

Obtención de Propiedades Morfológicas de Materiales por Medio de Procesamiento Digital de Imágenes

J. C. Riaño-Rojas¹, E. Restrepo-Parra¹, F. A. Prieto-Ortiz²
y J. J. Olaya-Flores³

¹Grupo de Desarrollo de Nuevos Materiales, Universidad Nacional de Colombia Sede Manizales.

²Universidad Nacional de Colombia, Sede Bogotá.

³Grupo de Investigación AFIS, Universidad Nacional de Colombia Sede Bogotá.

Resumen

Las técnicas de procesamiento digital de imágenes están siendo ampliamente utilizadas para estudiar propiedades morfológicas de imágenes de todo tipo, tales como médicas, satelitales y de materiales. En este trabajo se presenta el estudio de propiedades morfológicas de imágenes superficiales de recubrimientos de nitruro de niobio (NbN), nitruro de tantalio (TaN), nitruro de circonio (ZrN) y nitruro de cromo (CrN), empleando la técnica de microscopía de barrido por sonda (SPM) en el modo de microscopía de fuerza atómica (AFM). Estas imágenes se trataron utilizando técnicas de procesamiento de imágenes. Para determinar la rugosidad se empleó la dimensión fractal (DF), y para hallar el número de granos y tamaño de grano se utilizó el método del Hessian. La dimensión fractal es una herramienta que permite determinar el grado de complejidad de una superficie.

Palabras claves: AFM, dimensión fractal, rugosidad, grano, películas delgadas.

Abstract

Digital image processing techniques have been widely used for studying morphological properties of many different images, such as medical, satellite and materials images. In this work the study of morphological properties of niobium

nitride (NbN), tantalum nitride (TaN), zirconium nitride (ZrN) and chromium nitride (CrN), employing the scanning probe microscopy (SPM) in the atomic force microscopy method (AFM) is present. These images were analysed employing image processing techniques. To determine the roughness, fractal dimension (FD) was used. Fractal dimension is a tool that allows to calculate the surface complexity. The number and grains size was determined by using the Hessian method.

Keywords: AFM, fractal dimension, roughness, grain, thin films.

1. Introducción

Normalmente las propiedades morfológicas han sido medidas y expresadas de una forma cualitativa, pero describirlas cuantitativamente se ha convertido en un tema de interés para la comunidad científica dedicada al estudio de superficies [1]. En muchas ocasiones ese es un trabajo difícil, ya que en general las superficies son complejas y no siguen un patrón determinado. Además, existe una gran variación de la topografía superficial y carencia de tecnología universal para direccionar este problema. Sin embargo, ya que muchas propiedades físicas y químicas tales como propiedades eléctricas [2][3], ópticas [4][5], tribológicas y mecánicas [6], magnéticas [7] de materiales, son controladas por la morfología superficial, es necesario conocer de forma detallada y precisa como estudiar estas características. Para determinar las irregularidades de superficies, se han empleado varias técnicas experimentales, como es el caso de rayos X de ángulo pequeño (small-angle X-ray) [8], dispersión de neutrones [9], absorción de gas [10], y otras técnicas. Por medio de microscopía de fuerza atómica (AFM), es posible determinar la topografía superficial con una resolución espacial que se mide a escala atómica. Sin embargo, no es fácil cuantificar la rugosidad y la morfología superficial puesto que es realmente difícil modelar matemáticamente una superficie, ya que sus características dependen de muchos factores y generalmente toman una forma aleatoria. La descripción matemática de la superficie podría reflejar aproximadamente sus características, y podría estar acorde con varios

modelos teóricos que relacionan la estructura superficial, como lo muestran algunos ejemplos [11]. Para determinar las características de una superficie, las técnicas de procesamiento de imágenes han sido empleadas fuertemente [12]. Una de las técnicas usadas para este trabajo es la dimensión fractal. Se ha demostrado recientemente que la geometría fractal y los conceptos de escalamiento propuestos por Mandelbrot [13] pueden describir concisamente la rugosidad superficial. La dimensión fractal simplifica fuertemente las propiedades descriptivas superficiales. Así la geometría fractal es una herramienta por la cual se pueden utilizar reglas simples para describir realmente objetos complejos. Estos parámetros simples pueden ser relacionados con las propiedades físicas y procesos a diferentes escalas, con la marca de la dimensión fractal [14].

