

# Análisis de rugosidad con microscopía de fuerza atómica

Alonso Arriola Félix<sup>1</sup>

<sup>1</sup> Tecnológico de Monterrey, Departamento de Ciencias.

17 de mayo de 2024

## Resumen

En este reporte se examinan los datos obtenidos sobre un sustrato de mica y una muestra de nácar, respectivamente en el software WSxM. Se obtendrán los valores de la rugosidad para cada muestra y se comparará con el área de trabajo. De igual manera se interpretó la distribución que más se ajustaba a los datos y se encontró una relación con literatura e investigaciones llevadas a cabo con anterioridad.

**Palabras Clave:** *Microscopía, rugosidad, AFM, sustrato*

## 1. Introducción

La microscopía por fuerza atómica (AFM) fue desarrollada en 1986. La principal característica de este método es que no tiene limitaciones con la luz visible, a diferencia del microscopio óptico, ya que se mide la deformación de un voladizo sensible.

La deformación del voladizo es ocasionada por la interacción que tiene la punta de este con la muestra y dependiendo del método utilizado se realizan las mediciones. Un láser es enfocado al voladizo y es reflejado hacia un foto detector como retroalimentación.

La principal función del AFM es realizar un mapeo de la topografía de la muestra tratada y a diferencia del microscopio óptico, la resolución de este no depende de la longitud de onda de la luz recibida, sino del radio de curvatura de la punta del voladizo, la cual puede llegar a ser hasta de un rango entre 2 a 5 nm, permitiendo una resolución mucho mayor. De igual manera, el AFM tiene la capacidad de detectar fuerzas a nivel subatómico midiendo la fuerza a distancia que produce la muestra con la punta del voladizo. El método utilizado para obtener únicamente topografía es el de contacto, el cual envía señales constantemente a una computadora para recrear la información captada en una imagen 3D, y para la fuerza es la microscopía de fuerza lateral (LFM). Existen otros métodos para obtener la fuerza, pero emplean la metodología de contacto con algunas variantes.[1].

En este reporte se abordará principalmente el método de contacto para la generación de imágenes, con el cual se generaron dos archivos de datos con la imagen de la superficie de un sustrato de mica y

una muestra de nácar.

El fin de este reporte es conocer los componentes básicos de un microscopio de fuerza atómica y su funcionamiento realizando mediciones de topografía, rugosidad y/o espectroscopia de fuerzas en un sustrato y una muestra.

## 2. Metodología experimental y teórica

La rugosidad superficial es un componente que describe cómo la forma de una superficie se desvía de su forma ideal, donde los valores más altos corresponden a superficies más rugosas, mientras que los valores más bajos indican que la superficie es suave. La rugosidad describe errores de alta frecuencia espacial, lo que significa desviaciones muy pequeñas del orden de los angstroms. Para analizar el comportamiento de los datos se hará uso de la raíz del error cuadrático medio [5].

El RMS (root mean square) es una medida de uso frecuente de las diferencias entre los valores (valores de muestra o de población) predichos por un modelo o un estimador y los valores observados. Su ecuación 1 muestra la relación existente entre la diferencia de las alturas obtenidas en el software.

$$RMS = \sqrt{\frac{\sum (Z_i - \langle Z \rangle)^2}{N}} \quad (1)$$

Por medio del software WSxM se procesaron los archivos de datos obtenidos por el AFM como se puede observar en la figura 1, donde la imagen a)

representa la topografía en 2D del sustrato de mica y b) la de la muestra de nácar. Estos mapas de calor indican una relación entre el color y la altura real de la muestra.

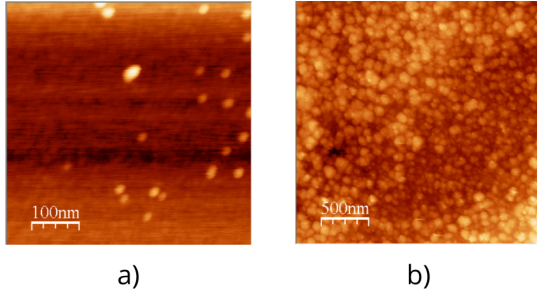


Figura 1: Imágenes obtenidas por el AFM; el inciso a) muestra el análisis del sustrato de mica y b) la muestra de nácar.

