

**DETECCIÓN DE NANOGOTAS EN RECUBRIMIENTOS Duros DE
TiN MEDIANTE EL CRITERIO DE TAMAÑOS CARACTERÍSTICOS Y
DETERMINACIÓN DE DIMENSIONES FRACTALES DE SUS
SUPERFICIES**

M. Arroyave, L. Alvarez, A. Devia
Universidad Nacional de Colombia, Sede Manizales
A.A 127

RESUMEN

En este trabajo se presentan resultados preliminares obtenidos de la caracterización de superficial de recubrimientos de TiN, mediante dos enfoques. El primero es el de la determinación de la presencia de nanogotas, utilizando como criterio de diámetros por debajo de $0,1\mu\text{m}$, mientras que el segundo enfoque se basa en el estudio de la topografía de las superficies por propiedades geométricas como las dimensiones fractales. Para este estudio se tomaron imágenes AFM en rangos desde $0,3\times 0,3\mu\text{m}^2$ hasta $50\times 50\mu\text{m}^2$.

INTRODUCCIÓN

Las características superficiales de los recubrimientos duros, como los de TiN, afectan las propiedades tribológicas de los mismos. Continuando con el estudio iniciado sobre la presencia de microgotas en recubrimientos de TiN [1], a continuación se presentan los primeros resultados obtenidos sobre la presencia de nanogotas, mediante la aplicación del criterio de tamaño característico de menos de $0,1\mu\text{m}$ [2]. Además en este trabajo se ha caracterizado la topografía de la superficie de las muestras mediante un análisis basado en la representación log-log de las rugosidades R_{rms} y R_p -v en función de una escala de áreas.

PARTE EXPERIMENTAL

Se fabricaron cinco muestras (M1, M2, M3, M4 y M5) de TiN sobre sustrato de Si altamente orientado. Las muestras se produjeron bajo las mismas condiciones. Inicialmente se realizó un prevacío a 10^{-4} mb. Se introdujo luego Ar hasta alcanzar una presión de 1.7 mb, presión a la cual se inició una descarga glow con una corriente de 50mA. Esta descarga buscaba, librar el sustrato de impurezas mediante la incidencia sobre su superficie de iones de Ar. Posteriormente se evacuó el gas inerte hasta un valor de presión nuevamente de 10^{-4} mb, procediendo entonces a inyectar el Ni. A 1.7mb se produjo la descarga pulsada, cuando la tensión entre los electrodos en la cámara de vacío tenía un valor de 300 V. Las muestras así obtenidas presentan el característico color dorado, sin embargo, según parecen indicar los difractogramas de rayos X, los recubrimientos son delgados. En general las muestras obtenidas bajo los parámetros arriba expuestos, poseen espesores de sólo décimas de micra.

De cada muestra se tomaron imágenes AFM con el scanner de $100\mu\text{m}$ y con el de $5\mu\text{m}$. en cuatro regiones distintas de la muestra. Las áreas de las imágenes fueron de $0.3 \times 0.3 \mu\text{m}^2$, $1 \times 1 \mu\text{m}^2$, $10 \times 10 \mu\text{m}^2$ y $50 \times 50 \mu\text{m}^2$.

Para la detección de las nanogotas se utilizó el Demo de la aplicación SPIP, que mediante el procesamiento digital de las imágenes de AFM, realiza un conteo automático de las partículas, una vez el usuario fija el rango de tamaños deseado.

RESULTADOS

Es importante señalar que los resultados que a continuación se presentan son preliminares y que aún se están adelantando estudios sobre las imágenes AFM. Los resultados más confiables de presencia de nanogotas, mediante el uso del SPIP se obtuvieron para las áreas de más de $1 \mu\text{m}^2$, con máximo dos nanogotas en promedio para todas las muestras. Para las áreas por debajo de $0,09 \mu\text{m}^2$, los resultados presentaron un alto grado de dispersión. Esto se puede explicar por el hecho de que en barridos de áreas menores pueden surgir discrepancias pues no siempre se toma aquella zona en la que se encuentra(n) la(s) nanogota(s). Más aún, a pesar de las ventajas que presenta el uso de un método automático, los resultados para áreas diferentes son difíciles de comparar. Esto se debe a que, además de los parámetros de filtrado que se deben introducir como el tamaño máximo de las nanopartículas, se debe fijar un umbral de detección en altura. Pero este último depende de la normalización que hace el SPIP con respecto al máximo pico de la zona de estudio. Es decir, la detección depende de la escala de área. Es por ello que la observación de la imagen AFM sin procesar, es un apoyo necesario en el momento de estudiar la presencia de micro y nanopartículas.

