

# MEDICIÓN POR MICROSCOPIA ÓPTICA DE ESPESOR DE CAPAS GRUESAS NO CONSOLIDADAS

*(Thickness measurement by optical microscopy of non-consolidated thick coatings)*

**Thierry Poirier.**

*Grupo de Ingeniería de Superficies, Departamento de Ciencia de los materiales, Universidad Simón Bolívar, AA 89000, Caracas 1080A, Venezuela.*

E-mail : tpoirier@usb.ve

## **Resumen :**

Se propone una técnica sencilla de medición de espesor de recubrimientos espesos (1-100  $\mu\text{m}$ ) no consolidados (friables), mediante la realización de un escalón en el recubrimiento y su observación con un microscopio óptico, aprovechando su baja profundidad de campo (menos de 1  $\mu\text{m}$ ) y la existencia de un tornillo micrométrico graduado para enfocar el microscopio sobre el sustrato desnudo o sobre la superficie del recubrimiento. La comparación de esta técnica con métodos convencionales (profilometría, corrientes inducidas, microscopía electrónica), sobre capas friables de circonia y de óxido de titanio, demuestra su mayor sencillez, eficiencia e interés económico.

## **Abstract :**

A simple thickness measurement method is proposed for non consolidated, friable thick coatings (1-100  $\mu\text{m}$ ), marking a furrow in the coating and observing with an optical microscope. Its low field depth is used in association with the existence of a scaled micrometric screw which allows to focalize respectively onto the naked substrate and onto the surface of the coating. The comparison of this technique with conventional methods (profilometry, eddy currents, scanning electronic microscopy) shows its higher simplicity, efficiency and economic interest.

## **1. Introducción :**

Varios métodos de deposición de capas gruesas (> 1  $\mu\text{m}$ ) de materiales cerámicos requieren de una etapa de conformado (inmersión o "dip coating"<sup>1</sup>, proyección de líquido precursor o de suspensión en una llama o "Liquid Flame Spraying"<sup>2</sup>, "Aerosol Flame Spraying"<sup>3</sup>, colado de cinta o "Tape casting", electroforesis) y de un tratamiento térmico final. En la fase de conformado, en la cual la capa realizada no está consolidada aún, es importante realizar el seguimiento del espesor, para poder optimizar la velocidad de deposición del proceso. Sin embargo, las técnicas que se suelen utilizar sobre capas consolidadas (por proyección plasma o HVOF de polvos secos, por ejemplo) son difícilmente aplicables sobre capas friables.

En el presente trabajo se propone una técnica sencilla que recurre a un microscopio óptico, y se compara con otras técnicas (corrientes inducidas, profilometría, microscopía electrónica de barrido), para medir el espesor de capas espesas todavía friables. La baja profundidad de campo,

que es una característica conocida de los microscopios ópticos, es generalmente considerada un gran inconveniente en la observación de muestras de superficie irregular. Esta profundidad de campo es más reducida cuando la magnificación del objetivo aumenta. Para una magnificación superior a 200-300 X, la profundidad de campo es del orden del micrómetro o menos del micrómetro. Por lo tanto un observador que desea visualizar dos puntos de una superficie irregular, distantes de una cierta altura entre ellos, debe desplazar el objetivo del microscopio óptico, desde una altura hacia la otra. Un tornillo micrométrico permite obtener este desplazamiento muy reducido.

Gracias a las graduaciones de este tornillo micrométrico, el inconveniente de la baja profundidad de campo se puede aprovechar para medir la desnivelación entre dos puntos, si esta desnivelación es mayor que la profundidad de campo. Con este método, es posible, para altas magnificaciones del microscopio, medir alturas de escalón entre un micrón y varias decenas de micrones.

## 1. Parte experimental :

### 2.1 Microscopía óptica :

En el caso de recubrimientos no consolidados, un escalón puede ser realizado, trazando una raya con una punta dura. De esta manera, se puede poner la superficie del sustrato al desnudo, sin rayarlo. Asimismo, el material escogido para

la punta es un polímero, en vez de un metal. Se aplica entonces el método de medición por desplazamiento micrométrico del objetivo para estimar la diferencia de altura de escalón trazado entre la superficie del recubrimiento y el sustrato desnudado, en otros términos : el espesor del recubrimiento mismo (Figura. 1). Focalizando (magnificación : 500 X) sucesivamente sobre cada superficie, se mide así el espesor, sobre varios puntos, estableciendo así un valor promedio.