En el software se realizó un análisis de rugosidad, es decir, se realizó un histograma con la frecuencia de alturas que se encontraron en el mapa de calor de la imagen 1. Se analizaron las dos muestras y se obtuvo lo observado en la figura 2 donde se generaron 100 intervalos o familias para agrupar los datos. Con el fin de observar una tendencia en la rugosidad se ajustará una distribución más adelante.

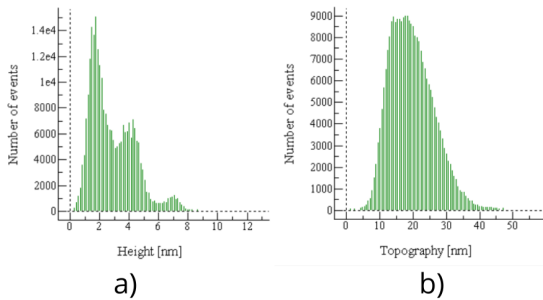


Figura 2: Histogramas de alturas de las muestras con 100 intervalos; a) el sustrato de mica y b) la muestra de nácar.

### 3. Discusión y resultados

En la imagen a) de la figura 2 resaltan dos picos significativos en la distribución de alturas. Esto se debe a que la muestra de a) contiene un sustrato de mica impregnada con partículas de oro, es decir, el primer pico, que se encuentra en las alturas más chicas, corresponde al sustrato de mica, el cual debe presentar menos deformaciones que las partículas de oro, mientras que el segundo pico corresponde al oro, el cual es de esperarse que contenga una topografía más dispersa y con una altura mayor.

Los RMS de la rugosidad obtenidos en los dos casos fueron los siguientes: para (a) 1.6117nm y (b) 6.6761nm. Como se mencionó con anterioridad, un valor bajo de RMS representa una superficie más

plana y en caso contrario una superficie con más dispersión de alturas. Esto tiene sentido si se considera que la superficie de mica esta impregnada por una cantidad reducida de partículas de oro las cuales modifican en menor medida la superficie.

Se ajustaron dos distribuciones para ensamblar los datos de la muestra de nácar como se puede apreciar en la figura 5. La curva roja representa la distribución normal y la azul lorentziana. Se puede apreciar que la normal representa de manera más precisa los datos con una amplitud de 9313.8, un promedio de  $\mu = 19.03$  y una desviación estándar  $\sigma = 6.58$ .

Para el caso de la mica se realizó un trato diferente. Al existir partículas de oro que están impregnadas en el sustrato, se realizó un filtro en el software WSxM para solo quedarnos con la mica. Este tratamiento se encuentra en la figura 7, donde la imagen a) muestra el mapa de calor con el filtro aplicado y b) la distribución de las alturas sin el pico de las partículas de oro.

De esta manera se pueden ajustar las distribuciones como en la figura 3 para solo analizar el sustrato de mica obteniendo una amplitud de 32720.2, un promedio de  $\mu = 1.45$  y una desviación estándar de  $\sigma = 0.35$ , donde una vez más, la distribución normal se asemeja más a los datos. En la figura 6 se encuentra el caso donde no se aplica ningún filtro y se puede observar que no se logró un ajuste significativo, sin embargo, en este caso la lorentziana alcanzó un valor de amplitud más cercano al de la muestra, una media de  $\mu = 2.04$  y una desviación de  $\sigma = 1.070$ .

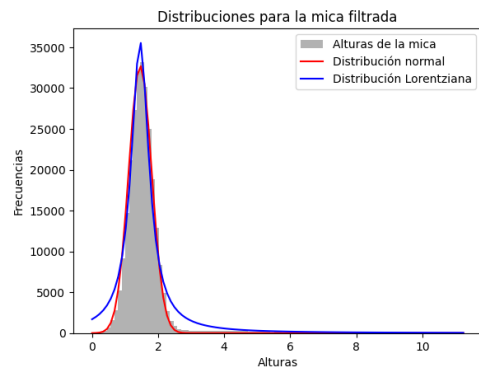
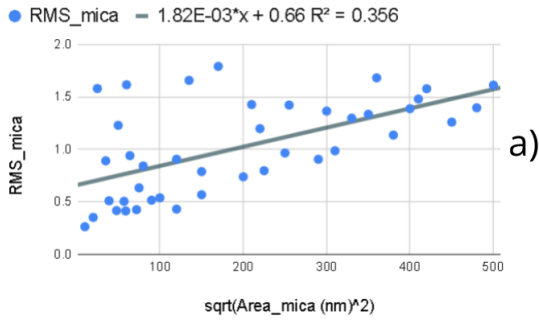


