

CBPF - CENTRO BRASILEIRO DE PESQUISAS FÍSICAS
Rio de Janeiro

Notas Técnicas

CBPF-NT-005/10

january 2011

**Cálculo da rugosidade e dimensão fractal de materiais
nano-estruturados**

Maysa M.G. Macedo, Luiz Carlos Lima, Dário A.B. Oliveira, Renata Antoun Simão,
Márcio Portes de Albuquerque & Marcelo Portes de Albuquerque

CBPF – Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas

Nota Técnica

Cálculo da rugosidade e dimensão fractal de materiais nano-estruturados

Maysa M. G. Macedo¹, Luiz Carlos Lima², Dário A. B. Oliveira¹, Renata Antoun Simão², Márcio Portes de Albuquerque¹, Marcelo Portes de Albuquerque¹.

1- Centro Brasileiro de Pesquisas Físicas (CBPF)

2- Universidade Federal do Rio de Janeiro (UFRJ).

Abstract

Improvements in technology allow for high resolution imaging in different purposes. In materials research, atomic force microscopy (AFM) has been used to analyze surfaces morphology through detailed images. In this work we present a computational method to obtain some measures from AFM images, such as roughness and fractal dimension. These measures can be used to improve processes in microelectronics, surface analysis, medicine and any experimental area that deals with surfaces analysis. For experiments, this method was executed with aluminum's images obtaining satisfactory results.

Palavra- chave:

Nanoestrutura, Dimensão fractal e Rugosidade.

ÍNDICE

1. Introdução.....	4
2. Rugosidade.....	5
3. Teoria dos Fractais.....	6
3.1 Contagem de Caixas.....	7
3.2 Dimensão de auto-similaridade.....	8
3.3 Dimensão de Compasso.....	9
4. Microscopia de Força Atômica.....	9
5. Materiais e Métodos.....	11
6. Algoritmo Modificado.....	12
7. Experimentos.....	17
8. Conclusão.....	23
Referências.....	24

Introdução

Nas últimas décadas, avanços científicos e tecnológicos têm possibilitado estender continuamente o intervalo de escalas espaciais, tanto para o mundo microscópico quanto macroscópico, acessível através de equipamentos de observação especiais. Essa extensão de influências em escalas espaciais pode também oferecer valiosos subsídios para melhor entendermos um problema dessa natureza.

Com a microscopia de ponta de prova, em particular, a microscopia de tunelamento (STM) e a de força atômica (AFM), é possível o acesso direto à topografia de superfícies em crescimento. Com isso, surge a necessidade de desenvolver métodos matemáticos e computacionais que permitam descrever as superfícies rugosas e associar suas características morfológicas ao processo de crescimento.

Geralmente essas imagens de superfície não apresentam formas regulares e a geometria euclidiana que com frequência utilizamos para descrever esferas, cones, etc., é inadequada para descrever certas topologias com muitos fragmentos. Dessa forma, é necessário utilizar uma geometria capaz de fornecer métodos para descrever de maneira quantitativa a forma global de um objeto. Tais métodos devem associar os valores fornecidos à complexidade do objeto, i.e. a maneira como ele manifesta suas variações estruturais e suas não-homogeneidades. Assim a melhor opção é o uso da geometria fractal, iniciada por vários matemáticos, tais como Karl Weierstrass (1815-1897), Georg Cantor (1845-1918), Felix Hausdorff (1868-1942), Helge von Koch (1870-1924), Waclaw Sierpiński (1882-1969) entre outros, e difundida por Mandelbrot [1] que estabeleceu o termo “fractal”, que é uma extensão da geometria euclidiana, descreve objetos geométricos de dimensões não inteiras e possui como medidas, a dimensão fractal e a lacunaridade.

Como neste trabalho tratamos de superfícies em crescimento, a dimensão fractal será calculada a partir do grau de rugosidade apresentado. A rugosidade representa quão fragmentada é a superfície.

A fim de entendermos o uso da dimensão fractal para caracterizar uma superfície, a seção 2 esclarece por que calcular rugosidade em imagens AFM, na seção 3 é apresentada uma pequena introdução sobre geometria fractal. Na seção 4 é apresentada a técnica de AFM, já a seção 5 explica com detalhes como funciona o algoritmo que trabalha com as imagens e calcula os dados, como a dimensão fractal e a rugosidade. Por

fim, nas seções 6 e 7 apresentamos os resultados após a aplicação do algoritmo nas imagens e a qual conclusão se chegou.

2- Rugosidade

O crescimento de um depósito se dá pela adição aleatória de átomos ou partículas sobre uma base, o substrato. A característica principal do modo de crescimento (ideal) é que não existe qualquer correlação entre as alturas de pontos vizinhos. A rugosidade da superfície aumenta com o tempo de deposição e o desvio quadrático médio de alturas fornece uma medida da interface rugosa.

Araújo [2] esclarece que, em sistemas reais, no entanto, sempre haverá algum mecanismo de transporte lateral de massa que provoca uma alteração da rugosidade e introduz um *comprimento de correlação lateral*, que está relacionado à distância típica de difusão lateral das partículas. Ou seja, em sistemas físicos reais existe uma correlação entre pontos vizinhos da superfície, que resulta em uma sucessão bidimensional de picos e vales de largura finita. Assim, embora o desvio quadrático médio de alturas seja o parâmetro quantitativo mais óbvio para descrever a rugosidade de uma superfície, ele não é suficiente. A Equação 1 mostra uma função de largura de interface W , onde $W(l)$ é definida como o desvio quadrático médio da rugosidade de uma superfície com tamanho $l \times l$ [3].

$$W(l) = \left(\frac{1}{l} \sum_{j=1}^{j=l} (h_{i+j} - \bar{h}_{(i,l)})^2 \right)^{\frac{1}{2}} \quad \text{eq.1}$$

onde:

l é o tamanho da superfície

h é a altura de um pico ou vale;

$\bar{h}_{(i,l)}$ é a altura média calculada no intervalo i a $i+l$;

Se criarmos uma curva $\log(W(l))$ x $\log(l)$, o comprimento de correlação lateral é determinado pela distância da origem ao ponto onde essa curva se divide em duas regiões.

A noção de rugosidade depende muito também da razão entre a altura e largura dos picos e vales, ou seja, da corrugação da superfície. Para uma mesma largura de interface W , a superfície que apresentar o menor *comprimento de correlação lateral*, terá a aparência mais corrugada.

Existe uma forma alternativa de descrever a rugosidade de uma superfície levando em conta o cálculo da dimensão fractal já que a maioria das superfícies reais apresenta auto-afinidade, ou seja, elas se reescalam mantendo uma correlação estatística quando observadas em diferentes escalas, a escala máxima corresponde a imagem inteira e a escala mínima equivale a 1x1 pixel. Para a reescala é possível utilizar transformações afins que são associadas a um coeficiente H (coeficiente de Hurst) que descreve a corrugação da superfície que significa a razão entre a altura e largura dos picos e vales [4].

Podemos relacionar a dimensão fractal e o coeficiente de Hurst da seguinte forma:

$$D_f = 3 - H \quad \text{eq. 2}$$

A dimensão fractal D_f é uma medida que está relacionada à distribuição geométrica dos pontos que compõem a forma a ser caracterizada no espaço em que esta forma está contida. A seção seguinte explica melhor o conceito da geometria fractal e como se calcula a dimensão fractal.

3 - Teoria dos fractais

A geometria euclidiana que com frequência utilizamos é inadequada para descrever certas topologias, como, por exemplo, a forma de uma nuvem, de uma montanha, da costa de um país ou a borda de uma célula. Apesar de podermos descrever estes e outros objetos através de formas conhecidas como esferas, cones, etc., essa descrição é apenas aproximada e pode não ser apropriada para determinadas situações onde se necessita de mais detalhes sobre a forma topológica analisada.