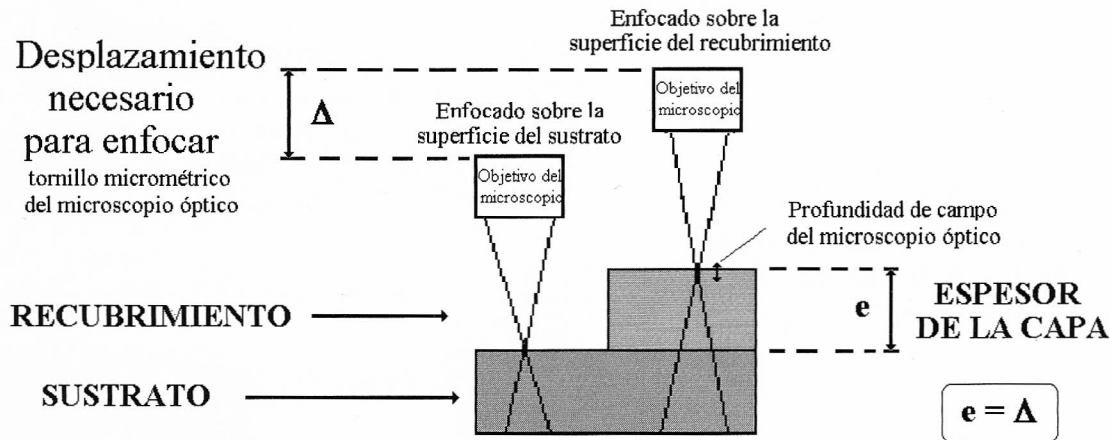


Fig. 1 : Principio de utilización del microscopio óptico para medir una desnivelación

### Recubrimiento:

El recubrimiento que se utiliza para comparar las técnicas de medición es elaborado por termorrociado por llama oxiacetilénica de una suspensión coloidal (sol) de circonia sobre un sustrato de acero inoxidable AISI 316L (Aerosol Flame Spraying : "AFS"). La técnica de elaboración de la suspensión a partir de un precursor propoxido de circonio (Aldrich) es descrita por Vesteghem & col <sup>4</sup>, y el proceso de deposición esta descrito por Di Giampaolo & col <sup>3</sup>. Otro recubrimiento caracterizado por la técnica óptica de medición de espesor es un deposito fotocatalítico de oxido de titanio (anatase) sobre sustrato de vidrio, elaborado por colado de cinta (tape casting) <sup>5</sup>.

Se compara el método óptico con otras técnicas utilizadas corrientemente para la medición de espesores de capas : profilometría, corrientes de Foucault, microscopía electrónica de barrido (MEB).

### Profilometría

Un perfilómetro Sloan Dektac II es utilizado sobre un escalón realizado según el mismo procedimiento que en el método óptico <sup>6</sup>. Una punta micrométrica, montada sobre un sensor de desplazamiento (precisión  $\pm 10$  nm), se mueve

sobre la superficie de la muestra, midiendo así su topografía. Espesores de 20 a 30  $\mu\text{m}$  son medidos, así como una rugosidad (Ra) del orden de 2 a 3  $\mu\text{m}$ . Sin embargo, se observa que la punta del perfilómetro realiza una raya dentro del recubrimiento no consolidado, dando así una información errónea de la verdadera topografía del escalón. (Figura 2). Este efecto de "arado" afecta la confiabilidad del método propuesto.

### Corrientes de Foucault :

Un medidor de espesores por corrientes de Foucault sobre sustratos paramagnéticos, de marca Elcometer 345N es utilizado para la medición de los espesores de recubrimientos de diversos espesores. Este equipo es muy práctico para caracterizar espesores derecubrimientos consolidados de más de 25  $\mu\text{m}$ ) (ASTM B244-79), con una precisión de 10%. Se utiliza presionando la superficie de la muestra con el sensor (ver figura 3). Sin embargo, este modo de empleo conduce al daño de la capa por compresión. Por otra parte, las mediciones sobre capas de espesor inferiores a 25  $\mu\text{m}$  carecieron de reproductibilidad. Por lo tanto, se descarta este método para capas friables.

