



**UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA  
DE MÉXICO**

---

---

**FACULTAD DE CIENCIAS**

ESTUDIOS CON TÉCNICAS DE MICROANÁLISIS Y DE  
TIPO ATÓMICO PARA EL ACERO 316-L IMPLANTADO  
CON IONES DE ORO.

**T E S I S**

QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE :

**F Í S I C O**

P R E S E N T A :

**ABRAHAM GARCÍA HEREDIA**



FACULTAD DE CIENCIAS  
UNAM

**TUTOR: JORGE RICKARDS CAMPBELL**

**2006.**



Universidad Nacional  
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

**Biblioteca Central**



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

1. Datos del alumno  
García  
Heredia  
Abraham  
53 02 28 63  
Universidad Nacional Autónoma de México  
Facultad de Ciencias  
Física  
098116724
2. Datos del tutor  
Dr  
Jorge  
Rickards  
Campbell
3. Datos del sinodal 1  
M en C  
Rebeca  
Trejo  
Luna
4. Datos del sinodal 2  
M en C  
Adolfo  
Zárate  
Morales
5. Datos del sinodal 3  
Fís  
Margarita  
Sánchez y  
Sánchez
6. Datos del sinodal 4  
M en C  
Jaqueline Rafaela Dolores  
Cañetas  
Ortega
7. Datos del trabajo escrito  
Estudios con técnicas de microanálisis y de tipo atómico para el acero 316-L implantado con iones de oro  
85 p  
2006

A mis padres:  
José Elías García Aguilera  
Mónica Heredia Vargas  
...por su apoyo incondicional.

A mis hermanos:  
Olga, Alma, Israel y Erendira

## **Agradecimientos.**

A mi asesor Dr. Jorge Rickards Campbell por la ayuda proporcionada para la realización de este trabajo de tesis, por los conocimientos brindados y por su invaluable amistad.

A la M. en C. Rebeca Trejo Luna por su apoyo y asesoría durante todo el transcurso de la tesis, tanto en la parte experimental como en los aspectos teóricos.

A la M. en C. Jaqueline Cañetas-Ortega, al M. en C. Juan Gabriel Morales Morales y al M. en C. Carlos Magaña por su gran apoyo técnico en los diversos microscopios usados.

Al Sr. Karim López por su asistencia y asesoría en el acelerador Pelletron.

A mis sinodales:

Dr. Jorge Rickards Campbell  
M. en C. Rebeca Trejo Luna  
M. en C. Adolfo Zárate Morales  
M. en C. Jaqueline Cañetas-Ortega  
Fís. Margarita Sánchez y Sánchez

por la revisión y las aportaciones realizadas a éste trabajo escrito.

Al Sr. Melitón Galindo por su ayuda en la preparación de las muestras.

## Índice.

Introducción. - - - - -	6
Capítulo 1. Los metales y el acero.	
1.1. Estructura y formación de los metales. - - - - -	7
1.2. Maclas. - - - - -	9
1.3. Aleaciones Hierro-Carbono. - - - - -	10
1.4. Clasificación de los aceros. - - - - -	12
1.5. El acero 316L. - - - - -	13
Capítulo 2. Implantación de iones.	
2.1. Proceso de implantación. - - - - -	16
2.2. Acelerador Pelletron. - - - - -	17
2.3. Interacción de los iones con la materia. - - - - -	20
2.4. Frenado electrónico. - - - - -	22
2.5. Frenado nuclear. - - - - -	24
2.6. Espurreo. - - - - -	25
Capítulo 3. Técnicas de microanálisis.	
3.1. Metalografía - - - - -	28
3.2. Microdureza. - - - - -	29
Capítulo 4. Técnicas de análisis de tipo atómico.	
4.1. Retrodispersión de Rutherford (RBS). - - - - -	31
4.2. Microscopio electrónico de barrido (SEM). - - - - -	34
4.3. Espectrometría de rayos-x (EDS). - - - - -	37
4.4. Microscopio de fuerza atómica.- - - - -	39

Capítulo 5. Desarrollo experimental.

5.1. Preparación de muestras. - - - - -	42
5.2. Implantación de iones. - - - - -	42
5.3. Experimentos RBS.- - - - -	43
5.4. Metalografía del acero 316L.- - - - -	45
5.5. Análisis de las muestras con el microscopio óptico. - - - - -	45
5.6. Análisis de las muestras usando el microscopio electrónico de barrido (SEM), así como el microscopio de bajo vacío.- - - - -	45
5.7. Resultados de las muestras usando el microscopio de fuerza atómica.- - - - -	46
5.8. Pruebas de microdureza. - - - - -	46

Capítulo 6. Resultados y conclusiones.

6.1. Resultado de la implantación de iones de Au y los RBS.- - -	47
6.2. Metalografía.- - - - -	60
6.3. Resultados EDS. - - - - -	64
6.4. Resultados de la microdureza. - - - - -	76
Conclusiones. - - - - -	81
Referencias.- - - - -	84

## **Introducción.**

A lo largo de la historia de la humanidad, el hombre ha utilizado diversos materiales para fabricar herramientas, casas, vestuarios, vasijas, ornamentas, armas, entre muchas otras cosas que le facilitan sus labores o hacen más placentera y cómoda su vida. Para todo ello, al principio se valió simplemente de los materiales que le proporcionaba la naturaleza en primera instancia. Tales materiales fueron por ejemplo, las piedras, la madera, las fibras vegetales, pieles y huesos de animales, etcétera.

Se calcula que hace aproximadamente 2.5 millones de años el hombre empezó a utilizar los materiales, ya que en África oriental se han encontrado sencillos instrumentos de piedra que fueron usados por los primeros homínidos, quienes son precursores de los seres humanos actuales. Los primeros metales conocidos por el hombre fueron el oro, la plata y el cobre, los cuales, al principio los usaron para fabricar ornamentas, ya que eran muy blandos para ser usados en armas o utensilios [Ta97].

Posteriormente el hombre empezó a realizar modificaciones de los diversos materiales e inclusive obtener nuevos, con la finalidad de resolver nuevas problemáticas o satisfacer gustos y necesidades que se le han ido presentando. Para ello ha producido diversas aleaciones, ha sometido a tratamientos térmicos, mecánicos y químicos a los diversos metales, entre muchas otras técnicas. Con todo esto se ha obtenido una gran variedad de propiedades en ellos, tales como texturas, durezas, maleabilidad, grados de corrosión, grados de oxidación, etc.

Actualmente estamos rodeados de materiales que han tenido un cierto grado de tratamiento con una o varias técnicas; todos esos materiales están presentes en las cosas que usamos en nuestras actividades diarias, desde la ropa con que nos vestimos hasta los artefactos que nos acompañan (bolígrafos, celulares, lentes, etc.).

En nuestro caso trataremos la técnica de implantación de iones para la modificación de un determinado material útil en muchos campos, sobre todo, en la medicina, la joyería y la industria; dicha técnica ha servido a lo largo del tiempo, para la modificación y alteración de las propiedades superficiales de diversos materiales; tales materiales pueden ser elementos puros ó aleaciones, entre otros.

Aunque se tenga en la actualidad una gran cantidad de materiales con muy diversas propiedades, aún falta mucho por investigar en este sentido para crear nuevos materiales con propiedades especiales que ayuden y resuelvan muchas de las problemáticas y necesidades que se tienen en diferentes campos de aplicación o simplemente para ser más eficientes que los ya existentes.



## Capítulo 1.

### Los metales y el acero.

#### 1.1. Estructura y formación de los metales.

Los elementos químicos pueden clasificarse en tres grupos: metales, metaloides y no metales. Los elementos considerados como metales se distinguen por varias propiedades características: a) en el estado sólido existen en forma de cristales; b) tienen alta conductividad térmica y eléctrica; c) tienen la habilidad de ser deformados plásticamente; y d) tienen relativamente alta reflectividad a la luz (lustre metálico). Los metales se localizan en la parte izquierda y céntrica de la tabla periódica y constituyen unas tres cuartas partes de los elementos [Av74].

Como ya se había mencionado, los metales tienen una estructura cristalina, lo que significa que tienen un ordenamiento regular de átomos en una red cristalina repetida. Las distintas propiedades que adoptan los metales son el resultado del tipo de enlace químico entre sus átomos, que supone la presencia de electrones "libres".

La mayoría de los metales adquieren formas de estructuras cristalinas bien definidas, ya sea cúbica centrada en el cuerpo (b.c.c), cúbica centrada en las caras (f.c.c) o hexagonal compacta (h.c.p.). Algunos metales, como por ejemplo el hierro y el titanio, tienen estructuras cristalinas diferentes en función de su temperatura; a este fenómeno se le conoce como *alotropía* cuando es reversible, y cuando no lo es, se le conoce como *polimorfismo* [Av74][Ve75].

El mecanismo de cristalización sucede en la transformación del estado líquido al sólido y ocurre en dos etapas:

1. Formación de nucleolos.
2. Crecimiento del cristal.

Aun cuando los átomos del metal en estado líquido no tienen ningún orden definido, existe una probabilidad de que en un cierto momento, algunos átomos estén en la posición que corresponde a la red cristalina que adoptan cuando se solidifica; estos agregados no son permanentes, sino que continuamente se deshacen y se forman en otros sitios. Su tiempo de existencia está regido por la temperatura y tamaño del grupo; cuando la temperatura del líquido disminuye el movimiento de los átomos decrece, lo que implica una mayor vida del grupo y por consiguiente, un mayor número de grupos estarán presentes al mismo tiempo [Av74][Ch68].

Recordemos que los átomos en un material tienen energía cinética y potencial. Ahora consideremos un metal puro en su punto de congelación en los que ambos estados (líquido y sólido) se encuentran a la misma temperatura. La energía cinética de los átomos en el líquido y en el sólido debe ser la misma, pero no su energía potencial; los átomos del sólido están más próximos entre sí, de modo que la solidificación ocurre con una liberación de energía. Esta diferencia en energía potencial entre los estados líquido y sólido se conoce como *calor latente de fusión* [Ve75].

Cuando la temperatura del metal líquido ha disminuido lo suficiente, por debajo de su punto de solidificación, aparecen espontáneamente agregados o *nucleolos* estables en diversos puntos del líquido. Estos núcleos que ahora se han solidificado, actúan como centros de cristalización, agregando átomos cercanos a ellos a su red cristalina. Este crecimiento del cristal continúa en las tres dimensiones, con los átomos uniéndose entre ellos en ciertas direcciones preferentes, las cuales son a lo largo de los ejes del cristal, dando lugar a estructuras llamadas *dendritas* [Av74].

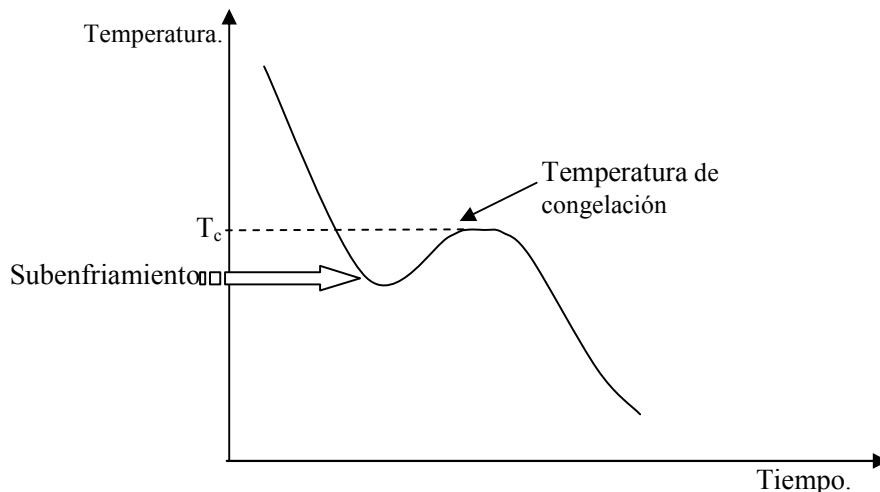


Figura 1.1 Curva de enfriamiento.

En la figura 1.1 [Ve75] se muestra la curva de enfriamiento para un metal. En dicha curva se tiene primero un enfriamiento del líquido hasta llegar a la temperatura  $T_c$  (temperatura de congelación), después se presenta un subenfriamiento para comenzar el proceso de nucleación; al continuar el crecimiento de los nucleolos, la temperatura aumenta hasta  $T_c$  debido al calor latente de fusión. Una vez que la solidificación termina y ya no hay más calor latente de fusión entregado al sistema la temperatura del sólido comienza a descender.

Debido a que cada nucleolo se formó de manera espontánea, los ejes del cristal están dirigidos de manera azarosa y las dendritas que crecen de ellos crecen en diferentes direcciones. Por último, al disminuir la cantidad de líquido y al juntarse las dendritas de los diferentes nucleolos, los espacios entre ramas de dendritas se rellenan; esto da como resultado una forma externa irregular.

Los cristales inmersos en todos los metales comerciales, son llamados *granos*; el área entre granos vecinos se le conoce como *frontera de grano* la cual es una región de acoplamiento deficiente, que da lugar a una estructura amorfa no cristalina que tiene átomos espaciados irregularmente, ya que los últimos residuos de líquido se solidifican por lo general en la frontera; por esa razón ahí es donde se concentra la mayor parte de las impurezas atómicas [Ch68][Av74][Qu63].

## 1.2. Maclas.

Algunas veces durante el crecimiento de un cristal, o si el cristal está sujeto a esfuerzos o a condiciones distintas de presión y temperatura bajo las cuales originalmente se forma, dos o más cristales se forman de manera simétrica. Este crecimiento de cristales simétricos, es llamado *macla* [Ch68]. Lo que ocurre en las maclas es que átomos que pertenecen a la estructura de un cristal, también forman parte de la estructura del otro cristal. Las maclas tienen tres características de simetría que son (ver figura 1.2) [Ht01]:

- Reflexión a través de un plano espejo.
- Rotación alrededor de un eje o línea en el cristal.
- Inversión a través de un punto.

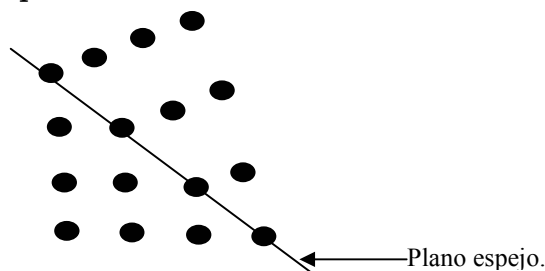


Figura 1.2 Maclas

Existen tres formas de conseguir maclas: por crecimiento de maclas, por transformación de maclas y por deslizamiento o deformación de maclas.

El crecimiento de macla ocurre accidentalmente durante el crecimiento de un cristal al que se le adiciona en una de sus caras un nuevo cristal, de tal forma que algunos átomos forman parte de ambos cristales, cada uno con distinta orientación.

La transformación de macla, ocurre cuando un cristal que ya existe se transforma a causa de un cambio en presión o temperatura. Esto ocurre comúnmente en minerales que tienen diferentes estructuras cristalinas y diferentes simetrías, a diferentes temperaturas o presiones. Cuando la temperatura y/o la presión cambian a unas, tales que una nueva estructura cristalina es estable, diferentes partes del cristal se acomodan en diferentes orientaciones simétricas, formando un agrupamiento de uno o más cristales que da pie a maclas.

La deformación de maclas ocurre durante la deformación de la red de átomos; estos átomos pueden ser empujados fuera de su lugar. Si esto sucede para producir un arreglo simétrico, se tendrá como resultado una estructura de macla. Por ejemplo, a la calcita se le pueden hacer maclas muy fácilmente por medio de este procedimiento [Ht01].



Figura 1.3 Formación de maclas.

### 1.3. Aleación hierro - carbono.

Una aleación es una sustancia que tiene propiedades metálicas y está formada por dos o más elementos químicos, de los cuales por lo menos uno es metal. La aleación hierro-carbono es la que usualmente se llama *acero*; el hierro presenta alotropía, es decir, modifica su estructura cristalina con la temperatura. Por encima de una temperatura crítica se tiene una estructura f.c.c., mientras que por debajo de esta temperatura tiene una estructura b.c.c. [Av74][Qu63].

El hierro forma soluciones con muchos elementos, la solubilidad del carbono en el hierro depende de la forma cristalográfica en que se encuentra el hierro. El porcentaje de carbono en el hierro cuando se encuentra en la forma b.c.c. es menor al 0.02% y cuando se encuentra en la forma f.c.c. es hasta del 1.7% (todos los porcentajes son en peso) [Ta97].

Por esta razón el acero está constituido por hierro con un contenido de hasta 1.7% de carbono, ya que por encima de la temperatura crítica el hierro sólido puede disolver hasta un 1.7% de carbono; esta forma de acero se conoce como *austenita*. Sin embargo, por debajo de la temperatura crítica sólo se puede disolver un 0.2% de carbono en el hierro; a esta fase del acero se le llama *ferrita*, la cual tiene propiedades muy similares a la del hierro puro. Cuando el acero se enfría por debajo de la temperatura crítica, el carbono se precipita como el compuesto  $Fe_3C$ , conocido como *cementita*.

A medida que el contenido de carbono en la aleación aumenta, su dureza también aumenta, debido al incremento de cementita. La austenita se descompone en ferrita y cementita, formando capas que se alternan en una estructura a la que se le da el nombre de *perlita* [Ve75][Qu63].

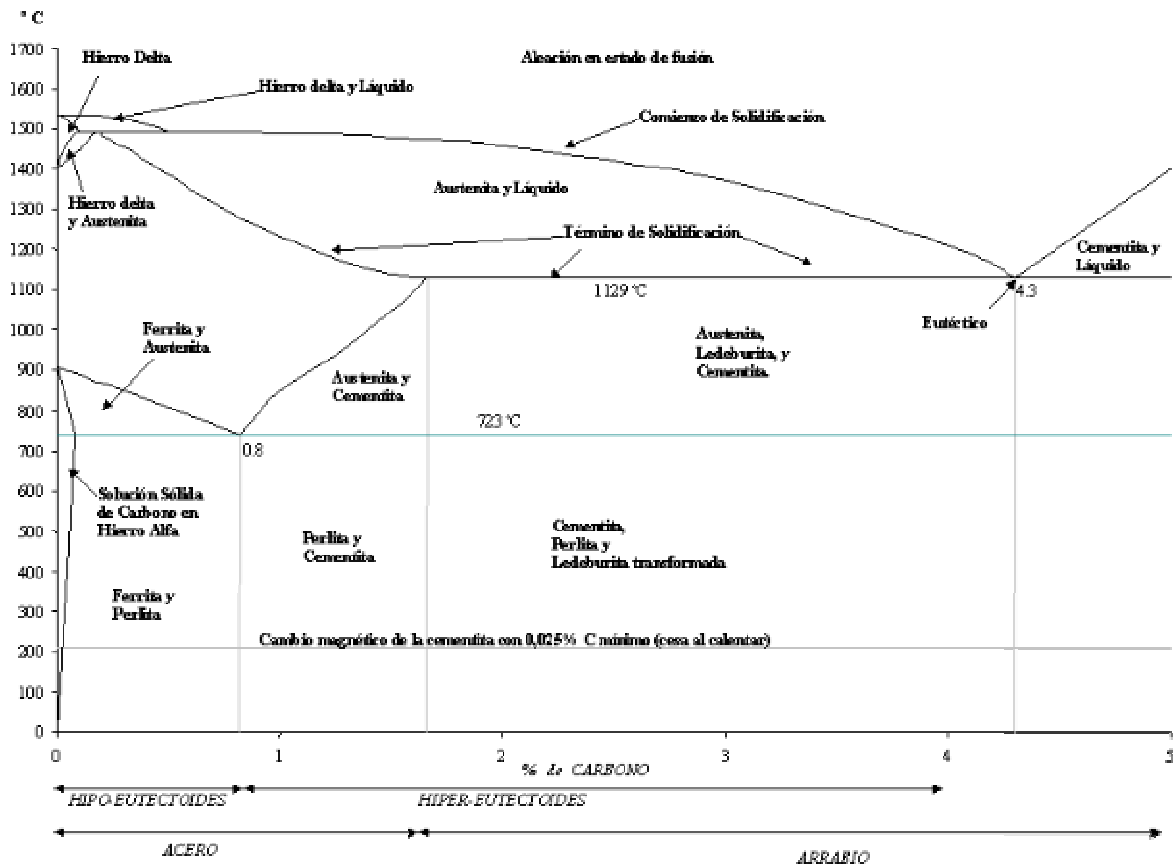


Figura 1.4 Diagrama de fases del acero.

La cementita se forma cuando el acero se enfría lentamente por debajo de la temperatura crítica, ya que el carbono cuenta con más tiempo para difundirse en el hierro. Por otro lado un enfriamiento acelerado, da lugar a una estructura denominada *martensita*; este enfriamiento acelerado puede ser realizado, por ejemplo, sumergiendo al acero en agua fría. La martensita es un material extremadamente duro y quebradizo y lo que ocurre es que el carbono deforma los cristales, porque no ha sido capaz de difundirse en la estructura de la perlita. En la figura 1.4 [Ht08] se muestra el diagrama de fases del acero, en el que se observan las fases de la aleación hierro - carbono, formadas a varias temperaturas y concentraciones de carbono que van desde 0% hasta 1.7% de concentración en peso.

La austenita no es estable a temperatura ambiente, pero existen algunos aceros al cromo-níquel denominados austeníticos cuya estructura es austenítica a temperatura ambiente. La austenita está formada por cristales f.c.c., y no puede atacarse con nital (reactivo usado para revelar la microestructura de algunos

materiales). Sus granos son poligonales frecuentemente maclados [Av74][Qu63][Ht02].

El acero es un material muy útil y versátil que puede modificarse al añadir otros elementos aleantes además del carbono, con la finalidad de ampliar su gama de propiedades. Un ejemplo sería el cromo y el níquel, con los cuales se obtienen los aceros llamados *inoxidables*. Estos aceros inoxidables son una gama de aleaciones que contienen un mínimo de 11% de cromo. El cromo se oxida muy fácilmente en el acero, pero la película de óxido que genera es muy estable y se adhiere fuertemente a la superficie del metal, evitando de esta manera la corrosión; por otro lado, el níquel aumenta la resistencia del acero frente a otros medios no oxidantes, por lo que las propiedades debidas al cromo y al níquel son complementarias entre sí. Por esta razón estos elementos se añaden a una gran cantidad de materiales [Ch68][Av74][Ht02].

Los aceros inoxidables austeníticos se obtienen agregando níquel a la aleación, por lo que la estructura cristalina del material se transforma en austenítica. El contenido de cromo varía de 16 a 28%, el de níquel de 3.5 a 22% y el de molibdeno de 1.5 a 6%. Los tipos más comunes son 304, 304L, 316, 316L, 310 y 317. Sus propiedades básicas son: a) excelente resistencia a la corrosión; b) excelente factor de higiene - limpieza; c) excelente soldabilidad; d) no se endurecen por tratamiento térmico; e) se pueden usar a altas temperaturas [Av74][Ht02].

#### **1.4. Clasificación de los aceros.**

Existen tres métodos principales de clasificación de los aceros que son [Av74][Ht02]:

1. Por su uso, que se basa en el uso final que tendrá el acero, como el acero para máquinas, para resortes, para calderas, estructural o acero para herramientas.
2. Por el contenido de carbono; esta clasificación se basa en el contenido de carbono en el acero.
  - Aceros de bajo carbono: hasta 0.25% de carbono.
  - Aceros de medio carbono: de 0.25% a 0.55% de carbono.
  - Aceros de alto carbono: más de 0.55% de carbono.
3. Por su composición química. Este método indica, por medio de un sistema numérico, el contenido aproximado de los elementos importantes en el acero. El primero de los cuatro o cinco números indica el tipo al que pertenece el acero. De esta manera, 1 indica un acero al carbono; 2 un acero al níquel; 3 un acero al níquel-cromo; 4 un acero al molibdeno; 5 un acero al cromo; 6 un acero al cromo-vanadio (principal aleante el cromo); 8 un acero al níquel-cromo-molibdeno (principal aleante el molibdeno); 9 un acero al níquel-cromo-molibdeno (principal aleante el níquel). En el caso de acero de aleación simple, el

segundo dígito indica el porcentaje aproximado del elemento predominante en la aleación. Los dos o tres dígitos generalmente indican el contenido de carbono medio dividido entre 100; por ejemplo, el símbolo 2520 indica un acero al níquel de aproximadamente 5% de níquel y 0.20% de carbono (acero al bajo carbono).

Los aceros al carbono son muy buenos cuando la resistencia y otros requisitos no son muy severos. Los propósitos de la aleación son varios, entre los cuales podemos citar los siguientes [Ch68][Av74][Ht02]:

- Mejorar la resistencia a temperaturas comunes.
- Mejorar las propiedades mecánicas tanto a altas como a bajas temperaturas.
- Aumentar la resistencia al desgaste.
- Aumentar la resistencia a la corrosión.
- Mejorar las propiedades magnéticas.
- Disminuir la oxidación.
- Etc.

### **1.5. El acero 316L.**

Los aceros inoxidable, tales como el 316L, presentan resistencia a la corrosión, la cual es causada gracias a una película delgada adherente y estable de óxido de níquel que protege efectivamente al acero contra muchos medios corrosivos. Esta propiedad no existe en los aceros estructurales al bajo cromo y existe sólo cuando el contenido de cromo excede el 10% [Ht02].

Los aceros de la serie 3xxx, como ya se había mencionado en la clasificación, corresponden a los aleados con níquel-cromo, y una característica que suelen presentar es que son esencialmente no magnéticos. En estos aceros la razón de níquel a cromo es de aproximadamente 2½ partes de níquel por una parte de cromo. El efecto que produce el níquel es el de aumentar la tenacidad y la ductilidad, mientras que la del cromo es mejorar la templabilidad y la resistencia al desgaste. El cromo proporciona resistencia al desgaste de la superficie endurecida, y por otro lado el níquel y el cromo juntos, mejoran la tenacidad de la parte interna.

La austenita no es estable a temperatura ambiente, pero los aceros al cromo-níquel que corresponden a la serie 3xxx, y que son denominados austeníticos, sí presentan esta estructura austenítica a temperatura ambiente; por consiguiente el acero 316L es austenítico [Av74].

Los aceros con 1.5% de níquel y 0.60% de cromo pertenecen a la serie 31xx; dicha serie contiene manganeso como elemento de aleación. El manganeso es uno de los elementos de la aleación menos costosos y está presente en todos los aceros como desoxidador; asimismo, minimiza la tendencia a la fragilidad en caliente (fragilidad al rojo), resultado de la presencia del azufre.

El manganeso contribuye de manera importante a la resistencia mecánica y a la dureza, pero en menor grado que el carbono, y es más efectivo en los aceros de mayor contenido de carbono. Cuando el contenido de manganeso excede el 10%, el acero será austenítico después de un enfriamiento lento[Ht02][Av74][Ch68].

El acero 316 tiene una buena resistencia a la corrosión, debido a su contenido de molibdeno, y también presenta alta resistencia a la fluencia. Este acero está compuesto químicamente por los siguientes elementos [Av74]:

Elemento químico.	Porcentaje en peso.
Carbono	0.08 máx.
Manganeso	2.00 máx.
Silicio	1.0 máx.
Cromo	16.00 a 18.00
Níquel	10.00 a 14.00
Molibdeno	2.00 a 3.00

El acero 316L es una modificación al bajo carbono del 316, y difiere un poco su composición química con respecto a este último, teniendo así los siguientes elementos químicos [Pa03]:

Elemento químico.	Porcentaje en peso.
Carbono	0.03 máx.
Manganeso	2.00 máx.
Fósforo	0.03 máx.
Azufre	0.03 máx.
Silicio	0.75 máx.
Cromo	17.00 a 20.00
Níquel	12.00 a 14.00
Molibdeno	2.00 a 4.00

recordemos que en ambos casos el resto del porcentaje faltante para llegar al 100% de peso es hierro (Fe), ya que es la base y el elemento más abundante en los aceros.

La presencia de fósforo y azufre, salvo en muy pocas ocasiones, es perjudicial para la calidad de los aceros, procurándose eliminar esos elementos en los procesos de fabricación. En general se recomienda que en los aceros ordinarios el contenido de cada uno de esos elementos no pase del 0.06% y en los aceros de calidad se suele exigir porcentajes de fósforo y azufre inferiores a 0.03% [Av74][Pa03].



Para englobar y ejemplificar lo que se ha mencionado en este capítulo, la figura 1.5 muestra la microestructura del acero 316L:



Figura 1.5 Microestructura del acero 316L (Marble's, 30 seg.; 500x)

en esta foto se pueden ver los granos del material, sus correspondientes fronteras de granos y algunas maclas formadas durante la solidificación del acero, estas maclas no se presentan en la fase austenítica del material, por lo cual las podemos atribuir a la martensita residual que se queda inmersa en la matriz austenítica.