Figura 3: Ajuste de la distribución normal (rojo) y lorentziana (azul) para la mica filtrada

Si bien, se obtuvo un RMS de la rugosidad de toda la muestra, para obtener un acercamiento más preciso a la tendencia que tendrá la rugosidad se obtuvieron 40 mediciones de distintas áreas como se puede apreciar en la figura 4, donde a) presenta valores del RMS de la mica en diferentes áreas en nm, mientras que b) presenta el RMS del nácar en áreas de magnitud de  $\mu m$ .

#### Dispersión de RMS mica



#### Dispersión de RMS nácar

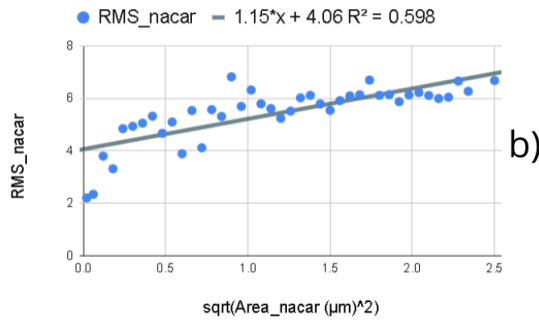


Figura 4: Dispersión de diferentes valores de RMS de rugosidad en distintas áreas de la muestra; a) para las partículas de oro sobre mica y b) del nácar. En cada figura se presenta una línea color gris y su respectiva ecuación y su grado de linealidad.

Se puede apreciar que en a) existe un valor relativamente bajo de  $R^2 = 0.356$ , esto se debe a que las áreas de las muestras no se tomaron de manera tan dispersa a comparación de b) donde se tomó un rango más variado y, por lo tanto, un comportamiento más lineal con un  $R^2 = 0.598$ .

Una vez teniendo la ecuación de la línea de tendencia se puede estimar el RMS de rugosidad que tendrá. [4]

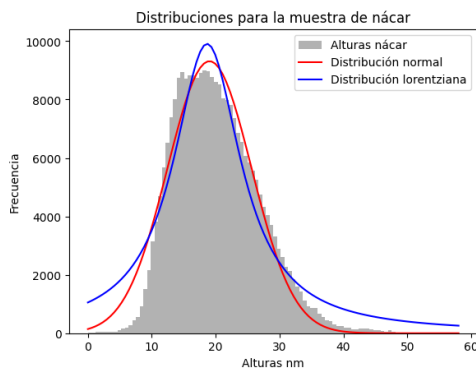


Figura 5: Ajuste de una distribución normal (curva roja) y una distribución lorentziana (curva azul) para la muestra de nácar.

Las ecuaciones que describen la tendencia del RMS de mica con oro y nácar están descritas en las ecuaciones 2 y 3 respectivamente.

$$y = 1.82(10^{-3})x + 0.66 \quad (2)$$

$$y = 1.15x + 4.06 \quad (3)$$

Sustituyendo un valor de prueba en las ecuaciones de  $x = 10nm$  se obtiene un valor de RMS de rugosidad de  $0.6782nm$  para el caso de la mica y  $4.0715nm$  para el caso del nácar. Una vez más, se pudo determinar que el nácar presenta más deformaciones en la distribución de área.