Benoit Mandelbrot, com base nos trabalhos de diversos matemáticos publicados desde o século XVIII, abordou o termo fractal em 1975 para denominar uma classe especial de curvas definidas recursivamente que produzem imagens reais e surreais. Basicamente, os fractais se caracterizam pelo que denominamos “auto-similaridade infinita”, ou seja, suas aparências são semelhantes qualquer que seja a escala espacial em que são observados, seja ela microscópica ou macroscópica. Toda curva

fractal típica é definida por um elemento básico gerador, que repetido infinitamente, levará a uma curva (Figura 1), sendo seu perímetro infinito. Mas não é correto afirmar que se a estrutura for auto-similar, ela é necessariamente fractal, i.e. um segmento de reta pode ser quebrado em pequenas partes permanecendo similar a estrutura inteira, embora ele não seja fractal [4].

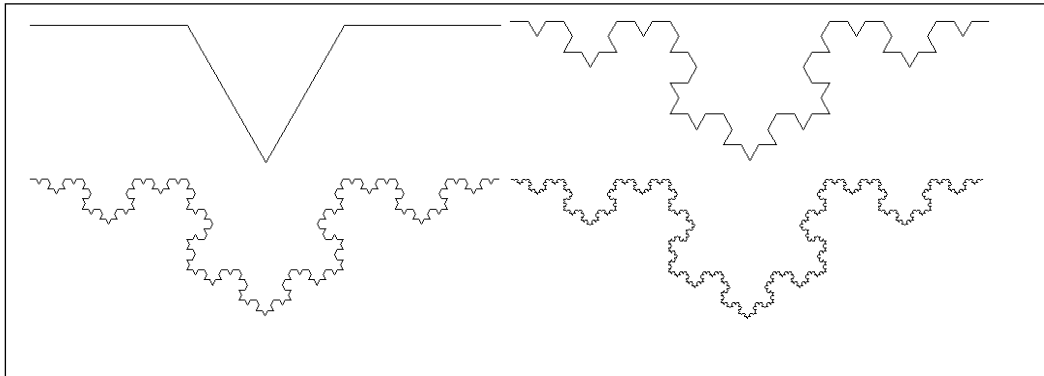


Figura 1- Curva de Koch

Fractais também podem ser classificados de acordo com sua auto-similaridade: *Auto-similaridade exata*: o fractal aparece idêntico em diferentes escalas. Fractais definidos por sistemas de funções iteradas geralmente exibem auto-similaridade exata; *Quasi-auto-similaridade*: o fractal aparece aproximadamente (mas não exatamente) idêntico em escalas diferentes. Fractais quasi-auto-similares contêm pequenas cópias do fractal inteiro de formas distorcidas e degenerado; *Auto-similaridade estatística*: este tipo de fractal possui medidas numéricas ou estatísticas que são preservadas em diferentes escalas. A maior parte das definições para o termo "fractal" implica de alguma forma em auto-similaridade estatística.

A geometria fractal atende à descrição dos padrões irregulares e fragmentados existentes na natureza. Como matemáticos caracterizam elementos geométricos em termos de sua dimensão topológica, dizemos que pontos têm dimensão 0 (zero), retas têm dimensão 1, planos têm dimensão 2 e superfícies têm dimensão 3. Já que não seria justo igualar a dimensão de uma curva de Koch a de uma reta devido a grande diferença de complexidade apresentada entre elas, foram adotados valores fracionários, caracterizando assim a dimensão fractal. Esta é uma das medidas mais comuns para se classificar elementos geométricos quanto a sua complexidade. Na prática esse tipo de dimensão pode ser caracterizado como uma medida de superfície efetiva de contato entre o objeto e o seu meio, como por exemplo, a análise de reatividades químicas de superfícies.

Existem várias formas de calcular a dimensão fractal. De acordo com Peitgen et all [4], dentre os métodos de cálculo da dimensão fractal, os autores destacam três métodos: a contagem de caixas (*box-counting*), a dimensão por auto-similaridade e dimensão de compasso; e os reproduzimos neste documento apenas para mostrar que cada método tem boa acurácia de acordo com o tipo de objeto fractal tratado. Como o objetivo deste trabalho é calcular a dimensão fractal de superfícies em imagens 2D, entendemos que o método de contagem de caixas é o mais adequado para este problema. Além disso, em [4][5] menciona-se que o método de contagem de caixas é o que mais apresenta aplicabilidade em ciência.

3.1 - Contagem de Caixas

É o método mais utilizado por aplicações computacionais, devido à facilidade de programação e automação, estabelecendo assim sua vantagem em relação as demais dimensões. Outra vantagem é a facilidade manter características estatísticas permitindo o cálculo da dimensão por meio da simples divisão e contagem de caixas. A idéia original é dividir a estrutura em uma malha regular com tamanhos de quadrados s e contar quantos quadrados contém parte da estrutura. O resultado desta soma pode se chamar N . É importante notar que este valor N dependerá do valor s adotado, então se calcularmos esta soma progressivamente com valores de s cada vez menores, teremos $N(s)$. A dimensão fractal corresponde à inclinação de uma reta de ajuste de um gráfico logarítmico (contagem de caixas / tamanho das caixas), representada pela Equação 3 [5].

$$\log(N(s)) \times \log\left(\frac{1}{s}\right) \quad \text{eq. 3}$$

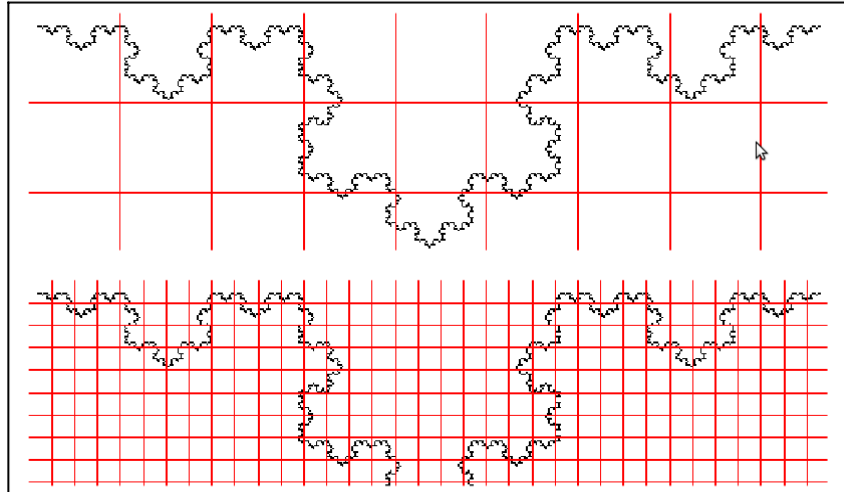


Figura 2- Esquema de divisão de caixas.

3.2 – Dimensão de auto-similaridade

Uma estrutura é dita auto-similar se ela puder ser quebrada em pequenos pedaços e cada um deles continuar representando a estrutura inteira. A dimensão fractal por auto-similaridade se dá a partir da relação entre o fator de redução s e a quantidade a de pedaços similares à estrutura que pode ser dividida. Essa relação é representada pelas Equações 4 e 5 [5].

$$a = \frac{1}{s^D} \quad \text{eq. 4}$$

ou equivalente a

$$D = \frac{\log a}{\log \frac{1}{s}} \quad \text{eq. 5}$$

3.3 – Dimensão de Compasso

A Dimensão de Compasso é uma generalização da dimensão de auto-similaridade, que também se aplica a curvas não auto-similares. Ela pode ser descrita por:

$$D_c = 1 + d \quad \text{eq. 6}$$

onde d é a inclinação do diagrama \log/\log obtido pelo comprimento da curva medido por régua do início ao fim versus a precisão (escala) dessa régua [4].