## **Capítulo 2.**

### **Implantación de iones.**

#### **2.1. Proceso de implantación.**

El proceso de implantación consiste en la inmersión superficial de partículas (electrones, protones, átomos ionizados, moléculas ionizadas, etc.) en un cierto material. Estas partículas implantadas interactúan principalmente con los electrones del material, debido a que éstos abundan en cualquier sustancia. Tenemos que la ionización y excitación de los átomos o moléculas es el resultado de la implantación de partículas en cualquier sustancia, seguido de la consecuente desexcitación que produce radiación secundaria como lo pueden ser fotones, electrones Auger, etc.

En ocasiones ocurre que las partículas incidentes interactúan con los núcleos atómicos del material, lo que podría provocar que el núcleo sea desplazado de su lugar propiciando así un cambio local de estructura en el material y al igual que cuando interactúa con los electrones, aquí también se llega a producir radiación secundaria [Ri01][De73].

Durante el proceso de implantación se deposita energía en el material, provocando un calentamiento de la muestra. En ocasiones también ocurren ciertas reacciones químicas u otro tipo de procesos, los cuales dependen de las propiedades físicas y químicas del material absorbedor, así como del tipo de partículas que se le implantan.

Al implantar partículas en un material absorbedor, estas penetran a una cierta profundidad por debajo de la superficie del material; tal penetración depende del tipo de partícula incidente, la energía inicial de las partículas implantadas, del material absorbedor, etc. También depende del arreglo geométrico, es decir, el ángulo de incidencia de las partículas con respecto al sistema del laboratorio. Como ejemplo podemos ver un cálculo realizado por el simulador llamado SRIM-2003 (figura 2.1):

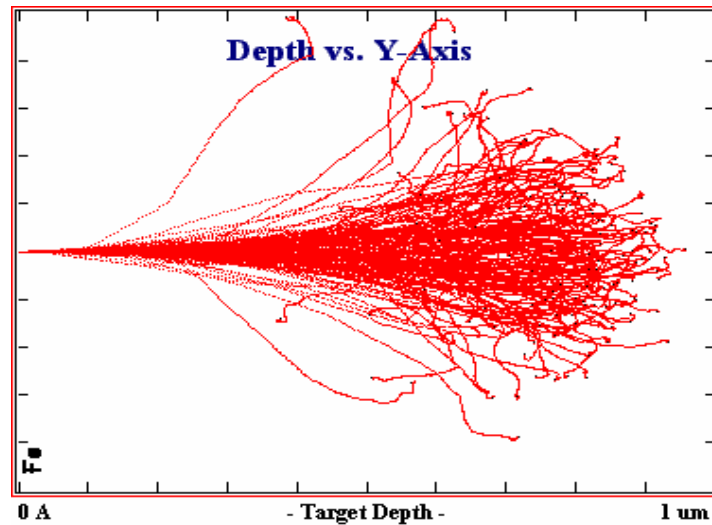


Figura 2.1 Carbono de 1MeV implantado sobre Fe a 0° (SRIM-2003).

## 2.2. Acelerador Pelletron.

El implantador de iones que se usó en este estudio fue un acelerador Pelletron de 3 MV modelo 9SDH-2 producido por la compañía National Electrostatic Corp. (NEC, U.S.A.). Sus componentes son: una fuente de iones, un mecanismo extractor y analizador de iones, un generador de alto voltaje con dos columnas de aceleración, un electroimán deflector, un sistema de barrido y una estación o cámara final. Este acelerador es tipo tandem, lo cual significa que tiene dos partes de aceleración.

La fuente de iones contiene los elementos sólidos a implantar, además de contar con un sistema que ioniza a tales elementos. En algunas fuentes de iones, los elementos que serán ionizados, son obtenidos por espurreo de una muestra sólida que contiene tales elementos; este tipo de fuentes son usadas justamente para poder implantar casi todos los elementos de la tabla periódica, excepto los gases nobles (debido a que no se pueden obtener con una carga neta negativa).

En la fuente llamada SNICS el ion que se usa para producir el espurreo es el  $\text{Cs}^+$ , ya que dicho ion incrementa la producción de iones negativos del elemento deseado. El cesio almacenado en un contenedor, es calentado por encima de los  $170^\circ\text{C}$  para producir vapor de cesio, el cual es introducido en la fuente por medio de un pequeño tubo (ver figura 2.2). Un ionizador que se encuentra a una temperatura que supera los  $1200^\circ\text{C}$ , ioniza al cesio para así tener iones  $\text{Cs}^+$  que son acelerados por un voltaje de  $7\text{keV}$  hacia el cátodo para producir el espurreo de éste [Ri95].

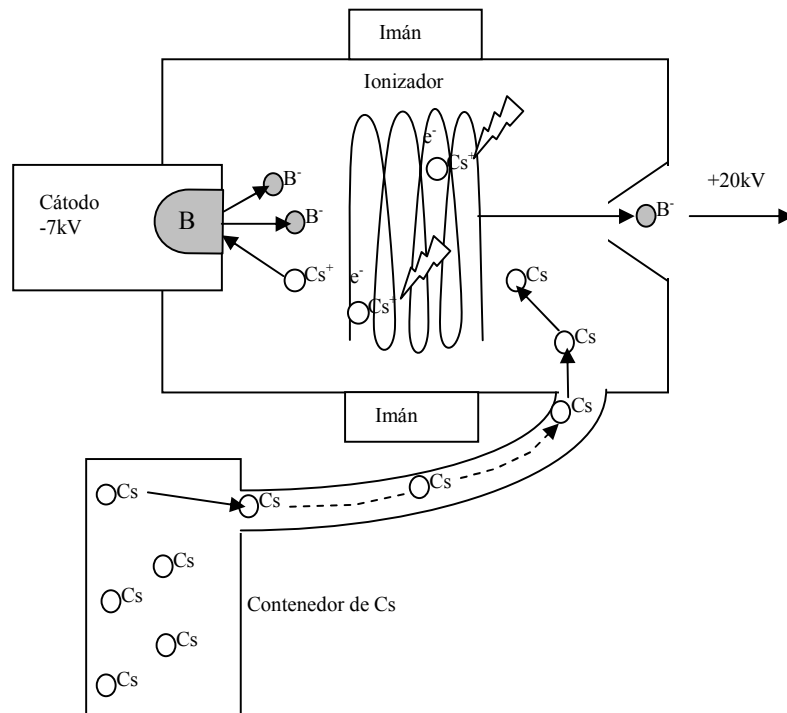


Figura 2.2 Fuente de iones.

Los iones negativos del cátodo, son extraídos de la cámara con un potencial de unos 20keV y después entran a un pre-acelerador, que cuenta con un voltaje entre 0 a 80keV, esto antes de entrar al tanque acelerador [Ri95].

Otro tipo de fuente de iones es la conocida fuente de radiofrecuencia (NEC Alphatross). En este tipo de fuente, un gas o una mezcla de gases contenida en una botella de cuarzo, es disociado por un oscilador de radiofrecuencia. Gracias a una diferencia de potencial, se empuja a los iones fuera de la cámara, formando de esta manera un haz positivo continuo, para convertirlo a un haz negativo, el haz es inyectado a un intercambiador de carga de rubidio.

Como ya se mencionó, los iones son extraídos de la fuente con un pequeño voltaje de aceleración y son inyectados dentro del analizador magnético, el cual selecciona al elemento debido a que los iones están sometidos a la fuerza de Lorentz, y una diferencia en la carga y en la masa provoca una desviación específica en la trayectoria de cada uno de los iones, con lo cual sólo el ion seleccionado es inyectado dentro de la columna de aceleración [Ri95][Wi00].

Los iones que entran a la columna de aceleración son acelerados por un campo eléctrico estático, además son enfocados para ser implantados. El generador de alto voltaje está constituido por dos columnas o bloques de aceleración; en el primer bloque de aceleración los iones acelerados son negativos, mientras que en el segundo bloque los iones acelerados son positivos. Esto ocurre porque en la parte

central del acelerador existe un potencial positivo, lo que propicia que los iones negativos a la entrada sean atraídos por este potencial, aunque una vez que alcanzan el centro del acelerador y cambian de carga, los iones son ahora repelidos en el segundo bloque de aceleración.

Los iones negativos a la mitad de su trayecto son despojados de algunos electrones, para finalmente tener una carga neta positiva y concluir la última parte de la aceleración tal como se describió anteriormente. Para lograr despojar a los iones negativos de algunos de sus electrones, el haz pasa a través de una sección del acelerador donde hay un gas llamado "gas stripper" que resulta ser gas nitrógeno, este gas les despoja de algunos electrones a las partículas que pasan a través de él [Ri95].

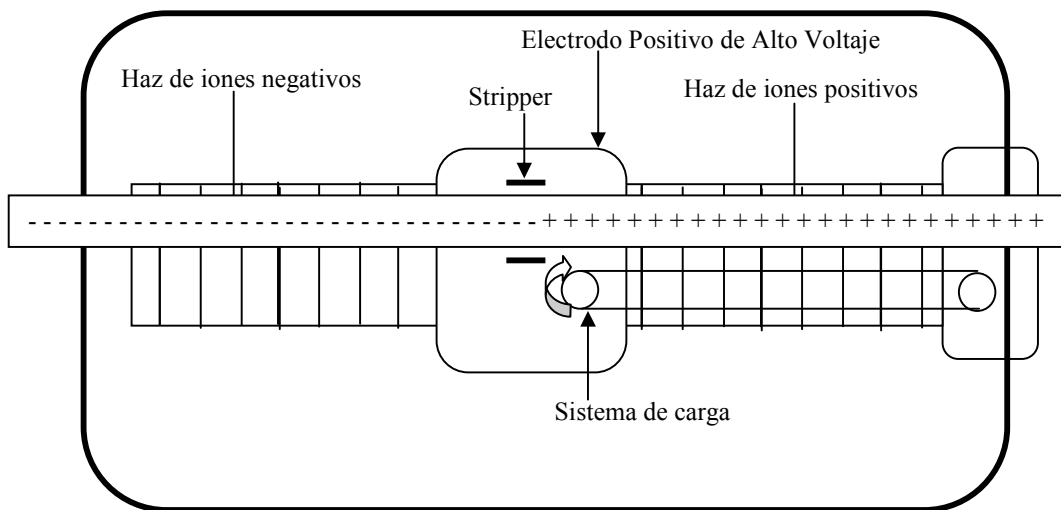


Figura 2.3 Acelerador Pelletron.

En el Pelletron la carga se realiza a través de una cadena; la figura 2.3 muestra las distintas partes de un acelerador tipo Pelletron. La primera sección del tanque de aceleración está aterrizada, el potencial positivo logrado por medio del sistema de carga, se encuentra en la parte central del tanque y por último, la sección final del tanque también está aterrizada. De este modo los iones negativos que entran se sienten atraídos por el potencial positivo en el centro del tanque. Al llegar al centro, los iones son despojados de algunos electrones por el stripper y al quedar como iones positivos, éstos son repelidos por el mismo potencial positivo en el centro del tanque de aceleración[Ri95][Sc86].

Una vez que salen los iones positivos del acelerador, pasan por un electroimán deflector que dirige el haz hacia alguna de las cámaras con la que cuenta el Pelletron. Esto lo hace de manera análoga a como trabaja el sistema extractor y analizador de iones, es decir, el electroimán provoca que los iones estén expuestos a un campo magnético y por consiguiente a una fuerza de Lorentz, la cual desvía a los iones un ángulo que depende de la carga del ion y de su velocidad. De esta manera

tenemos un sistema que selecciona de manera muy precisa la carga y la energía cinética de los iones que queremos implantar [Wi00][Sc86].

Por último, los iones son distribuidos uniformemente sobre una muestra por el sistema de barrido que trabaja con campos eléctricos variables en las direcciones X e Y. Los iones que pasaron por este sistema de barrido, finalmente ingresan en la cámara donde se tiene colocado el absorbedor en el que se implantarán.

### 2.3. Interacción de los iones con la materia.

Los iones son aquellos átomos o moléculas que tienen una carga neta positiva o negativa; esta carga es adquirida porque las partículas perdieron o ganaron uno o más electrones.

Las partículas cargadas al penetrar en un cierto material e interactuar con él, lo hacen principalmente a través de la fuerza coulombiana y por esta razón su alcance en dicho material resulta ser mucho menor que el de las partículas no cargadas; los alcances aproximados se muestran en la siguiente tabla [Kn00]:

Partícula	Alcance
Iones pesados	$\sim 10^{-5}\text{m}$
Electrones rápidos	$\sim 10^{-3}\text{m}$
Neutrones	$\sim 10^{-1}\text{m}$
Rayos X y rayos $\gamma$	$\sim 10^{-1}\text{m}$

Este alcance depende mucho del tipo de material y la energía de la radiación incidente, entre otras cosas.

Para cuantificar y definir el alcance de una partícula, consideremos una fuente colimada de partículas alfa monoenergéticas. El flujo de partículas alfa es medido por un detector, después de pasar a través de un absorbedor de grosor variable. Para pequeños valores del grosor del absorbedor, el único efecto es la pérdida de energía de las partículas, pero éstas pasarán a través del absorbedor, así que el número de partículas detectadas después del absorbedor será casi el mismo que al inicio. El haz no se atenuará hasta que el espesor del absorbedor se aproxime a la longitud promedio que alcanzan las partículas en el absorbedor. A partir de allí, aumentando el espesor ligeramente, el haz atenuará su intensidad hasta llegar a cero (ver figura 2.4).

El alcance promedio  $R_m$  se define como el espesor del absorbedor que reduce las cuentas de las partículas exactamente a la mitad del valor inicial en ausencia de absorbedor. Este alcance promedio está sujeto a un cierto esparcimiento, definido como la fluctuación de la longitud del camino de partículas con la misma energía inicial [Kn00].

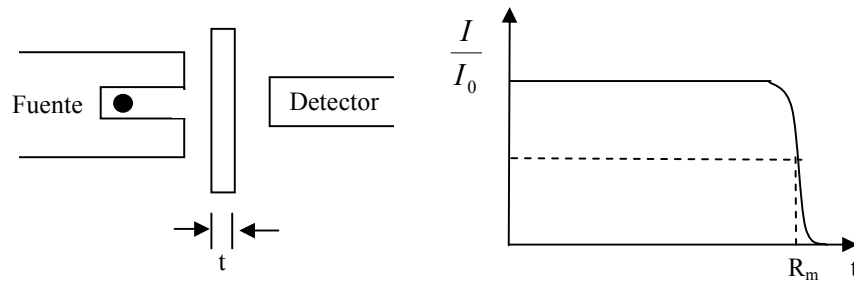


Figura 2.4

Por otro lado, el tiempo requerido para frenar a una partícula cargada en un absorbedor puede ser deducido del alcance y de la velocidad promedio. Para partículas no relativistas de masa  $m$  y energía cinética  $E$ , la velocidad es:

$$v = \sqrt{\frac{2E}{m}} = c \sqrt{\frac{2E}{mc^2}} = \left(3 \times 10^8 \frac{m}{s}\right) \sqrt{\frac{2E}{(931 \text{ MeV} / \text{amu}) m_a}} \quad \text{-----} \quad (1)$$

donde  $m_a$  es la masa de la partícula en unidades de masa atómica y  $E$  es la energía de la partícula en MeV. Si asumimos que la velocidad promedio de la partícula es  $\langle v \rangle = kv$ , donde  $v$  es la velocidad inicial debida a su energía, de este modo el tiempo de frenado  $T$  puede ser calculado en términos del alcance  $R$ :

$$T = \frac{R}{\langle v \rangle} = \frac{R}{kc} \sqrt{\frac{mc^2}{2E}} = \frac{R}{k \left(3 \times 10^8 \frac{m}{s}\right)} \sqrt{\frac{931 \text{ MeV} / \text{amu}}{2}} \sqrt{\frac{m_a}{E}} \quad \text{-----} \quad (2)$$

Si la partícula es desacelerada uniformemente, entonces  $\langle v \rangle$  está dada por  $v/2$  ya que  $k=0.5$ . Sin embargo, las partículas cargadas generalmente pierden energía a una tasa mayor cerca de la parte final de su rango, y  $k$  debe ser una fracción un tanto grande. Asumiendo  $k=0.6$ , el tiempo de frenado puede ser estimado como:

$$T = 1.2 \times 10^{-7} R \sqrt{\frac{m_a}{E}} \quad \text{-----} \quad (3)$$

donde  $T$  está en segundos,  $R$  en metros,  $m_a$  en unidades atómicas y  $E$  en MeV. Los tiempos de frenado típicos de partículas cargadas son de unos pocos picosegundos en sólidos o líquidos y de unos pocos nanosegundos en gases [Kn00][Ri01].

Las partículas cargadas que entran al material están sujetas a la fuerza coulombiana que existe entre los electrones presentes en cualquier medio y las propias partículas entrantes, esto ocurre a lo largo de toda la trayectoria. El fenómeno que ocurre es la transferencia de energía de la radiación incidente a los electrones o a los núcleos de los átomos constituyentes del material.

Al igual que existe una fuerza coulombiana entre los iones incidentes y los electrones del material que provoca un frenado electrónico  $(-dE/dx)_e$ , existe una fuerza coulombiana entre los iones incidentes y los átomos completos del material

que provocan un frenado nuclear  $(-dE/dx)_n$ . Por medio de estos dos frenados se cede parte de la energía de los iones al material, obteniendo así un poder de frenado total [Ri01]:

$$-\frac{dE}{dx} = \left(-\frac{dE}{dx}\right)_e + \left(-\frac{dE}{dx}\right)_n \quad \text{-----} \quad (4)$$

La gráfica de la energía perdida  $-dE/dx$  a lo largo de la trayectoria de un haz de partículas cargadas, tal como lo muestra la figura 2.5, es conocida como "Curva de Bragg" [Kn00]:

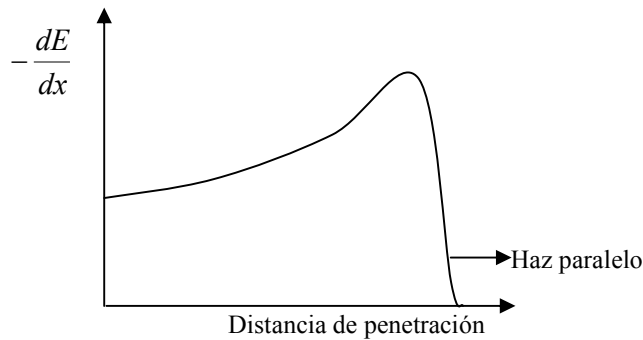


Figura 2.5

## 2.4. Frenado electrónico.

Al entrar a cualquier medio, los iones positivos inmediatamente interactúan de manera simultánea con muchos electrones. Los campos de los electrones generan una fuerza coulombiana atractiva, conforme la partícula pasa en la vecindad de ellos. Dependiendo de la proximidad de los encuentros, el impulso resultante puede ser suficiente para elevar a un electrón a una capa superior dentro de su átomo (excitación), o para remover completamente al electrón de su átomo (ionización). La energía transferida al electrón, proviene de la partícula cargada incidente, y por lo tanto su velocidad disminuye a causa de este acontecimiento [Ri01].

La energía máxima que puede ser transferida de una partícula cargada de masa  $m$  con energía cinética  $E$ , a un electrón de masa  $m_0$  en una única colisión es  $4Em_0/m$ , o alrededor de  $1/500$  de la energía de la partícula. Debido a que ésta es una fracción muy pequeña de la energía total, la partícula incidente debe perder su energía en múltiples interacciones durante su paso a través del absorbedor. En cualquier momento, la partícula está interactuando con varios electrones, así que el efecto neto es un decrecimiento gradual de su velocidad hasta que la partícula es detenida completamente [Kn00].

A excepción de la parte final, las trayectorias de las partículas cargadas son rectas, porque no son fuertemente deflectadas por algún otro acontecimiento. Por lo



tanto las partículas cargadas son caracterizadas por un alcance definido en un absorbedor dado.

El poder de frenado electrónico lineal  $(-dE/dx)_e$  para partículas cargadas en un absorbedor dado es definido simplemente como la energía perdida por la partícula en un pequeño espesor del material.

Para partículas con un estado de carga dado,  $(-dE/dx)_e$  aumenta conforme la velocidad de la partícula decrece. La expresión clásica que describe la tasa de pérdida de energía es conocida como la formula de Bethe, la cual es [Kn00]:

$$\left(-\frac{dE}{dx}\right)_e = \left(\frac{4\pi e^4 z_1^2}{m_0 v^2}\right) NB \quad \text{-----} \quad (5)$$

donde:

$$B \equiv z_2 \left[ \ln \frac{2m_0 v^2}{I} - \ln \left(1 - \frac{v^2}{c^2}\right) - \frac{v^2}{c^2} \right] \quad \text{-----} \quad (6)$$

En esta expresión,  $v$  y  $z_1 e$  son la velocidad y carga de la partícula incidente respectivamente,  $N$  y  $z_2$  son la densidad atómica y el número atómico de los átomos absorbedores respectivamente,  $m_0$  es la masa del electrón en reposo, y  $e$  es la carga del electrón. El parámetro  $I$  es el potencial promedio de ionización del absorbedor y es frecuentemente tratado como un parámetro determinado experimentalmente para cada elemento. Para partículas cargadas no relativistas ( $v \ll c$ ), sólo el primer termino de  $B$  es significativo. La ecuación (5) es generalmente válida para diferentes tipos de partículas cargadas debido a que su velocidad permanece grande comparada con la velocidad de los electrones orbitales de los átomos del absorbedor [Kn00][Ri01][De73].

El comportamiento general de  $(-dE/dx)_e$  puede ser inferido del comportamiento del factor multiplicativo. Para una partícula no relativista dada,  $(-dE/dx)_e$  varía como  $1/v^2$ , es decir, inversamente proporcional a la energía de la partícula [Ri01][Kn00].

Al final de la trayectoria de la partícula cargada, es donde pierde una gran cantidad de energía, debido a que la partícula pasa un gran tiempo en la vecindad de algún electrón dado, al cual le transfiere una buena cantidad de energía.

Cuando comparamos diferentes partículas cargadas con la misma velocidad, el único factor que cambia aparte del término logarítmico en la ecuación (6) es  $z_1^2$  que se encuentra en el numerador de la ecuación (5). Por lo tanto, partículas con carga grande tendrán una tasa grande de pérdida de energía. En contraste, en los diferentes materiales absorbedores,  $(-dE/dx)_e$  dependerá principalmente del producto  $Nz_2$ , que es independiente del termino logarítmico. Este producto  $Nz_2$  representa la densidad electrónica del absorbedor. Al final de la trayectoria de la partícula, ésta adquiere  $z_1$  electrones que le permiten neutralizar el átomo [Kn00].

## 2.5. Frenado nuclear.

El frenado nuclear  $(-dE/dx)_n$  es causado por los choques ocurridos entre los iones incidentes y los átomos del material. Debido a que las partículas en colisión tienen masas comparables, los proyectiles son desviados fuertemente, provocando trayectorias quebradas y en ocasiones los átomos del material con los que chocan los proyectiles son desplazados de su lugar.

El desplazamiento de algún átomo del material se puede dar cuando la energía transferida a dicho átomo es superior a una energía dada que depende del arreglo estructural del material. Al ocurrir esta clase de eventos, se generan por consiguiente defectos estructurales en el material o inclusive se puede revelar la estructura del mismo, debido a que sucede un efecto análogo al ocurrido durante un ataque químico, por lo cual ciertos átomos son más vulnerables a ser desplazados de su lugar.

Tenemos que el poder de frenado nuclear está dado por [Ri01]:

$$\left(-\frac{dE}{dx}\right)_n = NS_n(E) \quad \text{-----} \quad (7)$$

donde  $N$  es la densidad atómica del material absorbedor y  $S_n(E)$  es la sección atómica de frenado, la cual está en función de la energía. Esta sección atómica de frenado puede ser calculada de la siguiente manera [Ri01].

Se define

$$\varepsilon = \frac{32.52m_2E}{z_1z_2(m_1+m_2)(z_1^{0.23}+z_2^{0.23})} \quad \text{-----} \quad (8)$$

como la energía reducida;  $m_1$  y  $m_2$  son la masa de la partícula incidente y la masa del átomo del absorbedor respectivamente;  $z_1$  y  $z_2$  son los números atómicos del ion incidente y del absorbedor respectivamente.

Con lo anterior es posible calcular la sección de frenado reducida, la cual es [Ri01]:

para  $\varepsilon \leq 30$ :

$$S_n(\varepsilon) = \frac{\ln(1+1.1383\varepsilon)}{2(\varepsilon+0.01321\varepsilon^{0.21226}+0.19593\varepsilon^{0.5})} \quad \text{-----} \quad (9)$$

y para  $\varepsilon > 30$ :

$$S_n(\varepsilon) = \frac{\ln \varepsilon}{2\varepsilon} \quad \text{-----} \quad (10)$$

finalmente se puede calcular la sección atómica de frenado con la siguiente fórmula [Ri01]:

$$S_n(E) = \frac{8.462 \times 10^{-15} z_1 z_2 m_1 S_n(\varepsilon)}{(m_1 + m_2)(z_1^{0.23} + z_2^{0.23})} eVcm^2 / \text{átomo} \quad \text{----} \quad (11)$$

Con todo lo anterior es posible calcular el poder de frenado electrónico, el poder de frenado nuclear y por consiguiente el poder de frenado total.

## 2.6. Espurreo.

Cuando un haz de partículas energéticas incide sobre un sólido (tal como sucede durante la implantación de iones), ocurren varios procesos. Uno de ellos es la liberación de átomos de la superficie del sólido, causado por el choque entre las partículas del haz y los átomos del material; este proceso es llamado *espurreo* (*sputtering*). En esencia, el espurreo es la erosión superficial del sólido generada por las partículas incidentes sobre su superficie. Tal erosión produce un cambio superficial en la composición y en la estructura del sólido.

El espurreo de metales puros puede describirse con cascadas de colisiones elásticas iniciadas por las partículas incidentes en las capas superficiales. Para sólidos que tienen más de un elemento químico o para no metales y/o sólidos bombardeados con iones que reaccionan químicamente con los átomos del material, esta descripción no es suficiente ya que el espurreo es influenciado por otros procesos (reacciones químicas, erosión preferencial de algunos elementos, etc.) [Tp83][De73].

Esta descripción con cascadas de colisiones contempla choques elásticos en las capas superficiales del sólido. Todo inicia cuando una partícula incidente con suficiente energía colisiona con un átomo del sólido. Esta primera colisión genera una cascada subsecuente de colisiones; en dichas cascadas, existen tres casos posibles de comportamiento [Tp83]:

- El caso de un solo choque causado por una partícula de bombardeo de baja energía o por una partícula ligera. En este caso sólo ocurren unas pocas colisiones y las primeras colisiones atómicas son las que pueden contribuir significativamente al espurreo.

- El caso de una cascada de choques producida por las partículas de bombardeo de mediano o gran número atómico y cuya energía es del orden de keV. En este caso pueden desarrollarse cascadas de colisiones, desplazando así a una gran cantidad de átomos de la superficie de nuestro material.

- El caso de un comportamiento “spike”, que es causado por iones de número de masa grande y energías del orden de 20 a 80 keV. En este caso, las cascadas que

producen el espurreo son muy densas y un gran número de átomos dentro del volumen de la cascada es liberado de su lugar y puesto en movimiento.

En materiales cristalinos la probabilidad de que los proyectiles incidentes produzcan el primer choque que generará la cascada de colisiones, es influenciada por la estructura del cristal, debido a que las fronteras de grano, los bloques o granos y otras características propias del material provocan distintos efectos.

Para una descripción cualitativa del proceso de espurreo, las cascadas de colisiones son tratadas como una secuencia de colisiones binarias separadas. En tal caso, se conocen los parámetros en las colisiones, es decir, el potencial o la sección transversal diferencial, la energía perdida por electrones, la estructura y la orientación cristalina del sólido. Frecuentemente es posible hacer una simulación computacional con dichos parámetros [Ri95].

La erosión total de un sólido es medida por el rendimiento de espurreo  $Y$ , definido como el promedio de átomos removidos de la superficie del sólido por cada partícula incidente. Las partículas incidentes pueden ser iones, átomos neutros, neutrones, electrones o fotones; cuando se bombardea con moléculas no monoatómicas, se define el rendimiento por molécula incidente.

Para el espurreo de materiales constituidos por varios elementos químicos, se define un rendimiento parcial  $Y_i$  en la superficie. Este rendimiento parcial es el promedio de átomos del tipo  $i$  removidos por cada partícula incidente. Al sumar todos los rendimientos parciales, obtenemos un rendimiento total de espurreo  $Y = \sum Y_i$  [Tp83].

La fórmula empírica que se suele usar para el espurreo es la desarrollada por Yamamura [MA84]:

$$Y(E) = 0.42 \frac{\alpha^* Q K s_n(\varepsilon)}{U_s [1 + 0.35 U_s s_e(\varepsilon)]} \left[ 1 - \left( \frac{E_{th}}{E} \right)^{1/2} \right]^{2.8} \quad \text{-----} \quad (12)$$

donde  $E$  es la energía del ion incidente,  $U_s$  es la energía de sublimación (en eV),  $s_n(\varepsilon)$  y  $s_e(\varepsilon)$  son las secciones transversales de frenado reducidas de Lindhard elástica e inelástica respectivamente,  $\alpha^*$ ,  $Q$  y  $E_{th}$  son parámetros empíricos.

