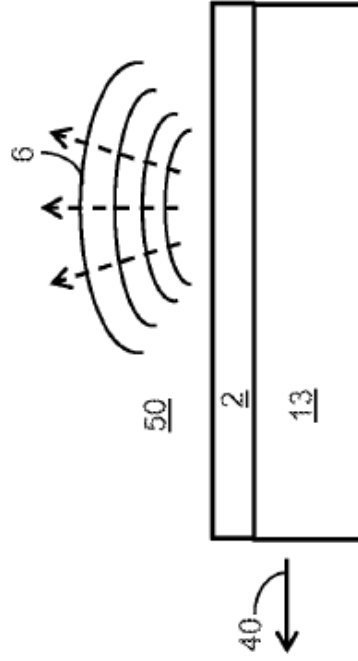


FIG. 2D

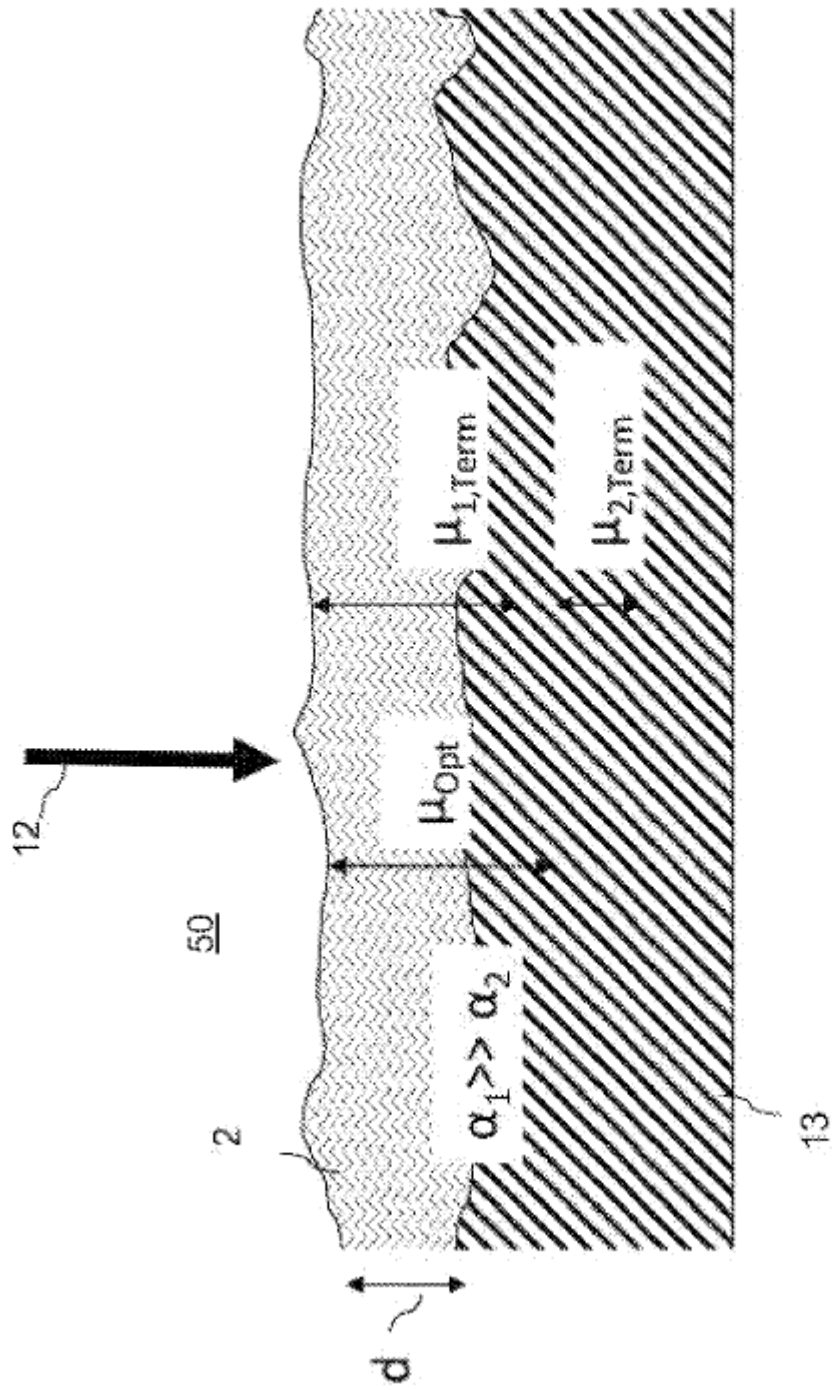