4 - Microscopia de Força Atômica

O microscópio de força atômica (AFM) permite desde a simples visualização da morfologia da superfície até o exame mais avançado das características morfológicas, estruturais e moleculares do material em escalas nanométricas. Neste tipo de microscópio, uma sonda, que consiste de uma agulha fina, geralmente de Si_3N_4 ou de silício, localizada próxima à extremidade de uma haste (de 100 a 200 μm de comprimento), varre a superfície da amostra por intermédio de um sistema de cerâmicas piezoelétricas (Figura 3).

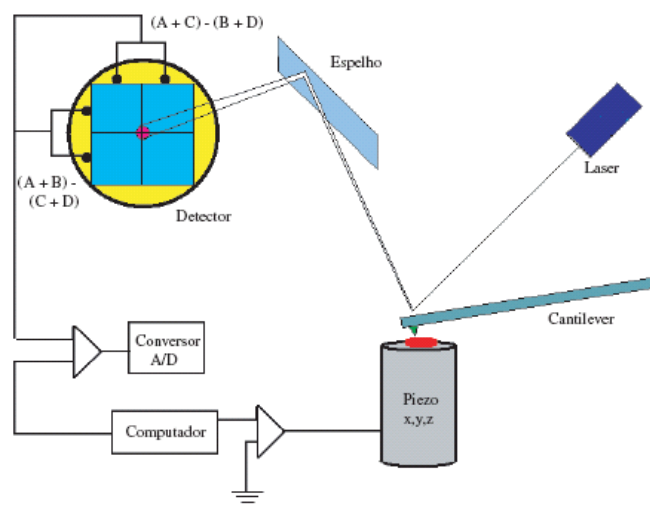


Figura 3 - Diagrama do princípio de funcionamento do AFM.

Mudanças nas interações entre a agulha e a amostra são monitoradas por meio de um sistema ótico, no qual um feixe de laser é refletido da haste sobre um espelho e, em seguida, incide sobre a superfície de um fotodiodo sensível à posição. Durante a varredura, a força entre a agulha e a amostra é mantida constante e as imagens são geradas por meio de um circuito de realimentação entre o sistema ótico e as cerâmicas piezoelétricas.

O AFM é capaz de medir as forças entre a agulha e a amostra, as quais dependem de suas composições, da distância entre elas, da geometria, da agulha e de contaminação que houver sobre a superfície da amostra. A Figura 4 ilustra de forma simplificada as forças que contribuem para a deflexão da haste em função da distância entre a agulha e amostra. Outras forças como capilar, repulsão, magnética, lateral, dentre outras, também estão envolvidas neste processo.

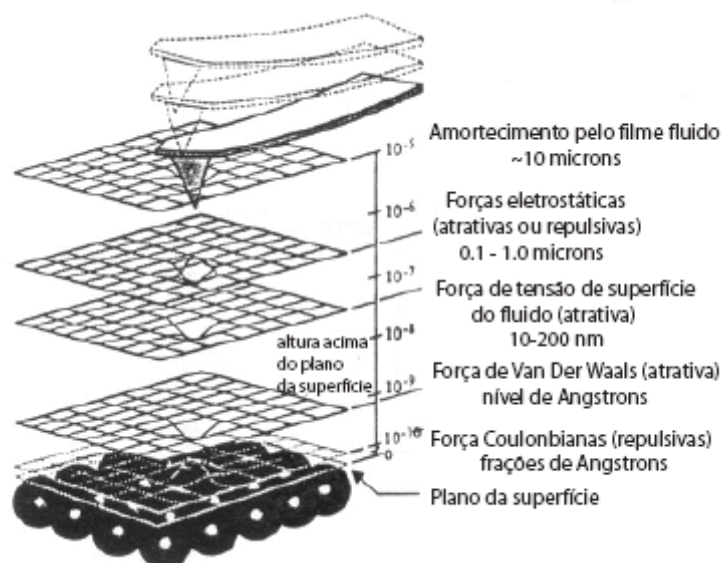


Figura 4 - Relação de forças que atuam entre a agulha e a amostra em função da distância que as separa.

A distância agulha-amostra determina o modo de operação do microscópio, utilizamos para isto o modo de trabalho de não contato. Uma vantagem desta técnica é que a ponta nunca entra em contato com a superfície a ser analisada e então não pode perturbar ou destruir a amostra e/ou ponta. Isso é particularmente importante em aplicações biológicas ou amostras com recobrimento macio.

5- Materiais e Métodos

Materiais nanoestruturados apresentam propriedades físicas e químicas incomuns em relação às observadas em materiais usuais visto que suas propriedades, dimensões e forma das estruturas produzidas, podem ser modificadas de acordo com os parâmetros pré determinados no processo de anodização.

Esses sistemas apresentam grande interesse tecnológico devido as suas possíveis aplicações, das quais destacam-se a síntese de materiais nanoestruturados formando poros em óxidos para moldes de materiais magnéticos [6], a formação de superfícies seletivas com aplicação em painéis solares para conversão de energia [7 - 9] e a melhoria no entendimento dos processos microscópicos que acontecem na superfície durante essa corrosão [10].

O óxido de alumínio poroso tem sido extensivamente investigado devido a sua importância em aplicações tecnológicas. A camada de poros cresce continuamente com a camada de óxido por dois processos simultâneos e contínuos: (i) formação de nova camada de óxido na interface metal-óxido e (ii) transformação de óxidos em poros na interface óxido-eletrólito [11,13]. Os poros se apresentam de forma hexagonal e com o diâmetro interno circular, no qual suas dimensões dependem da voltagem aplicada durante o processo de anodização. A espessura da camada de óxido depende do tempo de anodização.

Com a aplicação de uma voltagem para o processo de anodização, surge um campo elétrico na superfície do alumínio, onde ocorre o rompimento da barreira dielétrica em sítios preferenciais, que surgem durante o processo de polimento eletroquímico, formando os poros. Esse processo faz com que íons Al^{3+} sejam liberados para a solução enquanto que íons O^{2-}/OH^{-} sejam incorporados ao filme originando o óxido e poros. Com o aumento da voltagem surge uma camada não uniforme de óxido e picos, o crescimento da camada de óxido é uniforme na direção perpendicular a superfície do filme, mas com sua superfície não uniforme devido a um aumento na rugosidade e a formação de picos.

As amostras utilizadas neste trabalho foram obtidas a partir de placas de alumínio comercial com espessura de 2 mm. Anteriormente ao processo de anodização, ocorre a preparação dos substratos que é dividida em 4 partes. A primeira destas é um polimento mecânico, onde a amostra é submetida a um polimento mecânico com lixas 220, 300, 400, 600, 800, 1000 e 1200, sempre girando a amostra por 90° a cada troca de lixas e com pasta de polimento de 3 micras à 1 micra, até que a amostra fique com a superfície lisa, i.e., refletindo como um espelho.

A anodização do alumínio é realizada na célula eletroquímica com solução de ácido fosfórico H_3PO_4 1M e 0,1M usando corrente alternada com tensões e tempos que podem variar. Parâmetros como voltagem e tempo de anodização foram modificados entre 15 e 50 V e o tempo entre 2 e 25 minutos. A variação destes parâmetros pode alterar o tamanho e espessura dos poros formados na camada oxidada. Após esta anodização se faz necessário fazer uma caracterização da superfície, onde será determinado a relação entre tempo e voltagem de anodização em relação ao tamanho e distribuição dos poros. As superfícies foram então caracterizadas morfologicamente por Microscopia de Força Atômica (AFM) e Microscopia Eletrônica de Varredura (MEV).

6 - Algoritmo Modificado

Neste trabalho é feito um estudo sistemático da influência da voltagem AC e tempo de anodização na morfologia das estruturas formadas na superfície do alumínio de forma a estabelecer os parâmetros para a produção de nanoestruturas específicas. Para auxiliar este processo, é necessário utilizar uma ferramenta que extraia as informações pertinentes ao problema.