Algunos términos de la fórmula 12 están expresados en función de la energía reducida. Con la energía reducida podemos calcular  $s_n(\varepsilon)$  y  $s_e(\varepsilon)$  de la siguiente manera:

$$s_n(\varepsilon) = \frac{3.441 \sqrt{\varepsilon} \ln(\varepsilon + 2.718)}{1 + 6.355 \sqrt{\varepsilon} + \varepsilon(-1.708 + 6.882 \sqrt{\varepsilon})} \quad \text{-----} \quad (13)$$

$$s_e(\varepsilon) = 0.079 \varepsilon^{1/2} \frac{(m_1 + m_2)^{3/2}}{m_1^{3/2} m_2^{1/2}} \frac{z_1^{2/3} z_2^{1/2}}{(z_1^{2/3} + z_2^{2/3})^{3/4}} \quad \text{-----} \quad (14)$$

Por otro lado tenemos que el factor  $K$  resulta ser:

$$K = 8.478 \frac{z_1 z_2}{(z_1^{2/3} + z_2^{2/3})^{1/2}} \frac{m_1}{m_1 + m_2} \quad \text{-----} \quad (15)$$

Y por último los términos  $\alpha^*$  y  $E_{th}$  se calculan como sigue:

$$\alpha^* = 0.08 + 0.164 \left( \frac{m_2}{m_1} \right)^{0.4} + 0.0145 \left( \frac{m_2}{m_1} \right)^{1.29} \quad \text{-----} \quad (16)$$

$$E_{th} = U_s \left[ 1.9 + 3.8 \left( \frac{m_2}{m_1} \right)^{-1} + 0.134 \left( \frac{m_2}{m_1} \right)^{1.24} \right] \quad \text{-----} \quad (17)$$

En las fórmulas anteriores,  $z_1$  y  $z_2$  son los números atómicos del ion incidente y de los átomos de la muestra, mientras que  $m_1$  y  $m_2$  son sus números de masa respectivamente. Los valores de  $U_s$  y  $Q$  se muestran en la tabla I de la bibliografía [MA84].

En la superficie de un cristal, pequeñas trazas de impurezas o defectos de la superficie pueden causar localmente diferentes tasas de rendimiento de espurreo. Por otro lado, en la superficie de un policristal, existen distintos rendimientos de espurreo a cada uno de los cristales, causado principalmente por las orientaciones de cada uno de los cristales y por el ángulo de incidencia del haz de partículas; lo anterior provoca que los distintos cristales se hagan visibles en la superficie del sólido.

En los sólidos con múltiples componentes químicos se observa espurreo preferencial, es decir, el rendimiento parcial de espurreo de cada uno de los elementos no es proporcional a su concentración atómica en la superficie del sólido. Experimentalmente, el fenómeno de espurreo preferencial es muy marcado, por lo que la concentración en la superficie de una muestra virgen cambia durante el proceso de bombardeo o implantación [Tp83][Ri95].

Los átomos removidos de la superficie del sólido son emitidos en todas las direcciones, con una cierta distribución en energías, así como en diferentes estados de excitación y carga.

## **Capítulo 3.**

### **Técnicas de microanálisis.**

#### **3.1. Metalografía.**

La metalografía estudia microscópicamente las características estructurales de un metal o de una aleación. Es posible determinar el tamaño de grano, y el tamaño, forma y distribución de varias fases e inclusiones que tienen gran efecto sobre las propiedades mecánicas del metal. La microestructura dependerá del tratamiento mecánico y térmico del metal y, bajo un conjunto de condiciones dadas, podrá predecirse su comportamiento.

La experiencia ha demostrado que el éxito en el estudio microscópico depende en mucho del cuidado que se tenga para preparar la muestra. El objetivo es obtener una superficie plana, sin rayaduras, semejante a un espejo. Para lograr tal objetivo se sigue un procedimiento de preparación muy meticuloso que consiste en tener una buena muestra, montarla en alguna pieza para su fácil manejo, esmerilar la muestra, darle un pulido intermedio, y después uno fino con un paño acompañado de polvos abrasivos y por último darle un lavado [Av74].

Una vez que se tiene una muestra pulida y limpia se procede al ataque químico. El propósito del ataque químico es hacer visibles las características estructurales del metal o aleación. El proceso debe ser tal que queden claramente diferenciadas las partes de la microestructura. Esto se logra mediante un reactivo apropiado que somete a la superficie pulida a una acción química.

Las distintas fases presentes en una aleación son reveladas durante el ataque químico, esto a causa de que el reactivo ataca de manera distinta a cada una de esas fases, basándose en su composición química [Ch68]. En las aleaciones uniformes de una sola fase o metales puros, se obtienen contrastes, y las fronteras de grano se hacen visibles debido a las diferencias en la rapidez a la que los diversos granos son atacados por el reactivo. Esta diferencia en la rapidez de ataque está asociada principalmente a la orientación que guardan las diferentes secciones del grano con el plano de la superficie pulida.

Gracias al ataque químico, las fronteras de grano aparecerán como valles en la superficie pulida. Al chocar la luz del microscopio con la orilla de estos valles, ésta es reflejada fuera del microscopio, haciendo que las fronteras de grano aparezcan como líneas oscuras. La selección del reactivo de ataque está determinada por el metal o aleación y la estructura específica que se desea ver.

Los reactivos actúan fundamentalmente de tres maneras distintas [Ch68][Av74]:

1. Ciertos reactivos disuelven preferentemente a algunos de los constituyentes, los cuales pierden el brillo del pulido y aparecen oscuros con relación a los no atacados.
2. En muchos casos el reactivo provoca coloración superficial que permite diferenciar los diversos constituyentes.
3. También se puede precipitar sobre la superficie de ciertos constituyentes un metal o un precipitado formado por la reacción.

En un ataque químico, algunos átomos del material son desprendidos de su estructura, y los más propensos a ello son los átomos que se encuentran en la frontera de grano, debido a que su amarre a la estructura es más débil que el de los átomos que están alejados de la frontera de grano, es decir, adentrados en el cristal. Esto es lo que genera los ya mencionados valles en la superficie de la muestra [Av74].

### **3.2. Microdureza.**

Existen varias pruebas para determinar la dureza que presenta un determinado material sólido. Para un material dado, su dureza puede ser modificada al realizar algún tipo de tratamiento o prueba sobre él; tal es el caso de la implantación de iones realizada en este trabajo al acero 316L.

La resistencia a la indentación es realizada imprimiendo en la muestra un marcador o indentador de geometría determinada, bajo una carga estática conocida que se aplica directamente o por medio de un sistema de palanca. Dependiendo del sistema de prueba, la dureza se expresa por un número inversamente proporcional a la profundidad de la indentación para una carga y un marcador específico, o proporcional a una carga media sobre el área de indentación. Existen tres principales pruebas de dureza por indentación que son: la prueba Brinell, la prueba Rockwell y la prueba Vickers [Av74][Ch68].

La prueba de dureza Vickers se realiza con un instrumento que utiliza un marcador piramidal de diamante de base cuadrada con un ángulo inclinado de  $136^\circ$  entre las caras opuestas [Va98]. El intervalo de carga está generalmente entre 1 y 120 Kg. En el probador de dureza Vickers, los números se expresan en términos de carga y área de la impresión. Como resultado de la forma del marcador, la impresión sobre la superficie de la muestra será un cuadrado (ver figura 3.1) [Av74][Va98]. La longitud de la diagonal del cuadrado es medida por medio de un microscopio equipado con un micrómetro ocular que contiene filos móviles. La distancia entre los filos se indica en un contador calibrado en milésimas de

milímetro. Por lo general, hay tablas para convertir la diagonal medida al número de dureza Vickers (HV) o por medio de la fórmula [Av74]:

$$HV = \frac{1.854 L}{d^2} \quad \text{-----} \quad (1)$$

donde:

L= carga aplicada, en Kg.;

d= longitud de la diagonal del cuadrado de la impresión, en mm.

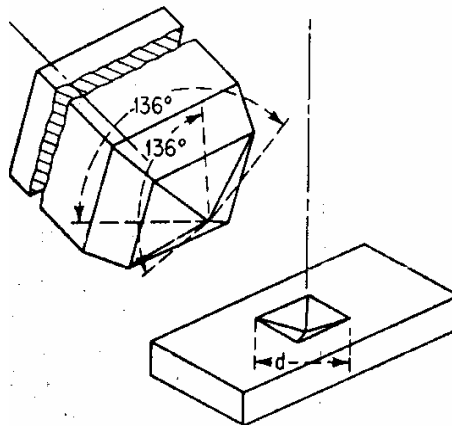


Figura 3.1

El término "prueba de microdureza" es engañoso ya que podría referirse a la prueba de pequeños valores de dureza cuando en realidad significa el uso de impresiones pequeñas. Las cargas de prueba están entre 1 y 1000 g. Hay dos tipos de marcadores empleados para la prueba de microdureza: la pirámide de diamante Vickers de base cuadrada de 136°, descrita anteriormente y el marcador Knoop de diamante alargado [Av74][Va98].

Algunos de los factores que influyen en la exactitud de cualquier prueba de dureza por indentación son [Av74]:

- Condiciones del marcador de muescas.
- Exactitud de la carga o esfuerzo aplicado.
- Condición de superficie de la muestra.
- Espesor de la muestra.
- Forma de la muestra.
- Localización de las impresiones (no cercanas a la orilla).
- Uniformidad del material.



## Capítulo 4.

### Técnicas de análisis de tipo atómico.

#### 4.1. Retrodispersión de Rutherford (RBS).

El proceso de retrodispersión consiste en un haz de partículas cargadas positivamente incidiendo en un determinado material. Las partículas son dispersadas a diferentes ángulos fuera de la muestra, esto a causa de choques elásticos entre las partículas incidentes y los átomos de la muestra. El que la colisión sea del tipo elástica significa que las dos partículas que chocan conservan sus estados energéticos iniciales después de la colisión.

Las partículas incidentes son dispersadas a distintas profundidades del material, lo que implica que las partículas dispersadas a mayor profundidad deben de recorrer una considerable distancia de regreso para salir del sólido, lo que provoca que pierdan una buena parte de su energía en ese trayecto. Por otro lado, las partículas que son retrodispersadas cerca de la superficie, pierden muy poca energía y rebotarán prácticamente con la misma energía con la que incidieron sobre el sólido (ver figura 4.1) [Ch78].

El proceso de retrodispersión depende de la sección eficaz del proyectil, de su energía y del material sobre el que está incidiendo. En la figura 4.1 se muestra un espectro típico de RBS, en el que se muestran el número de cuentas en función de la energía. En este tipo de espectro los elementos aparecen como escalones o picos dentro del espectro completo; entre mayor sea el número atómico del elemento, más hacia la derecha aparecerá, al igual que entre más por debajo de la superficie esté, aparecerá más hacia la izquierda.

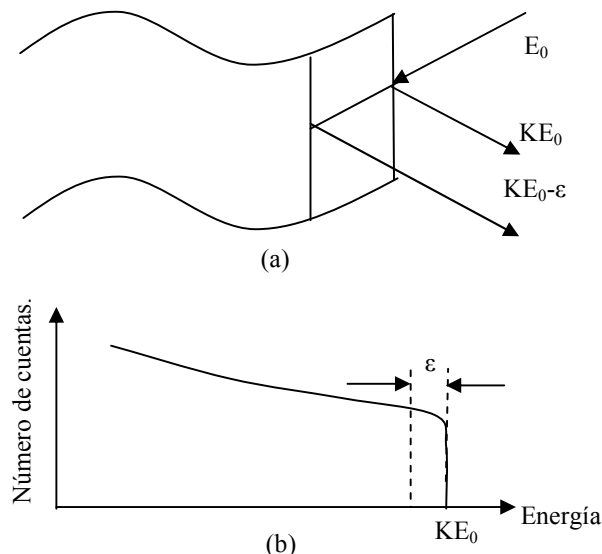


Figura 4.1 Esquema del proceso de retrodispersión.

La colisión que se da es a causa de que las partículas cargadas son repelidas y dispersadas por los átomos del material, esto último gracias a la fuerza coulombiana actuante entre ellas; por esta razón se le denomina "dispersión coulombiana". Cuando se trata de proyectiles positivos chocando con núcleos atómicos, se le llama dispersión de Rutherford, pues fue él quien descubrió la existencia de los núcleos atómicos al realizar un experimento de dispersión de partículas alfa [Ch78][Ri01].

Cuatro conceptos básicos son necesarios para explicar la espectrometría de retrodispersión. Estos son [Ch78]:

1. El concepto del "factor cinemático".
2. El concepto de "sección transversal de dispersión".
3. Los conceptos de frenado de los proyectiles y el alcance.
4. El concepto de esparcimiento de energía

los puntos 3 y 4 ya fueron abordados y expuestos en el capítulo 2, por lo cual nos enfocaremos a los puntos 1 y 2.

Cuando una partícula de masa  $m_1$ , moviéndose a velocidad constante, colisiona elásticamente con una partícula en reposo de masa  $m_2$ , se transferirá energía de la partícula en movimiento a la que se encuentra en reposo. Asumiendo que la interacción entre dos átomos es propiamente descrita por una colisión elástica simple de dos partículas aisladas, tenemos que la colisión de dos masas  $m_1$  y  $m_2$  se puede resolver con los principios de conservación de energía y cantidad de movimiento. Asignamos  $v_0$  y  $E_0$  como la velocidad y la energía de un proyectil atómico de masa  $m_1$  antes de la colisión. Después de la colisión, asignamos  $v_1$ ,  $v_2$ ,  $E_1$  y  $E_2$  a las velocidades y a las energías del proyectil y del átomo de la muestra, respectivamente. La geometría se muestra en la figura 4.2 [Ch78] donde el ángulo de dispersión es  $\theta$  y el ángulo de retroceso  $\Phi$ .

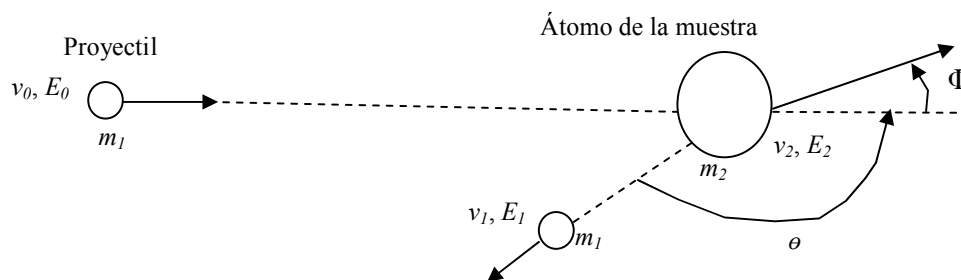


Figura 4.2 Choque elástico de retrodispersión.

La conservación de energía y de momento paralelo y perpendicular a la dirección de incidencia se expresa por las ecuaciones [Ch78]:

$$\frac{1}{2} m_1 v_0^2 = \frac{1}{2} m_1 v_1^2 + \frac{1}{2} m_2 v_2^2 \quad \text{-----} \quad (1)$$

$$m_1 v_0 = m_1 v_1 \cos \theta + m_2 v_2 \cos \Phi \quad \text{-----} \quad (2)$$

$$0 = m_1 v_1 \sin \theta - m_2 v_2 \sin \Phi \quad \text{-----} \quad (3)$$

Eliminando  $\Phi$  y  $v_2$ :

$$\frac{v_1}{v_0} = \frac{\left[ \pm (m_2^2 - m_1^2 \sin^2 \theta)^{\frac{1}{2}} + m_2 \cos \theta \right]}{m_2 + m_1} \quad \text{-----} \quad (4)$$

Ahora definimos la razón de energía del proyectil antes de la colisión elástica y después de la colisión como el factor cinético  $K$  [Ch78][Ri95]:

$$K \equiv \frac{E_1}{E_0} \quad \text{-----} \quad (5)$$

De la ecuación (4) obtenemos [Ch78][Ri95]:

$$K_{M_2} = \left[ \frac{(m_2^2 - m_1^2 \sin^2 \theta)^{\frac{1}{2}} + m_1 \cos \theta}{m_2 + m_1} \right]^2 = \left[ \frac{\left[ 1 - \left( \frac{m_1}{m_2} \right)^2 \sin^2 \theta \right]^{\frac{1}{2}} + \left( \frac{m_1}{m_2} \right) \cos \theta}{1 + \left( \frac{m_1}{m_2} \right)} \right]^2 \quad \text{-----} \quad (6)$$

Es posible calcular la probabilidad de que la colisión dé como resultado un evento de dispersión a un cierto ángulo  $\theta$ . Para ello se requiere el concepto de sección eficaz ( $\sigma$ ).

Pensemos en un haz de partículas que inciden sobre una muestra delgada uniforme y coloquemos un detector a un ángulo  $\theta$  de la dirección de incidencia, que cuente las partículas dispersas en un ángulo sólido diferencial  $d\Omega$ . Si  $Q$  es el número total de partículas incidentes sobre la muestra y  $dQ$  es el número de partículas registradas por el detector, entonces la sección eficaz se define como [Ch78]:

$$\frac{d\sigma}{d\Omega} = \frac{1}{NtQ} \left( \frac{dQ}{d\Omega} \right) \quad \text{-----} \quad (7)$$

donde  $Nt$  es el número de átomos por unidad de área (densidad areal).

En la espectrometría de restrodispersión, el ángulo sólido  $\Omega$  de un sistema detector típico con un detector de barrera superficial es pequeño ( $10^{-2}$  sr o menos). Por conveniencia se utiliza la sección eficaz ( $\sigma$ ) la cual se define como:

$$\sigma \equiv \frac{1}{\Omega} \int_{\Omega} \frac{d\sigma}{d\Omega} d\Omega \quad \text{-----} \quad (8).$$

Para ángulos sólidos pequeños  $\Omega$ ,  $\sigma \rightarrow d\sigma/d\Omega$  [Ch78].

La fuerza que actúa es la repulsión coulombiana de los dos núcleos, la cual actúa a distancias grandes comparadas con la dimensión nuclear (0.53 Å). Asumiendo esto, la sección transversal diferencial esta dada por la formula de Rutherford [Ch78][Ri95][Ri01]:

$$\left( \frac{d\sigma}{d\Omega} \right)_c = \left[ \frac{z_1 z_2 e^2}{4 E_c \text{sen}^2(\theta_c / 2)} \right]^2 \quad \text{-----} \quad (9)$$

donde el subíndice  $c$  indica que los valores son dados con respecto al centro de masa. Aquí  $z_1$  es el número atómico del proyectil con masa  $m_1$ ,  $z_2$  el número atómico de los átomos de la muestra con masa  $m_2$ ,  $e$  es la carga del electrón y  $E$  es la energía del proyectil inmediatamente antes de la dispersión. Para el sistema del laboratorio, la transformación de esta formula del sistema del centro de masa al del laboratorio nos arroja:

$$\frac{d\sigma}{d\Omega} = \left( \frac{z_1 z_2 e^2}{4 E} \right)^2 \frac{4}{\text{sen}^4 \theta} \frac{\{ [1 - ((m_1 / m_2) \text{sen} \theta)^2]^{1/2} + \cos \theta \}^2}{[1 - ((m_1 / m_2) \text{sen} \theta)^2]^{1/2}} \quad \text{-----} \quad (10)$$

## 4.2. Microscopio electrónico de barrido (SEM).

El microscopio electrónico de barrido SEM (Scanning Electron Microscope), es uno de los instrumentos más versátiles para examinar y analizar las características microestructurales de los objetos sólidos. La principal razón es porque el SEM obtiene alta resolución de análisis que llega a ser del orden de algunas decenas de ángstroms; otro importante rasgo del SEM es la apariencia de tercera dimensión en la imagen del espécimen, que es un resultado directo de la gran profundidad de campo.

La versatilidad del SEM para el estudio de los sólidos se deriva en gran medida de la rica variedad de interacciones que el haz de electrones tiene al pasar dentro del medio examinado. Las interacciones pueden ser generalmente divididas en dos clases: 1) Eventos elásticos, que afectan las trayectorias de los electrones del haz al chocar con los átomos de la muestra; y 2) Eventos inelásticos, que resultan en una

transferencia de energía al sólido, propiciando la generación de electrones secundarios, electrones Auger, rayos-X característicos y continuos, radiación electromagnética de corta longitud de onda en el visible, ultravioleta e infrarrojo, pares de electrón - hueco, vibraciones de la red (fonones) y oscilaciones de electrones (plasmones) [Go81].

En principio, todas estas interacciones pueden ser usadas para obtener información acerca de la naturaleza de la muestra: forma, composición, estructura cristalina, estructura electrónica, campos eléctricos o magnéticos internos, etc. Para obtener esta información de las señales medidas y las imágenes generadas con el SEM, necesitamos identificar las interacciones de los electrones con la muestra, de manera cualitativa y de ser posible cuantitativa.

Como ya se mencionó, la dispersión de electrones se divide en dos categorías: la dispersión elástica y la dispersión inelástica, como se ilustra en la figura 4.3. Cuando ocurre la dispersión elástica cambia la componente de la dirección de la velocidad  $v$  del electrón, pero la magnitud  $|v|$  permanece virtualmente constante, así que la energía cinética  $E = m_e v^2 / 2$  (donde  $m_e$  es la masa del electrón) es constante. Menos de 1eV de energía es transferida del haz de electrones al espécimen, lo cual es insignificante comparado con la energía incidente, que es típicamente de 10 keV o más.

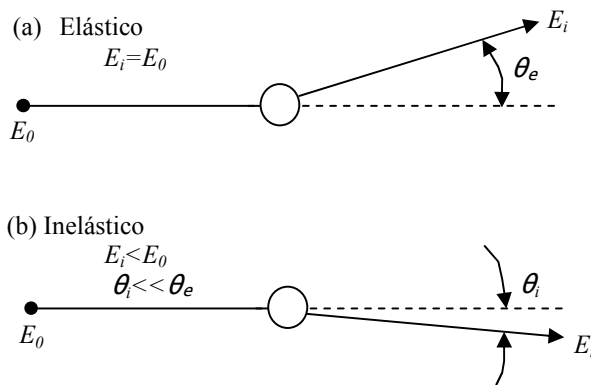


Figura 4.3 Colisión elástica e inelástica de los electrones.

El electrón es desviado de su trayectoria inicial por un ángulo  $\theta_e$ , donde el subíndice e indica "elástico",  $\theta_e$  toma un valor entre  $0^\circ$  y  $180^\circ$ , con un valor típico del orden de  $5^\circ$ . La dispersión elástica resulta de la colisión del electrón energético con el núcleo del átomo, parcialmente apantallado por los electrones circundantes. La sección eficaz para la dispersión elástica se describe por el modelo de Rutherford, discutido anteriormente [Go81][Ch78][Ri01]:

$$Q(> \theta_0) = 1.62 \times 10^{-20} \frac{z_2^2}{E^2} \cot^2 \theta_0 \frac{\text{eventos}}{2 e^- (\text{atomos} / \text{cm}^2)} \quad \text{-----} \quad (11)$$

donde  $Q(>\theta_0)$  es la probabilidad de un evento de dispersión excediendo un ángulo específico  $\theta_0$ ,  $z_2$  es el número atómico del dispersor, y  $E$  es la energía del proyectil en keV.

La segunda categoría general de dispersión es la dispersión inelástica. Durante un evento de colisión inelástico, se transfiere energía a los átomos de la muestra y a los electrones, y la energía cinética del haz de electrones decrece. A continuación se mencionan algunos procesos que se presentan en este tipo de interacciones [Go81][Kn00][Ri01]:

- a) Excitación plasmónica. El haz de electrones puede excitar ondas en el "gas de electrones libres", a esta onda se le llama *plasmón*. En un metal tal como el aluminio, la excitación de un plasmón implica la transferencia de alrededor de 15 eV al sólido.
- b) Excitación de electrones de conducción que llevan a la emisión de electrones secundarios de baja energía. La interacción de los electrones del haz con el sólido pueden conducir a la expulsión de electrones saltando libremente de la banda de conducción. Estos electrones expulsados son referidos como electrones secundarios, y la mayoría reciben una energía cinética inicial de 0 a 50eV.
- c) Ionización de capas internas. Un electrón con suficiente energía puede interactuar con un átomo y causar la expulsión de un electrón firmemente amarrado en una capa interna del átomo, dejando un átomo en un estado ionizado y altamente energizado. Subsecuentemente decae este estado de excitación, resultando en la emisión de algunos rayos-X característicos y electrones Auger.
- d) Bremsstrahlung o rayos-X continuos. Un haz energético de electrones puede sufrir una desaceleración a causa de interacción de éste con los campos coulombianos de los átomos. La energía perdida por el haz de electrones en esta desaceleración es convertida en un fotón de rayo-x, conocido como rayo-x de Bremsstrahlung ("radiación de frenado"). La energía perdida en este proceso de desaceleración puede tomar cualquier valor; por consecuencia los rayos-x de Bremsstrahlung forman un espectro continuo desde cero hasta la energía máxima del haz de electrones incidentes. Debido a que la formación de rayos-x depende de la dirección del haz de electrones, la distribución angular de intensidad del continuo es anisotrópica.
- e) Excitación fonónica. Una porción sustancial de la energía depositada en la muestra por el haz de electrones es transferida al sólido por la excitación de las oscilaciones de la red (fonones). Un incremento de temperatura del orden de 10°C es típicamente observada en el volumen de la muestra, para una corriente de haz del orden de 1nA.

### 4.3. Espectrometría de rayos-x (EDS).

Como bien sabemos, cuando hacemos incidir un haz de partículas sobre un material lo primero que producimos en los átomos del material es ionización y excitación. Por lo tanto eso es lo que ocurre cuando se realizan estudios con los microscopios de barrido o SEM, ya que en ellos existe un haz de electrones que incide sobre la muestra a estudiar.

Los electrones dentro del sistema atómico ocupan ciertos niveles de energía, cada electrón ocupa un único estado energético descrito por los números cuánticos ( $n$ ,  $l$ ,  $j$ ,  $m$ ). El número cuántico principal ( $n$ ) denota una capa atómica;  $n=1$  corresponde a la capa más interna denominada capa K,  $n=2$  (capa M),  $n=3$  (capa N), etc. El número cuántico ( $l$ ) caracteriza el momento angular orbital de un electrón en una capa;  $l$  puede tomar los valores desde 0 hasta  $n-1$ . A la vez que el electrón gira alrededor del núcleo atómico, también gira en sí mismo generando un pequeño momento angular, a este fenómeno se le llama "espín"; el espín ( $s$ ) puede tomar los valores de  $\pm 1/2$ . Estos dos momentos angulares ( $l$  y  $s$ ) se suman y crean un momento angular total ( $j=l+s$ ). Bajo la influencia de un campo magnético, el momento angular toma una dirección específica caracterizada por el número cuántico magnético ( $m_j$ ); los valores de  $m_j$  están dados por  $m_j \leq |j|$ , es decir, para  $j=3/2$ ,  $m_j=\pm 3/2$  y  $\pm 1/2$  [Go81].

El orden de los electrones en un átomo está controlado por el principio de exclusión de Pauli, el cual prohíbe que dos electrones puedan tener exactamente los mismos números cuánticos, es decir, ocupar el mismo estado cuántico.

Un haz de electrones con la suficiente energía, puede desplazar un electrón atómico de la capa K, L o M, dejando al átomo en un estado ionizado o excitado. Los átomos se desexcitan aproximadamente en  $10^{-12}$  segundos, y durante esta desexcitación existe una transición de un electrón de una capa a otra; frecuentemente la diferencia de energías entre el estado inicial y el estado final es emitida en forma de un fotón, él cual tiene una energía característica dependiendo de cada elemento químico, puesto que los niveles de energía de cada especie atómica son distintos. Cuando se involucran capas internas, la energía del fotón emitido cae dentro de la región de rayos-x en el espectro electromagnético [Go81].

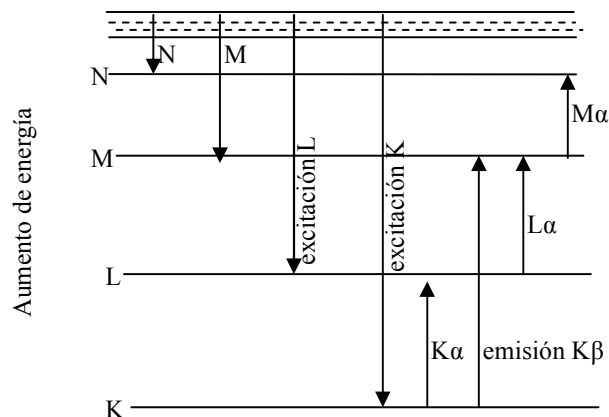


Figura 4.3 Diagrama de los niveles de energía de un átomo, ilustrando la excitación de las capas K, L, M y N, y la formación de los rayos-x  $K\alpha$ ,  $K\beta$ ,  $L\alpha$  y  $M\alpha$ .