FIG. 3

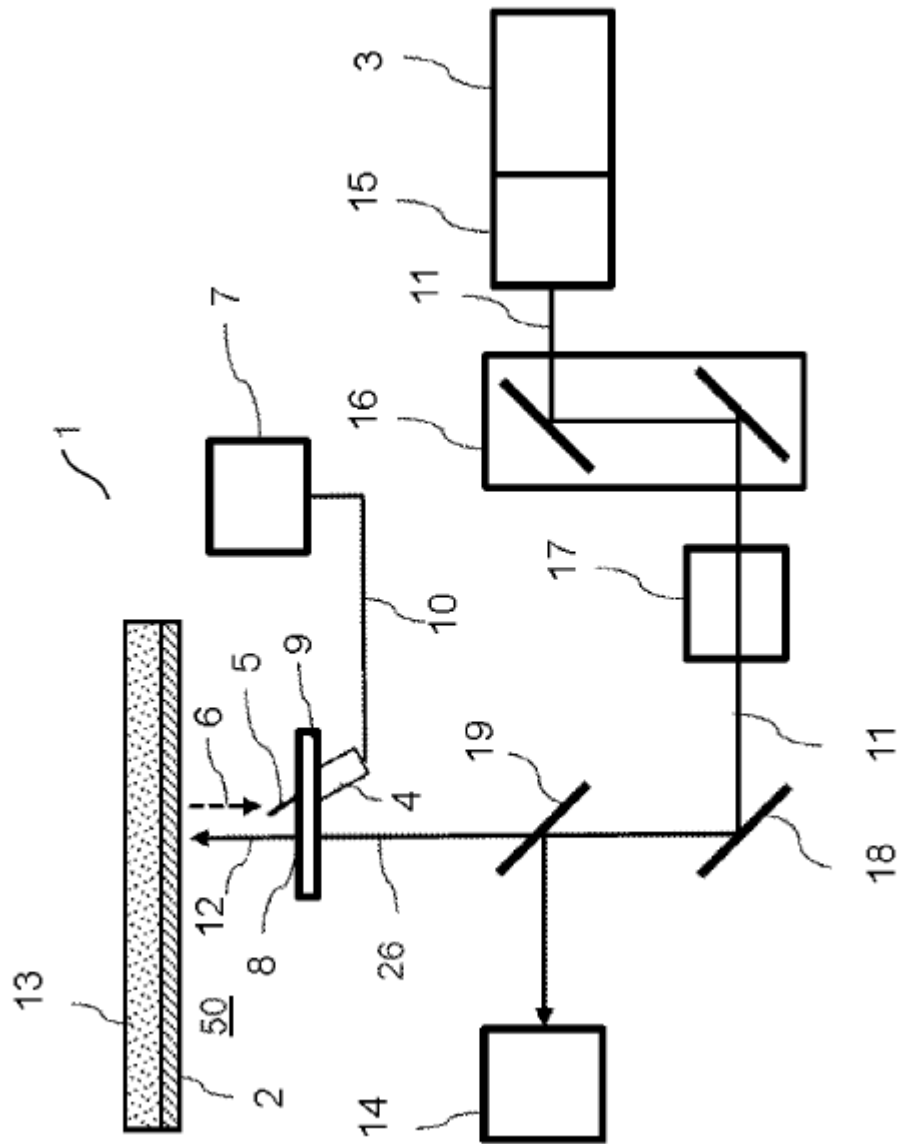


FIG. 4

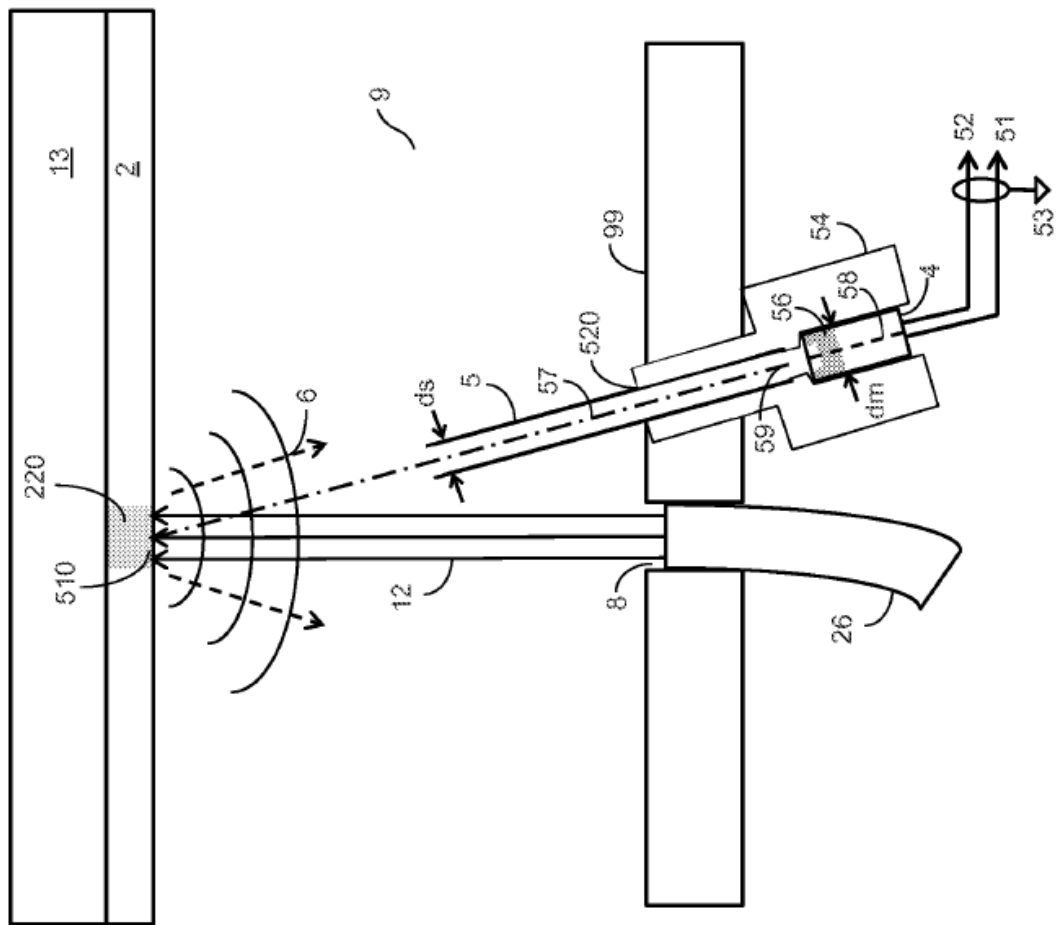