Para analisar as imagens de AFM elaboramos um algoritmo que extrai informações tais como a rugosidade e dimensão fractal. Assim como o algoritmo de box-counting, o seu princípio é separar as imagens em caixas, mas ao invés de contar quantas caixas contém parte do objeto de interesse, é calculada a rugosidade média quadrática para cada uma delas.

Por motivos práticos é conveniente considerar uma seqüência de grades onde o tamanho é reduzido por um fator s de potência 2. A escala máxima equivale ao tamanho original da imagem e a escala mínima é equivalente a um quadrado 1x1 pixel. A partir deste fator s , desenvolvemos 3 algoritmos visando uma melhor distribuição de caixas e conseqüentemente um melhor resultado. Utilizamos como entrada de cada um desses algoritmos uma imagem $A \times B$, onde A representa a largura e B representa a altura da imagem. O Algoritmo 1 possui uma seqüência de redução progressiva de caixas do tipo 2^n , $n=0,1,2,3,\dots \log_2(\min(A,B))$ (Figura 5). O Algoritmo 2 utiliza como seqüência 2^n , $n=0,1,2,3,\dots \log_2(\min(A,B))$, mas possui uma diferença em relação ao Algoritmo 1; ele divide cada caixa em mais 4 caixas entre 2^n e 2^{n+1} , como mostra a Figura 6, e com isso obtém um maior número de pontos. Já o Algoritmo 3 é uma generalização do algoritmo 1. Ele utiliza a seqüência $2^{n/x}$, $n=1,2,3,\dots \log_2(\min(A,B))$ (Figura 7) e $x \neq 0$, onde x refere-se a proporção de aumento na seqüência de grades. Para $x=1$ o Algoritmo 3 funcionará como o Algoritmo 1. Já para $x=10$, o Algoritmo 3 funcionará com 10 vezes mais divisões que o primeiro algoritmo.

Em todos os algoritmos é feito o cálculo da rugosidade média quadrática $W(l)$ (eq.1) a cada divisão de caixas, assim pode-se relacionar o valor da rugosidade com o tamanho da caixa. Por meio dessas informações, criamos um gráfico log/log da rugosidade versus o tamanho da caixa (Figura 8 - b) e a partir de duas retas de ajuste deste gráfico (Figura 8 - b-1 e 2), que possuem equação $y=mx+b$, podemos obter o coeficiente de Hurst (seção 2) e o ponto de saturação do material, ou seja, o ponto onde o gráfico torna-se estável. O coeficiente angular m da primeira reta (Figura 8 - b-1) de

ajuste equivale ao coeficiente de Hurst. Através do coeficiente de Hurst H [2], podemos calcular a dimensão fractal (eq.2).

Pela lei de potência, podemos considerar a função de potência de um gráfico $W \times l$ como:

$$W(l) = l^H, \quad \text{eq. 7}$$

sendo W uma superfície, l a escala e H a inclinação da reta de ajuste [2].

Considerando agora um gráfico logarítmico, temos:

$$\log(W(l)) = \log(l^H). \quad \text{eq. 8}$$

Aplicando propriedades de logaritmos:

$$\log(W(l)) = H \log(l) \quad \text{eq. 9}$$

E finalmente:

$$H = \frac{\log(W(l))}{\log(l)} \quad \text{eq. 10}$$

O ponto de saturação é obtido através do cálculo da média das coordenadas y do primeiro e do último ponto do gráfico ajustados para a segunda reta (Figura 8 – b-linha 2).

O método de ajuste dessas duas retas ao gráfico consiste em fazer a aproximação de duas retas aos pontos do gráfico de forma a inferir dados analíticos sobre ele. Este processo é realizado da seguinte forma: inicialmente são escolhidas duas retas, uma vertical e outra horizontal. A partir dessas retas iniciais, executa-se o método de mínimos quadrados, que obtêm novas retas que minimizam o somatório das distâncias entre essas retas e os pontos da curva. Este método iterativo aloca os pontos da curva para cada reta de acordo com sua proximidade, ou seja, para cada ponto é verificado qual reta tem menor distância. Em seguida, o método reajusta as retas, levando em consideração apenas os pontos classificados para cada uma delas. Caso o somatório das distâncias ainda não seja mínimo, a etapa de reajuste e realocação é repetida até que não haja mais necessidade de realocações de pontos entre as retas, ou seja, é o momento em que o somatório das distâncias é mínimo.

A primeira reta que inicialmente era vertical se ajustará à curva de forma que acompanhe o estágio inicial da curva até sua estabilidade, já a segunda reta que inicialmente era horizontal se ajustará à curva de forma que acompanhe o estágio final da curva, ou seja, seu momento de estabilidade caso este exista.

Dessa forma é possível analisar a superfície por dois índices. Quanto menor o coeficiente de Hurst, mais corrugada é a superfície. Além disso, quanto mais rugosa a superfície se apresenta, mais sua dimensão fractal se aproxima de 3 (eq.1).

É importante mencionar que o coeficiente de Hurst calculado pelo algoritmo de contagem de caixas corresponde à inclinação da melhor reta adequada a uma curva necessariamente logarítmica baseada na lei de potência, não cabendo, portanto usar valores lineares, já que dessa forma não seria possível visualizar o ponto de saturação.