Cuando se crea una vacancia en una capa por ionización, el electrón que viene a llenar esa vacancia generada puede venir de cualquiera de las capas superiores del átomo. De este modo cuando se ioniza la capa K, el electrón que llenará la vacancia puede provenir de la capa L, la capa M o cualquier otra capa superior; si proviene de la capa L, la transición es llamada  $K\alpha$  (o rayo-x  $K\alpha$ ), mientras que si proviene de la capa M se llamará  $K\beta$  (o rayo-x  $K\beta$ ). Pero por otro lado, como las distintas capas se dividen a su vez en subcapas de diferentes energías, las transiciones finalmente son nombradas dependiendo de qué capas y subcapas estén involucradas en el estado inicial y final del electrón que llena la vacancia de ionización; a modo de ejemplo se presentan los siguientes tres casos:  $K\alpha_1$  (transición de la subcapa  $L_{III}$  a la capa K),  $K\alpha_2$  (transición de la subcapa  $L_{II}$  a la capa K) y  $K\beta_1$  (transición de la subcapa  $M_{III}$  a la capa K) (ver figura 4.3) [Go81].

La espectrometría de rayos-x se basa en la detección de estos rayos-x característicos. Este método de análisis es frecuentemente conocido con las siglas EDAX (Energy-Dispersive Analysis of X-rays). Sin embargo, éste es ahora mejor conocido con su nombre comercial como EDS o EDX (Energy-Dispersive Spectrometer) [Wa97].

El mejoramiento de la resolución energética en la espectrometría de rayos-x con detectores de estado sólido de silicio ha revolucionado el microanálisis de rayos-x. El espectrómetro EDS es ahora el sistema de medición más común encontrado en los laboratorios equipados con microscopios electrónicos de barrido (SEM). Ofrece una rápida evaluación de los elementos constituyentes de la muestra; los elementos más abundantes frecuentemente pueden ser identificados en solo 10 segundos, mientras que los elementos menos abundantes requieren un conteo de 100 segundos. Además del análisis cualitativo, también puede ser realizado un análisis cuantitativo bastante preciso [Go81][Wa97].



La técnica usada en este sistema usa un detector semiconductor para clasificar los rayos-x producidos en el material de acuerdo a su energía. El detector consta de un disco de cristal de silicio con litio (Si(Li)) o de germanio hiperpuro (HPGe o IG) de unos 3-5 mm de espesor y con un área activa entre 10 y 30 mm<sup>2</sup>, que convierte la energía de los fotones incidentes en pulsos de corriente proporcionales a la energía del fotón. Este pulso es amplificado, digitalizado y mandado a un analizador multicanal o a la memoria de una computadora, que lo clasifica según su altura. El espectro final puede ser presentado en un monitor [Wa97].

El software de la computadora es desarrollado para presentar los espectros, para expandirlos horizontal y verticalmente, así como para manipularlos y analizarlos usando un banco de datos puestos en la memoria de la computadora. En la práctica, el intervalo de energías entre 1 y 10 keV es muy útil, ya que contiene las líneas K de los elementos con Z de 11 a 32, líneas L de los elementos con Z de 30 a 80 y líneas M de Z=62 en adelante [Wa97].

#### **4.4. Microscopio de fuerza atómica.**

El Microscopio de Fuerza Atómica (AFM) fue inventado en 1986 por G. Binnig [Ht03]. Los microscopios de fuerza atómica deben su nombre a que su modo de operación se basa en las fuerzas de interacción que existen entre átomos y/o moléculas que se encuentran muy cercanos entre sí. Éstas pueden ser clasificadas de acuerdo a si son atractivas o repulsivas, y si son de corto o de largo alcance [Sa94].

En equilibrio, la distancia interatómica típica en un material es del orden de 2 a 3 angstroms; a distancias menores la fuerza de interacción entre los átomos es siempre repulsiva y de corto alcance. Por otro lado, para una separación relativamente grande entre átomos, las fuerzas de interacción son de largo alcance y pueden ser tanto repulsivas como atractivas [Sa94].

Los microscopios de fuerza atómica están constituidos básicamente por los siguientes componentes: un soporte (cantilever), una punta en uno de los extremos del soporte, un cristal piezo-eléctrico, un láser y un fotodiodo [Ht03].

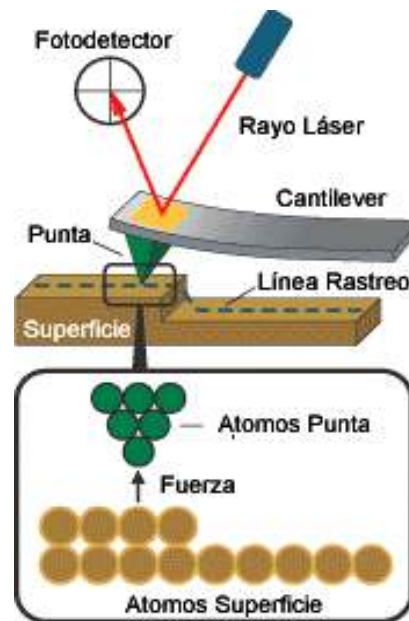


Figura 4.4 Esquema de operación de un microscopio de fuerza atómica.

El AFM trabaja manteniendo la punta del soporte en contacto con la superficie del material del cual se va a hacer la imagen. Las fuerzas de interacción entre los átomos de la muestra y los átomos de la punta flexionan el soporte; la flexión es medida con un rayo láser que es reflejado en el soporte y detectado por el fotodiodo. Con la ayuda del cristal piezo-eléctrico se mantiene constante la posición del soporte, ya que el cristal se encarga de subirlo o bajarlo. Al mantener la fuerza constante mientras la punta rastrea la superficie, el movimiento vertical de la punta sigue el perfil de la superficie y se graba como la topografía de la superficie del material (ver figura 4.4) [Ht03].

El microscopio de fuerza atómica es un instrumento mecano-óptico que detecta fuerzas a nivel atómico (fuerzas que van desde los  $10^{-6}$  a  $10^{-10}$  Newtons). La longitud del soporte es de 100 a 200  $\mu\text{m}$ , y tiene una punta muy aguda de cristal en el extremo con un área de contacto de algunos nanómetros cuadrados [Wi94].

Existen varios modos de operación, los cuales son [Ht04]:

- Modo de fuerza constante: este modo de barrido provee una señal, mientras la repulsión entre el soporte y la muestra permanece constante. De la intensidad de la señal se mide la altura. Este es el modo más común de barrido.
- Modo de altura constante: en este modo de barrido la altura del soporte se mantiene constante durante el barrido y se mide la torsión del soporte.

En el modo de fuerza constante, la señal se retroalimenta para que la amplitud de oscilación del soporte permanezca más o menos constante. De esta señal se forma una imagen. Existen pequeñas variaciones en la amplitud del movimiento debido a que los controladores electrónicos no responden inmediatamente a los cambios sobre la superficie. A esta imagen se le llama "imagen de fase", ya que para obtenerla se mide la diferencia de fase entre la oscilación del soporte guiado por el cristal piezo-eléctrico y la oscilación detectada. Con todo ello, obtendremos cambios y matices en las imágenes, que nos revelaran detalles de la superficie [Ht05] [Wi94].

En la figura 4.5 se observan un par de imágenes típicas que se obtienen con el microscopio de fuerza atómica (AFM), es este caso tenemos una imagen de la muestra testigo, por esta razón es que se ve una imagen lisa y homogénea.

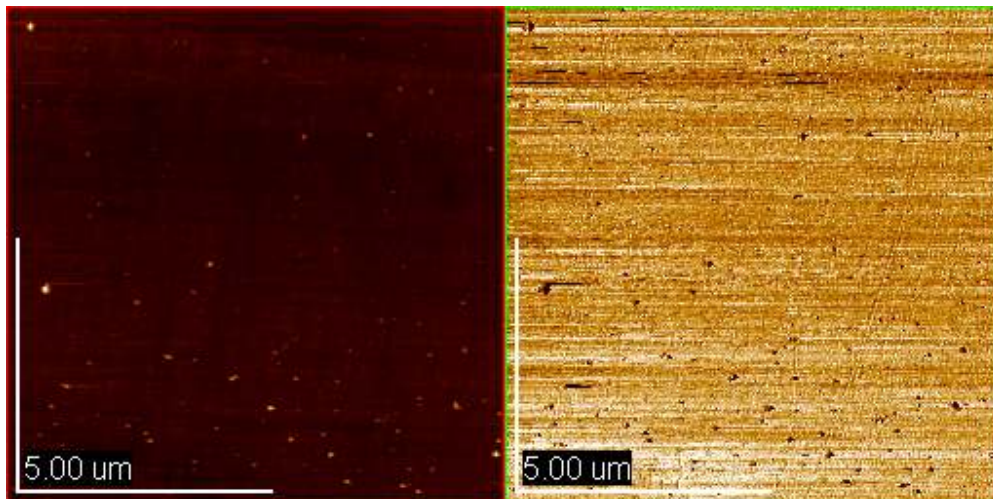


Figura 4.5 Acero 316L (muestra testigo). Imagen obtenida con el microscopio de fuerza atómica (AFM) a  $10 \times 10 \mu\text{m}$ , la imagen de la izquierda es la topográfica y la de la derecha la de fase).

## **Capítulo 5.**

### **Desarrollo Experimental.**

#### **5.1. Preparación de muestras.**

Antes de realizar cualquier prueba para la caracterización de un material, con lo que se debe de contar es con muestras pulidas del material a estudiar. Dicho pulido en nuestro caso se realiza con lijas de agua de los números 240, 400, 500, 600, 1200 y 4000; el material que estamos tratando es acero 316L.

El pulido se inicia realizando rayas alineadas con la lija más gruesa (240); esto se realiza ante un flujo constante de agua para que ésta arrastre los pequeños fragmentos de acero que se desprenden de la muestra. Una vez que la muestra presente líneas en una misma dirección se prosigue a cambiar a una lija más fina (400), y se realiza la misma operación, sólo que ahora las líneas deben ser perpendiculares a las primeras. Se utilizará esta lija hasta que en la muestra desaparezcan las líneas producidas por la lija anterior y se observen únicamente las líneas de la nueva lija; en ese momento cambiamos de lija a una más fina y se continúa el mismo proceso hasta la lija más fina que es la de 4000. Una vez terminado el pulido a lija, se da un acabado a la muestra, puliéndola con una rueda giratoria cubierta con un paño húmedo especial cargado con partículas abrasivas, que en nuestro caso es alúmina de  $1\mu\text{m}$ ; la pulidora usada para este proceso fue la OMNILAP, Lapping and Polishing Machine fabricada por SBT (South Bay Technology Inc).

Por último la muestra se debe lavar con una máquina que produce vibraciones ultrasónicas, dicha máquina fue la Branson (A Smithkline Company) fabricada por Branson Cleaning Equipment Company (USA); con este lavado quitamos en gran medida los rastros de alúmina que quedan en la muestra después del pulido con paño. Al terminar con todo este proceso se tiene una muestra de nuestro material ya pulida y con la cual ya podemos empezar a caracterizar nuestro material y a experimentar con él.

#### **5.2. Implantación de iones.**

La implantación de iones se realiza en el acelerador tipo Pelletron descrito anteriormente. Se trata de un acelerador que alcanza los 3 MeV y una corriente de hasta  $300\mu\text{A}$  en la terminal; tal acelerador se encuentra en el Instituto de Física de la UNAM y en él se realiza tanto la implantación de iones como los análisis RBS.

Las muestras pulidas y lavadas se colocan en la cámara de implantación con la que cuenta el acelerador, a una presión del orden de  $1.5 \times 10^{-6}$  Torr. ( $2 \times 10^{-4}$  pascales).

Existen varios parámetros experimentales que se fijan antes de iniciar la implantación de iones, tales como la selección del elemento químico a implantar, su carga eléctrica, el área de barrido del haz de iones sobre la muestra, si el haz estará colimado o no, la energía de los iones y la afluencia total de iones que se implantará sobre la muestra; todos estos parámetros y condiciones se fijan antes de iniciar la implantación de cada una de las muestras.

Para esta tesis se implantaron cinco muestras de acero 316L con las siguientes condiciones:

Muestra	Ion Implantado	Carga	Energía (MeV)	Área de barrido o colimador usado	Afluencia (iones/cm <sup>2</sup> )
316L12	Au	1+	1	1.4cm x 1.5cm = 2.1cm <sup>2</sup>	2x10 <sup>16</sup>
316L11	Au	2+	5	1.4cm x 1.5cm = 2.1cm <sup>2</sup>	2x10 <sup>16</sup>
316L10	Au	3+	9	1.4cm x 1.5cm = 2.1cm <sup>2</sup>	2x10 <sup>16</sup>
316L09	Au	3+	9	Colimador de 0.5mm	5x10 <sup>17</sup>
316L08	Au	2+	5	Colimador de 0.5mm	3x10 <sup>17</sup>

Es importante mencionar que al terminar la implantación de los iones, es recomendable que las muestras se dejen enfriar dentro de la cámara entre 20 y 30 minutos antes de sacarlas, ya que sufren un considerable aumento de temperatura durante la implantación.

### 5.3. Experimentos RBS.

Los espectros de retrodispersión de Rutherford RBS, también son tomados en una cámara especial dedicada para ese tipo de análisis incorporada al acelerador. El arreglo interno de la cámara es el siguiente:

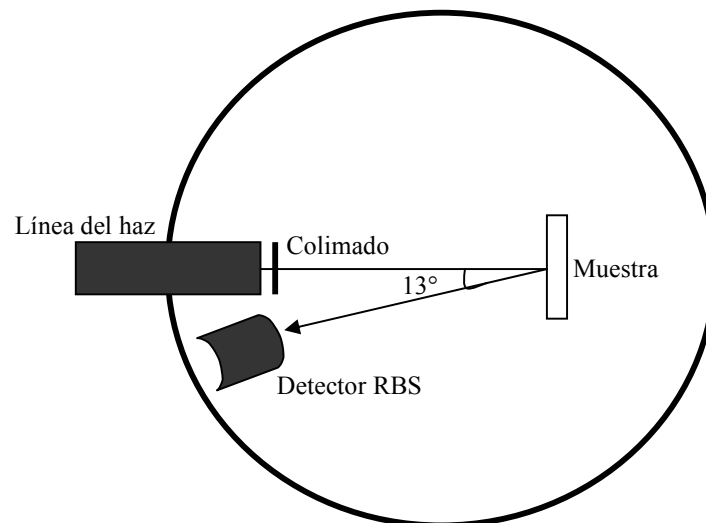


Figura 5.1 Cámara de análisis para la espectroscopía

En este caso, el haz es de partículas alfa ( $\text{He}^{2+}$ ) que inciden sobre nuestra muestra, cuyos componentes dispersan a dichas partículas en diferentes ángulos y direcciones.

Los elementos que conforman la cámara de análisis son los siguientes: un detector de barrera superficial marca OXFORD 50-11, el sistema electrónico asociado a este, sistema de vacío de la cámara, un colimador de haz y el porta muestras. Tal como se puede observar en la figura 5.1, el porta muestras se coloca perpendicularmente a la dirección del haz. Una vez retrodispersadas las partículas alfa incidentes, son detectadas a un ángulo de  $167^\circ$  gracias a un detector de barrera superficial.

Las señales que produce el detector son amplificadas por el preamplificador y el amplificador del sistema electrónico, para posteriormente ser enviadas a un analizador multicanal y a una computadora donde es generado el espectro con el que se trabaja.

Antes de realizar los espectros de RBS debemos poner las condiciones y parámetros tanto del haz como de la geometría empleada. La figura 5.1 muestra el arreglo empleado en todos los espectros RBS en este estudio. Por otro lado, las condiciones del haz consisten en fijar la energía de las partículas alfa y el diámetro del colimador a usar. Las muestras analizadas con esta técnica fueron cuatro, es decir, tres que fueron implantadas y una muestra testigo que sólo estaba pulida.

Para este estudio, el colimador usado para todos los espectros fue de 1.5 mm de diámetro, con una corriente entre 350 y 400 nA, mientras que las energías de las partículas alfa empleadas fueron varias, empezando por 6 MeV y después buscando energías de resonancia tanto del oxígeno como del carbono; esto último para amplificar la señal de tales elementos y así poderlos localizar más fácilmente.

Para tener un espectro de calibración, se tomó una fuente radiactiva compuesta de americio (Am), plutonio (Pu) y curio (Cm), cuyos isótopos son emisores alfa de energías conocidas.

Adicionalmente a este análisis, se realiza una simulación con el programa SIMNRA, el cual nos permite obtener un espectro teórico, que podemos comparar y ajustar al espectro obtenido experimentalmente, para de esta manera conocer más los detalles del material estudiado, así como de la implantación de iones o el grado de oxidación sufrida por la muestra.

Para realizar dicho cálculo, el programa SIMNRA requiere una composición propuesta del material del cual queremos el espectro y las condiciones del haz que queremos para el mismo. Tales datos y parámetros los podemos ir cambiando gradualmente, hasta lograr que se ajusten el espectro teórico con el espectro experimental; y de esta manera deducir algunas características del material estudiado.

#### **5.4. Metalografía del acero 316L.**

Para realizar la metalografía a nuestro material, lo primero que necesitamos es un par de muestras previamente pulidas y lavadas. Después procedemos a preparar el reactivo con el cuál se realizará el ataque químico, el cual es el reactivo llamado Marble's; dicho reactivo está constituido por los siguientes componentes:

10 gramos de  $\text{CuSO}_4$ ,  
50 mililitros de  $\text{HCl}$ ,  
50 mililitros de agua,

los cuales, son mezclados perfectamente.

Una vez que se tienen las muestras y el reactivo, se procede a realizar la metalografía. Primero el reactivo se coloca en un vaso de precipitado y posteriormente se sumerge la muestra, ayudado con unas pinzas, durante un cierto tiempo, al término del cual se saca la muestra e inmediatamente después es enjuagada con agua abundante, seguida de un poco de alcohol y secada con una pistola de aire. Los tiempos que se sumergieron las muestras en el reactivo fueron de 30 segundos una y 1 minuto la otra.

#### **5.5. Análisis de las muestras con el microscopio óptico.**

El microscopio óptico utilizado fue el OLYMPUS BH2-UMA que se encuentra en el Instituto de Física de la UNAM. Este microscopio tiene amplificaciones de 50x, 100x, 200x y 500x; también podemos tomar fotografías ya que tiene adaptada una cámara fotográfica de 35 mm; el tiempo de exposición de dicha película fue programado de 1/125 segundos.

Adicionalmente podemos ver y tomar imágenes tanto en campo claro como en campo oscuro, lo que nos permite ver los detalles de cada una de las muestras con diferentes formas y contrastes.

Podemos ver la microestructura del acero, es decir, los granos, las fronteras delineadas de tales granos, las maclas existentes, así como algunos otros detalles. También podemos observar los cambios sufridos por las muestras al implantarle los iones de oro en el acelerador. Aunado a esto, podemos tomar algunas fotografías de las marcas hechas en la prueba de microdureza.

#### **5.6. Análisis de las muestras usando el microscopio electrónico de barrido (SEM).**

Los microscopios utilizados fueron los microscopios de barrido (SEM) JEOL JSM5200 y el LV5600; ambos se encuentran en el Instituto de Física de la UNAM. Este tipo de microscopio de barrido o SEM descrito anteriormente, lo usamos para obtener imágenes de las muestras del acero estudiado a mayores amplificaciones

que lo que nos permite el microscopio óptico, con lo cual podemos ver más detalladamente la muestra en sus diferentes zonas. Claro que las imágenes obtenidas son en buena medida distintas ya que en el microscopio de barrido, lo que usamos en lugar de luz es un haz de electrones.

Adicionalmente, con el microscopio LV5600 podemos capturar imágenes tanto con los electrones dispersados en el material como con los electrones secundarios emergentes del mismo; también podemos hacer el análisis EDS correspondiente en distintos lugares muy localizados en la muestra.

### **5.7. Análisis de las muestras usando el microscopio de fuerza atómica.**

Aquí el microscopio de fuerza atómica utilizado fue el microscopio JEOL JSPM-4210 ubicado en el Instituto de Física de la UNAM, las puntas usadas fueron puntas de silicio que tienen una cubierta reflectiva de aluminio y una curvatura de 10 nm, las puntas son de la marca ULTRASHARP.

Aquí las ampliaciones de las imágenes son mostradas en micras, es decir, la imagen representa una zona de la muestra de por ejemplo  $10\mu\text{m} \times 10\mu\text{m}$  o de  $5\mu\text{m} \times 5\mu\text{m}$ , etc.

### **5.8. Prueba de microdureza.**

El microdurómetro es un medidor o cuantificador de la dureza de un material sólido. El microdurómetro con que cuenta el laboratorio del Instituto de Física de la UNAM es de marca MATSUZAWA, modelo MHT2. Este aparato ocupa un indentador Vickers ya que tiene un indentador en forma piramidal, tal como se describe en la sección 3.2.

La indentación primeramente se realiza a la muestra testigo, usando los cuatro pesos disponibles que son de 10 gramos fuerza (gf), 25gf, 50gf y 100gf. Con tales datos se construye la gráfica llamada curva de Meyer, con la cual podemos observar en dónde se encuentra una meseta, en la cual se tiene el peso ideal para hacer las pruebas de microdureza al resto de las muestras. El microdurómetro cuenta con un microscopio y un tornillo micrométrico, para realizar la medición de la diagonal de la indentación y poder así asignarle un valor Vickers de dureza.

Una vez que se sabe qué valor de fuerza es el óptimo para realizar las pruebas de microdureza, se procede a realizarle tal prueba a todas nuestras muestras implantadas con iones de oro. Es importante señalar que en todas las pruebas de microdureza se usó un tiempo fijo de indentación de 20 segundos.



## Capítulo 6.

### Resultados y conclusiones.

#### 6.1. Resultados de la implantación de iones de Au y los RBS.

Con la ayuda del programa SRIM 2003 [Ht06], se realizaron las simulaciones de la implantación a tres energías distintas. A este programa se le ingresan los datos de la muestra (los elementos que la componen y el porcentaje en peso de dichos elementos), las características del haz incidente (elemento químico y energía en keV) y la geometría usada (el ángulo de incidencia del haz sobre la muestra). Este programa calcula el alcance individual de cada partícula y grafica los alcances de todas las partículas contempladas en el cálculo, con la finalidad de tener un alcance promedio y una cierta dispersión estadística.

Las simulaciones hechas con el programa SRIM 2003 a las energías de 1, 5 y 9 MeV se muestran a continuación en las figuras 6.1, 6.2 y 6.3 respectivamente:

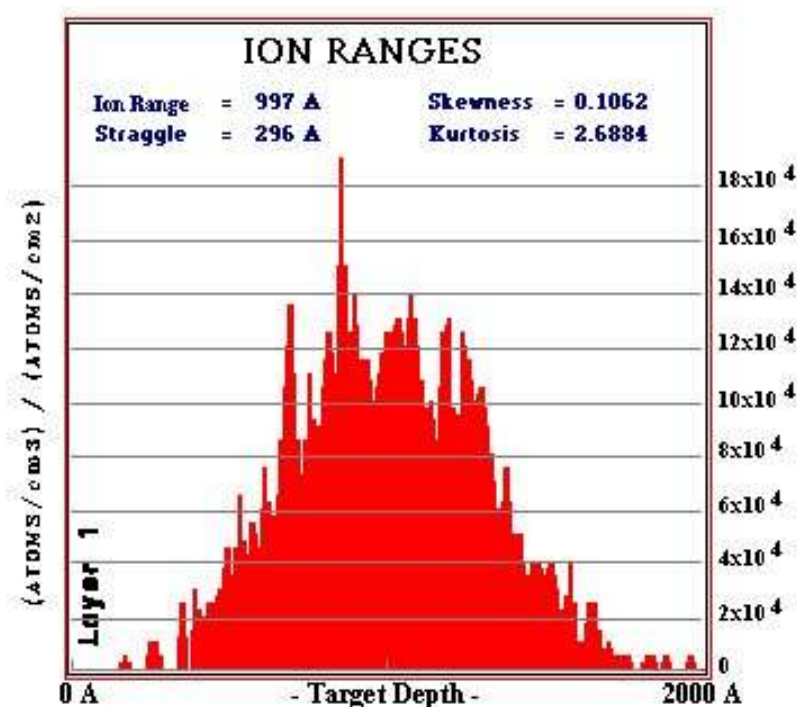


Figura 6.1 Implantación de iones de oro de 1 MeV sobre acero 316L.

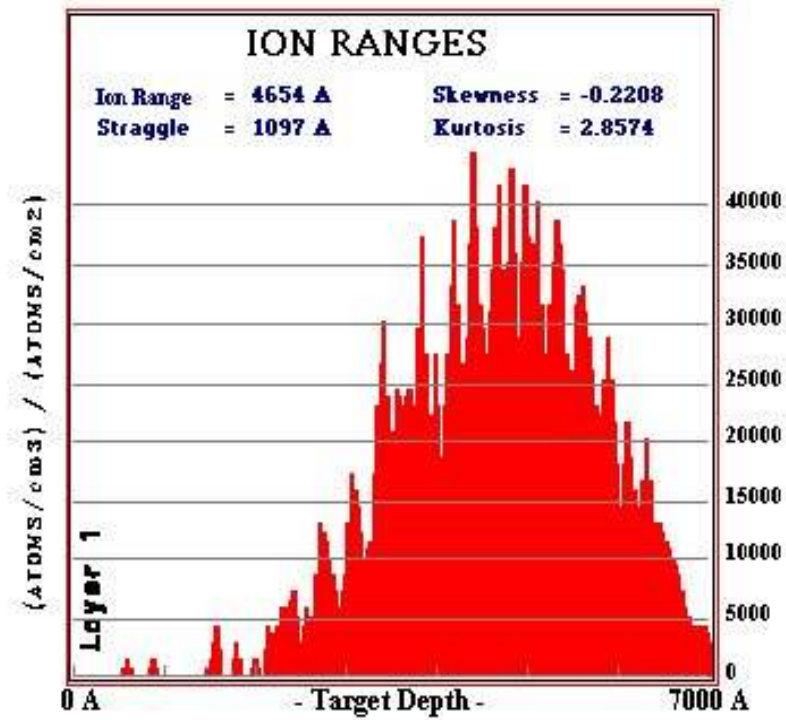


Figura 6.2 Implantación de iones de oro de 5 MeV sobre acero 316L.

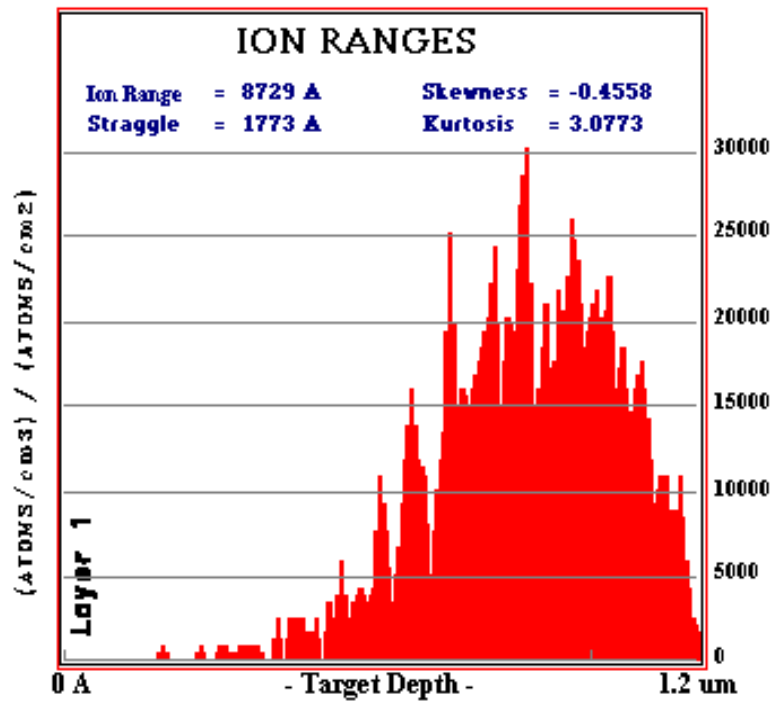


Figura 6.3 Implantación de iones de oro de 9 MeV sobre acero 316L.

En estas simulaciones observamos que el alcance promedio de los iones de oro de 1 MeV de energía resulta ser de 100 nm con una dispersión 30 nm; para el caso de los iones de 5 MeV se tiene un alcance promedio de 465 nm y una dispersión de 110 nm; y los iones implantados a 9 MeV tienen un alcance promedio de 873 nm con una dispersión de 177 nm.

Los alcances son relativamente cortos a pesar de que los iones inciden sobre la muestra con una alta energía cinética, esto a causa de que el número atómico de los iones es alto. Por otro lado, vemos que las gráficas que se muestra en las tres simulaciones se acercan mucho a la forma de una gaussiana, lo que nos indica que la dispersión es muy homogénea.

Recordemos que al momento de realizar la implantación de iones ocurre un proceso de espurreo, y por tanto el material puede revelar su microestructura y con ello sus detalles, tales como las maclas correspondientes a la martensita residual presente en las muestras.