Por otro lado, no es suficiente determinar la presencia de micropartículas y nanopartículas, sino que se deben buscar otros mecanismos de caracterización superficial de los recubrimientos, por ejemplo mediante el estudio de la dependencia de la rugosidad de diferentes parámetros de deposición o de tipo geométrico. Se definen [3] por lo menos tres tipos de rugosidades: la R_{pv} , (máxima diferencia pico valle) la rugosidad promedio R_{ave} y la rugosidad cuadrática media R_{rms} . Cada una de estas rugosidades constituyen una medida de la desviación de la altura promedio en una zona o perfil escogidos. El Auto Probe CP Atomic Force Microscopy permite, mediante

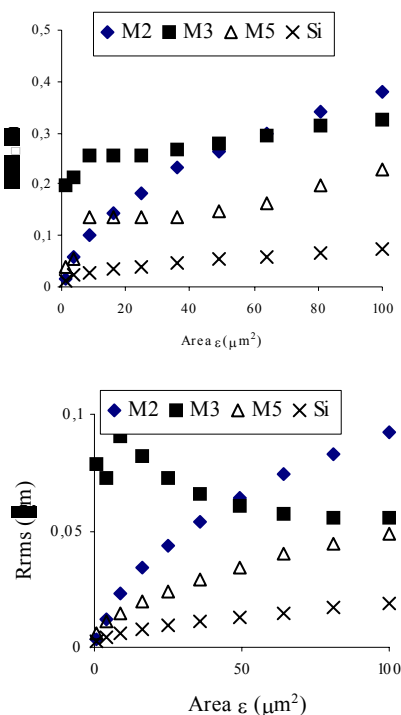


Figura No.1. Rugosidades R_{rms} y R_{pv} en función de la escala de áreas.

el software incorporado, calcular estas rugosidades. Para todas las áreas estudiadas la R_{pv} supera, generalmente por un orden de magnitud, a la R_{rms} . En la fig. 1 se presenta el comportamiento de las rugosidades R_{rms} y R_{pv} en función de la escala de áreas ϵ para las imágenes de $100\mu\text{m}^2$.

Como se mencionó anteriormente, en muchos casos no sólo es importante determinar la rugosidad sino su dependencia con escalas de longitudes o de áreas. Este es un enfoque complementario para entender las propiedades topográficas de los recubrimientos [4]. Así, a partir de gráficos log-log de la rugosidad en función de escalas de área, se pueden conocer las dimensiones fractales de las muestras siendo éstas un indicio del tipo de procesos que se presentan en la formación de los recubrimientos. Por ejemplo, se ha reportado, que en el caso de deformaciones plásticas no es posible establecer una dimensión fractal [4].

Con las imágenes de las muestras M2, M3, M5 se obtuvieron los gráficos log-log de la rugosidad R_{rms} y R_{pv} , en función de las escalas de área ϵ desde $1\mu\text{m}^2$ hasta $2500\mu\text{m}^2$. En los casos en los que la dependencia resultó lineal, se pudo establecer, en el primer caso la dimensión fractal de Hürst, $D_H=3$ —pendiente de

la recta $\log R_{rms}$ vs. $\log \epsilon$, y en el segundo caso, la dimensión fractal por el método de variación, $D_v=3$ —pendiente de la recta $\log R_{pv}$ vs. $\log \epsilon$.

En la Tabla No.1. se presentan el valor de estas dimensiones para las tres muestras estudiadas. En algunos casos no se pudo determinar este valor.

Area imagen AFM	Muestra	D_H	D_v
1x1 μm^2	M2	ND	2,58
	M3	ND	ND
	M5	ND	ND
10X10 μm^2	M2	2,32	2,34
	M3	ND	2,90
	M5	2,54	N.D
	Si	2,60	2,63
50x50 μm^2	M2	2,42	2,36
	M3	2,52	2,46
	M5	2,52	2,70

Tabla No.1. Dimensiones fractales D_H y D_v . (ND- no se pudo determinar).