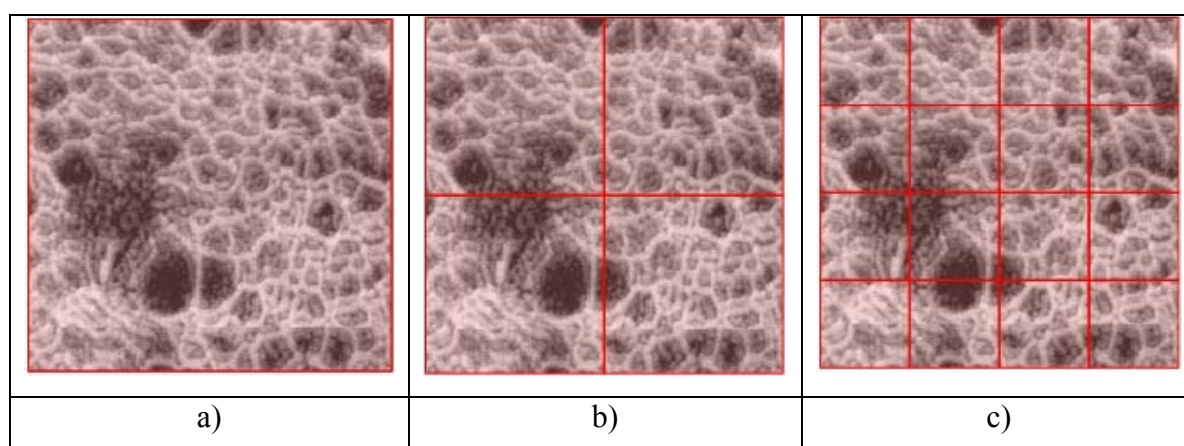


Figura 5- Imagens divididas por caixas (Algoritmo 1). a) 2^0 b) 2^1 c) 2^2

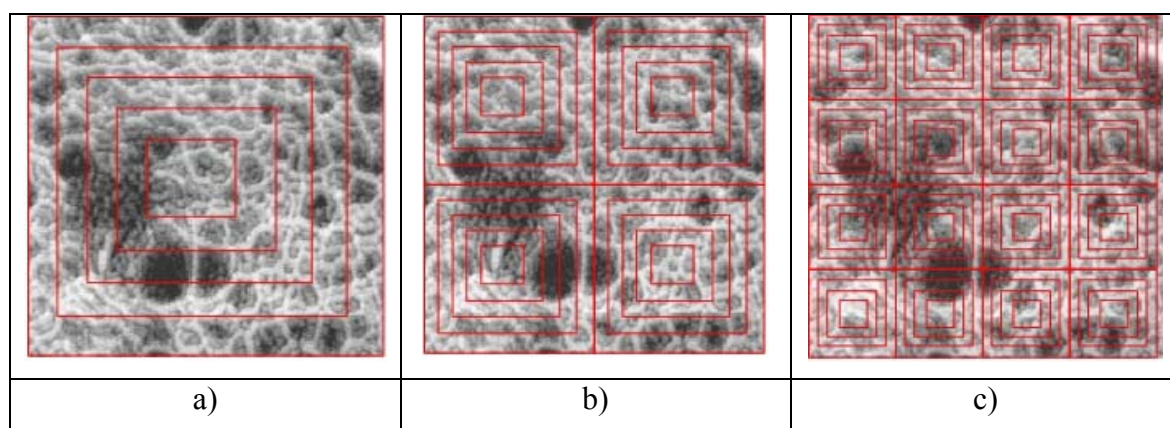


Figura 6- Imagem dividida por caixas (Algoritmo 2). a) $2^0 + 4$ caixas; b) $2^1 + 4$ caixas; c) $2^2 + 4$ caixas.

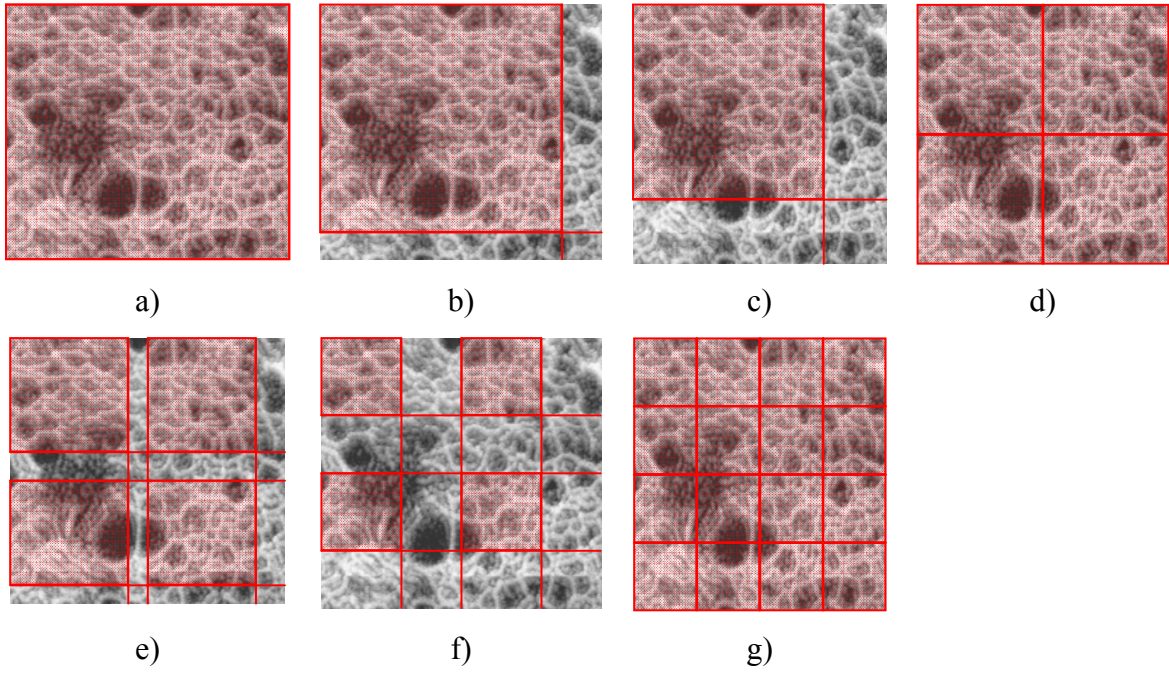


Figura 7- Imagem dividida por caixas (Algoritmo 3) para $x = 3$. a) 2^0 b) $2^{1/3}$ c) $2^{2/3}$ d) $2^{3/3}=2^1$
e) $2^{4/3}$ f) $2^{5/3}$ g) $2^{6/3} = 2^2$

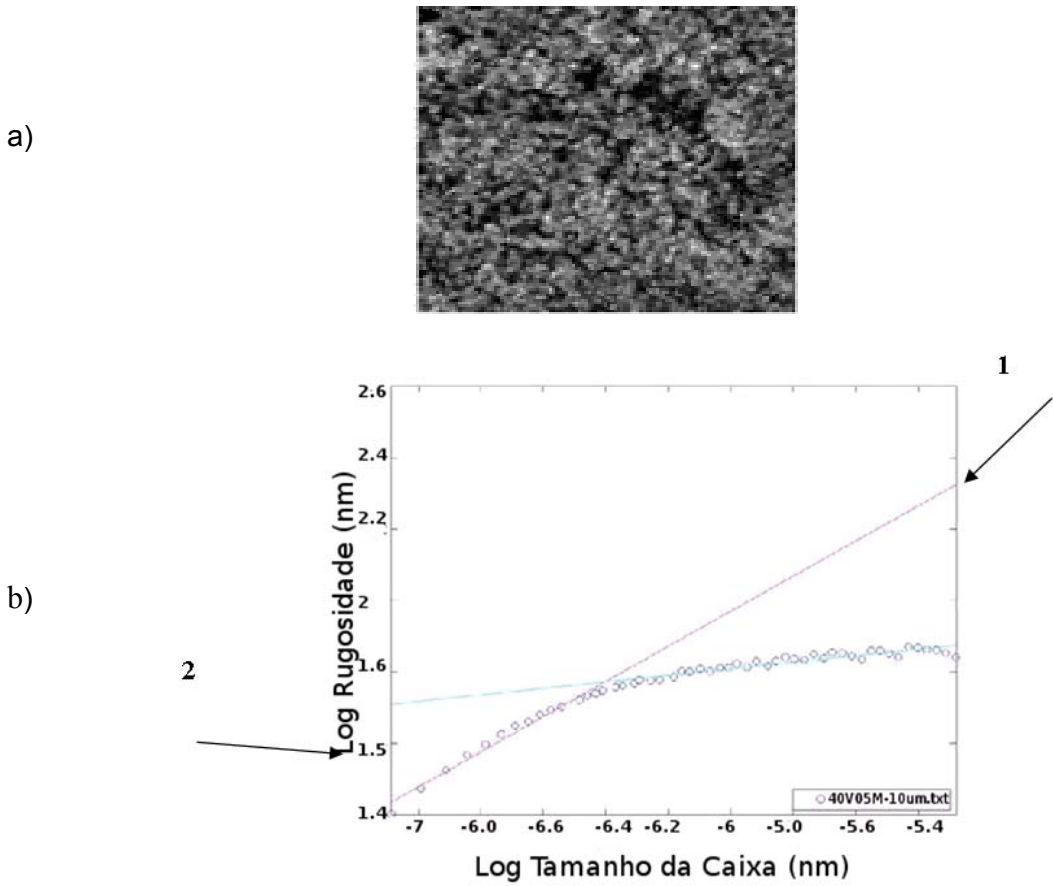


Figura 8. a) imagem de superfície de alumínio b) diagrama log/log correspondente a a) com reta de ajuste.

7- Experimentos

Foram obtidas imagens através do AFM JPK do Laboratório de Superfícies e Filmes Finos da COPPE/UFRJ. A partir de cada material foram feitas imagens em várias ampliações, com objetivo de analisar suas rugosidades local e global, (Figura 7).