FIG. 5

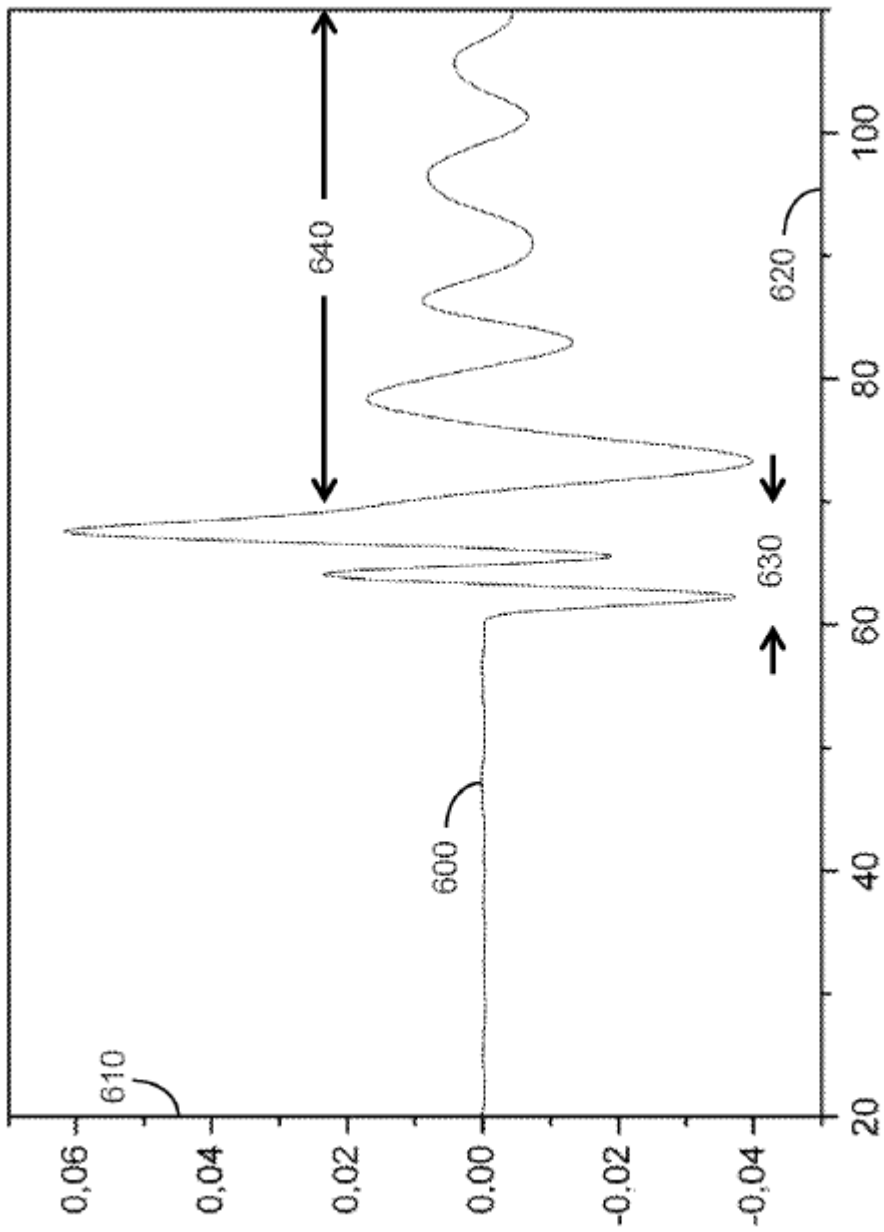


FIG. 6

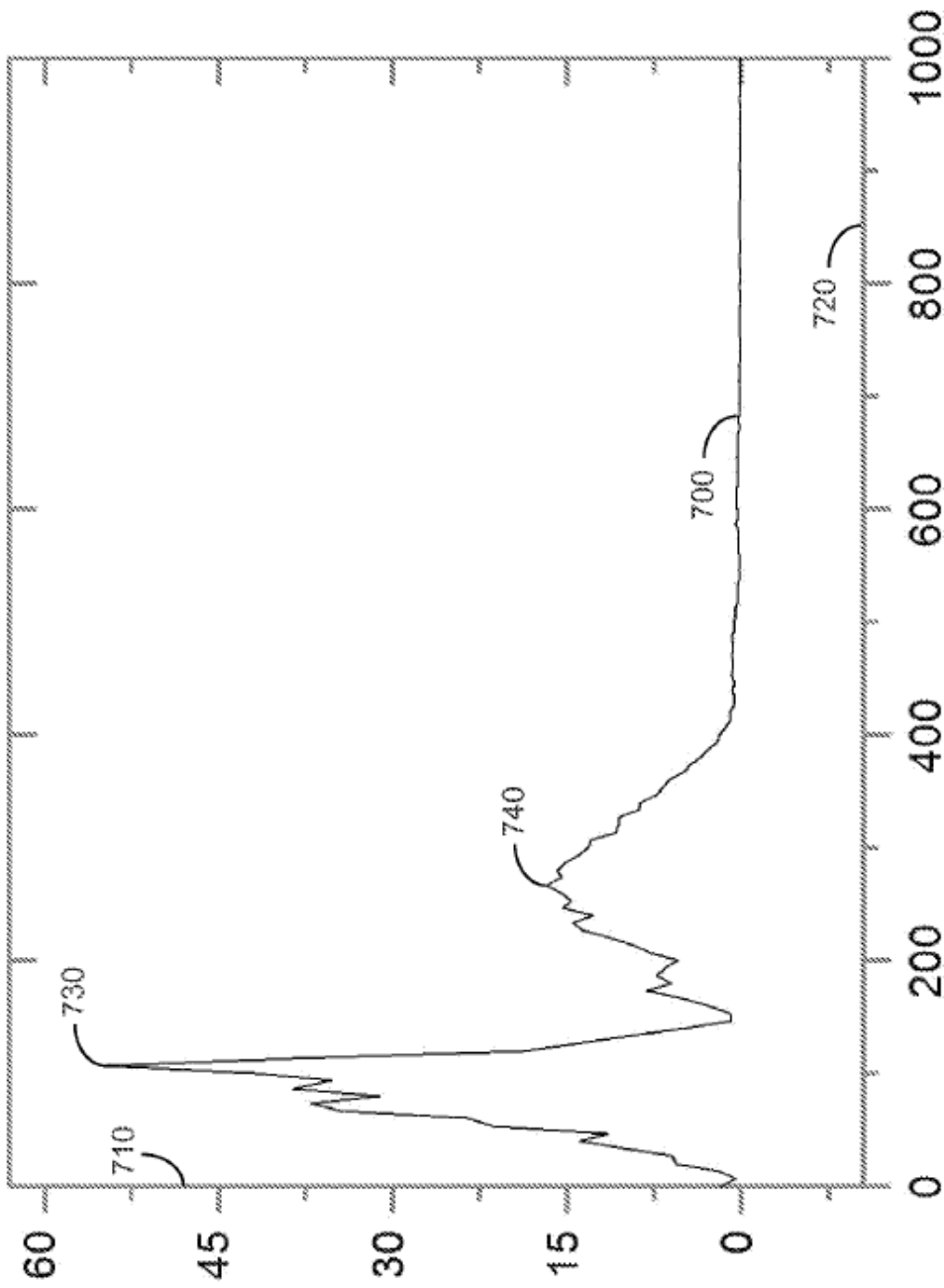