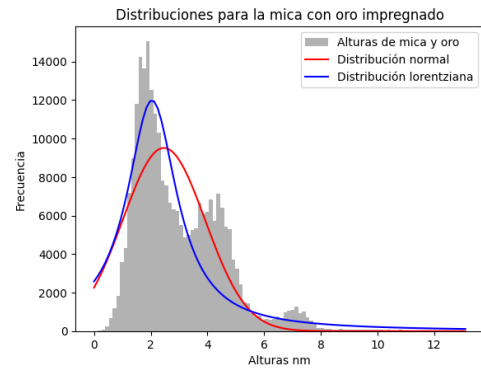


Figura 6: Ajuste de la distribución normal (rojo) y lorentziana (azul) para la mica con partículas de oro.

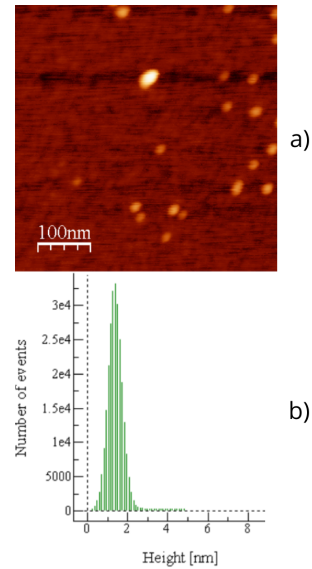


Figura 7: Análisis de rugosidad con filtro para dejar únicamente la mica; en a) se observa el filtro del mapa de calor y en b) la distribución de las alturas.

En la literatura se encontró que el promedio de la distribución de alturas en un sustrato de mica es de  $1.44nm$ , mientras que en nuestro análisis de la figura 7, cuando se filtra la mica, se obtuvo un promedio de  $1.61nm$  de altura. [3]. Esta diferencia se podría deber a la existencia de las partículas de oro, las

cuales no son filtradas por completo.

Para el caso del nácar; en un estudio se encontró el valor de RMS de rugosidad para el caso de distintas conchas. Se obtuvo que para el caso de la pintada, el RMS fue de  $7.1 \pm 2.0nm$ . Un valor semejante a nuestra muestra de nácar con un RMS de  $6.6761nm$ . [2] Es importante tener en cuenta que las propiedades de las conchas varían en gran medida, por lo que encontrar un registro con un RMS semejante es prácticamente imposible al existir tanta variabilidad.

## 4. Conclusiones

En conclusión, el análisis realizado sobre la rugosidad de muestras de mica con partículas de oro y nácar mediante microscopía de fuerza atómica revela

diferencias significativas en la topografía de ambas superficies.

Los resultados muestran que la muestra de mica con partículas de oro exhibe una menor dispersión de alturas y, por lo tanto, menor linealidad en comparación con el nácar, lo que se refleja en valores más bajos de RMS de rugosidad.

Además, se observa una tendencia lineal en los valores de RMS de rugosidad en función del área de muestreo, lo que proporciona una herramienta útil para estimar la rugosidad en áreas específicas de las muestras. Este enfoque permite una mayor precisión en la caracterización de la topografía superficial y puede ser utilizado para la evaluación y comparación de diferentes materiales en aplicaciones futuras.

## Referencias

- [1] A.M. Joshua et all. "Soft matter analysis via atomic force microscopy (AFM): A review". En: *Applied Surface Science Advances* (2023).
- [2] Ahmad Khayer Dastjerdi et all. "The weak interfaces within tough natural composites: Experiments on three types of nacre". En: *Journal of the Mechanical Behavior of Biomedical Materials* (2012).
- [3] Omolbanin Seiedi et all. "Atomic Force Microscopy (AFM) Investigation on the Surfactant Wettability Alteration Mechanism of Aged Mica Mineral Surfaces". En: *Energy Fuels* (2011).
- [4] Phillip J. Durst. "Predicting RMS surface roughness using fractal dimension and PSD parameters". En: *Journal of Terramechanics* (2010).
- [5] Hugo Alfredo Villanueva Huapaya. *Rugosidad superficial*. Inf. téc. GRUPO TECNOLOGÍA MECÁNICA, Undated.

Anexo del Google Drive con las tablas de los datos obtenidos, <https://docs.google.com/spreadsheets/d/1rRfoF3E2FbdMyF2enFgmPu5r1eq4RWgi0J1GJLHkRbs/edit?usp=sharing>