

ANÁLISIS DE RUGOSIDAD POR MICROSCOPIA DE FUERZA ATÓMICA (AFM) Y SOFTWARE SPIP APLICADO A SUPERFICIES VITREAS

William Oswaldo Sosa C¹, Miguel Sierra¹, Carlos A. Parra Vargas¹, Luis A. Salcedo²
*Escuela de Física, Grupo de Física de Materiales¹, Escuela de Matemáticas y Estadística²,
Universidad Pedagógica y Tecnológica de Colombia, Tunja*
(Recibido 19 de Sep.2005; Aceptado 24 de Mar. 2006; Publicado 16 de Jun. 2006)

RESUMEN

En este trabajo se realiza por medio de métodos estadísticos un análisis de los parámetros de confiabilidad, de la medida de rugosidad que proporciona el software SPIP, comparándolo con datos experimentales obtenidos con AFM, para diferentes muestras de vidrio comercial. Además se proponen las condiciones óptimas de muestreo para obtener un análisis confiable de la calidad del vidrio en cuanto a parámetros superficiales de rugosidad y topografía. Finalmente se propone la rugosidad como un método de seguimiento en el control de calidad a nivel industrial, usando la técnica de AFM y correlacionándola con el software SPIP.

Palabras claves: rugosidad, microscopia de fuerza atómica, superficies vitreas

ABSTRAC

In this work is carried out by means of statistical methods an analysis of the parameters of confiability, of the roughness measure that provides the software SPIP, comparing it with experimental data obtained with AFM, for different samples of commercial glass. They also intend the good conditions of sampling to obtain a reliable analysis of the quality of the glass as for superficial parameters of roughness and topography. Finally we intends the roughness like a pursuit method in the control of quality at industrial level, using the technique of AFM and correlating it with the software SPIP.

Keywords: roughening, atomic force microscopy, vitreous surfaces

1. INTRODUCCIÓN

Las superficies de los cuerpos son objetos muy complejos, en ellas la composición química es en general diferente de la composición dentro de los objetos, el ordenamiento atómico también es muy distinto en las superficies y es mucho más complicado y difícil de describir, aún las superficies consideradas como “muy lisas”, como la del vidrio plano, muestran, cuando son analizadas a escala suficientemente fina, una compleja diversidad de particularidades geométricas [1]. Desde el punto de vista de la ciencia e ingeniería de materiales, la topografía se ocupa de la descripción del conjunto de particularidades geométricas naturales o artificiales que caracterizan a una superficie. Uno de los conceptos que se usan en topografía para describir la irregularidad de las superficies es el de rugosidad [2]. La cuantificación de la rugosidad es uno de los problemas que aborda la topometría. Tanto en aplicaciones industriales como en la vida cotidiana, el grado de rugosidad de las superficies es importante, en ocasiones es deseable tener rugosidad “alta” y en otras ocasiones esta condición es indeseable. En algunos casos se busca

que la superficie del producto terminado presente un mínimo de rugosidad, ya que esto le da brillo, mejor apariencia y disminuye la fricción de la superficie al estar en contacto con otra, reduciendo el fenómeno de desgaste y la corrosión de dichos materiales [2].

El método más usado en la industria para cuantificar la rugosidad se basa en el registro de perfiles de alturas mediante un rugosímetro o perfilómetro. El tratamiento estadístico de los datos permite determinar parámetros como la rugosidad rms (R_{rms}) y la rugosidad promedio (R_a). En general los equipos para medir la rugosidad pueden clasificarse como de contacto y de no-contacto. Además del perfilómetro, otro equipo de contacto es el microscopio de fuerza atómica (AFM), que en aplicación a observaciones puede considerarse como un perfilómetro de resolución sub-manométrica que opera de forma similar al perfilómetro [3].