FIG. 7

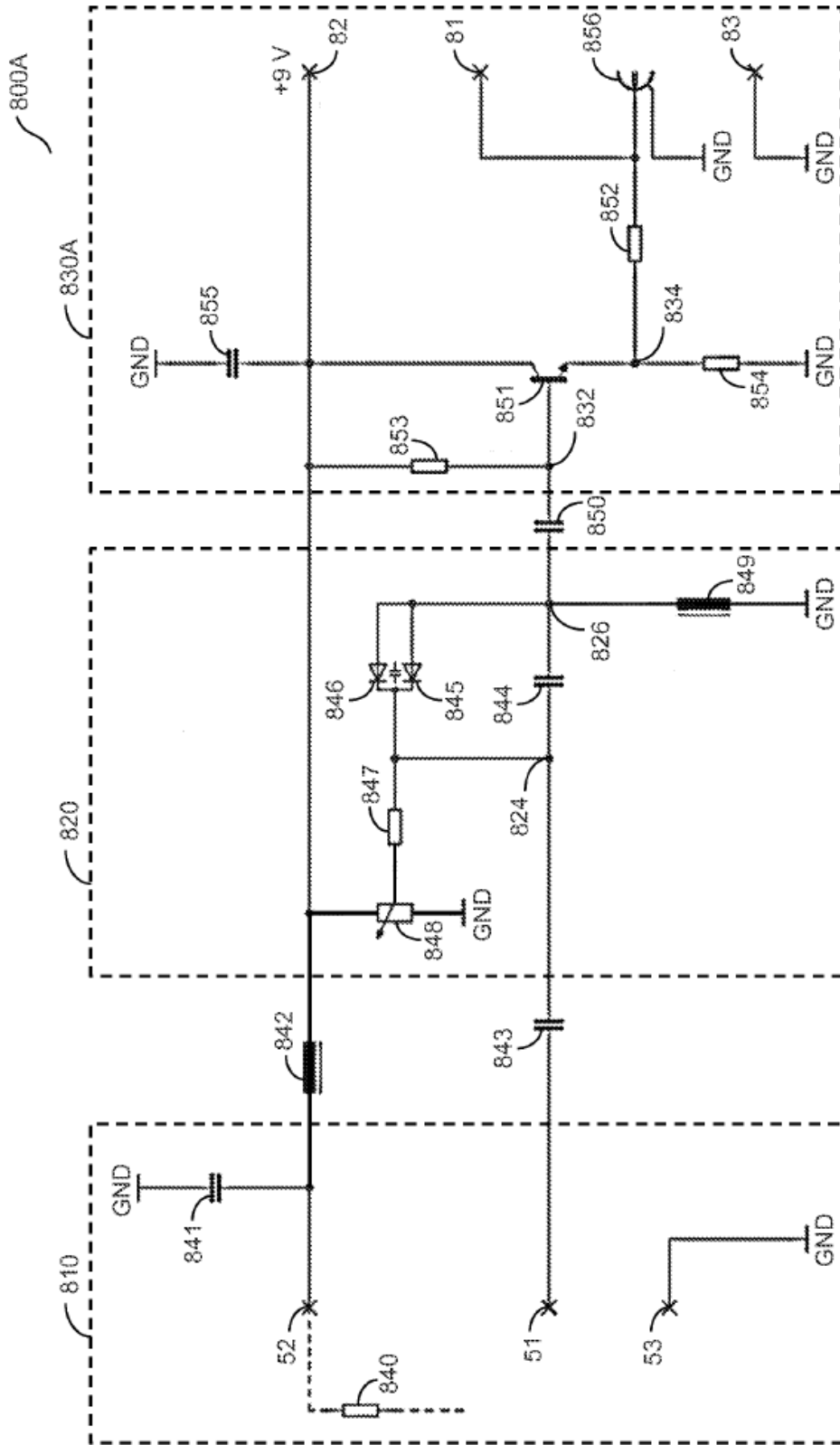


FIG. 8A

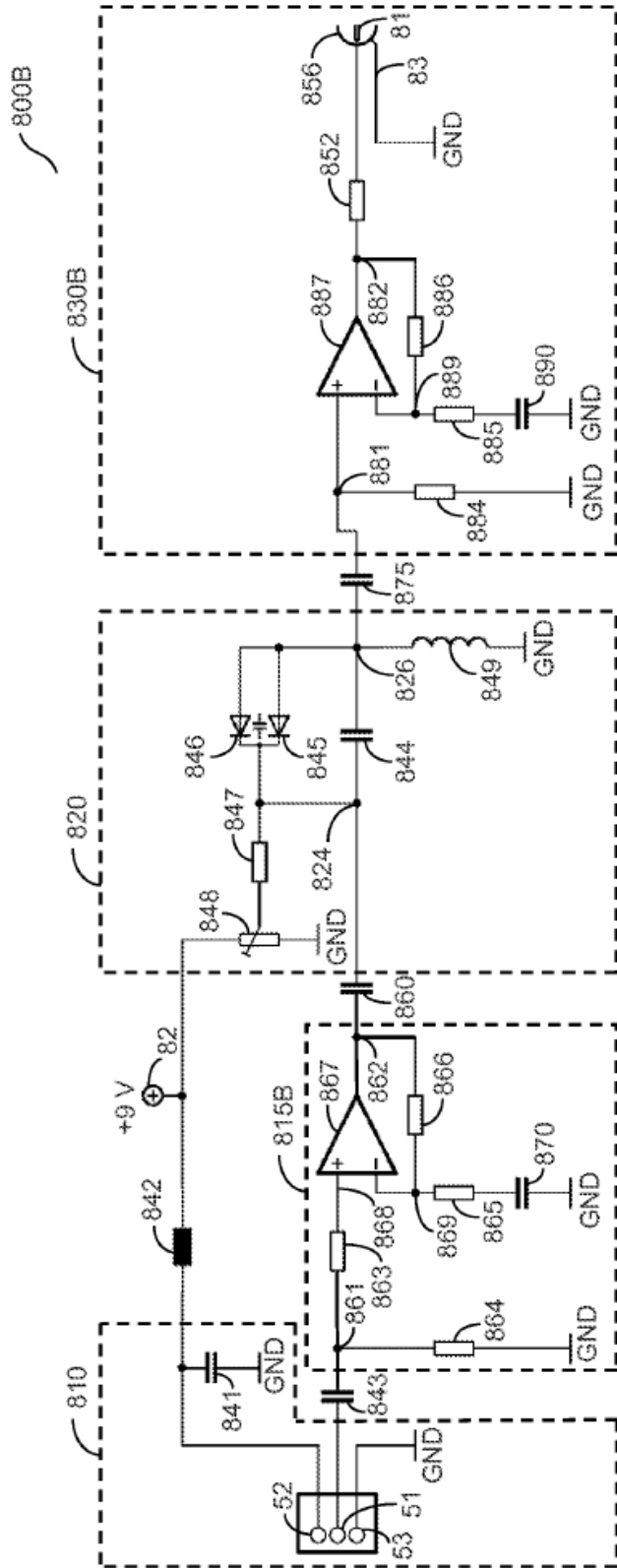