A continuación se muestra una grafica de rendimiento del espurreo versus la energía de los iones, esto para el caso de una muestra de hierro bombardeada con un haz de iones de oro (para obtener dicha grafica se usaron las fórmulas expuestas en la sección 2.6 de esta tesis):

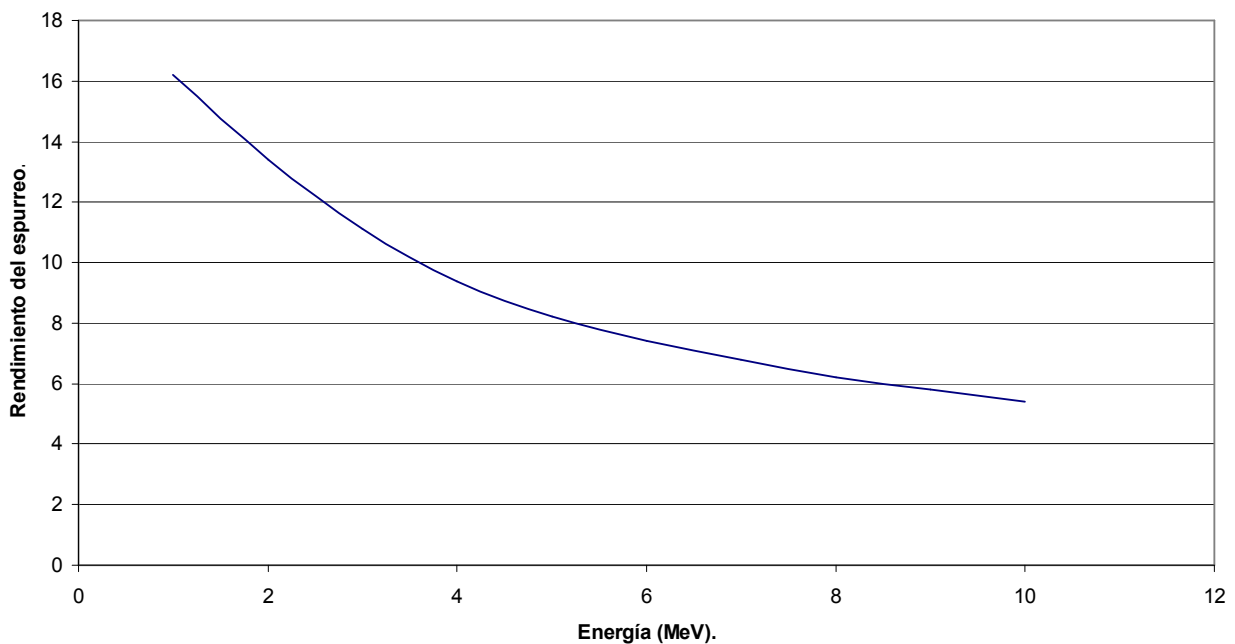


Figura 6.4 Gráfica del rendimiento de espurreo contra energía para el hierro bombardeado con iones de oro.

Como podemos ver en la figura 6.4, entre menor sea la energía de los iones se tiene un mayor rendimiento de espurreo, mientras que a mayor energía se tiene un rendimiento menor.

Las figuras 6.5, 6.6 y 6.7 muestran las fotografías de las muestras implantadas a 1, 5 y 9 MeV respectivamente:

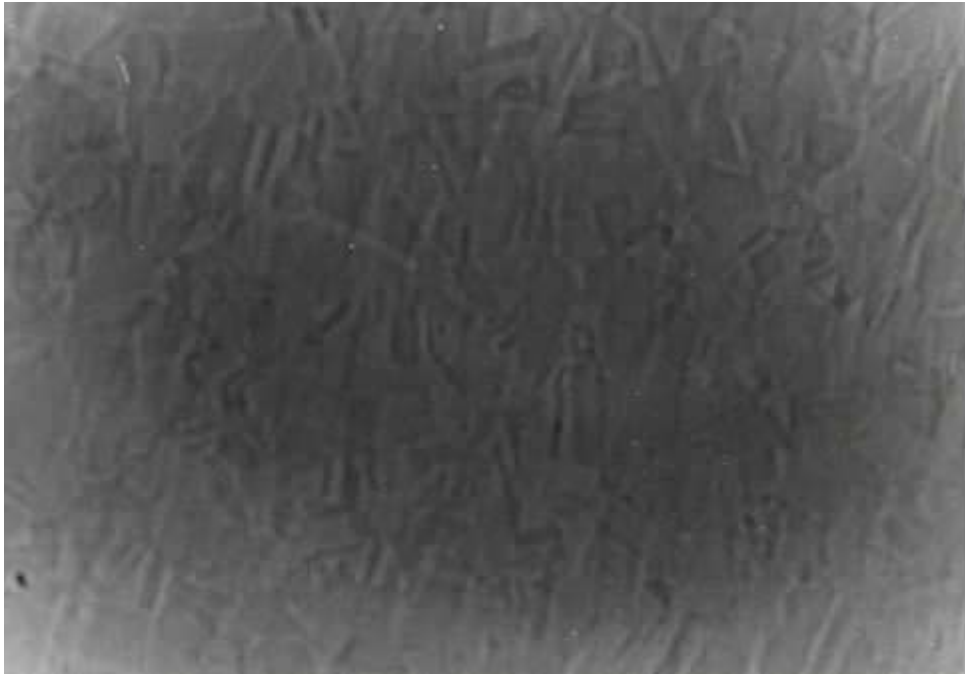


Figura 6.5 Acero 316L implantada con iones de oro de 1 MeV; en esta foto se observa un poco el revelado de la estructura del acero a causa del espurreo. Imagen obtenida con microscopio óptico a 100x en campo claro.

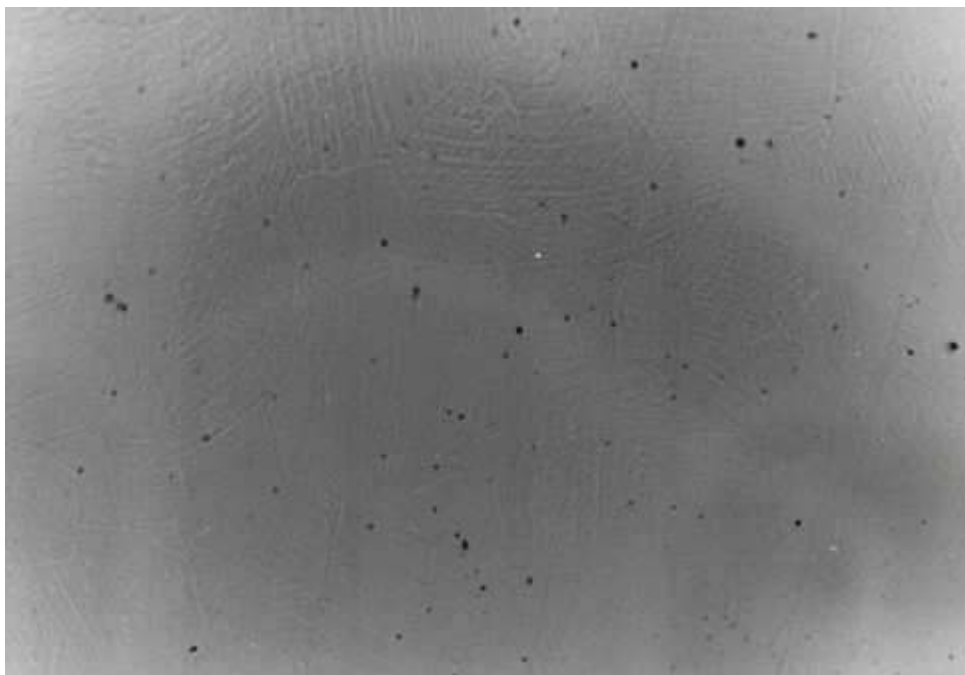


Figura 6.6 Acero 316L implantada con iones de oro de 5 MeV; en esta foto se observa un poco el revelado de la estructura del acero a causa del espurreo. Imagen obtenida con microscopio óptico a 200x en campo claro.



Figura 6.7 Acero 316L implantada con iones de oro de 9 MeV; en esta foto se observa claramente el revelado de la estructura del acero a causa del espurreo. Imagen obtenida con microscopio óptico a 200x en campo claro.

Estas fotografías se le tomaron a las muestras implantadas con una fluencia de  $2 \times 10^{16}$  iones/cm<sup>2</sup> en las que el haz de iones barrió toda la muestra.

En las imágenes mostradas podemos ver que existe un mayor revelado de la microestructura a 9 MeV, mientras que en las otras dos el revelado es un poco más tenue; esto último no se esperaba, ya que teóricamente debería haber mayor espurreo a menor energía (como lo ilustra la figura 6.4); esto pudo ser propiciado por otras causas tales como el aumento de la temperatura. En la figura 6.7 se ven más claramente los granos, las fronteras de grano y algunas maclas correspondientes a la martensita residual que tiene nuestro material.

En las muestras implantadas a las fluencias de  $3 \times 10^{17}$  y  $5 \times 10^{17}$  iones/cm<sup>2</sup> con un haz colimado de 5 y 9 MeV respectivamente, también se nota el efecto de espurreo, sobre todo para el caso de la muestra implantada con iones de oro de 5 MeV. Las figuras 6.8 y 6.9 muestran las fotografías a tales muestras implantadas.

En la figura 6.8 se ven zonas con distintas tonalidades de grises que aparentan ser granos, mientras que en la figura 6.9 pareciera ser que la muestra se sobre expuso a un bombardeo de iones y da una apariencia de quemado donde no se ve la

estructura del acero. Cabe aclarar que al ocupar un colimador no se tiene homogeneidad en el proceso de implantación y por esa razón aparecen zonas a distintas dosis de afluencia.

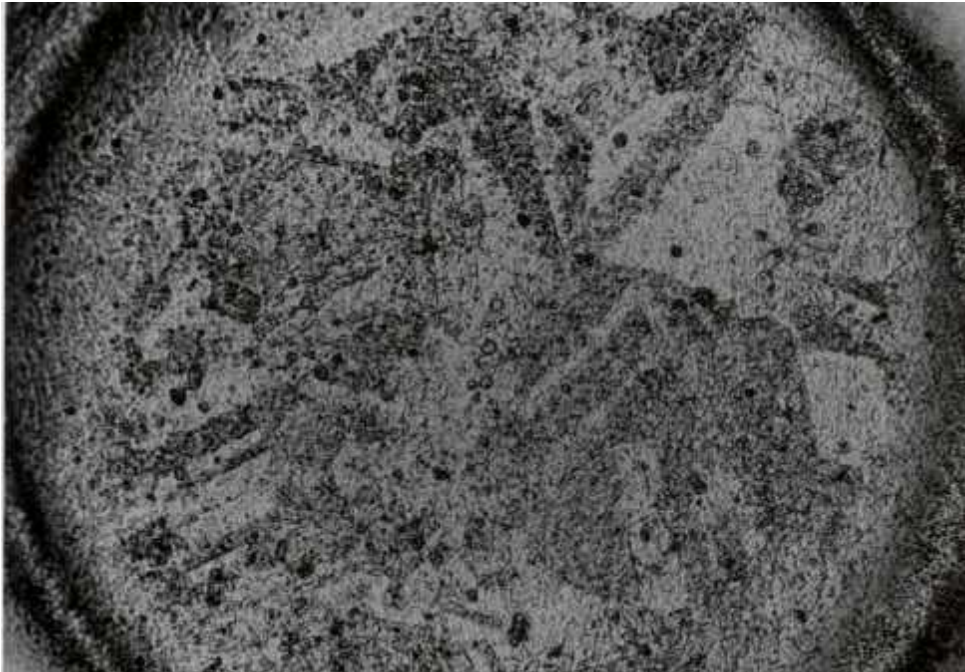


Figura 6.8 Acero 316L implantada con iones de oro de 5 MeV (se usó colimador de 0.5 mm de diámetro). Imagen obtenida con microscopio óptico a 200x en campo claro.

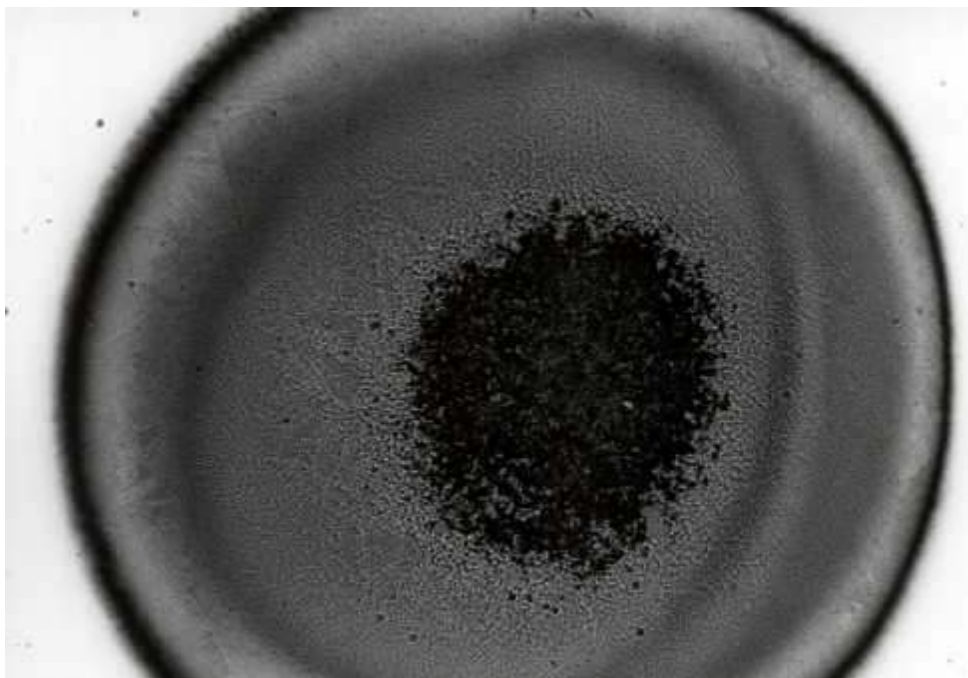


Figura 6.9 Acero 316L implantada con iones de oro de 9 MeV (se usó colimador de 0.5 mm de diámetro). Imagen obtenida con microscopio óptico a 100x en campo claro.

No obstante, a pesar de que en la parte céntrica de la muestra implantada con el haz colimado a 9 MeV no se puede ver la estructura del acero, se puede ver otro tipo de estructura la cual se muestra en la figura 6.10:

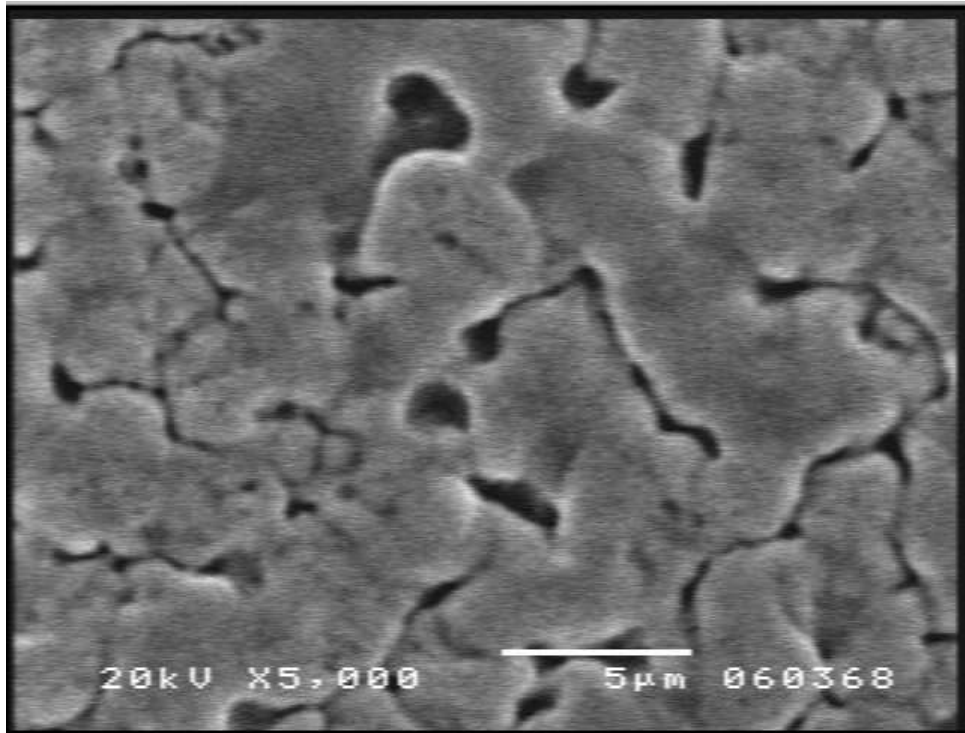


Figura 6.10 Acero 316L implantado con iones de oro de 9 MeV (se usó colimador de 0.5 mm de diámetro); en esta imagen tenemos una amplificación de la zona central de la implantación. Imagen obtenida con el microscopio de barrido (SEM) a 5000x.

En esta imagen vemos que existe una especie de grumos, los cuales probablemente se empezaron a formar como pequeñas bolas que fueron creciendo durante la implantación y que al final se unieron al encontrarse unas con otras. Eso explicaría los canales oscuros que se ven en la zona implantada.

Puesto que la penetración de los iones incidentes en un material dado depende del tipo de ion y de su energía inicial, se realizaron experimentos RBS con las muestras 316L12, 316L11, 316L10 y una muestra testigo.

Las partículas alfa utilizadas para los RBS fueron de distintas energías. En los espectros correspondientes se pudo observar los picos del oro implantado, los escalones de los elementos principales y los picos de algunos elementos poco abundantes tales como el oxígeno (producido por la oxidación del material) y el carbono (elemento del acero que se encuentra en muy baja concentración); en las muestras implantadas se puede observar cómo el pico del oro se recorre en función de qué tan profundo dentro de la muestra se encuentra depositado.

Con la ayuda del programa llamado SIMNRA 5.02 [Ht07] se puede realizar la simulación de los experimentos RBS, y ambos espectros (tanto el experimental como el calculado por la simulación) pueden ser superpuestos. La simulación se va ajustando gradualmente hasta que el espectro resultante sea lo más parecido al espectro obtenido experimentalmente.

El objetivo principal del RBS es ver algunos elementos de aleación, así como el oro implantado. El primer experimento RBS que se realizó fue con la muestra 316L12 implantada con iones de Au de 1 MeV, el espectro experimental así como el espectro calculado con el programa SIMNRA son mostrados en la figura 6.11, para ese espectro se usaron partículas alfa de 6 MeV:

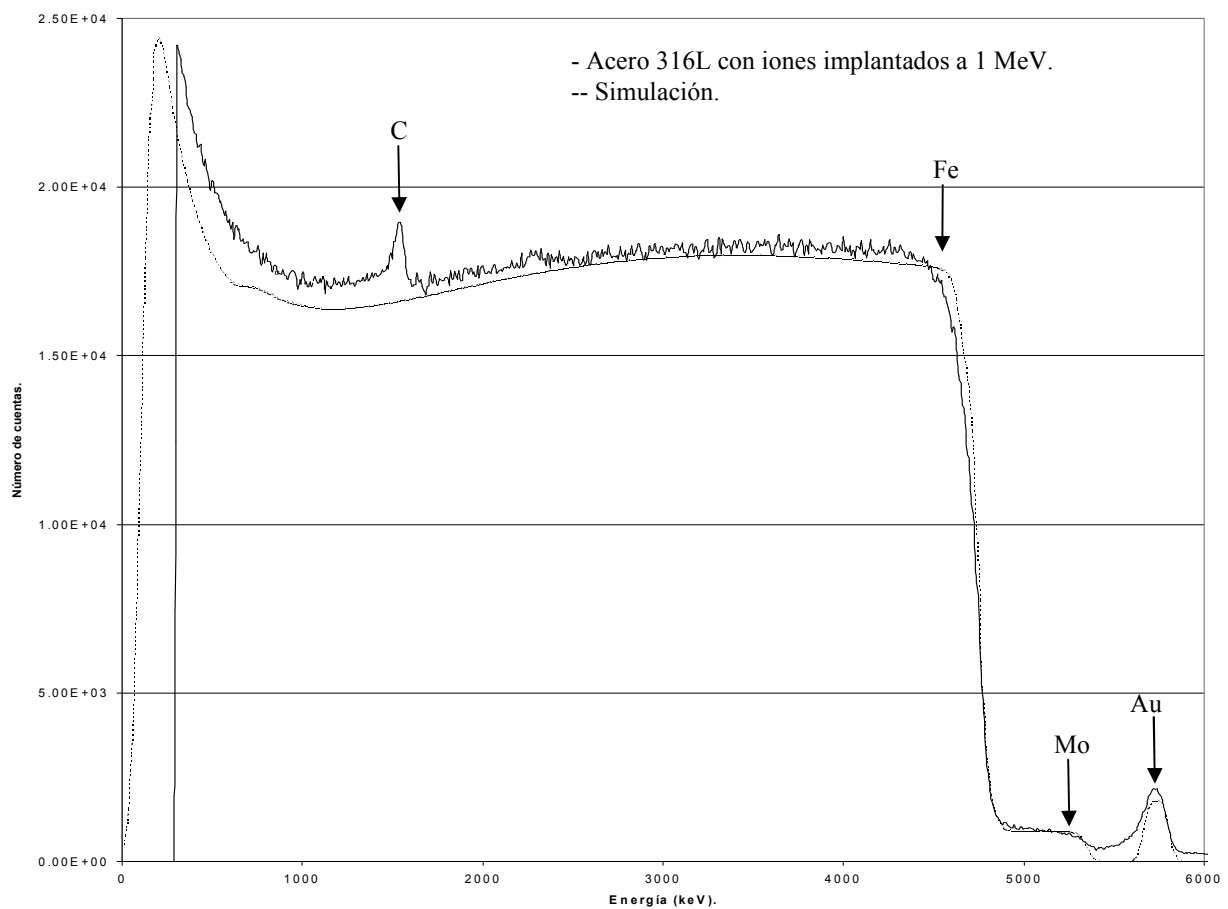


Figura 6.11 Espectro RBS con partículas alfa de 6 MeV de una muestra de acero 316L implantada con iones de Au de 1 MeV.

En este espectro se ven claramente las aristas del Fe y del Mo, y se nota claramente el pico del Au separado del Mo.



En la figura 6.12 se observa algo muy parecido al espectro anterior pero ahora para la muestra 316L11 implantada con iones de oro de 5 MeV con el haz barriendo toda la muestra.

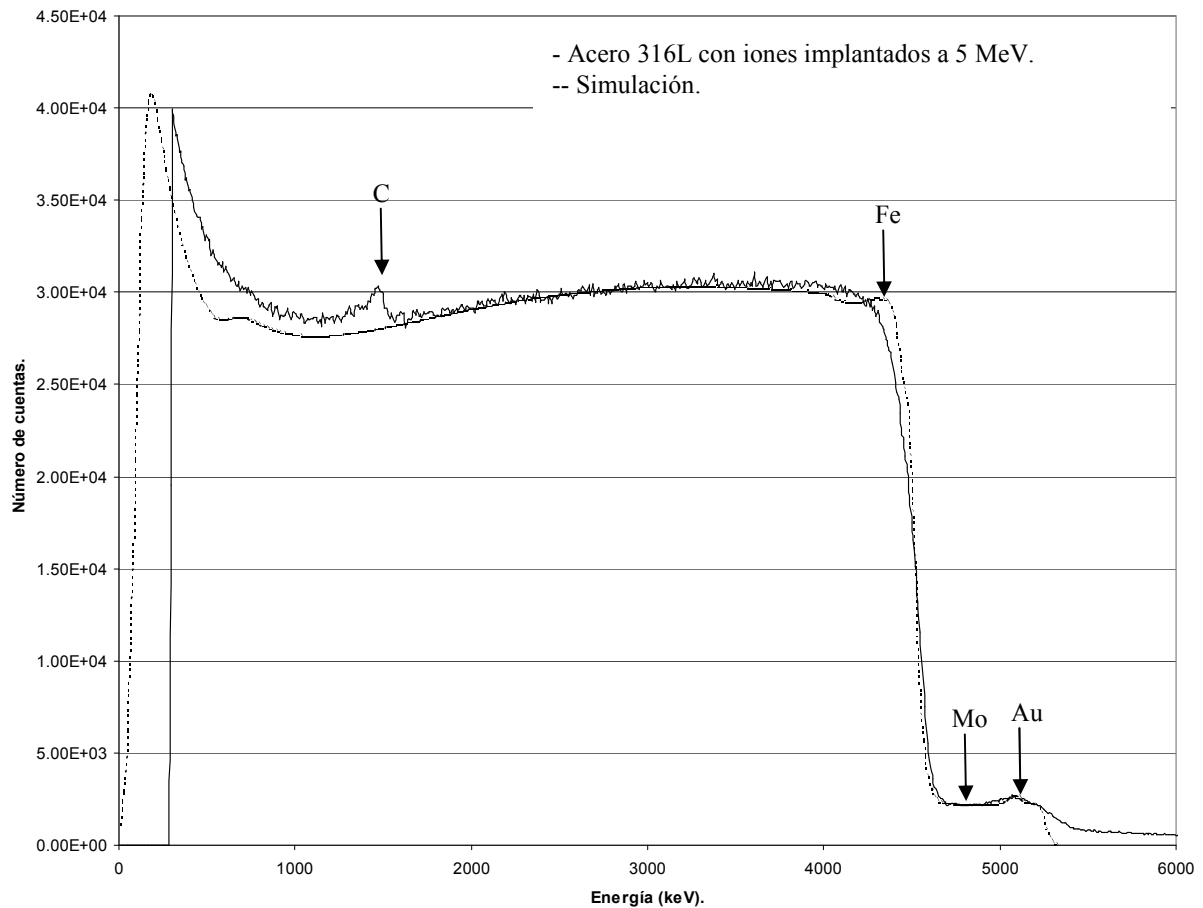


Figura 6.12 Espectro RBS con partículas alfa de 6 MeV de una muestra de acero 316L implantada con iones de Au de 5 MeV.

En este espectro el pico del Au se mezcla con el escalón de Mo, ya que los iones penetraron más dentro de la muestra y por lo tanto el pico se recorre hacia la izquierda.

Siguiendo con la misma dinámica, se tiene el espectro correspondiente de la muestra implantada con iones de oro 9 MeV barriendo sobre toda la muestra; aquí el pico del oro se recorre aún más hacia la izquierda y casi desaparece bajo el molibdeno; esto es mostrado en la figura 6.13.

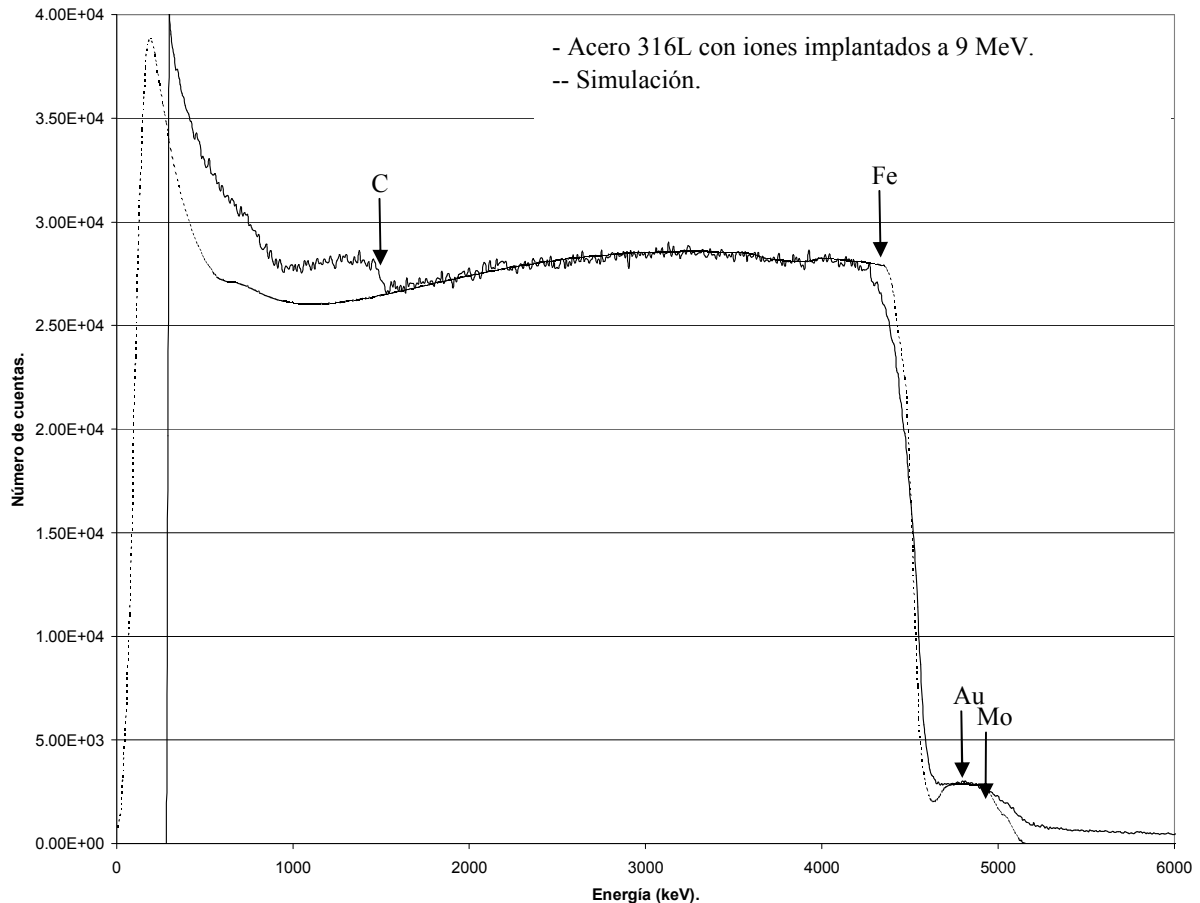


Figura 6.13 Espectro RBS con partículas alfa de 6 MeV de una muestra de acero 316L implantada con iones de Au de 9 MeV.