2. BASES TEORICAS

Para el estudio de la rugosidad y obtención de imagen topográfica a escala Nanométrica, se utilizó el Microscopio de Fuerza Atómica (AFM). El fundamento de la técnica consiste en medir el balance de fuerzas existentes entre los átomos de la superficie de la muestra y una fina punta o electrodo, en función de la separación relativa superficie-punta exploradora. Cuando la punta se aproxima a la muestra, aparecen inicialmente una serie de fuerzas atractivas, tipo de fuerzas de Van de Waals. Al seguir acercándola, se hacen presentes fuerzas de tipo repulsión coulombiana (núcleo-núcleo y electrón-electrón), las cuales neutralizan y aún superan a las fuerzas atractivas [1]. La interacción punta-muestra, para cada distancia, se evalúa situando la punta en el extremo de un vástago flexible. Al desplazar la punta sobre la superficie de la muestra se produce una deflexión del vástago, que se mide, por métodos ópticos, mediante un haz láser que se refleja especularmente en la parte posterior del vástago e incide sobre un fotodetector dividido en cuatro cuadrantes. Midiendo la posición del haz reflejado en cada cuadrante se pueden determinar los desplazamientos de la punta en la dirección z. En la figura 1, se presenta una de las imágenes obtenidas por la Técnica AFM.

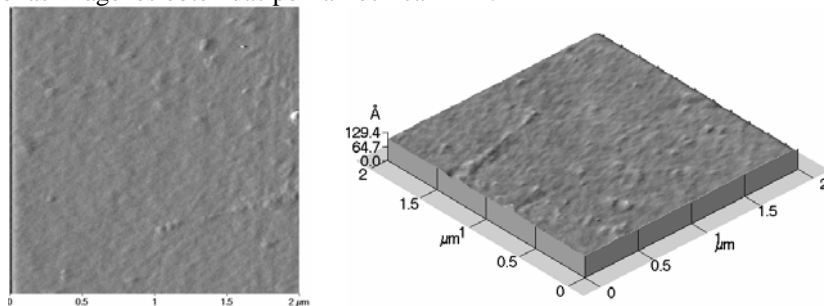


Fig. 1. Muestra de Vidrio sodo-calcico, obtenida por AFM.

3. PROCESO EXPERIMENTAL

El estudio y medición de la rugosidad superficial, se realizó con un microscopio de fuerza atómica modelo Auto Provec, de Park Scientific Instruments, modo de fuerza atómica en con-

tacto, punta tipo microlever A, con 2000 Å de radio de curvatura, sistema de piezo barrido de 5 x 5 µm.

4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Rugosidad en superficies sodo-calcicas Medida con AFM. Para el estudio y análisis de la rugosidad en muestras de vidrio plano, se utilizaron 55 unidades, de 1 cm² (aproximadamente); correspondientes a un mismo bloque; procedente de la misma fabrica productora. Puesto que la unidad de análisis del Microscopio de Fuerza Atómica es 2µm² se considera como área poblacional a estudiar 150000000 µm² que corresponde a una tira de 1cm×150cm, la cual fue dividida en de pedazos de 1cm². Así, Para seleccionar la muestra, se empleo un muestreo aleatorio simple [4]; con un tamaño muestral de 21 unidades para el grupo 1, y de 16 para el grupo 2; correspondientes al grupo de muestras saliente de dos grupos diferentes en el tiraje de producción. Los resultados obtenidos se resumen en la tabla 1.

Tabla 1. Resumen del análisis estadístico realizado a las muestras de vidrio.

	Tamaño de muestra	Media poblacional estimada Å	Varianza estimada para el estimador de la media Å	Límite para el error de estimación de la media poblacional a un 95%
Grupo 1	21	2.1142	0.04100	0.086611
Grupo 2	16	2.9762	0.27966	0.259129

El intervalo de confianza para la diferencia de medias (asumiendo varianzas desconocidas y coeficiente de confianza de 0.95) que se obtuvo es (-0.1808 Å, 1.9048 Å) lo cual permite corroborar que las dos muestras provienen de poblaciones idénticas.

Posteriormente, se realizó el cálculo del límite para el error de estimación del promedio poblacional de rugosidad para diferentes tamaños de muestra, dicho límite se consigna en la tabla2.