FIG. 8B

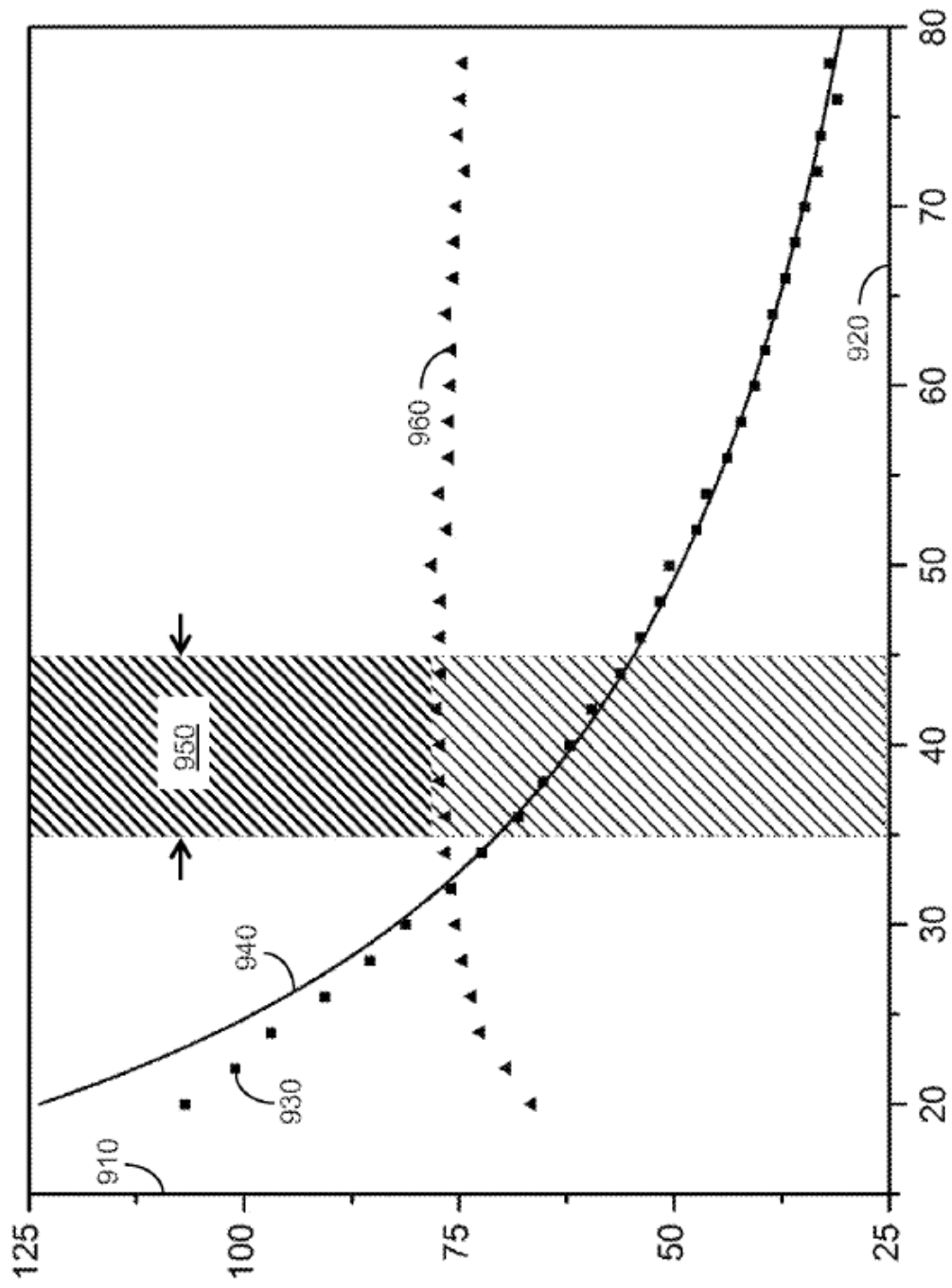


FIG. 9

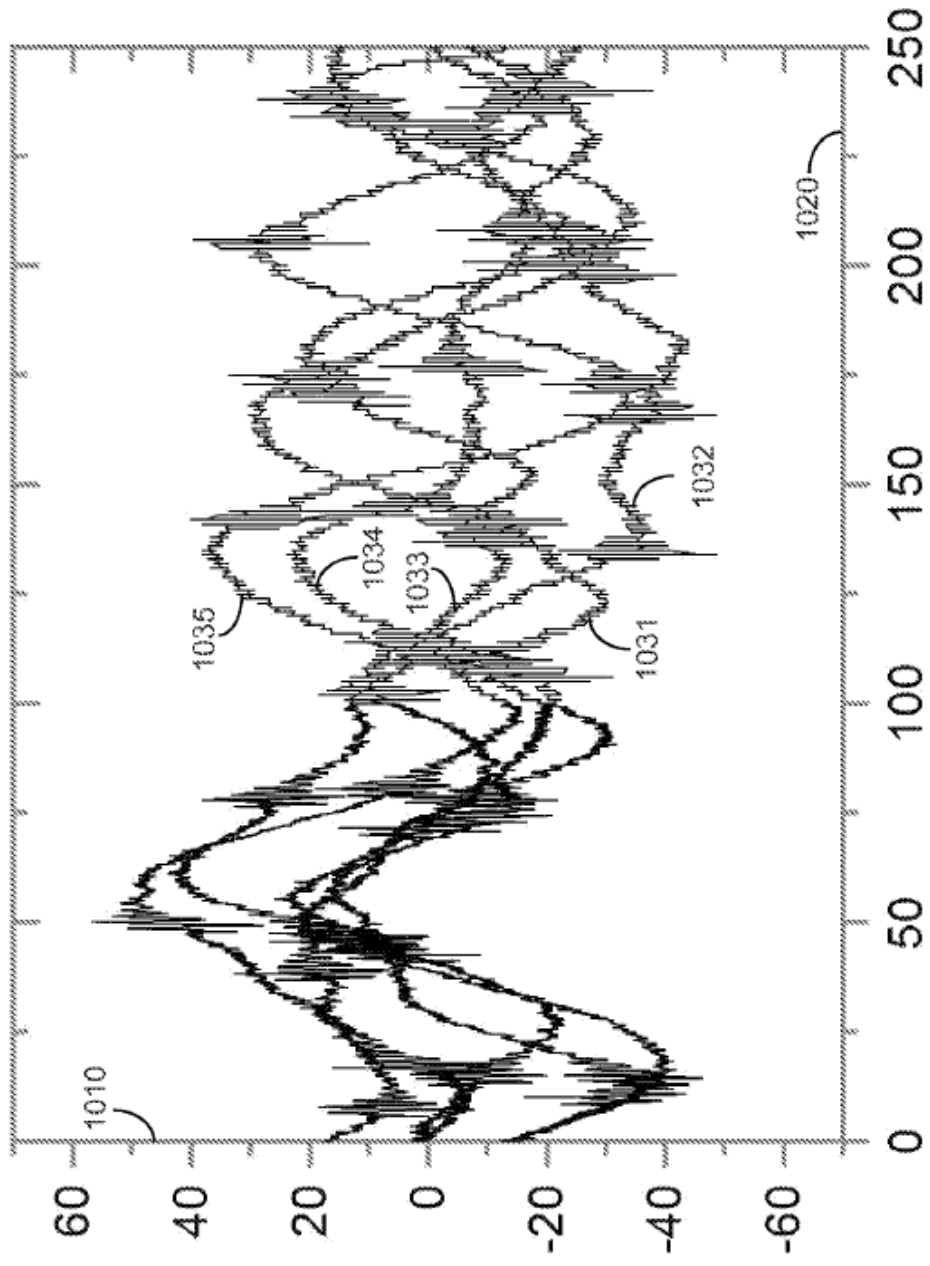