Con lo anterior concluimos que la técnica de RBS es más útil cuando se realizan implantaciones a baja energía dado que los iones no penetran tanto dentro de la muestra y por consiguiente el pico correspondiente se separa del resto de los elementos que contenga dicha muestra.

En los tres espectros se ve claramente el pico que corresponde al oro implantado en cada una de las muestras, en los espectros simulados se le indicó al programa SIMNRA que el oro se encontraba a la distancia y con la dispersión calculadas con el programa SRIM 2003; dado que los espectros simulados y los espectros experimentales se parecen mucho, corroboramos que el programa SRIM realizó un buen cálculo y que los iones de oro si se implantaron a la profundidad calculada por dicho programa.

Adicionalmente se realizó un espectro para una muestra testigo, la cual sólo se encontraba pulida y lavada; este espectro nos sirve de referencia y nos muestra sólo los elementos primordiales que destacan del acero 316L (ver figura 6.14).

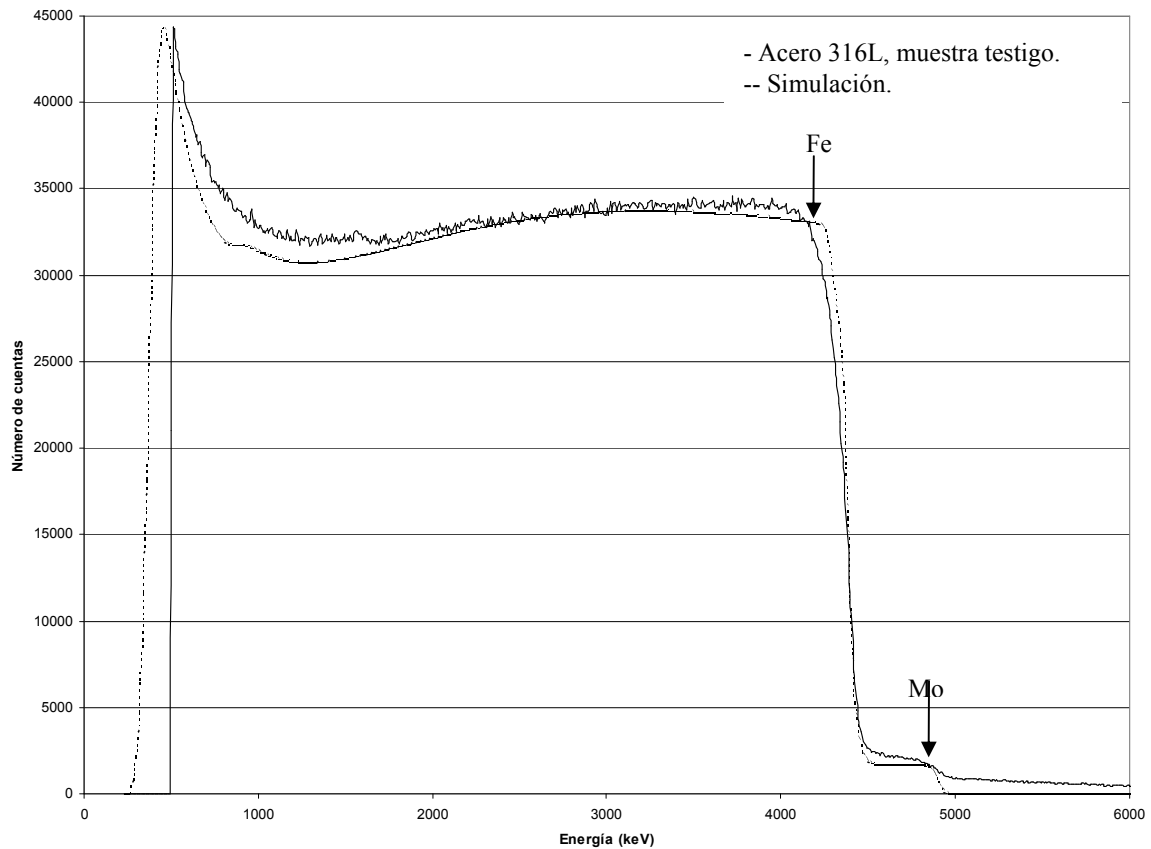


Figura 6.14 Espectro RBS con partículas alfa de 6 MeV de una muestra de acero 316L sin implantar.

En todos los espectros de RBS anteriores se observa que el pico de oxígeno no aparece, este elemento a pesar de que no forma parte de la estructura, suele aparecer en algunos metales debido al proceso de oxidación que sufre de forma natural.

Para poder observar el oxígeno es preciso realizar los espectros de RBS con partículas alfa de 7 MeV, ya que a esta energía el oxígeno presenta una resonancia en su sección eficaz. Las figuras 6.15, 6.16, 6.17 y 6.18 muestran los espectros RBS realizados a 7 MeV para las muestras implantadas a 1, 5, 9 MeV y a la muestra sin implantar respectivamente.

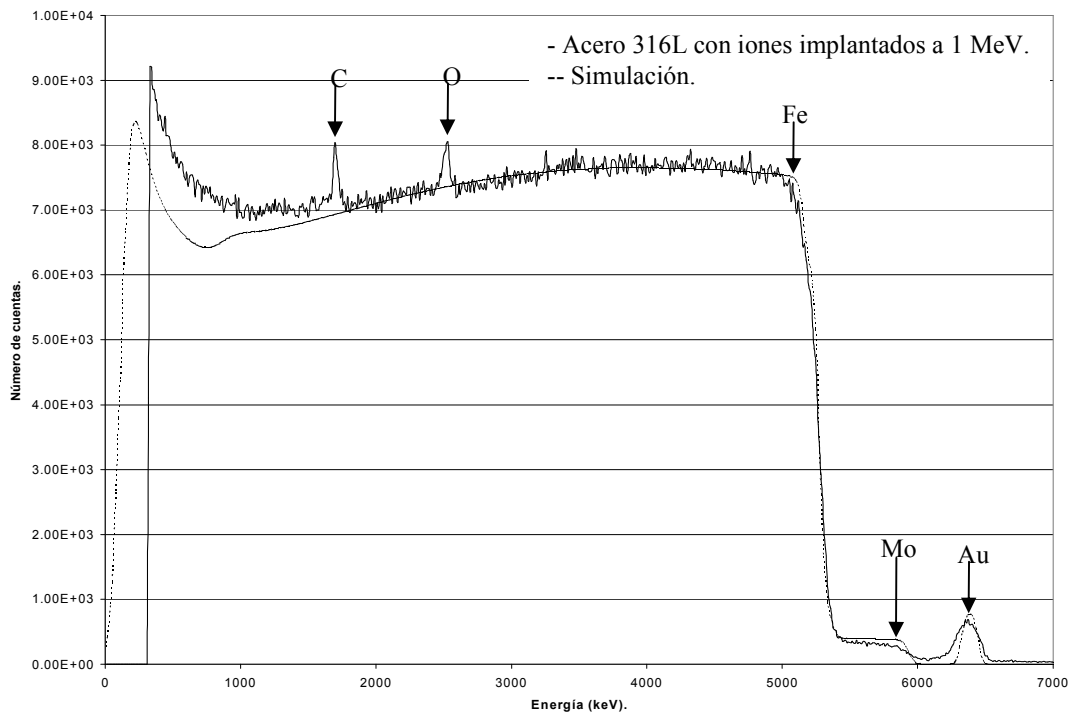


Figura 6.15 Espectro RBS con partículas alfa de 7 MeV de una muestra de acero 316L implantada con iones de Au de 1 MeV.

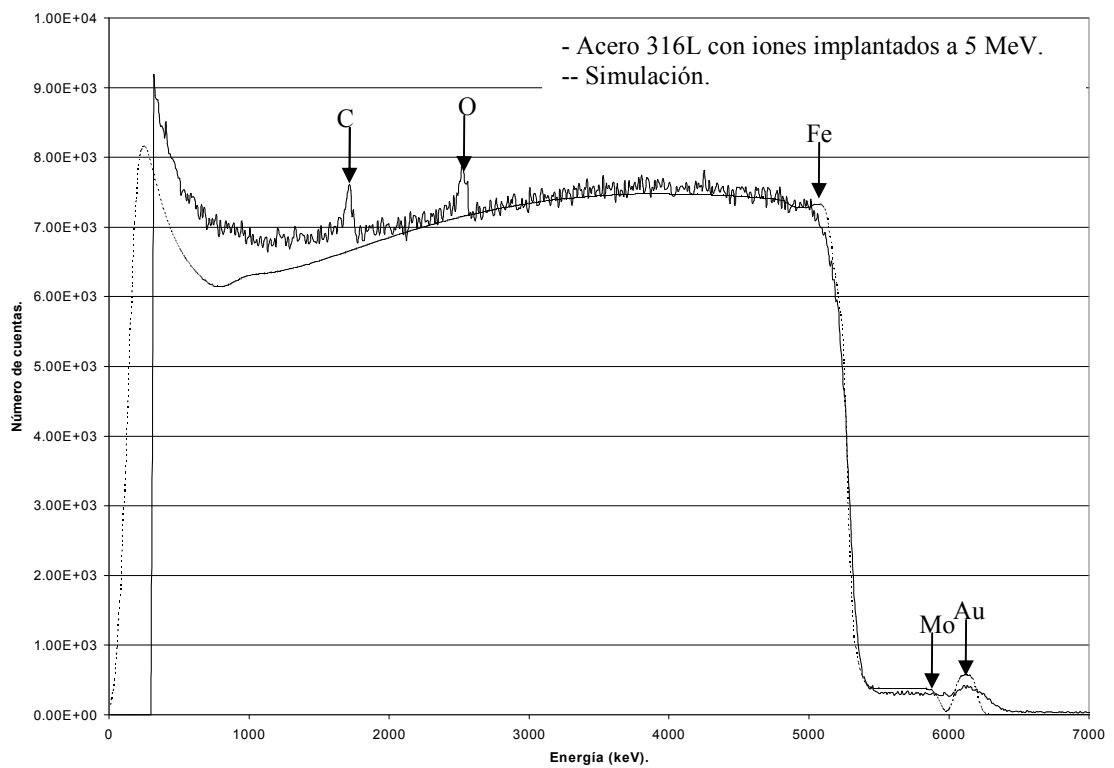


Figura 6.16 Espectro RBS con partículas alfa de 7 MeV de una muestra de acero 316L implantada con iones de Au de 5 MeV.

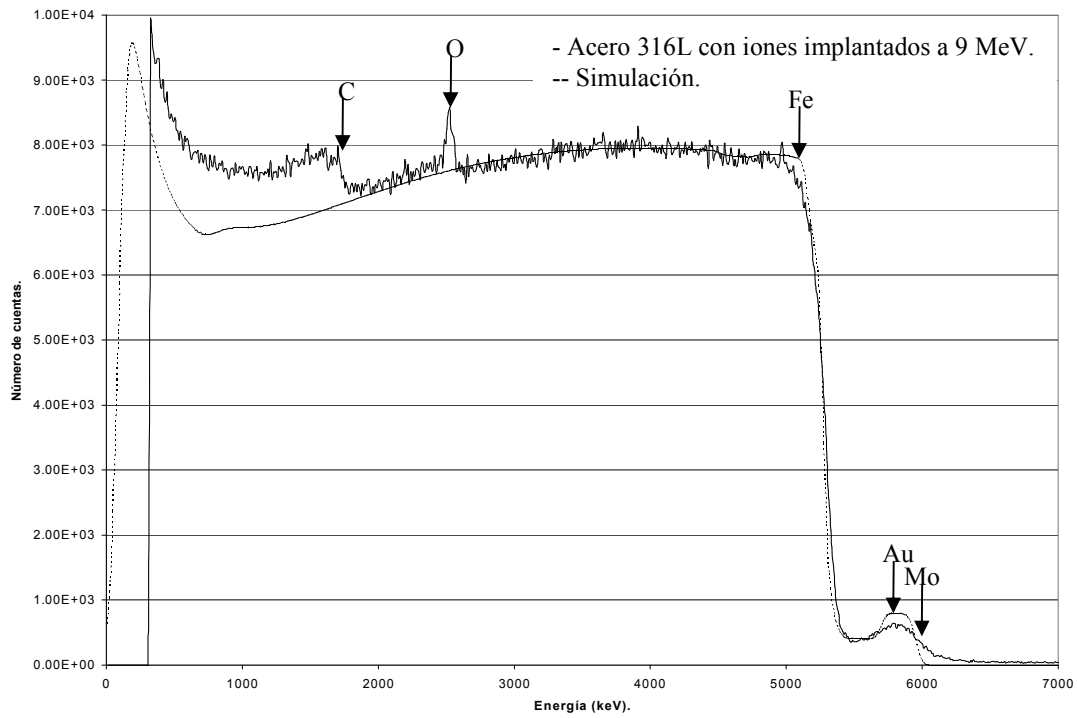


Figura 6.17 Espectro RBS con partículas alfa de 7 MeV de una muestra de acero 316L implantada con iones de Au de 9 MeV.

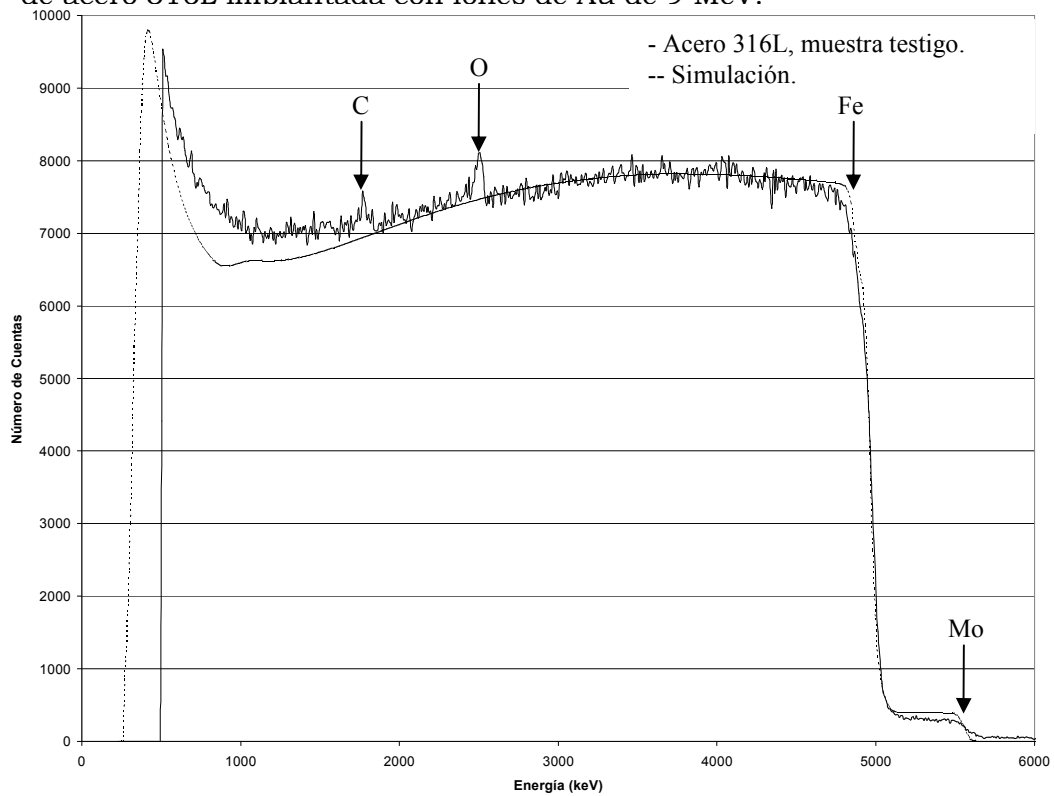


Figura 6.18 Espectro RBS con partículas alfa de 7 MeV de una muestra de acero 316L sin implantar.

En estos espectros aparece un pico de oxígeno muy pequeño a pesar de que estos fueron realizados a una energía donde se presenta una resonancia del oxígeno, con lo cual corroboramos que este tipo de acero se oxida muy poco y por lo tanto es un buen acero inoxidable, además concluimos que el proceso de implantación no afecta o influye en la oxidación de nuestro material, ya que los picos de oxígeno en los cuatro casos no se ve modificado de manera notable.

## **6.2. Metalografía del acero 316L.**

La metalografía se realiza con una muestra de acero 316L pulida y lavada. Como se revela la estructura, se puede observar en diversos microscopios, ya sea en el óptico ó en el de barrido (SEM).

A continuación se mostrará una serie de imágenes - obtenidas con los diversos microscopios - de la muestra sin implantar atacada químicamente:

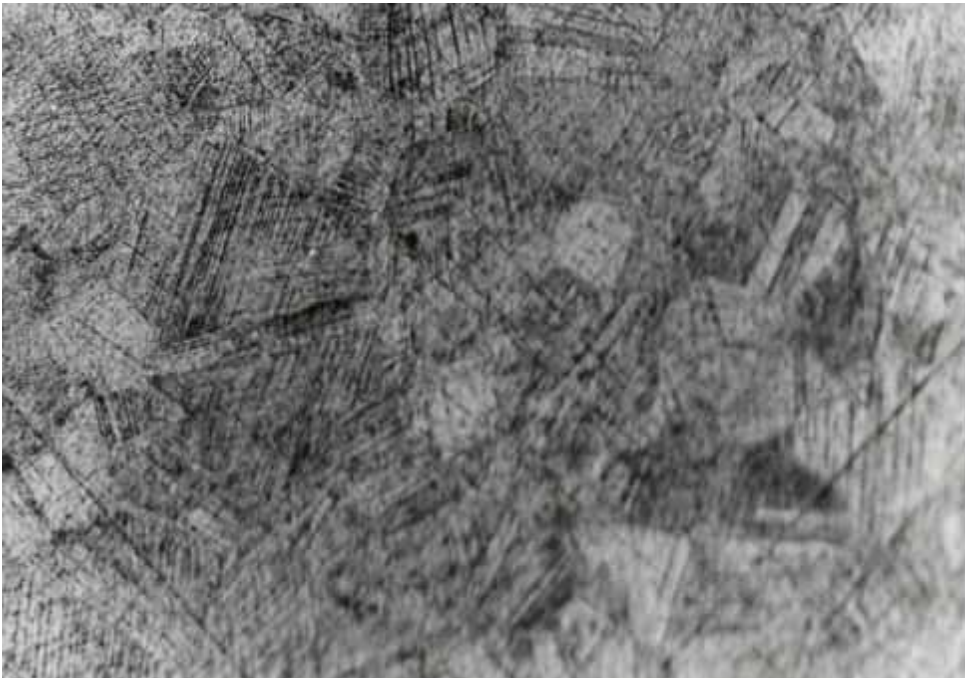


Figura 6.19 Acero 316L atacado con Marble's en dos tiempos de 15 y 5 segundos secuenciales. Imagen obtenida con microscopio óptico a 200x en campo claro.

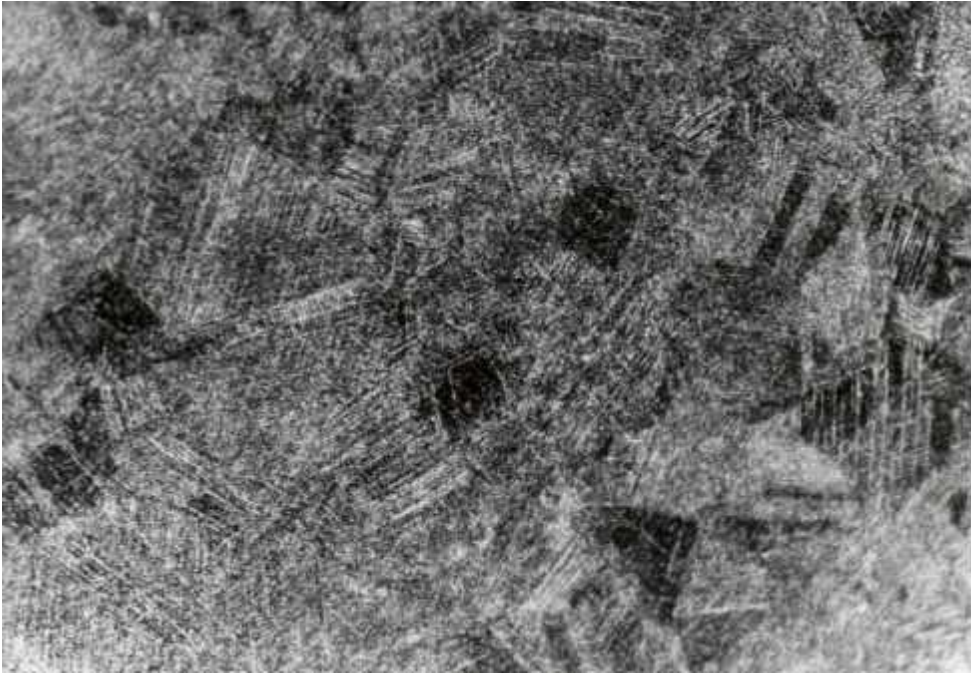


Figura 6.20 Acero 316L atacado con Marble's en dos tiempos de 15 y 5 segundos respectivamente. Imagen obtenida con microscopio óptico a 200x en campo oscuro (es la misma zona que la imagen anterior).

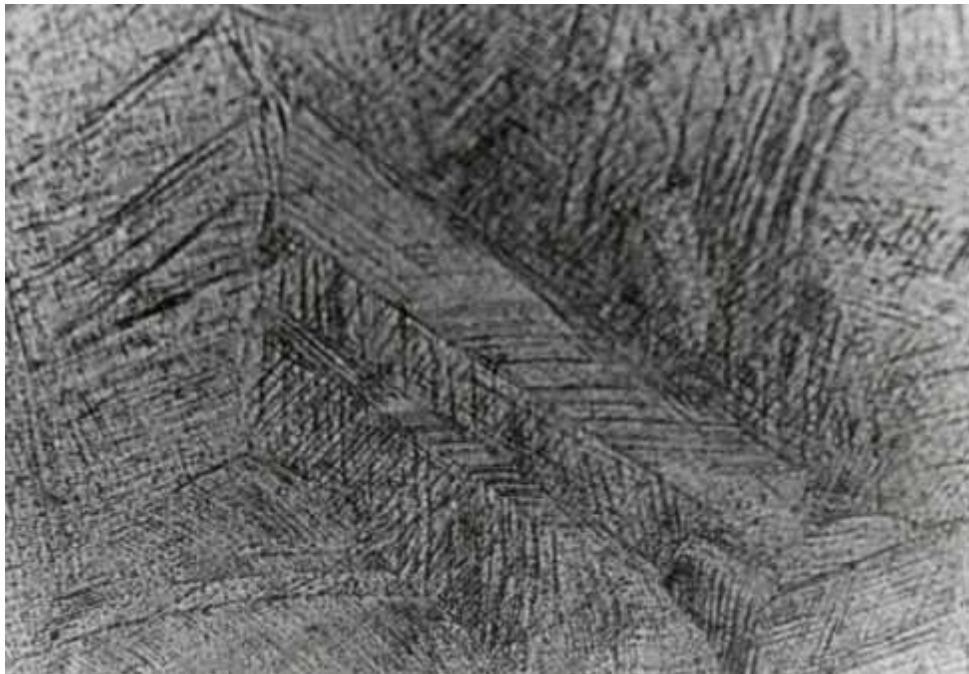


Figura 6.21 Acero 316L atacado con Marble's durante 30 segundos. Imagen obtenida con microscopio óptico a 500x en campo claro.

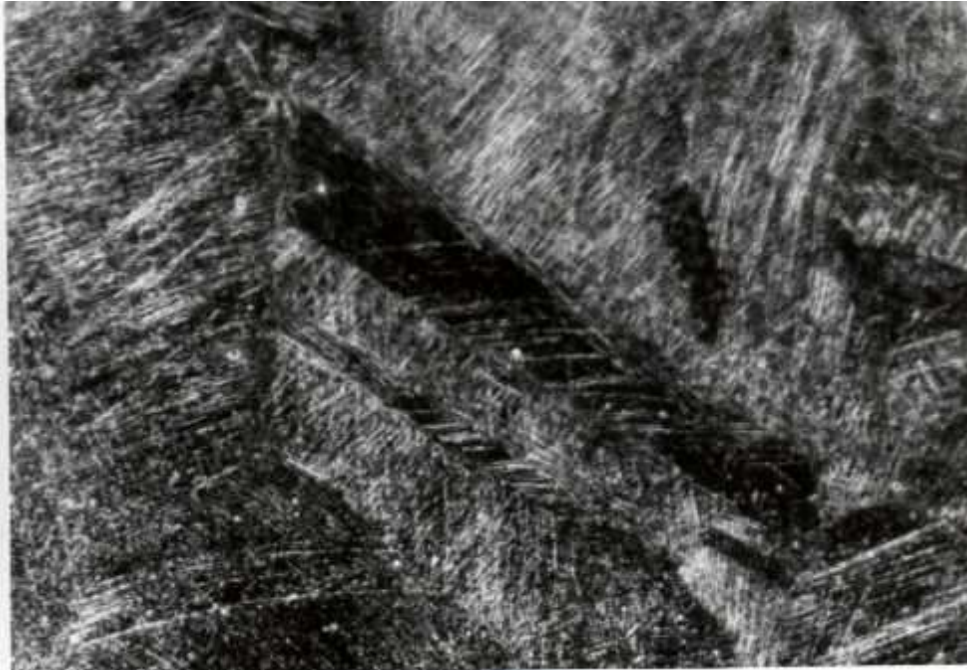


Figura 6.22 Acero 316L atacado con Marble´s durante 30 segundos. Imagen obtenida con microscopio óptico a 500x en campo oscuro (es la misma zona que la imagen anterior).

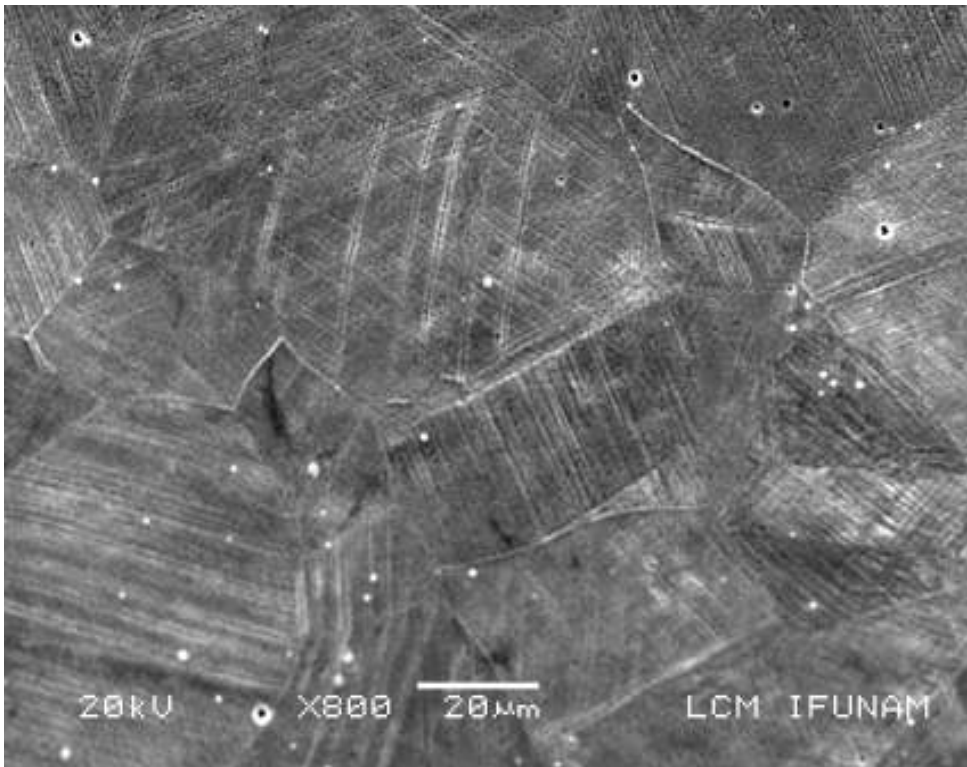


Figura 6.23 Acero 316L atacado con Marble´s durante 30 segundos. Imagen obtenida con un microscopio de barrido (SEM) a 800x.



En las anteriores imágenes de microestructura del acero 316L tomadas con dos diferentes microscopios, se observan claramente los granos, sus correspondientes fronteras y las maclas que presenta el material. Con el microscopio óptico se tomaron fotos a dos muestras con tiempo de ataque distinto a distintas ampliaciones y en cada una de las zonas se capturó la imagen en campo claro y en campo oscuro para tener un contraste diferente y poder distinguir de manera distinta los detalles.