Tabla 2. Límite para el error de estimación del promedio poblacional de rugosidad (al 95%) en Å

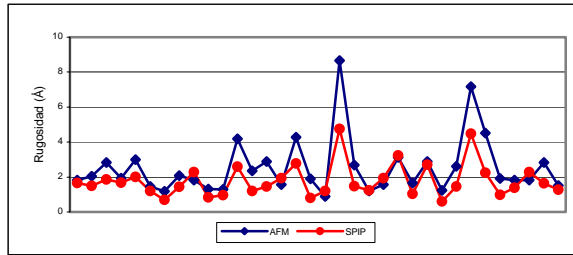
Tamaño de muestra	12	24	30	50	80	100
Grupo 1	0.1071	0.0757	0.0677	0.0524	0.0415	0.0371
Grupo 2	0.2442	0.1727	0.1544	0.1196	0.0946	0.0846

De la tabla anterior se puede inferir que el tamaño de muestra adecuado para realizar el estudio de rugosidad del vidrio plano (sodo-calcico), debe estar entre 50 y 100 unidades muestrales con el fin de obtener 0.1µm, como error de estimación del promedio poblacional de rugosidad (al 95%); lo cual permitiría usar el parámetro de rugosidad como una medida en el control de calidad de este tipo de superficies.

Comparación de la rugosidad con AFM y SPIP. Para el proceso de comparación de la medida obtenida con el equipo de AFM y la proporcionada por el Software, Scanning Probe Image Processor (SPIP) [5], se procedió a seleccionar, en forma aleatoria, 34 datos obtenidos por AFM y tomar las graficas proporcionadas en el proceso de medición, las cuales son correspondientes

a la imágenes que tienen extensión .HDF; estas graficas fueron abiertas con SPIP y posteriormente se procedió a calcular el parámetro de rugosidad; la cual es una de las aplicaciones del Software. Los resultados obtenidos se presentan en la siguiente gráfica:

Fig. 2 Comparación de Rugosidad obtenida por AFM y SPIP



La figura 2, muestra que el valor de la rugosidad obtenida con SPIP tiene un comportamiento similar al obtenido mediante AFM. Para los datos se propuso el modelo probabilística $AFM = \beta_0 + \beta_1 (SPIP) + \varepsilon$, con el cual se obtuvo la recta ajustada $A \hat{F}M = -0.167 + 1.507 (SPIP)$ con un coeficiente de correlación de 0.875 y un $R^2=0.766$. El valor de los parámetros estimados depende en gran medida de la cantidad de píxeles utilizados por el programa SPIP; con lo cual se puede mejorar el ajuste en el modelo de comparación entre SPIP y AFM.

5. CONCLUSIONES

Para un adecuado control de calidad, en la rugosidad del vidrio plano (sodo-calcico); se estableció que el número de unidades muestrales debe estar entre 50 y 100 unidades con el fin de obtener $0.1\mu m$, como error de estimación del promedio poblacional de rugosidad (al 95%).

En cuanto al software SPIP, se comprobó que es posible utilizar un modelo lineal para predecir la rugosidad medida por AFM. El valor de los parámetros estimados depende en gran medida de la cantidad de píxeles utilizados por el programa SPIP; con lo cual se puede mejorar el ajuste en el modelo de comparación entre SPIP y AFM.

REFERENCIAS

- [1] J. M. Fernández Navarro. "Constitución de los Vidrios". pp. 44-120 en El vidrio. Consejo Superior de Investigaciones Científicas. Madrid (España) 1991.
- [2] M. Melo Hinojosa, A. Reyes Martín. "La rugosidad de las superficies: Topometría". Revista Ingenierías, junio 2001.
- [3] K. J. Stout, P. J. Sullivan, W. P. Dong, E. Mainsah, N. Luo, T. Mathia, H. Zahouani (1994), The development of methods for the characterization of roughness on three dimensions. Publication no. EUR 15178 EN of the Commission of the European Communities, Luxembourg.
- [4] Cochran William g. Técnicas de muestreo, compañía editorial continental s.a. Décima segunda reimpresión. Mexico 1996.
- [5] Scanning Probe Image Processor, SPIP, ©Image Metrology A/S 1998-2005.