En este trabajo se presenta un estudio de la morfología superficial de diferentes recubrimientos tales como ZrN, CrN, TaN y NbN producidos por la técnica de magnetron sputtering desbalanceado (UBM). El análisis se realiza usando técnicas de procesamiento de imágenes tales como la dimensión fractal y aplicación del Hessiano para determinar el número de granos y el tamaño de grano.

2. Diseño Experimental

Los recubrimientos fueron producidos por la técnica de magnetron sputtering desbalanceado. La primera geometría del magnetron (UBM-I) básicamente consiste en dos juegos de imanes que están en la parte superior del blanco. El cambio del campo magnético, B , en este sistema se da por medio de un émbolo que está unido mecánicamente con el juego de imanes. Este émbolo se hace girar para mover verticalmente el conjunto de imanes con respecto al juego de imanes que están más cerca al blanco. La separación máxima entre los magnetrones (1cm) se logra al aumentar el número de vueltas (N_v) desde 0 (tope) hasta 12 y el coeficiente de desbalanceo varió de 1.06 a 0.93 al aumentar el número de vueltas. Con el magnetron UBM-I se depositaron recubrimientos de CrN_x en función de la configuración magnética (N_v del símbolo) y la distancia blanco-sustrato para una configuración magnética fija. Después de este estudio el magnetron fue modificado ya que los resulta-

dos obtenidos indicaron que la variabilidad del magnetron era muy limitada. Una vez modificado, la configuración que se obtuvo consiste en un sólo juego de imanes el cual varía el campo magnético cuando se cambia la distancia vertical del magnetron con respecto al blanco por medio del símbolo. La máxima separación se obtiene cuando el símbolo está totalmente en el exterior. Inicialmente se depositaron recubrimientos de NbN, TaN, ZrN y CrN. Las imágenes superficiales se tomaron con un equipo Jeol, modelo JSPM-4210, con puntas de NSC12, con un radio de curvatura de 10 nm. Las mediciones se realizaron con barridos de 1 μm a una frecuencia de 150 Khz.

3. Fundamentos teóricos

3.1. Rugosidad usando DF

Para determinar la rugosidad se consideró la dimensión fractal DF, puesto que es una herramienta que en matemáticas intenta dar una descripción sobre la complejidad de una superficie tridimensional al asignar un valor real entre 2 y 3. Por ejemplo, si la superficie es un plano su dimensión fractal es dos (ver figura 1(a)), mientras que si la superficie es la que se muestra en la figura 1(b) su dimensión fractal es cercana a 3. Una imagen I bidimensional de tamaño $m \times n$ en escala de grises o de colores es una función $I(x, y)$ de una superficie S de dimensiones $m \times n$ en el espacio de los reales, ubicado en el plano xy . A cada pixel (x, y) de la imagen, se le asigna un valor $I(x, y)$ que representa la intensidad (la altura) de la imagen en ese punto. Por ejemplo si la imagen se encuentra en tonos de grises, los tonos más oscuros representan los valles o puntos más bajos, mientras que los tonos más claros representan las cimas o puntos de mayor altura. La rugosidad entonces se define como el promedio de las alturas de cada uno de los pixeles de la imagen, es decir, el promedio de intensidades de la escala de grises o de colores. Una manera de obtener esta rugosidad es la dimensión fractal DF. La forma de calcular la dimensión fractal consiste en construir una malla, sobre la superficie bidimensional S de la imagen en el plano xy . Sobre cada cuadro i de la malla se construye un retículo cubico, que cubre

verticalmente la imagen, incluyendo todas sus intensidades, como se muestra en la figura 2(a). Los cubos tienen aristas de longitud $2b+1$ píxeles tal que $0 \leq b \leq b_{max}$, donde b_{max} es un valor que el usuario considere como tamaño de la ventana máximo posible [15]. Para cada cuadrado i se determina un valor de altura promedio V^i , como la resta entre el número del cubo que contiene la intensidad máxima C_{max}^i y el número del cubo que contiene la intensidad mínima, C_{min}^i como sigue:

$$V^i = C_{max}^i - C_{min}^i + 1 \quad (1)$$

Tanto C_{max}^i como C_{min}^i son números enteros. En la ecuación (1) se suma una unidad, ya que i comienza su conteo desde cero. La figura 2(b) muestra esquemáticamente como se calcula la dimensión fractal. Una vez determinado V^i para cada cuadro o ventana de la malla, se obtiene el valor promedio de alturas B_b , para el número total de ventanas w , de la siguiente forma:

$$B_b = \frac{\sum_{j=1}^m V^j}{w} \quad (2)$$

Se realiza el cálculo de la dimensión fractal DF de una determinada imagen I desde el punto de vista continuo como:

$$DF(I) = \lim_{b \rightarrow 0} \left(\frac{\log(B_b)}{\log(b^1)} \right) \quad (3)$$

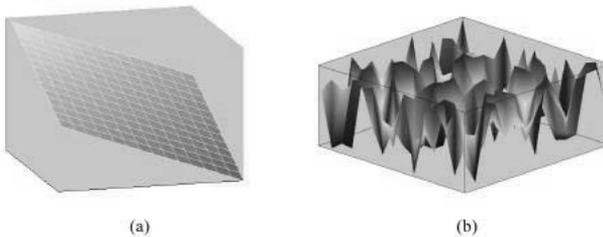


FIGURA 1. Representación esquemática de la dimensión fractal. (a) $DF(I) = 1$
(b) $DF(I) = 3$.

El límite anterior se calcula en una imagen I discreta como una aproximación a través de la regresión lineal con la nube de puntos

obtenidas al graficar (B_b, b) . La pendiente de la línea recta obtenida en dicho límite es considerada como la dimensión fractal de la imagen I , cuando el tamaño de la ventana (lado del cuadrado) tiende a cero.

3.2. Número de granos y tamaño de granos

El número de granos se obtuvo calculando el Hessiano de la superficie de la imagen I , el cual se describe a continuación. El Hessiano de una imagen se utiliza para generalizar el criterio de análisis de concavidad de una curva en el espacio. El Hessiano se define como el determinante de la matriz de las segundas derivadas evaluadas en cada punto dependiendo de un conjunto abierto. Al ser discretizada la imagen esta se divide en ventanas de tamaño $n \times n$ que se asumen como un vecindario de I en el punto (x, y) ; la siguiente ecuación representa el Hessiano de una imagen I :

$$H(x, y) = \left(\frac{\partial^2 I(x_i, y_i)}{\partial x^2} \frac{\partial^2 I(x_i, y_i)}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 I(x_i, y_i)}{\partial x \partial y} \frac{\partial^2 I(x_i, y_i)}{\partial y \partial x} \right) \quad (4)$$

Que puede representar dos casos. Un punto dado (x, y) , se considera un máximo local si:

$$H(x_i, y_i) > 0 \quad \text{y} \quad \frac{\partial^2 I(x_i, y_i)}{\partial x^2} > 0 \quad \text{ó} \quad \frac{\partial^2 I(x_i, y_i)}{\partial y^2} > 0 \quad (5)$$

el punto (x, y) es un mínimo local, si en un punto dado,

$$H(x_i, y_i) > 0 \quad \text{y} \quad \frac{\partial^2 I(x_i, y_i)}{\partial x^2} < 0 \quad \text{ó} \quad \frac{\partial^2 I(x_i, y_i)}{\partial y^2} < 0 \quad (6)$$

Para calcular el tamaño de grano se aplicó una formula sencilla, $A = N\pi r^2$ [16]. En esta ecuación se considera que los granos son circulares. A es el área total de la superficie I , N el número de granos y r el radio de los granos, por lo tanto, el tamaño de grano D , puede ser considerado como el diámetro y se calcula como:

$$D = 2r = 2\sqrt{\frac{A}{N\pi}} \quad (7)$$

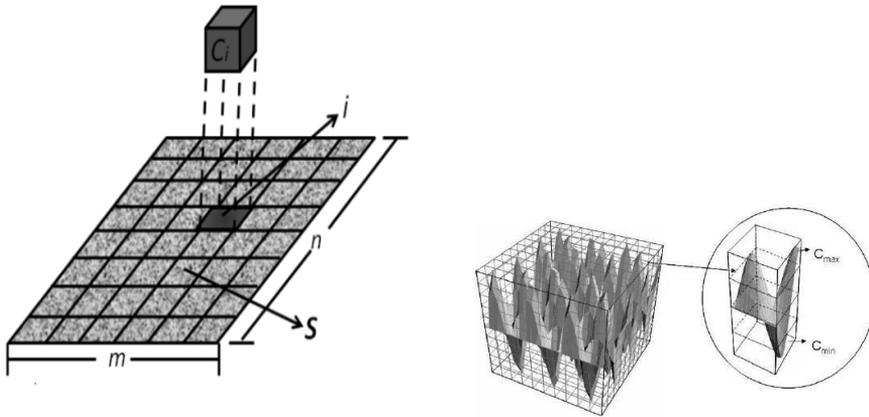


FIGURA 2. (a) Esquema representativo de la malla bidimensional formada sobre la superficie S de la imagen. (b) Esquema empleado para describe el cálculo de la dimensión fractal en la imagen 3D.

4. Resultados y Análisis

En la figura 3 se presentan las imágenes AFM utilizadas para el cálculo de la rugosidad, el número de granos y tamaño de granos. En la tabla 1 se muestran los resultados obtenidos para estas imágenes.

Imagen	Rugosidad DF	No. De Granos	Tamaño de grano
Fig. 3(a)– CrN	2,39	305	62,6
Fig. 3(b)– NbN	2,30	178	81,94
Fig. 3(c)– TaN	2,43	339	54,72
Fig. 3(d)– ZrN	2,37	247	69,56
Fig. 4(a)	2,3	64	25,3
Fig. 4(b)	2,2	37	89,37

Tabla 1.

4.1. Rugosidad

Para demostrar la eficacia de la dimensión fractal en el cálculo de la rugosidad, se utilizaron imágenes sintéticas, mostradas en la fig. 4. Los cálculos de rugosidad para estas imágenes se presentan en la

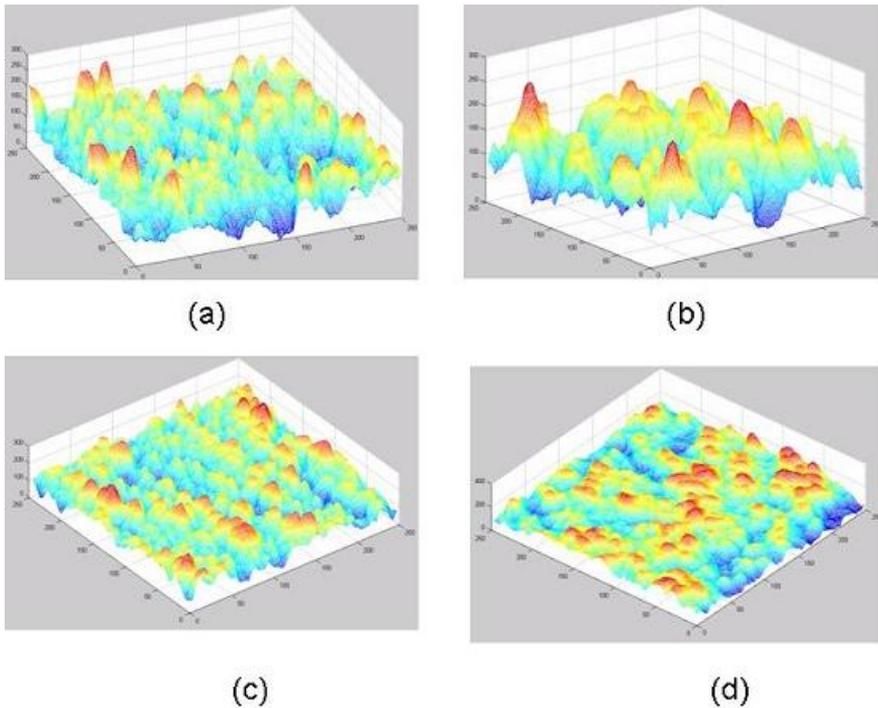


FIGURA 3. Imágenes AFM empleadas para el cálculo de propiedades morfológicas (a) CrN, (b) NbN, (c) TaN y (d) ZrN.

tabla 1. Se observa que la dimensión fractal (DF) es la técnica que describe muy bien la rugosidad, ya que ambas crecen simultáneamente, es decir, entre más rugosa sea una superficie, mayor grado de complejidad y por ende, mayor dimensión fractal.