En las figuras 6.21 y 6.22 se observan varias maclas bastante grandes que en la foto aparecen en diagonal.

Como podemos ver en la imagen 6.23, los granos del material resultan ser del orden de 15 a 50  $\mu\text{m}$  aproximadamente.

### 6.3. Resultados EDS.

Primero se realiza un análisis EDS a la muestra testigo, el cual nos servirá como referencia para los demás análisis de las muestras implantadas.

Muestra testigo:

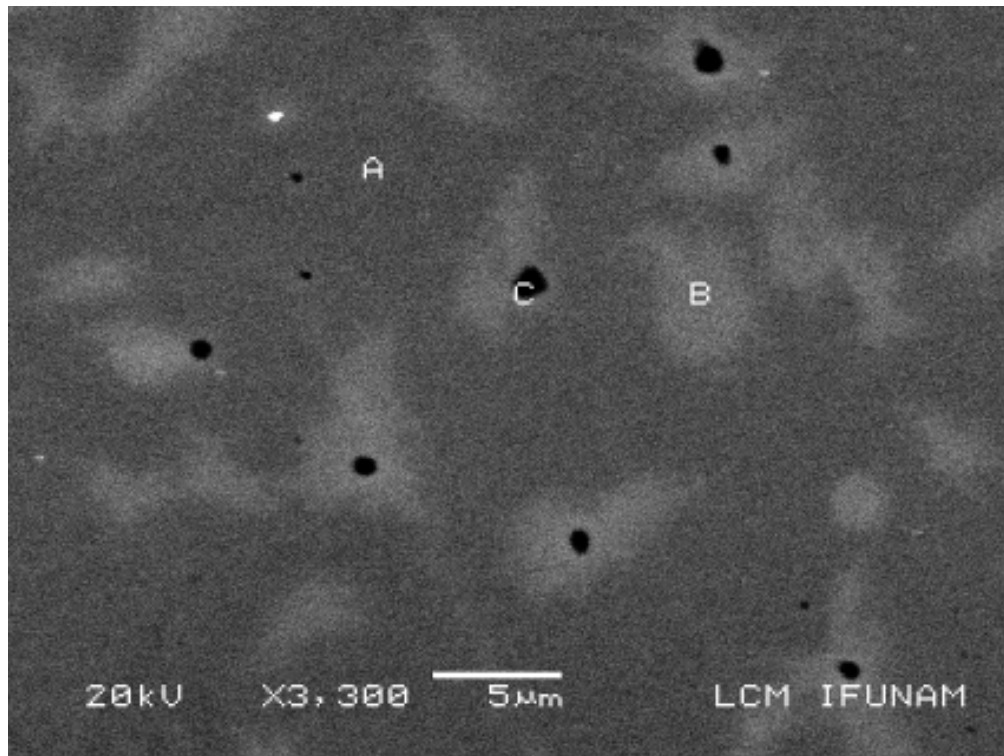


Figura 6.24 Muestra testigo de acero 316L; en las zonas A, B y C se realizaron estudios de EDS. Imagen obtenida con el microscopio de barrido (SEM) a 3300x.

En esta muestra se marcaron tres zonas. La zona A corresponde a la parte gris oscuro de la muestra, la zona B corresponde a la parte gris clara y la zona C corresponde al hoyo negro que se muestra en la imagen.

Cabe señalar de entrada que los hoyos negros que se ven en la imagen son del orden de 0.5 a 2  $\mu\text{m}$  de diámetro, mientras que las zonas gris claro se extienden en su lado más extenso aproximadamente 2 a 6  $\mu\text{m}$ . Casi todas las zonas gris claro tienen asociado un hoyo en su centro.

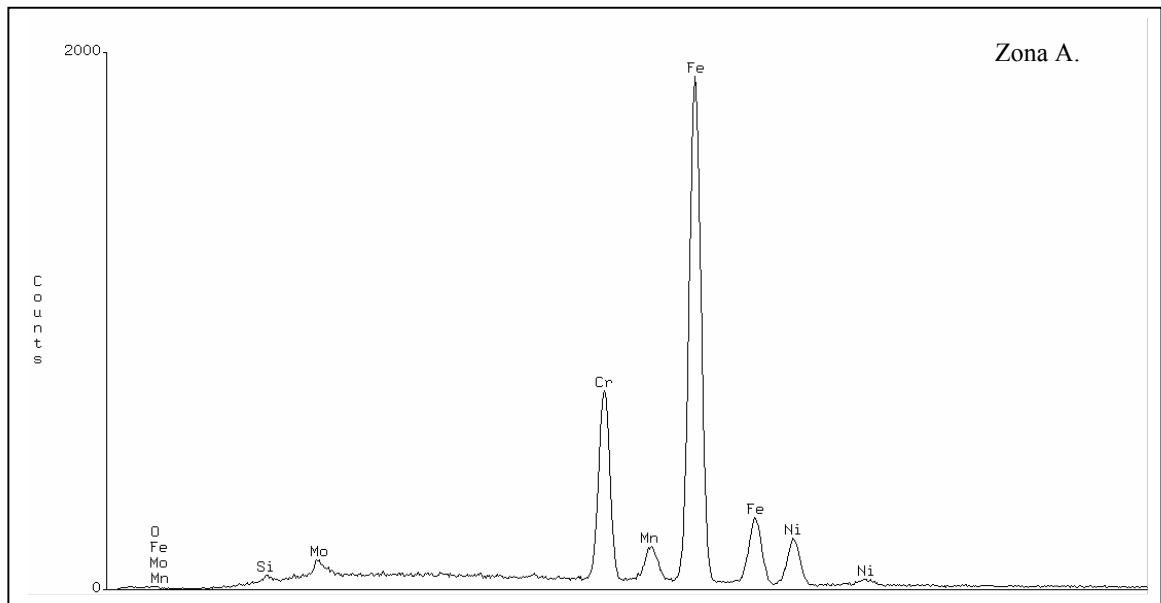


Figura 6.25 Espectro EDS para la muestra testigo en la zona A. Obtenido en el microscopio de barrido (SEM).

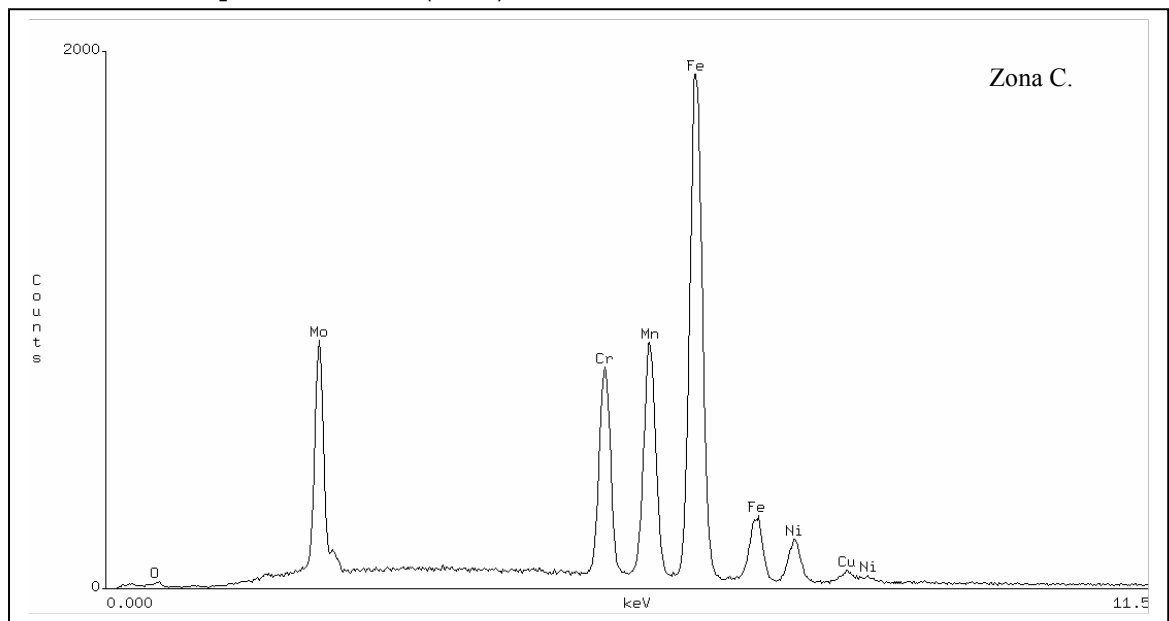


Figura 6.26 Espectro EDS para la muestra testigo en la zona C. Obtenido en el microscopio de barrido (SEM).

La concentración de los distintos elementos es normal en la figura 6.25, es decir, la concentración de cada uno de los elementos es la esperada para el acero 316L. Por otro lado, en la zona C tenemos que la concentración de Mo y Mn se incrementan mucho, mientras que en la de la zona B se tuvo un muy ligero incremento en la concentración del Mo y del Mn, pero prácticamente se tiene una composición igual a la reportada para el acero 316L (por esa razón no se incluyó la imagen).

Por otro lado, en las muestras se notan unas esferas blancas que tienen la siguiente forma:

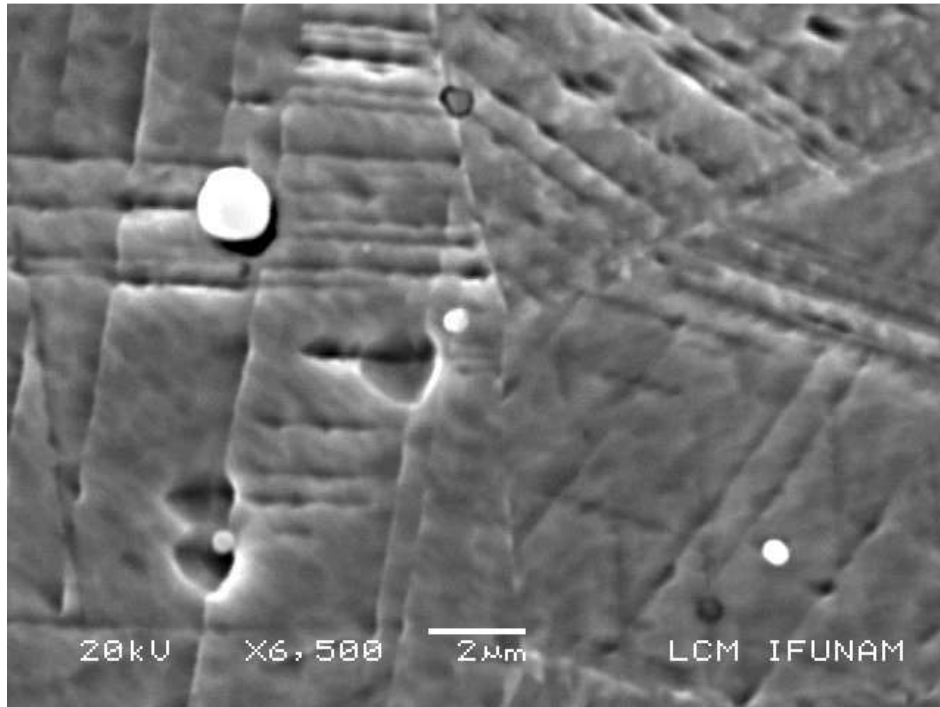


Figura 6.27 Acero 316L atacado con el reactivo Marble's; en esta imagen tenemos una amplificación de las esferas del material. Imagen obtenida con el microscopio de barrido (SEM) a 6500x.

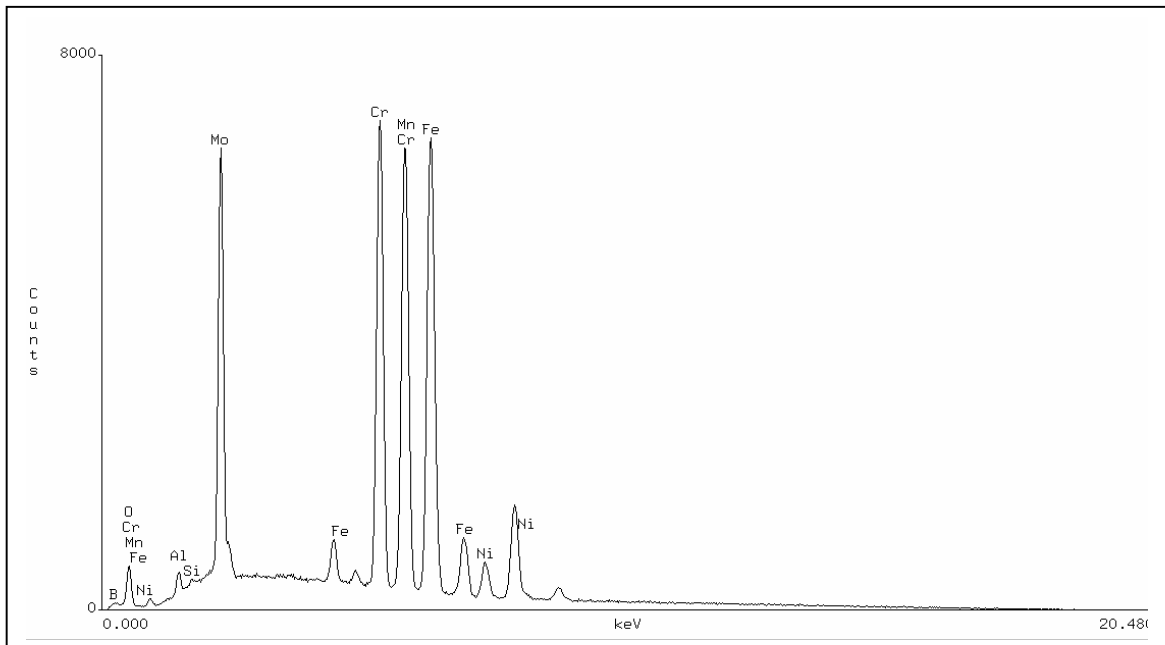


Figura 6.28 Espectro EDS a la bola blanca de la muestra atacada con Marble's durante 30 segundos. Obtenido en el microscopio de barrido (SEM).

Las esferas blancas que se logran ver perfectamente en la imagen 6.27 aparecen en varias de las fotos (donde es más notorio es en la imagen 6.23); dichas esferas tienen un diámetro que va de los 500 nm a los 1700 nm aproximadamente.

Un EDS realizado a la esfera grande que aparece en la figura 6.27 revela que su composición química resulta ser muy rica en Mo, Mn y Cr (ver figura 6.28).

A esta misma muestra se le realizaron otros EDS en lugares alejados de las esferas para ver si la composición cambiaba, y resultó ser igual a la composición correspondiente al acero 316L, cuyo espectro es mostrado por la figura 6.25.

Con esto podemos concluir que el acero 316L tiene agregados u hoyos ricos en ciertos elementos químicos que para el caso de las esferas blancas se trata de Mo, Mn y Cr, y para los hoyos son sólo Mo y Mn.

Ahora veremos lo que se encontró para las muestras implantadas a distintas energías y con diferentes afluencias de iones.

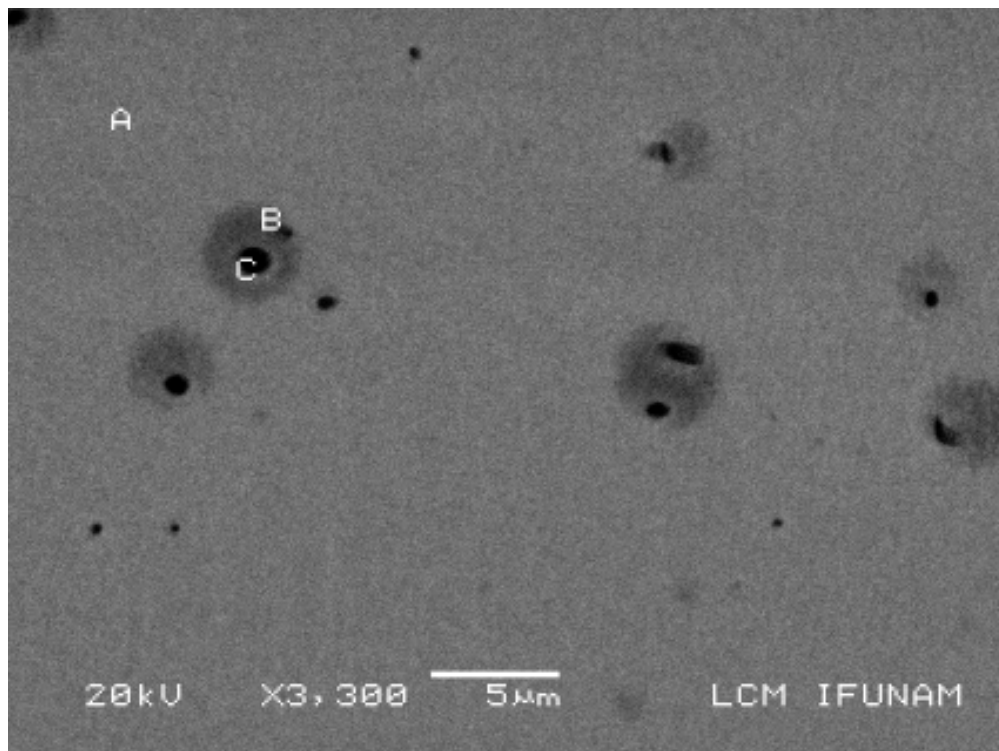


Figura 6.29 Muestra de acero 316L implantada con iones de oro de 1 MeV; en las zonas A, B y C se realizaron estudios de EDS. Imagen obtenida con el microscopio de barrido (SEM) a 3300x.

La imagen 6.29 fue tomada a la muestra implantada con iones de Au de 1 MeV con el haz barriendo toda la muestra a una afluencia total de  $2 \times 10^{16}$  iones/cm<sup>2</sup>. En ella se distinguen tres zonas a las cuales se les realizó un estudio EDS.

El espectro realizado en la zona A nos revela que su composición química es la correspondiente al acero estudiado.

La zona C es un hoyo que tiene la muestra en el cual se tiene una alta concentración de Mo y Mn, estos hoyos ya aparecían en la muestra testigo por lo que no se lo podemos atribuir al proceso de implantación. En este caso la zona B aparenta estar un poco más oscura que el resto de la muestra; su composición es muy similar a la zona B de la muestra anterior, es decir, su composición es muy parecida a la del acero 316L salvo que se tiene un ligero incremento en la concentración del Mo y del Mn.

Cabe señalar que la apariencia de las diferentes zonas cambia un poco con respecto a la imagen de la muestra testigo.

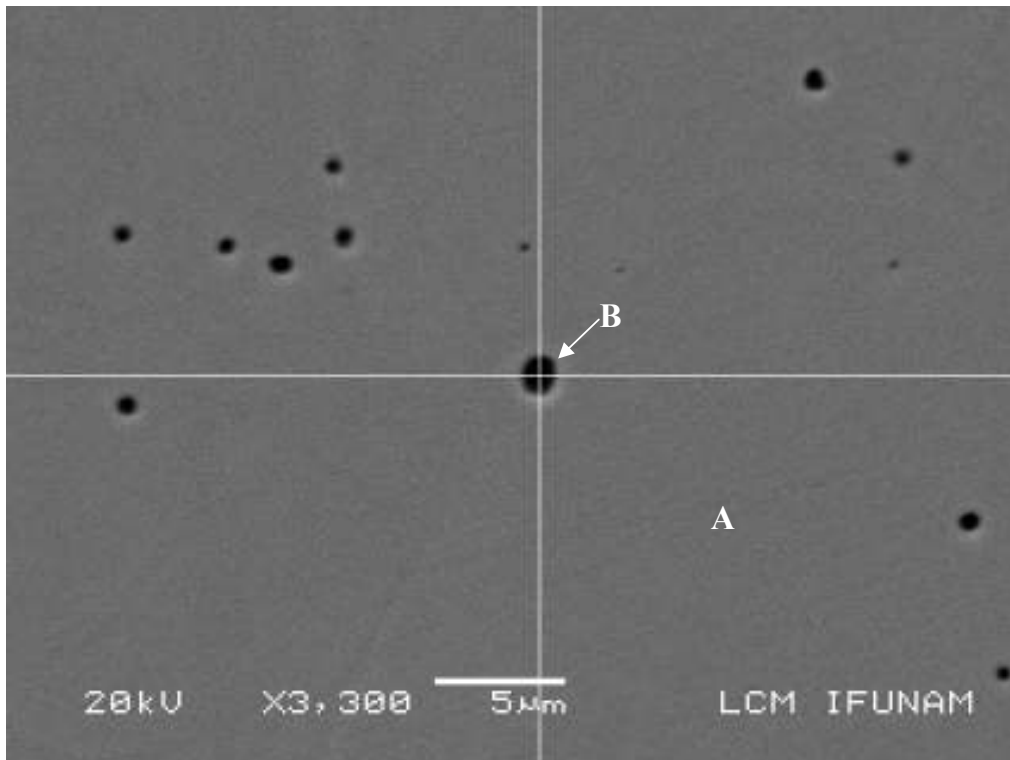


Figura 6.30 Muestra de acero 316L implantada con iones de oro de 5 MeV; en las zonas A y B se realizaron estudios de EDS. Imagen obtenida con el microscopio de barrido (SEM) a 3300x.

La imagen 6.30 fue tomada a la muestra implantada con iones de Au de 5 MeV con el haz barriendo toda la muestra a una afluencia total de  $2 \times 10^{16}$  iones/cm<sup>2</sup>. En ella se distinguen dos zonas a las cuales se les realizó un estudio EDS.

La zona A muestra una vez más la concentración química correspondiente al acero 316L, mientras que la zona B (hoyo) tiene un alto porcentaje de Mo y Mn.

Es importante destacar que en este caso las zonas que tenían una concentración similar a la del acero sólo que con un ligero incremento en Mo, aquí es reducido prácticamente al contorno de los hoyos, formando alrededor de ellos una especie de halo gris claro.

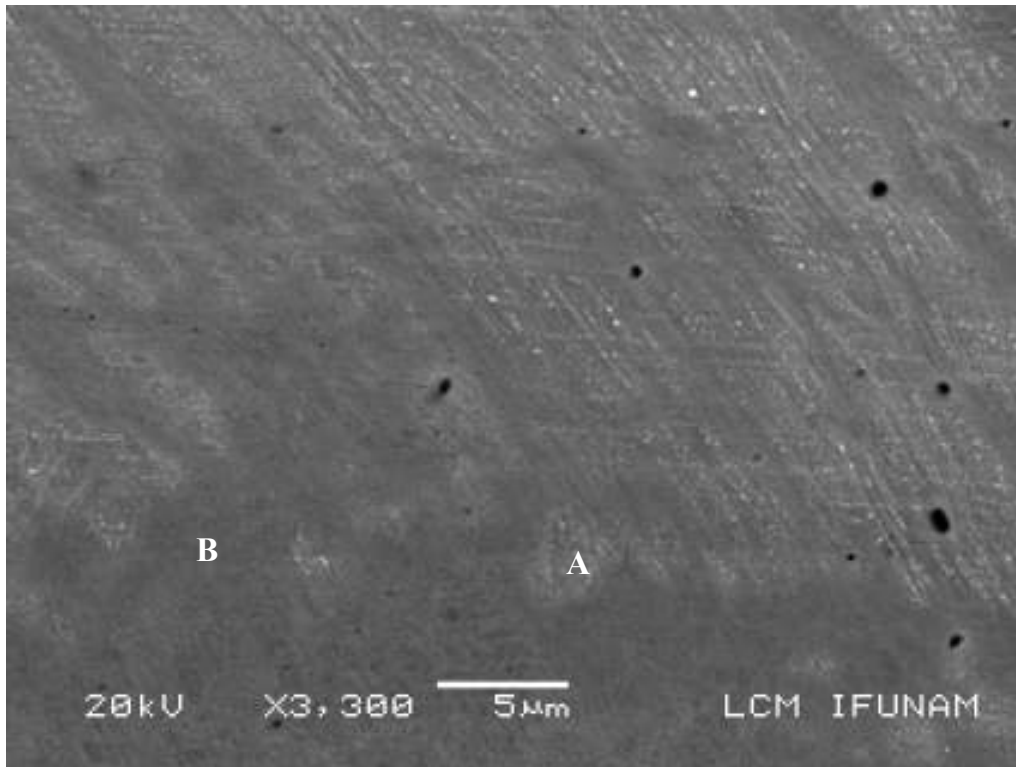


Figura 6.31 Muestra de acero 316L implantada con iones de oro de 9 MeV; en las zonas A y B se realizaron estudios de EDS. Imagen obtenida con el microscopio de barrido (SEM) a 3300x.

La imagen 6.31 fue tomada a la muestra implantada con iones de Au de 9 MeV con el haz barriendo toda la muestra a una afluencia total de  $2 \times 10^{16}$  iones/cm<sup>2</sup>. En ella se distinguen dos zonas a las cuales se les realizó un estudio EDS (ver imagen).

En esta ocasión no se le realizó el estudio de EDS a los hoyos que aparecen en la imagen porque se supuso que tenían la misma concentración química que los hoyos anteriores. Sin embargo, aparecen dos zonas con distintas tonalidades de grises a las cuales se les realizó el EDS.

Tanto en la zona A como en la zona B se tienen espectros y resultados iguales a las zonas A y B de la muestra testigo respectivamente, es decir, la zona A muestra una composición química igual a la del acero 316L y la zona B una composición similar a la del acero pero con un ligero incremento con respecto a la zona A en la concentración del Mo.

Con todo lo anterior concluimos que los dos tipos de zonas grises presentes en la muestra testigo no son alterados significativamente en su composición química, pero sí en su forma durante el proceso de implantación de iones. Por otro lado vemos que los hoyos ricos en Mo y Mn que también aparecen en la muestra testigo, no cambian ni en forma ni en composición química. Adicionalmente notamos que en todos estos espectros de EDS realizados a las muestras implantadas no aparece el pico de oro; esto ocurrió porque la afluencia de iones resultó demasiado baja para que se pudiera notar la presencia del oro por medio de esta técnica.

A continuación se mostrarán algunos de los estudios de EDS realizados a las muestras implantadas con iones de Au de 5 y de 9 MeV con una afluencia total de  $3 \times 10^{17}$  y  $5 \times 10^{19}$  iones/cm<sup>2</sup> respectivamente (recordemos que para estos casos de implantación se usó un haz de iones colimado de 0.5 mm de diámetro). En estas dos muestras se decidió incrementar la afluencia de iones de oro para que pudiéramos ver los picos de este elemento, ya que con los experimentos anteriores no se lograba ver; dado que se usó colimador durante el proceso de implantación, el depósito de iones no resulta ser homogéneo.

Muestra implantada a 5 MeV:

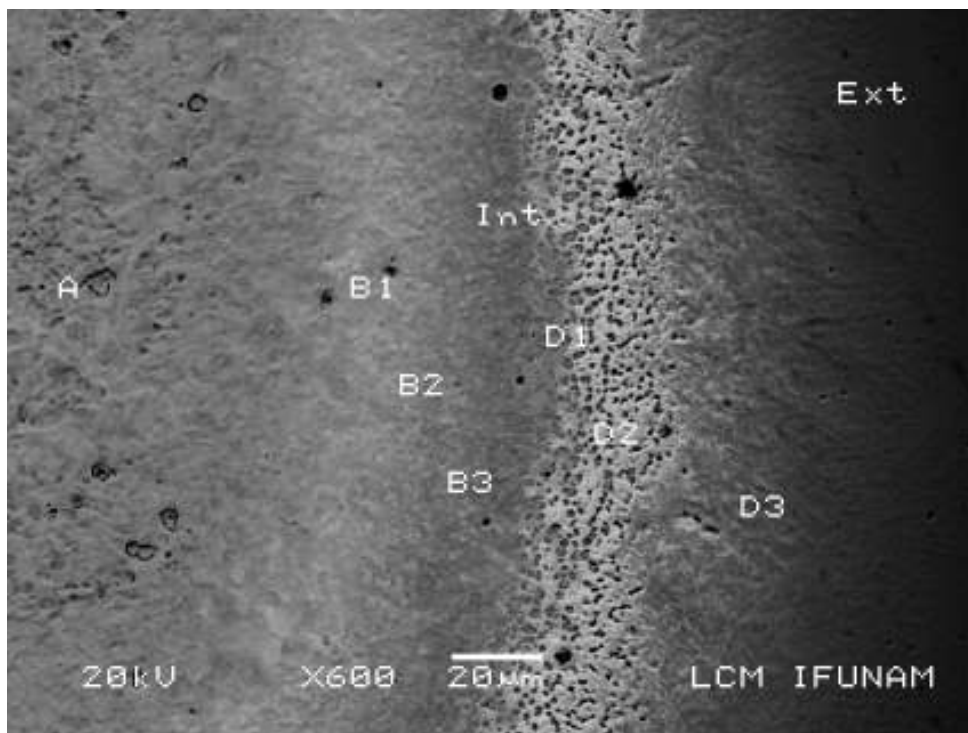


Figura 6.32 Muestra de acero 316L implantada con iones de oro de 5 MeV (en la que se usó colimador); en las zonas indicadas en la imagen se realizaron estudios de EDS. Imagen obtenida con el microscopio de barrido (SEM) a 600x.