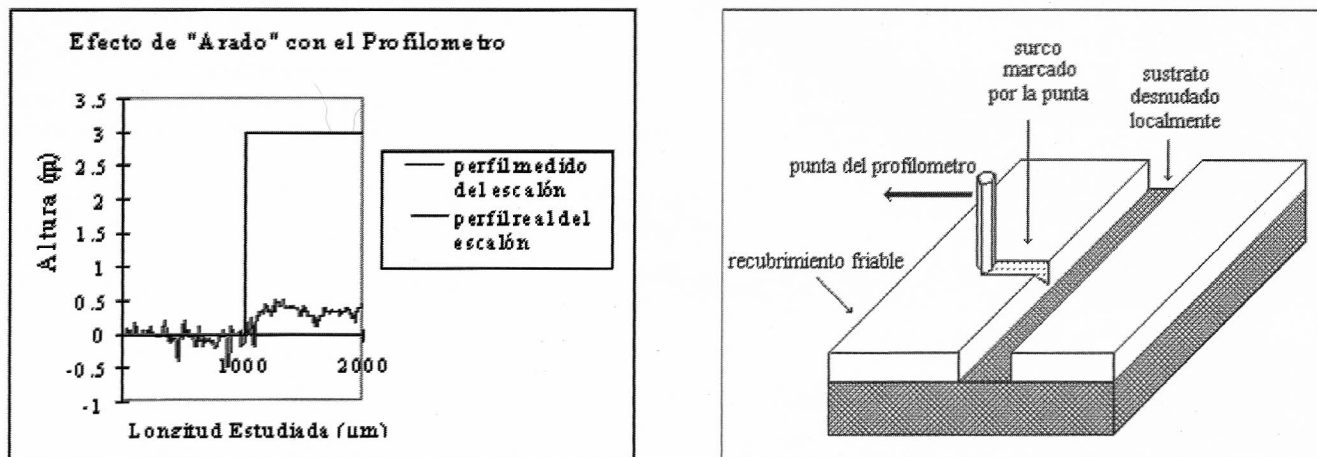


Fig. 2 : Comparación entre perfil teórico y perfil medido en un escalón trazado en un recubrimiento AFS de circonia. Descripción de la técnica de medición y del efecto de arado

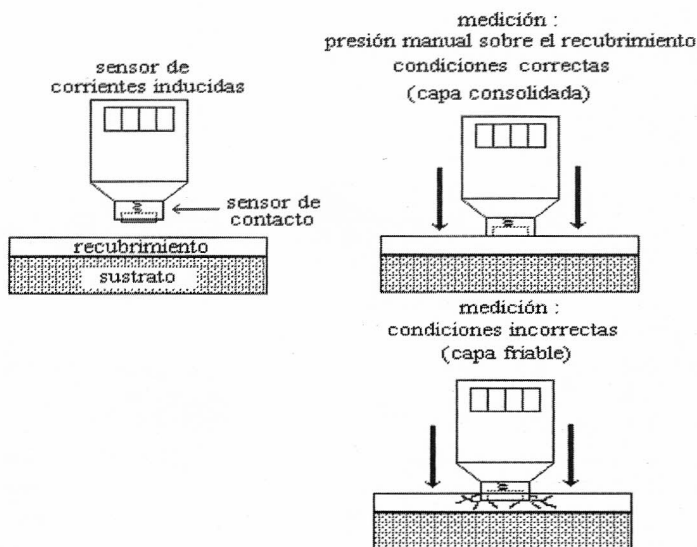


Fig. 3 :Principio de funcionamiento y dificultad de aplicación de un sensor de corrientes inducidas