FIG. 10

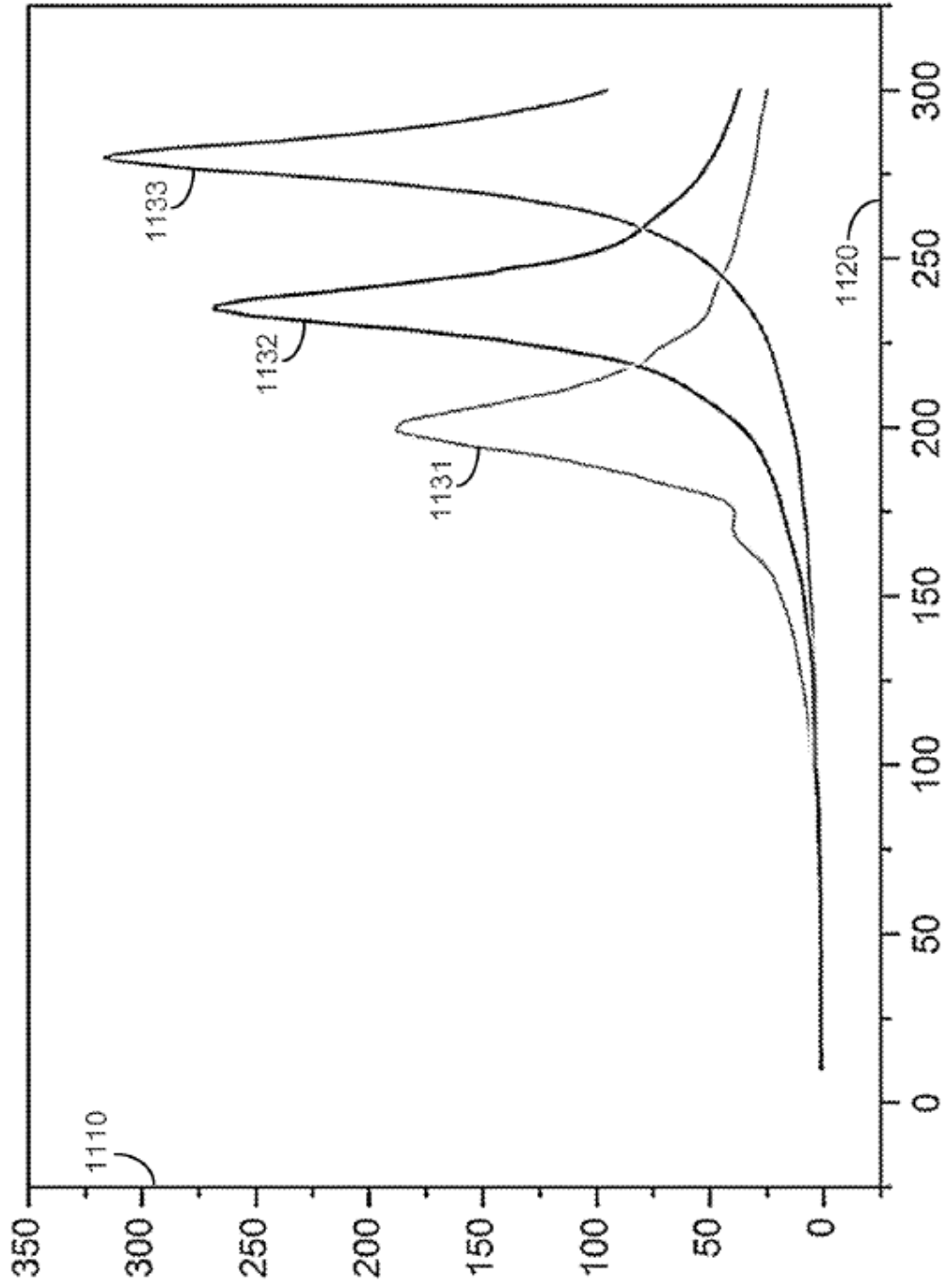


FIG. 11A