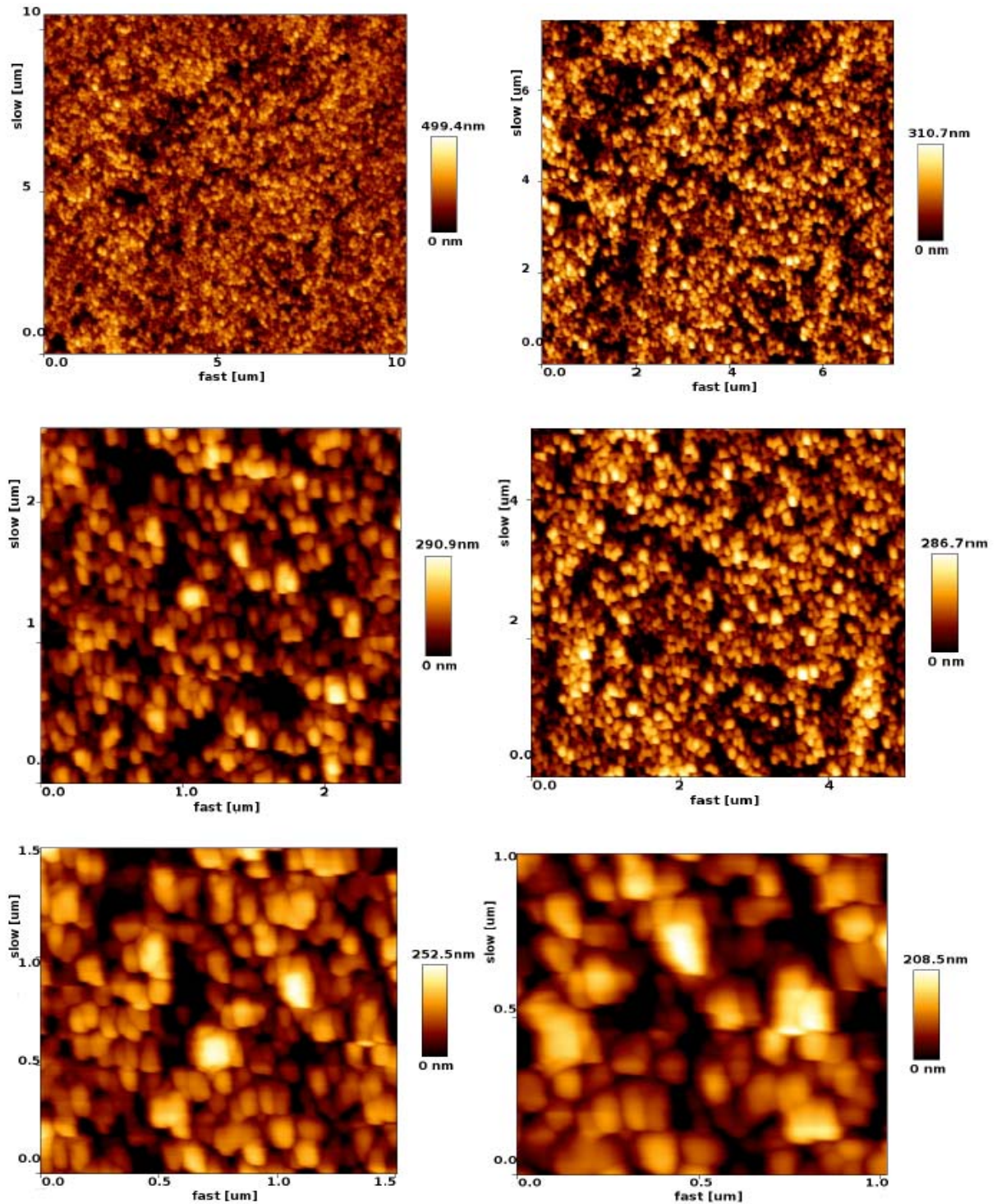
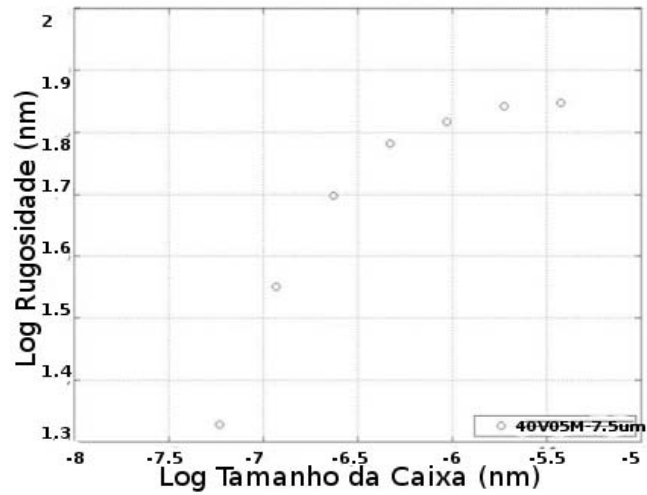
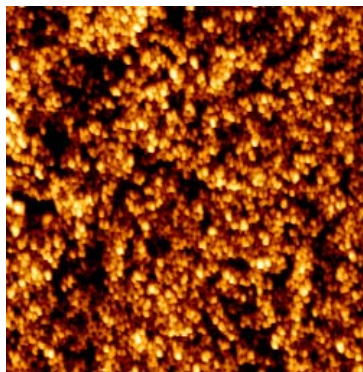


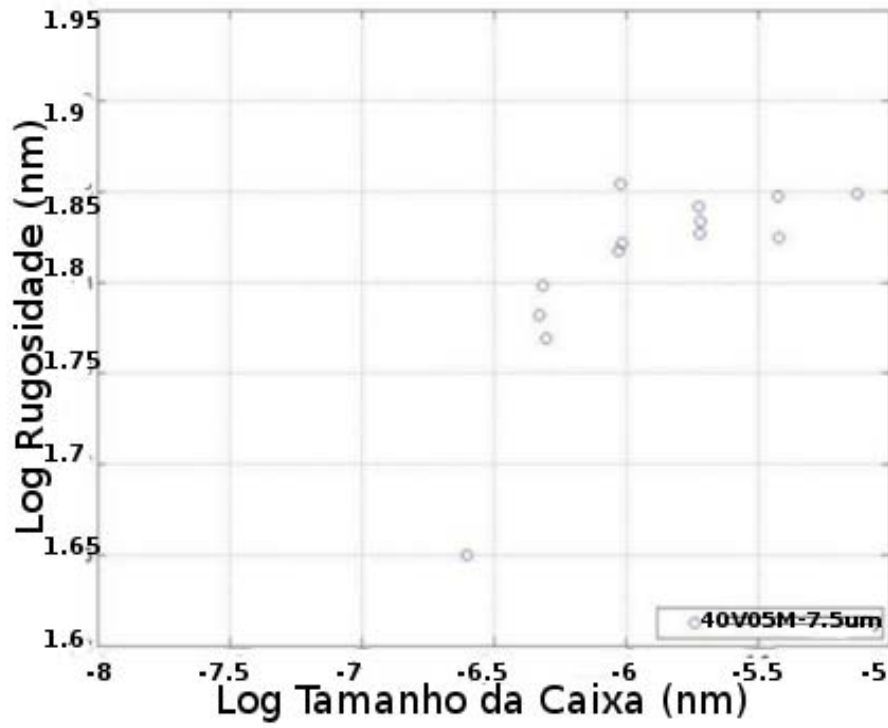
Figura 9. Imagens AFM (JPK) de alumínio comercial anodizado a 40V.

Desenvolvemos um procedimento de leitura dessas imagens e para cada uma delas foram calculados o coeficiente de Hurst e a dimensão fractal, utilizando os algoritmos descritos na seção 6 (Figura 5, 6 e 7).