### Microscopía Electrónica de Barrido (MEB) :

Al contrario de las técnicas anteriores, la observación de corte de las capas depositadas es factible sin daño significativo a su estructura. Las muestras son embutidas en una resina termofusible en frío, cortadas mediante una sierra de diamante y pulidas. Teóricamente, la resina permite mantener en conexión el sustrato y el recubrimiento sin arrancarlo. Luego, se retira la muestra de la resina (a menos que dicha resina sea conductora) con la ayuda de una pistola térmica, se metaliza y se coloca en el portamuestra del MEB, para finalmente proceder a la toma de fotografías de corte del sustrato recubierto. Este método,

aceptado para la gran mayoría de los depósitos, fue aplicado para capas conformadas por AFS y dieron resultados de gran precisión. La vista de corte de un recubrimiento por MEB parece por lo tanto la técnica más adecuada, a pesar del especial cuidado que se necesita a la hora de embutir y desembutir la muestra, para no dañar el recubrimiento (caso de las resinas clásicas). (Figura 4)

Sin embargo, el costo de un ensayo de MEB y el largo tiempo de preparación de muestra confieren a esta técnica un costo prohibitivo.

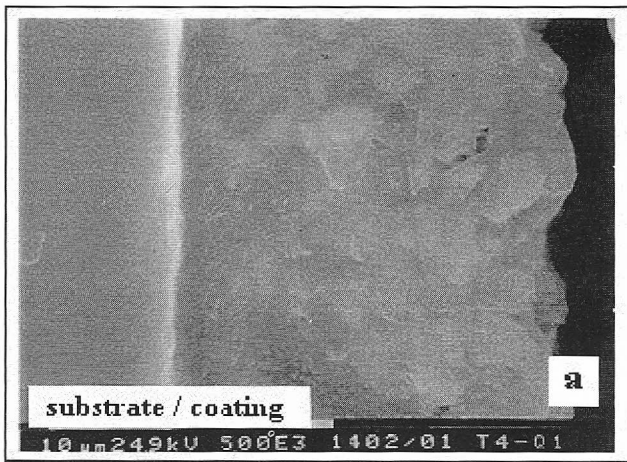
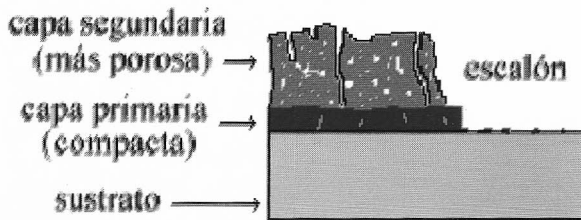


Fig. 4 : Vista de corte (MEB) de un recubrimiento AFS de circonia<sup>3</sup>

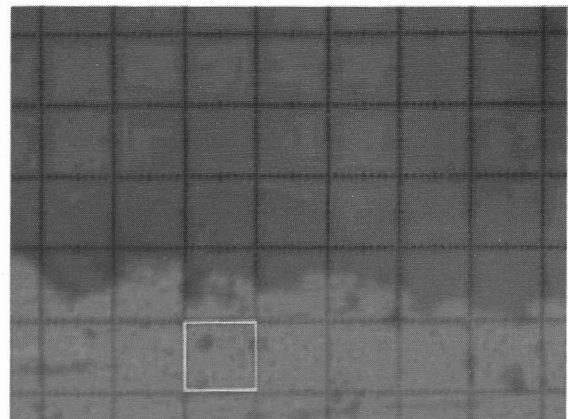
### Aplicaciones del Microscopio Óptico :

El método propuesto fue aplicado con un microscopio óptico Nachet, conectado a una cámara CCD, sobre recubrimientos de circonia elaborados por AFS. Se determinó por microscopía electrónica de barrido que estos