4.2. Número de grano y tamaño de grano

Los resultados del número de granos por el método del Hessiano se presentan en la tabla 1. En la figura 5 se presentan las gráficas del cálculo de Hessiano de algunas de las imágenes utilizadas en el análisis de las propiedades morfológicas. Las figuras 5(a) y 5(b) muestran el Hessiano para CrN , con ventanas de barrido de 3×3 y 21×21 respectivamente. La figura 5(c) y 5(d) representan el Hessiano de las imágenes 3(a) y 3(b) respectivamente. Cuando se empleó la ventana 3×3 , se obtuvieron resultados muy alejados de la realidad

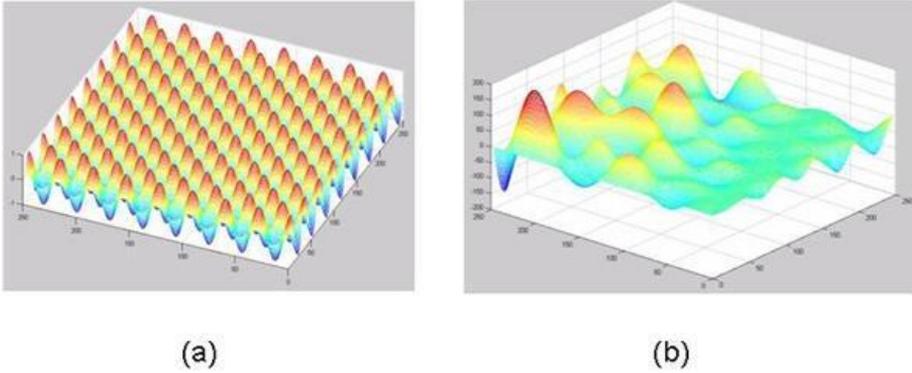


FIGURA 4. Imágenes sintéticas empleadas para calcular propiedades morfológicas

(número de granos del orden de miles). Esto se debe a que con esta ventana tan pequeña, cualquier aspereza, por minúscula que sea, es considerada como un máximo (grano). Cuando se emplea una ventana de 21×21 , los resultados se acercan más a los reales (granos contados manualmente). Los valores del tamaño de grano calculados con la ecuación (6) se presentan en la tabla 1. Otra característica que se pudo determinar es la relación directa que existe entre la rugosidad hallada por medio de la dimensión fractal y el número de granos calculado utilizando el método del Hessiano. Esto quiere decir que a mayor número de granos existe mayor rugosidad.

5. Conclusiones

Se estudiaron características morfológicas de imágenes superficiales obtenidas por la técnica *AFM*. Para este estudio se emplearon técnicas de procesamiento de imágenes, que permitieron determinar la rugosidad, el número y el tamaño de grano. Para calcular la rugosidad se empleó la dimensión fractal (DF). Utilizando imágenes sintéticas, se pudo comprobar que la DF es un método eficiente y acertado para calcular las fluctuaciones o la tortuosidad de superficies. Así mismo, para calcular el número de granos se empleó el método de Hessiano en el caso de las imágenes *AFM* y las imágenes sintéticas. A partir de estos resultados se pudo determinar además el