Utilizamos uma imagem de teste de alumínio anodizado e a submetemos aos algoritmos mencionados.. A Figura 10 mostra a imagem de teste e os gráficos com pontos gerados de acordo com os algoritmos utilizados.



b)



c)

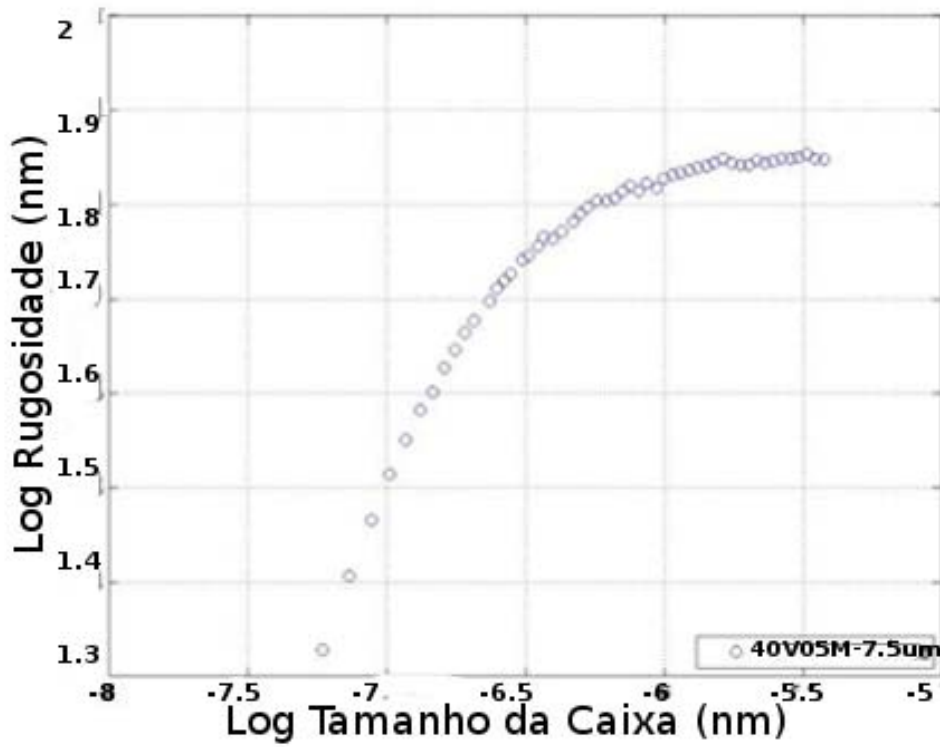


Figura 10- a) algoritmo 1 (2^n). b) algoritmo 2 (2^n e 4 camadas). c) algoritmo 3 ($2^{n/x}$), $x=10$.

Tabela 1- Dados extraídos da imagem AFM acima.

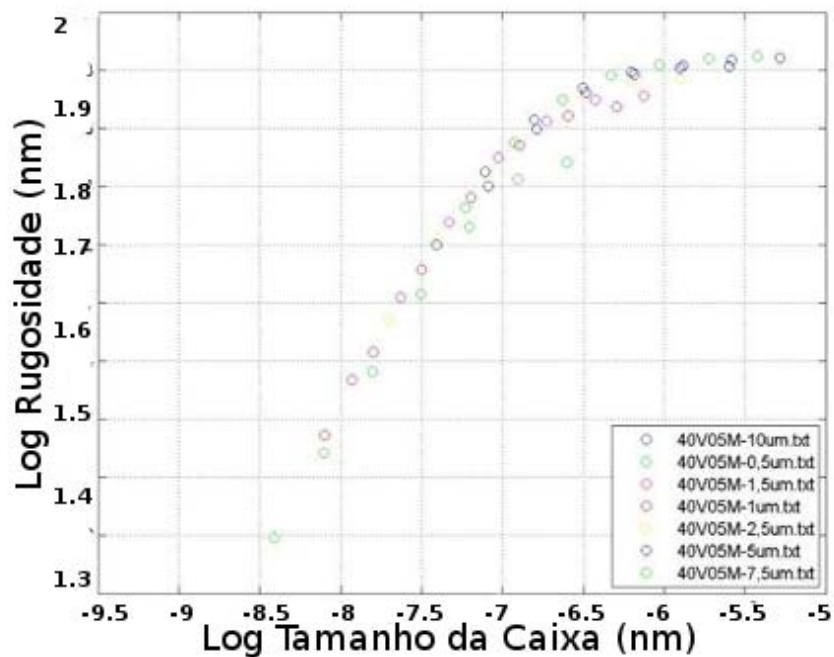
Tipo de algoritmo	Coefficiente de Hurst	Dimensão fractal
Algoritmo 1	0.61602	2.384
Algoritmo 2	0.35004	2.65
Algoritmo 3	0.54885	2.45

Os algoritmos utilizados mostraram considerável diferença em relação a distribuição de pontos. Esta diferença é significativa porque afeta diretamente o resultado da dimensão fractal que é calculada a partir da reta de ajuste do gráfico. O algoritmo 1 apresentou uma quantidade insuficiente de pontos, o algoritmo 2 mostrou-se muito irregular na distribuição de pontos para efetuar o ajuste, já o Algoritmo 3 apresentou quantidade suficiente de pontos e boa distribuição. Os algoritmos utilizados mostraram considerável diferença em relação a distribuição de pontos. Esta diferença é significativa porque afeta diretamente o resultado da dimensão fractal que é calculada a partir da reta de ajuste do gráfico. O Algoritmo 1 apresentou uma quantidade insuficiente de pontos, o

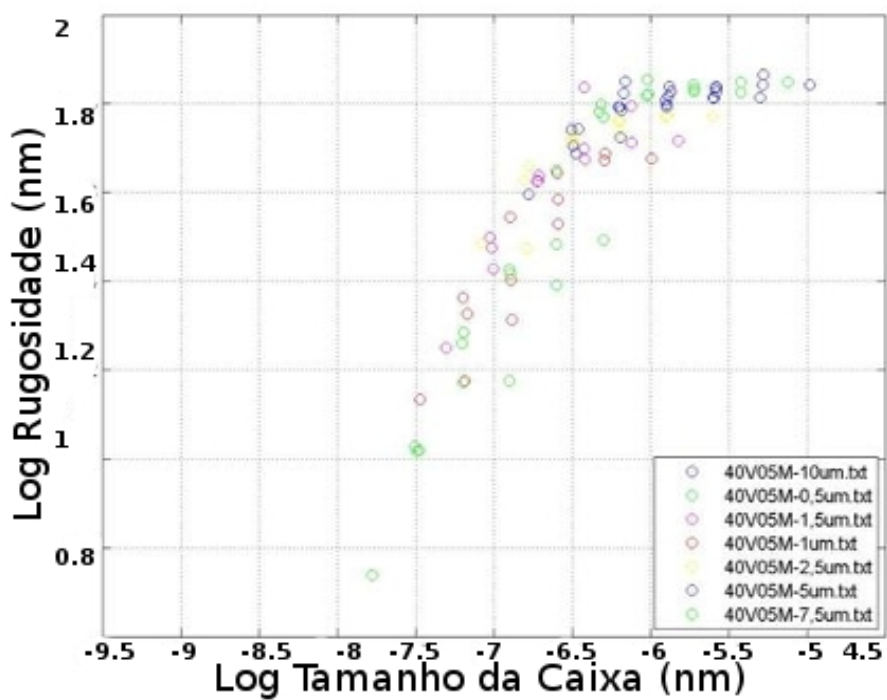
Algoritmo 2 mostrou-se muito irregular na distribuição de pontos para efetuar o ajuste, já o Algoritmo 3 apresentou quantidade suficiente de pontos e boa distribuição.