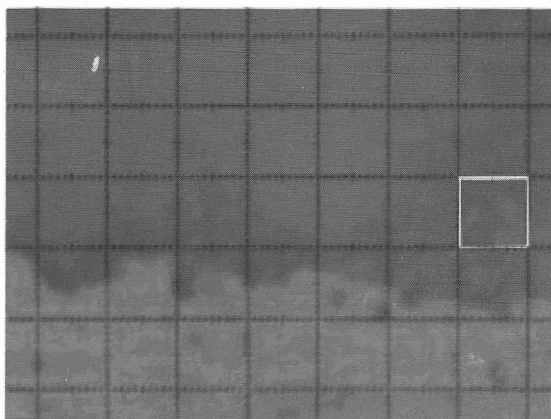
recubrimientos eran constituidos de dos capas : una capa primaria bastante densa, muy adhesiva, y una segunda capa de microestructura más porosa<sup>7</sup>. La punta utilizada para desnudar localmente el sustrato, al desprender más fácilmente la segunda capa que la primera, permitió diferenciar ambas. En la Figura 5 se ven fotografías tomadas con el microscopio óptico, focalizando respectivamente sobre (b) el sustrato (nivel : 0  $\mu\text{m}$ ), (c) la superficie de la primera capa (nivel : 7  $\mu\text{m}$ ) y (d) sobre la superficie de la segunda capa (nivel : 36  $\mu\text{m}$ ). Se concluye que el recubrimiento observado tiene 36  $\mu\text{m}$  de espesor, e incluye una capa primaria de 7  $\mu\text{m}$ . El margen de error de esta técnica de medición corresponde a la precisión del tornillo micrométrico del microscopio : 1  $\mu\text{m}$ . Cabe acotar que el valor muy bajo de la profundidad de campo y el principio de la sustracción entre dos alturas conducen a minimizar la contribución del operador en el error de medición. El tiempo total de ejecución del ensayo es sumamente reducido : menos de 5 minutos (ver cuadro comparativo : Tabla 1), lo cual permitió determinar con rapidez las condiciones óptimas de recubrimiento con la suspensión de circonia.



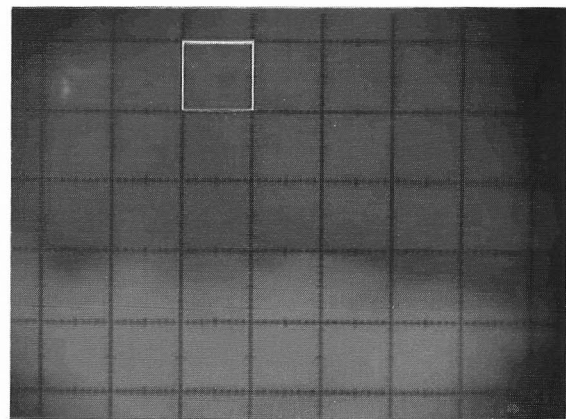
(a)



(b)



(c)



(d)

Fig. 5 : Conformación del recubrimiento AFS de circonia (a) y vistas en microscopía óptica, enfocando sobre (b) la superficie del sustrato (0  $\mu\text{m}$ ) (c) la capa primaria (7  $\mu\text{m}$ ) (d) la capa secundaria (36  $\mu\text{m}$ ). Los cuadros blancos indican cual es la zona de enfoque en cada caso

Tabla 1 : Comparación de tiempo, costo y viabilidad de los diferentes métodos de ensayo comparados en el presente trabajo.

	PROFILÓMETRO	Corrientes de Foucault	M.E.B	MICROSCOPIO OPTICO
Tiempo preparación y observación de 1a muestra	15 minutos	1 minuto	120 minutos	5 minutos
Costo estimado para 1 muestra y concepto de costo (1 US\$ = 700 Bs)	15.000 Bs (equipo específico, tiempo técnico)	1.000 Bs. (técnico)	50.000 Bs (embutido, corte, pulido, metalización, MEB, foto, técnico)	2.000 Bs. (técnico)
Precisión	0,01 $\mu\text{m}$	10% del espesor (si > 25 $\mu\text{m}$ )	0,05 $\mu\text{m}$	1 $\mu\text{m}$
Viabilidad	limitada	pésima	excelente	excelente

Otro ejemplo de aplicación de la presente técnica es la medición de espesor conjuntamente con la medición de absorbencia UV de recubrimientos fotocatalíticos de óxido de titanio <sup>5</sup> :

Se pudo demostrar que un espesor de  $4 \mu\text{m} \pm 1 \mu\text{m}$  daba la absorbencia máxima en el rango ultravioleta, indicando así la cantidad óptima de material a depositar sobre el sustrato de vidrio. (ver Figura 6)