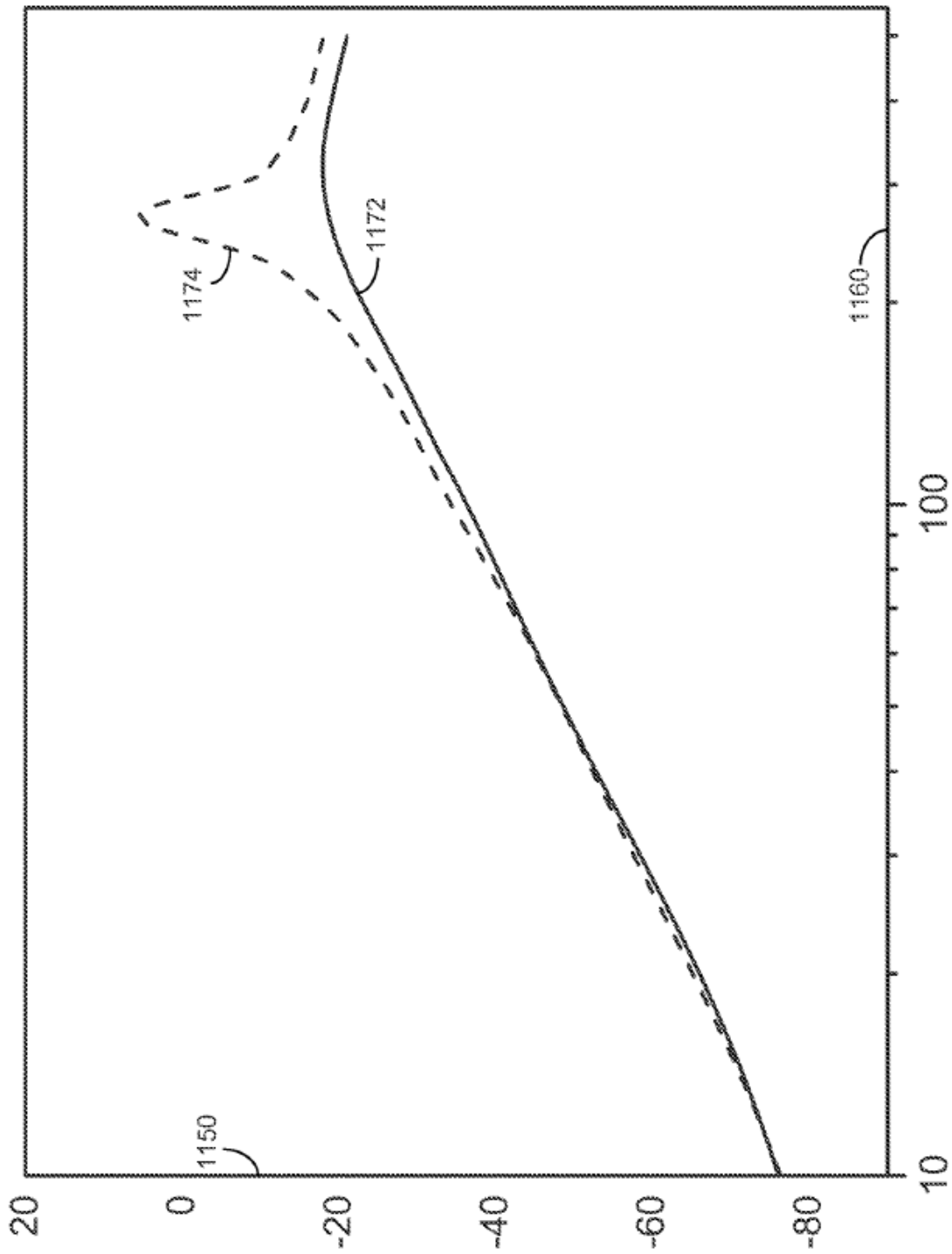


FIG. 11B

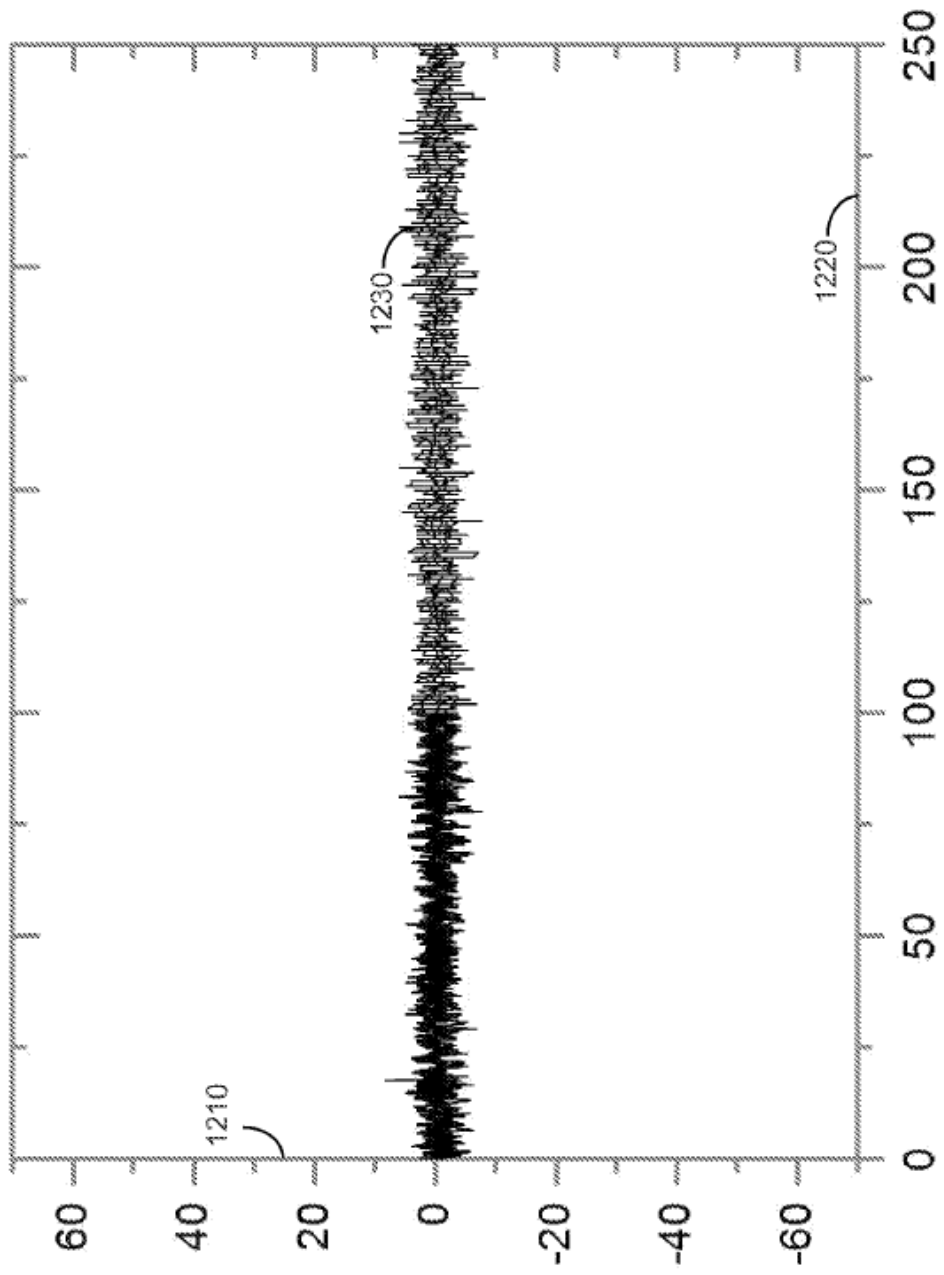


FIG. 12