Fizemos também testes com várias imagens e plotamos os pontos no mesmo gráfico para estudar sua saturação. O experimento utilizou todas as imagens presentes na Figura 9 e os gráficos resultantes estão na Figura 11.

a)



b)



c)

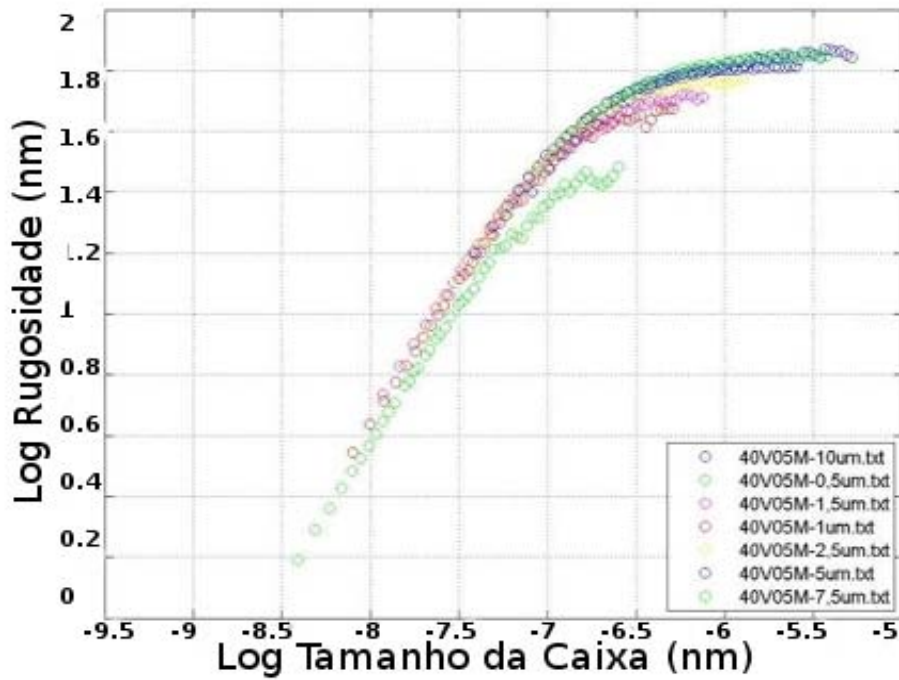


Figura 11 - Gráfico $\log(R_m)/\log(s)$ a) algoritmo 1 (2^n). b) algoritmo 2 (2^n quatro camadas). c) algoritmo 3 ($2^{n/x}$).

Em relação à validação desses algoritmos, comparamos os valores obtidos no experimento com o algoritmo 3 e $x=10$ com valores vindos do software IP-JPK que acompanha o equipamento JPK. A tabela 2 apresenta o resultado geral de uma série de imagens de AFM para filmes anodizados a 40 V por diferentes intervalos de tempo.

Tabela 2. Comparação entre rugosidade do método proposto e rugosidade adquirida pelo software IP-JPK.

Tempo (s)	D_f	$R_m(\text{sat})(\text{nm})$	$R_m \text{ JPK (nm)}$
90	2,18	43,37	41,75
180	2,14	101,67	101,70
300	2,14	70,27	69,71
600	2,14	104,76	104,50
900	2,20	87,30	89,42
1800	2,15	100,21	102,2

Através destes resultados podemos concluir que não houve mudança significativa no valor estimado da rugosidade e que não houve alteração no valor da dimensão fractal, significando que o sistema está de maneira uniforme e quase bidimensional.

8- Conclusão

O principal objetivo deste trabalho é prover um algoritmo computacional robusto que através de uma imagem AFM possa calcular a sua rugosidade e dimensão fractal. Essas medidas podem auxiliar várias áreas tal como a caracterização de reações eletroquímicas ou a análise de comportamento de fluxos.

Elaboramos três alternativas de método, e através de uma classificação com ênfase em distribuição de pontos, elegemos o algoritmo 3. Este apresentou o melhor resultado para o cálculo da rugosidade, isso se deve a uma melhor distribuição de pontos no diagrama $\log(\text{rugosidade})/\log(\text{tamanho de caixa})$ que se apresenta uniforme e ascendente.

A técnica proposta neste trabalho apresenta uma limitação em relação a quantidade de divisões feitas em uma imagem digital, gerando um número relativamente pequeno de pontos. A quantidade de pontos está diretamente associada a qualidade final do resultado, sendo que com uma maior quantidade de pontos teremos um resultado mais confiável. Os exemplos apresentados nas Figuras 8 e 10 são resultados de dados retirados de apenas uma imagem, no entanto o intuito da análise da rugosidade é utilizar várias ampliações da mesma imagem como apresentado na Figura 11 c).

A partir do algoritmo escolhido, comparamos nossos resultados no cálculo da rugosidade com os valores obtidos pelo software disponibilizado pela JPK e obtivemos resultados positivos. Dessa forma podemos concluir que o diferencial no método proposto é ter a possibilidade de calcular a dimensão fractal a partir da rugosidade de um material. A relação entre essas medidas auxilia na análise mais complexa de um material, enriquecendo assim, estudos na área.

Referências

- [1] Mandelbrot, Benoit B. ”*Fractals: Forms, Chance And Dimension*”, W. H. Freeman And Company, 1977.
- [2] Araújo X. A.. ”*Nucleação e Evolução da Rugosidade em Filmes Eletrodepositados de CuCo*”. Dissertação de Mestrado- UFSC -Florianópolis, 2005.
- [3] Yoshinobu, T. ; Iwamoto A.; Iwasaki, H. *Mesoscopic Roughness Characterization of Grown Surfaces by Atomic Force Microscopy*. Japanese Journal Applied Physics. DOI: 10.1143/JJAP.33.L67. V.33, 1994.
- [4] Peitgen, H., Jurgens, H; Saupe, D. “*Fractals For The Classroom, Part 1: Introduction To Fractals And Chaos*”. ISBN- 0-387-97041-X, 1992.
- [5] Peitgen,H., Saupe, D., Barnsley, M., Devaney, R., Mandelbrot, B., Voss, R..“*The Science of Fractal Images*”. ISBN- 0-387-96608-0, 1988.
- [6] Ryan, G. W.. “*Anisotropy of Surface Roughness on Aluminium Sheet Studied by Atomic Force Microscopy*”. Microscopy and Microanalysis. V.6, 137–144, 2000.
- [7] Lingchuan, Li. “*AC anodization of aluminum, electrodeposition of nickel and optical property examination*”, *Solar Energy Materials & Solar Cells* 64: 279-289, 2000.
- [8] Shaffei,M. F. ; Abd El-Rehim, S. S ; Shaaban, N. A. e Huisen, H. S.. “*Electrolytic coloring of anodic aluminum for selective solar absorbing films: use of additives promoting color depth and rate*”, *Renewable Energy* 23: 489-495, 2001.
- [9] Nunes,C. ; Teixeira, V. ; Prates, M. L.; Barradas,N. P. e Sequeira, A. D. . “*Graded selective coatings based on chromium and titanium oxynitride* ”, *Thin Solid Films* 442: 173–178, 2003.
- [10] Nunes, C.; Teixeira, V. ; Collares-Pereira, M. ; Monteiro, A. ; Roman, E. e Martin-Gago, E. J..“ *Deposition of PVD solar absorber coatings for high-ef.ciency thermal collectors* ”, *Vacuum* 67: 623–627, 2002.
- [11] MUNOZ, A. G. E BESSONE, J. B. . “*Anodic oxide growth on aluminium surfaces modified by cathodic deposition of Ni and Co.*”, *Thin Solid Films*. 460: 143-149, 2004.
- [12] THOMPSON, G.E.. “*Porous anodic alumina: fabrication, characterization and applications.*”, *Thin Solid Films*. 297: 192-201, 1997.
- [13] Georgia V. V. V.; Pinto, C. A. M; Abreu, A. e Almeida, M. B.. ”*Caracterização Físico-Química da Superfície de Filmes de Poli(Tereftalato de Etileno)*”. *Polímeros*, vol.9, no.4, p.184-188. ISSN 0104-1428 -out./dez. 1999.