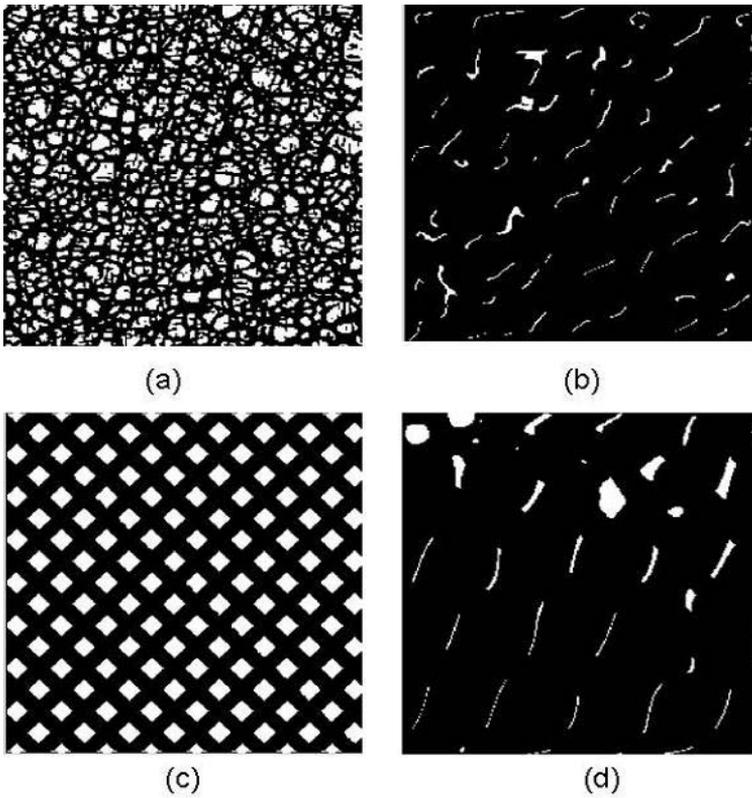


FIGURA 5. Imágenes del Hessiano (a) CrN con ventana 3×3 , (b) CrN con ventana 21×21 , (c) Hessiano de la Fig 3(a). (d) Hessiano de la Fig. 3(b)

tamaño de grano. Se pudo observar además, que existe una relación directa entre la rugosidad determinada por medio de la dimensión fractal y el número de granos hallado por medio del Hessiano.

Agradecimientos

Los autores agradecemos a la Universidad Nacional de Colombia sede Manizales y en especial a la Dirección de Investigaciones *DIMA*.

Referencias

- [1] P. Meakin, *Fractal, Scaling and Growth Far From Equilibrium*, Cambridge Univ. Press, London, 1998, p. 404.
- [2] J.-S. Wang, G.-X. Ye, Y.-Q. Xu, Q. Zhang, *Acta Physica Sinica* 43 (1994) 1688.
- [3] G.A. McRae, M.A. Maguire, C.A. Jeffrey, D.A. Guzonas, C.A. Brown, *Appl. Surf. Sci.* 191 (2002) 94.
- [4] C.-A. Jong, T.-S. Chin, *Materials Chemistry and Physics* 74 (2002) 201.
- [5] Q. Ming, P. Zai, F. Klaus, *Tribology International* 30 (1997) 87.
- [6] H. Luth, *Solid Surfaces, Interfaces and Thin Films*, Springer, New York, 2001.
- [7] Y.T. Xing, I. Barb, R. Gerritsma, R.J.C. Spreeuw, H. Luigjes, Q.F. Xiao, C. R?tif and J.B. Goedkoop, *J. Magnetism and Magnetic Materials*, 313 (2007) 192-197.
- [8] R. Buzio, C. Boragno, F. Biscarini, F. Buatier De Mongeot, U. Valbusa, *Nature Materiales*, 2 (2003) 233 - 236.
- [9] J. E. Martin and A. J. Hurd. *J. apply crystallographic* 20 (1987) 61.
- [10] M. Gerspacher and C. P. O-Farrell, *Kautsch. Gummi Kunstst.* 45 (1992) 97.
- [11] F. Ehrburger-Dolle, M. Holtz and J. Lahaye, *Pure Appl. Chem.* 65 (1993) 2223.

- [12] Te-Hua Fang, Sheng-Rui Jian, Der-San Chuu, *J. Phys. D: Appl. Phys.* 36 (2003) 878-883
- [13] J. Russ, *Fractal Surfaces*, Plenum Press, New York and London, (1994) 77.
- [14] T. Fu, Y.G. Shen, Z.F. Zhou, K.Y. Li, *Materials Science and Engineering B* 123 (2005) 158-162
- [15] Falconer, K. J., *Fractal Geometry: Mathematical Foundations and Applications*, (Wiley, New York, 1990).
- [16] Xia Suna, Zhuxi Fub, Ziqin Wu, *Materials Characterization* 48 (2002) 169- 175