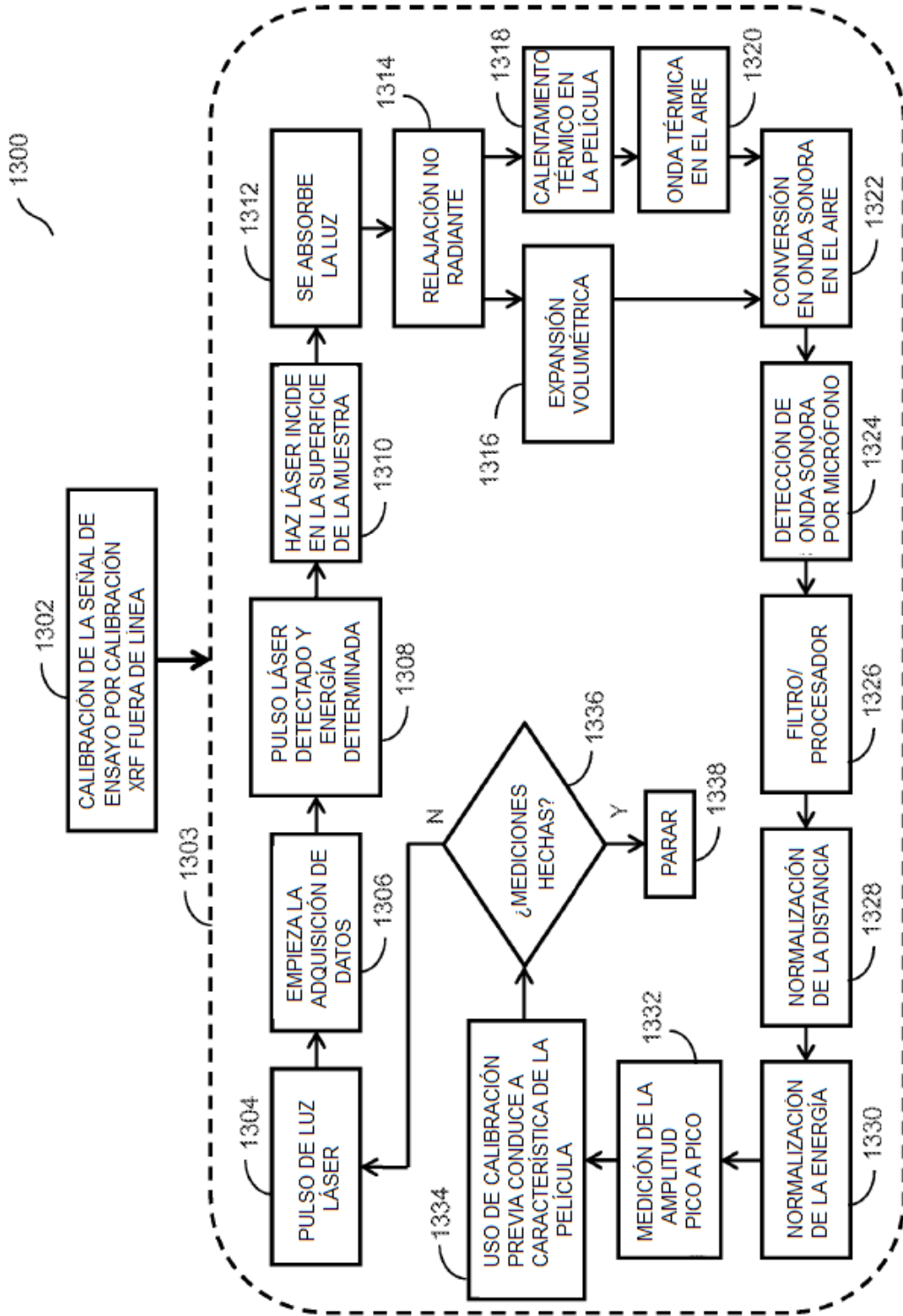


FIG. 13

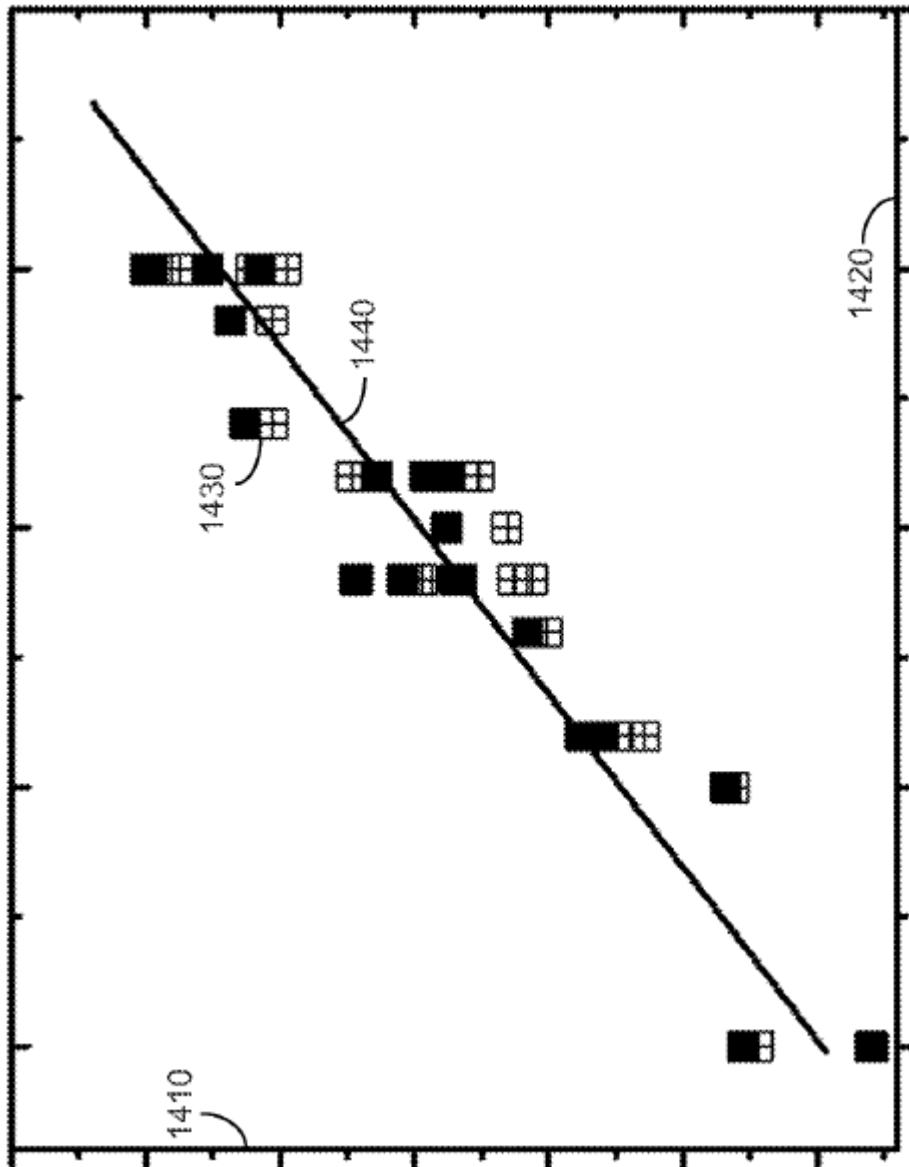


FIG. 14