En la fig. 2 se muestran las regresiones lineales realizadas para obtener las dimensiones fractales de las imágenes 50x50 μm^2 para las muestras M2, M3 y M5.

CONCLUSIONES

De la dependencia entre las rugosidades R_{rms} y R_{pv} y la escala de áreas (fig.1) se puede observar que las rugosidades más bajas las presenta el sustrato sin recubrir de Si. A partir del comportamiento de R_{rms} y R_{pv} con ϵ se puede, además, predecir la existencia de una topografía fractal de la región estudiada. Por ejemplo, para las curvas de la fig.1 que crecen suavemente con ϵ , se encuentra una dimensión fractal. Sin embargo, la

Dimensión fractal hallada para el sustrato de Si resulta contradictoria comparada con las obtenidas para los recubrimientos de TiN, bajo el mismo escalamiento. Cabe señalar, que entre mayor sea la dimensión fractal más rugosa debe ser la superficie. Es necesario realizar más escalamientos para tratar de entender y correlacionar los diferentes resultados. Al parecer existe una dependencia entre las características topográficas y el tamaño del área que se escala.

A pesar de que las muestras de TiN fueron producidas bajo las mismas condiciones, los resultados de las rugosidades escaladas y sin escalar no son los mismos, lo cual podría indicar que en la preparación de los sustratos y posterior deposición de los recubrimientos, algunos de los parámetros (presión, flujo de gases, etc.) están fluctuando. Por otro lado, el hecho de que para algunas de las imágenes no se halla podido encontrar una dimensión fractal se debe básicamente a que las rugosidades tienden a un valor constante

independientemente del escalamiento. Esta misma observación ha sido reportada por otros autores[4].

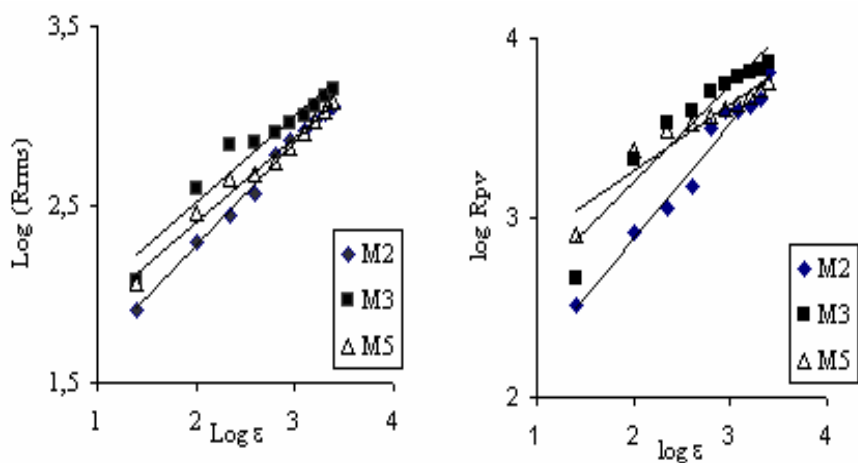


Figura 2. Gráficos log-log de las rugosidades R_{rms} y R_{pv} en función del rango de área ε

Finalmente, se puede resaltar que estos resultados preliminares son tan sólo el punto de partida para estudios más detallados de la geometría de las superficies de los recubrimientos, en los cuales se podrían realizar simulaciones de perfiles o áreas autosimilares mediante funciones fractales y luego comparar estos resultados teóricos con los experimentales.

REFERENCIAS

- [1] M. Arroyave, L. Alvarez, A. Devia, Proceedings IX Latin American Workshop, edited by H. Chuaqui and M. Favre, AIP 2001.
- [2] Othon R. Monteiro and Andre Anders, IEEE Transactions on Plasma Science, Vol. 27, N° 4, august 1999.
- [3] User Manual Auto Probe CP AFM Scientific Park.
- [4] P. F Chauvy et al., Surface and Coatings Thecnology 110 (1998) 48-56