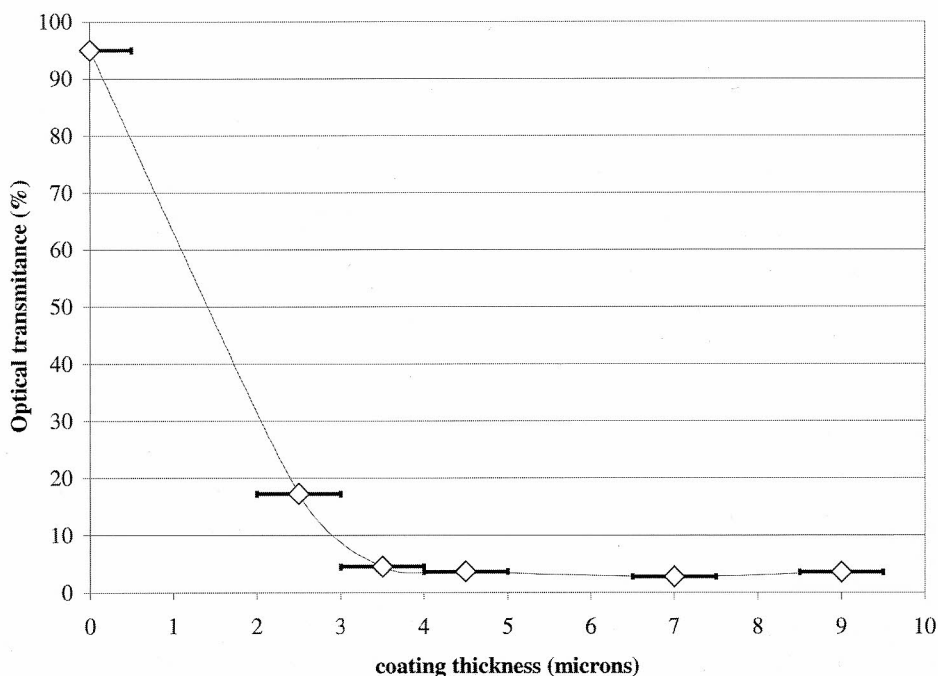


Fig. 6 : Transmitancia óptica en el rango UV vs espesor de un recubrimiento fotocatalítico de  $\text{TiO}_2$  anatase depositado por colado de cinta sobre vidrio

### 3. Conclusion

La técnica de medición de espesor de capas friables por microscopía óptica, aparece como un método confiable, más sencillo, rápido y menos costoso que los demás medios propuestos en el presente estudio. Permite una medición puntual de espesor en el rango 1-100  $\mu\text{m}$ , con una precisión de 1  $\mu\text{m}$ .

### 4. Bibliografía :

1. T.E Petroff, "Sol gel coatings overcome disadvantages of conventional methods", Ceramic Industry, november 1996, pp 42-43
2. J.Karthikeyan, C.Berndt, J.Tikkanen, J. Wang, A.King, H.Herman, "Nanomaterial powders and deposits prepared by flame spray processing of liquid precursors", Nanostructured Materials, Vol 8, N°1, pp 61-74, 1997, Elsevier
3. A.R Di Giampaolo, H.Reveron, H.Ruiz, T.Poirier, J.Lira, H.Vesteghem, "ZrO<sub>2</sub> coatings on stainless steel by aerosol thermal spraying", A.T.M, vol 1, [1] 90-100 (1998)
4. H. Vesteghem, A.Lecomte, A.Dauger, "Film formation and sintering of colloidal monoclinic zirconia", J.Non. Cryst. Solids, 147 & 148 (1992) pp 503-507
5. T.Poirier, C.Lavelle, F.Morales, O.Nuñez, "Titanium oxide (anatase) deposition on glass substrates for photocatalytic applications", a ser publicado en Thin Solid Films
6. J.M Laurent, "Influence de la chimie des précurseurs sur la morphologie et les caractéristiques électriques et optiques de films à base de dioxyde d'étain déposés par le procédé pyrosol", Thèse de l'Université de Limoges, 20/10/95, 36/1995
7. T.Poirier, "Dépôt de zircone colloïdale sur substrats métalliques", Tesis de doctorado, Universidad de Limoges, noviembre 2000.