En este caso observamos diversas zonas, en primer lugar la zona A y varios halos a su alrededor. Todas las zonas indicadas en la figura 6.32 fueron analizadas con EDS para saber su composición química, aunque por cuestiones prácticas y para



evitar repeticiones, sólo se presenta el espectro principal realizado en la zona A y se menciona que se encontró en las demás zonas.

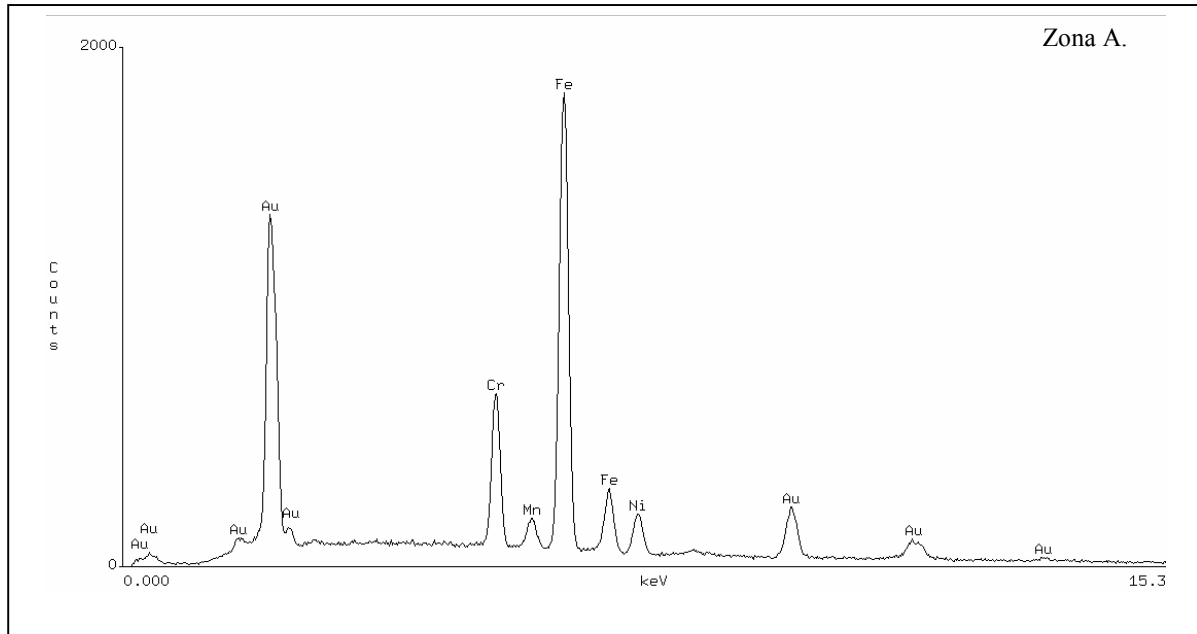


Figura 6.33 Espectro EDS para la muestra implantada con iones de oro de 5 MeV en la zona A (se usó colimador de 0.5 mm de diámetro). Obtenido en el microscopio de barrido (SEM).

En la zona A se tiene un espectro similar a los obtenidos anteriormente, sólo que en este caso se distingue claramente los picos de Au (se logran ver varios de los picos de oro tales como el M y el L) cuya concentración resultó ser superior al 40% en peso. La aparición del Au en los espectros fue posible debido a que la afluencia que se tuvo en esta ocasión fue mucho mayor a la que se tenía cuando el haz barrió la totalidad de las muestras.

Los espectros realizados en el resto de las zonas indicadas en la figura 6.32 nos muestran que la concentración de Au cambia en cada una de las zonas, pero que aquéllas más alejadas del centro, tales como la zona D3, tienen una baja concentración de Au, mientras que en la zona Ext. el Au está ausente. Esto nos indica que el Au está concentrado en un lugar y que no emigró hacia los lados durante el proceso de implantación ni después de que éste ocurrió.

Muestra implantada a 9 MeV:

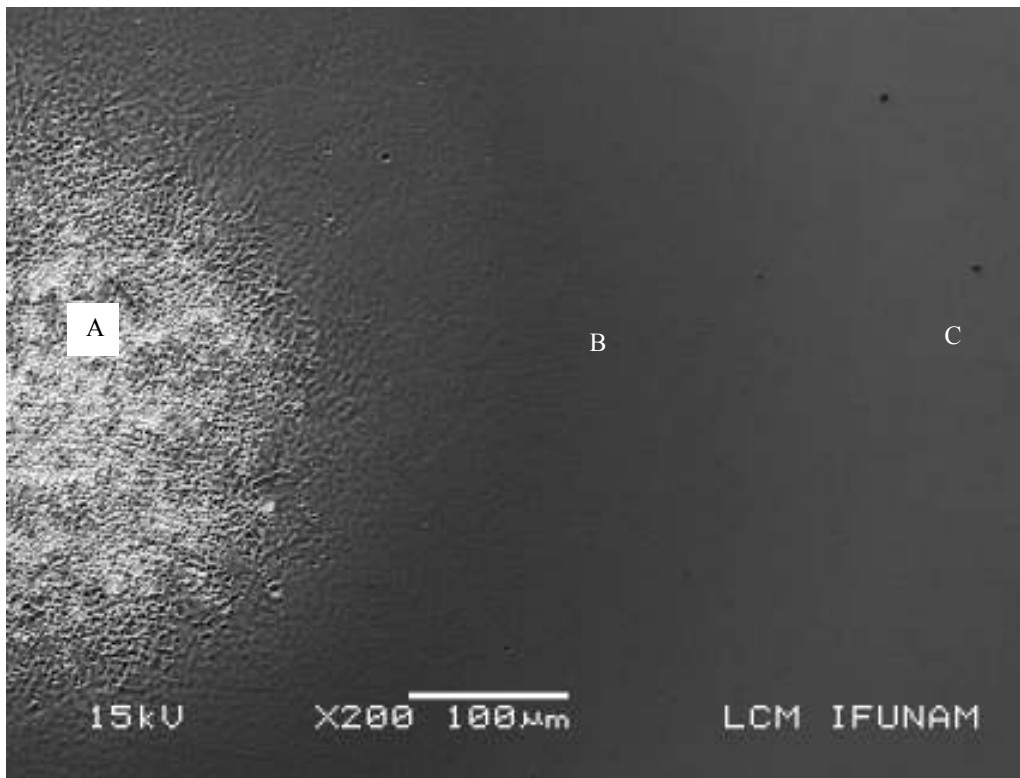


Figura 6.34 Muestra de acero 316L implantada con iones de oro de 9 MeV (en la que se usó colimador); en las zonas indicadas en la imagen se realizaron estudios de EDS. Imagen obtenida con el microscopio de barrido (SEM), a 200x.

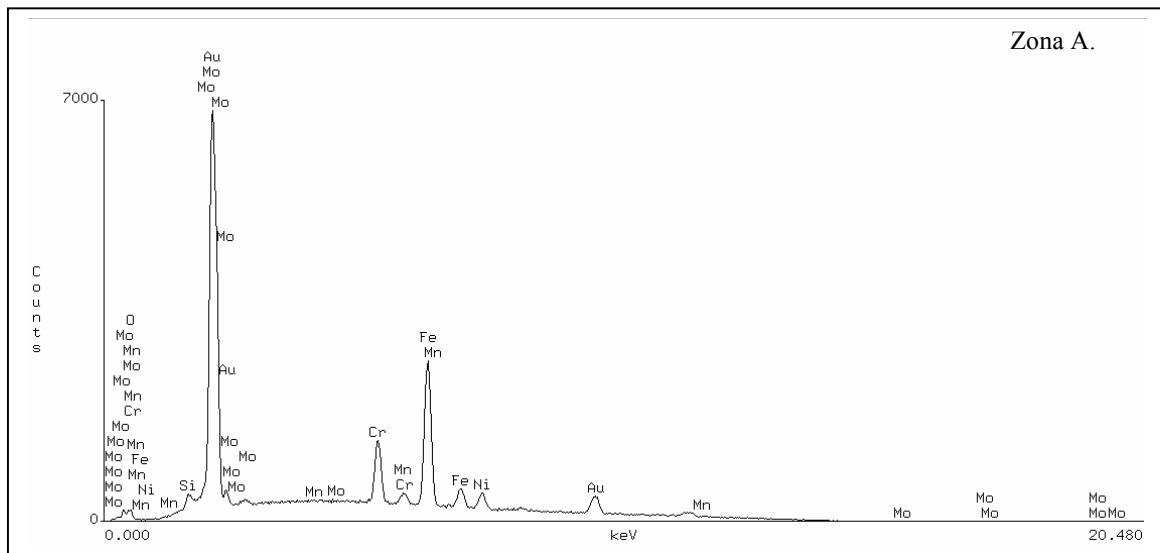


Figura 6.35 Espectro EDS para la muestra implantada con iones de oro de 9 MeV en la zona A (se uso colimador de 0.5 mm de diámetro). Obtenido en el microscopio de barrido.

Con esta muestra se procedió de la misma manera que en la muestra anterior, es decir, se tomaron espectros de EDS en varias zonas para ver como cambiaba la concentración de Au. En esta ocasión se distinguieron tres zonas, la zona A que corresponde a la parte céntrica donde incidió el haz, la zona B que es la frontera de incidencia del haz mismo, mientras que la zona C es un lugar de la muestra donde ya no incidieron los iones de Au.

En la zona A se tiene, al igual que el caso anterior, una muy alta concentración de Au de alrededor de 60% en peso. Análogamente, la concentración de Au disminuye drásticamente en la frontera de incidencia del haz y finalmente el oro no se encuentra presente en la zona C donde no incidió el haz de iones; con lo que concluimos que al igual que el caso anterior, el Au no migró hacia los lados.

Es importante resaltar que la concentración de Au en la zona donde incidió el haz en esta ocasión es 20% superior a la concentración que se tuvo en la zona donde incidió el haz en el caso anterior, lo cual es coherente ya que la cantidad total de iones que se implantaron a esta muestra fue superior a la cantidad total de iones que se implantaron a la muestra bombardeada con el haz de iones de 5 MeV.

En la mayoría de las imágenes anteriores se tiene en común la aparición de hoyos e inclusive pequeñas esferas blancas. Por lo cual a continuación se muestran unas imágenes con una mayor amplificación de tales hoyos y esferas.

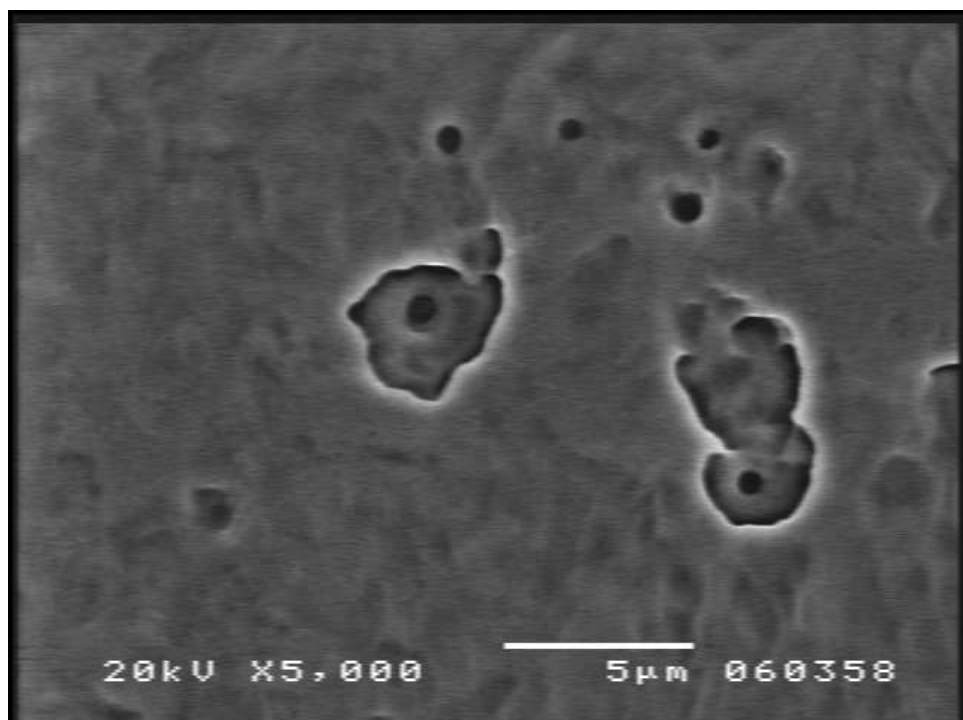


Figura 6.36 Acero 316L implantado con iones de oro de 5 MeV (se usó colimador), en esta imagen tenemos una amplificación de los "hoyos" del material donde se registra un aumento considerable de molibdeno. Imagen obtenida con el microscopio de barrido (SEM) a 5000x.

La figura 6.36 muestra los hoyos que son ricos en Mo y en Mn. Esta imagen fue tomada a la muestra implantada con un haz de iones de oro colimado de 5 MeV de energía, lo cual demuestra que estos hoyos no sólo aparecen en la muestra testigo y en las muestras implantadas con el haz de iones barriendo toda la muestra, sino que también aparecen en las muestra que fueron implantadas a mayor afluencia de iones y con el haz colimado. Con esto concluimos que el proceso de implantación no altera estos hoyos.

Gracias al microscopio de fuerza atómica se logró capturar las imágenes mostradas por las figuras 6.37 y 6.38, en las cuales se ven granos en forma de plumas que sobresalen del material.

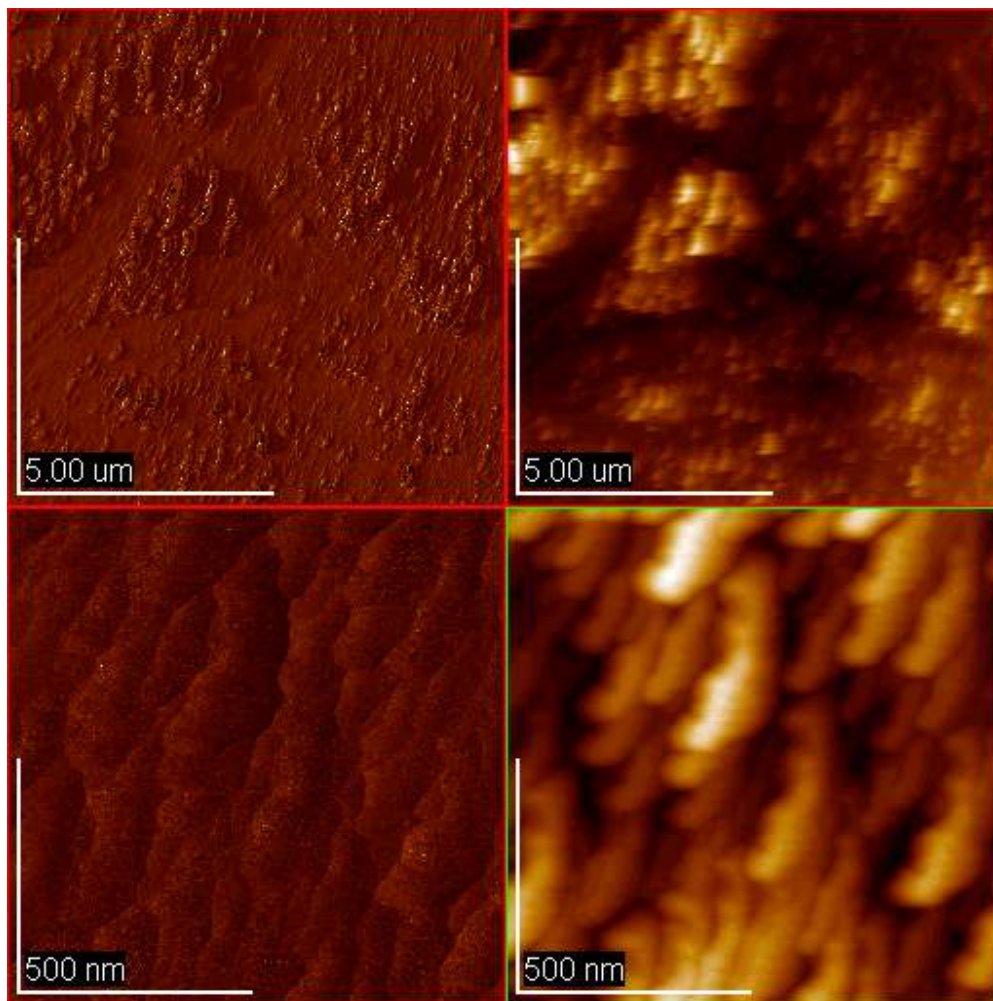


Figura 6.37 Acero 316L implantado con iones de oro de 9 MeV, en esta imagen tenemos unas ampliaciones de la superficie que se tiene en la muestra implantada. Imagen obtenida con el microscopio de fuerza atómica (AFM) a  $10 \times 10 \mu\text{m}$  y  $1 \times 1 \mu\text{m}$  respectivamente (las imágenes de la izquierda son las de fase y las de la derecha las topográficas).

En esta imagen podemos apreciar que la superficie no es plana y lisa en su totalidad, sino que presenta una serie de grumos (imágenes superiores), los cuales al ser amplificados parecen granos alargados e inclinados ligeramente hacia la derecha (imágenes inferiores). Los granos resultan ser de aproximadamente 0.5 micras de largo y se encuentran uno junto al otro en este aglomerado.

Algo parecido a lo observado en la imagen anterior, se tiene en la siguiente imagen:

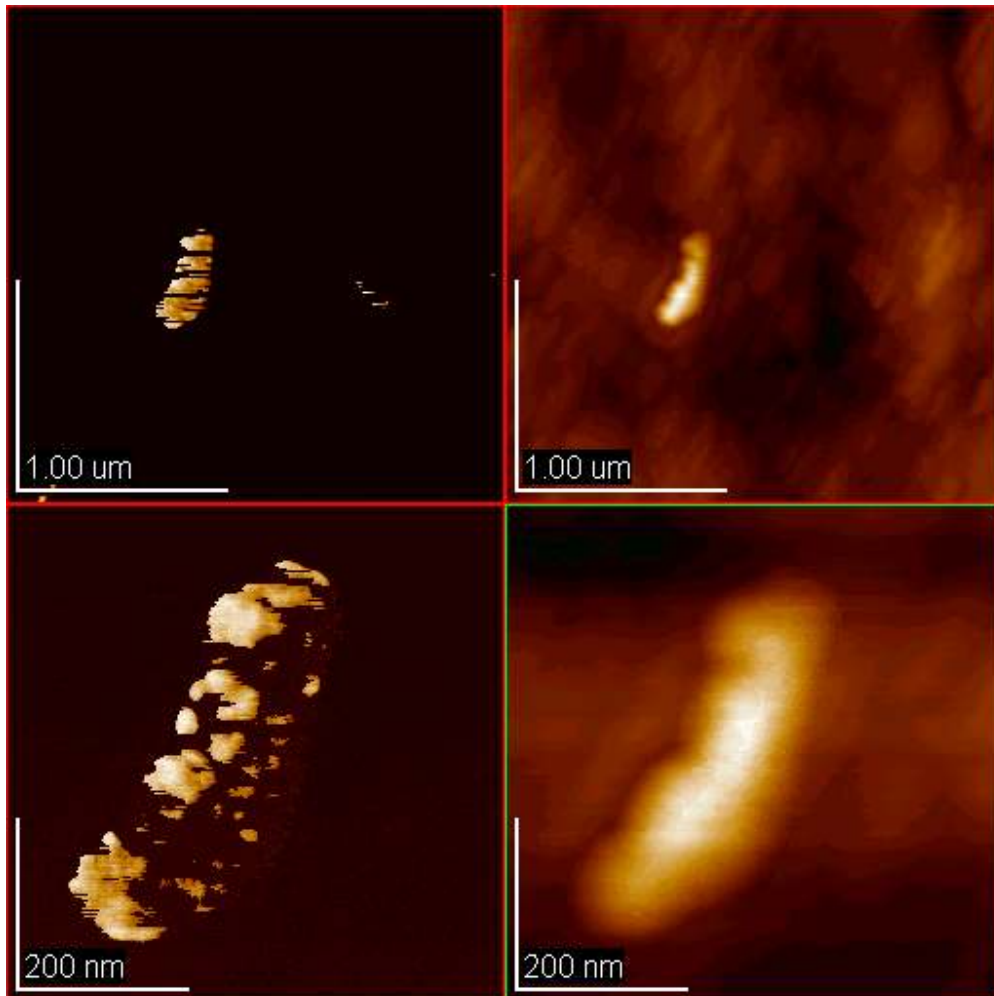


Figura 6.38 Acero 316L implantado con iones de oro de 5 MeV, en esta imagen tenemos unas ampliaciones de la superficie que se tiene en la muestra implantada. Imagen obtenida con el microscopio de fuerza atómica (AFM) a  $2 \times 2 \mu\text{m}$  y  $0.5 \times 0.5 \mu\text{m}$  respectivamente (las imágenes de la izquierda son las de fase y las de la derecha las topográficas).

Análogamente al caso anterior, aquí podemos apreciar un grano que resalta sobre la superficie de la muestra. Este grano es de aproximadamente 0.5 micras de largo igual que en la muestra anterior, sólo que ahora se tiene únicamente uno y no un grupo grande de ellos.

#### 6.4. Resultados de la microdureza.

Lo primero que se hace con respecto a la prueba de microdureza es hacer una curva de Meyer que consiste en realizar indentaciones sobre una muestra testigo a distintos pesos y graficar el número Vickers versus el peso; la zona en donde se observe una meseta corresponderá al peso ideal para realizar las demás pruebas de microdureza a las muestras implantadas con iones de oro.

A continuación se muestran una imagen que ejemplifica las indentaciones realizadas:

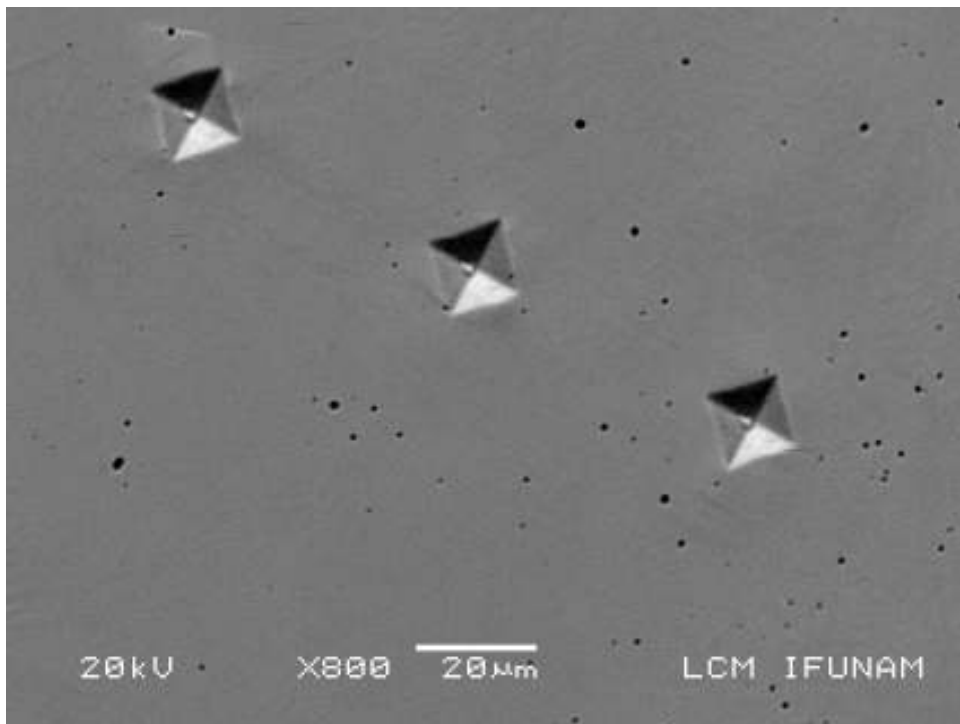


Figura 6.39 Indentaciones hechas sobre la muestra 316L11 que fue implantada con iones de oro de 5 MeV. Imagen obtenida con el microscopio de bajo vacío (SEM) a 800x.

Después de realizar 16 indentaciones en la muestra testigo con cada uno de los pesos, se procedió a promediar los valores de la diagonal y a obtener su correspondiente valor Vickers usando la fórmula que se encuentra en la sección 3.2 de esta tesis.

Obteniendo así la siguiente gráfica:

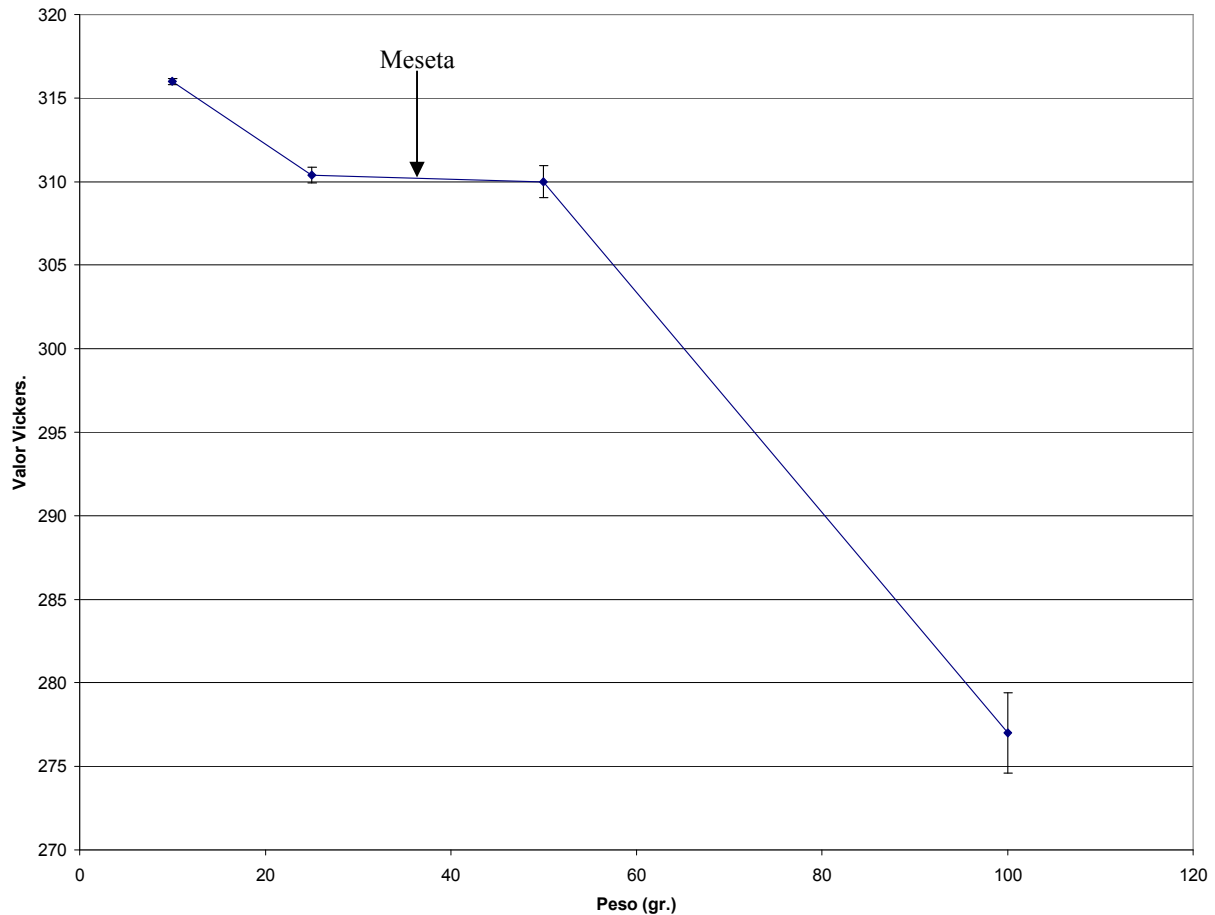


Figura 6.40 Curva de Meyer realizada para la muestra testigo del acero 316L.

Como podemos ver, la meseta se encuentra entre los 25 y 50 gramos, por lo cual el peso más apropiado para hacer las posteriores pruebas de microdureza es de 50 gramos.

Las pruebas de microdureza para las muestras implantadas nos arrojan los siguientes resultados:

Muestra de acero 316L	Diagonal ( $\mu\text{m}$ )	Microdureza Vickers ( $\text{g}/\mu\text{m}^2$ )	Porcentaje de dureza.
Testigo	$17.28 \pm 0.43$	$310 \pm 15$	100 %
Implantada a 1 MeV con fluencia de $2 \times 10^{16}$ iones/ $\text{cm}^2$	$16.25 \pm 0.33$	$351 \pm 14$	113 %
Implantada a 5 MeV con fluencia de $2 \times 10^{16}$ iones/ $\text{cm}^2$	$15.65 \pm 0.23$	$378 \pm 11$	122 %
Implantada a 9 MeV con fluencia de $2 \times 10^{16}$ iones/ $\text{cm}^2$	$13.75 \pm 0.33$	$490 \pm 25$	158 %

La correspondiente gráfica se muestra a continuación:

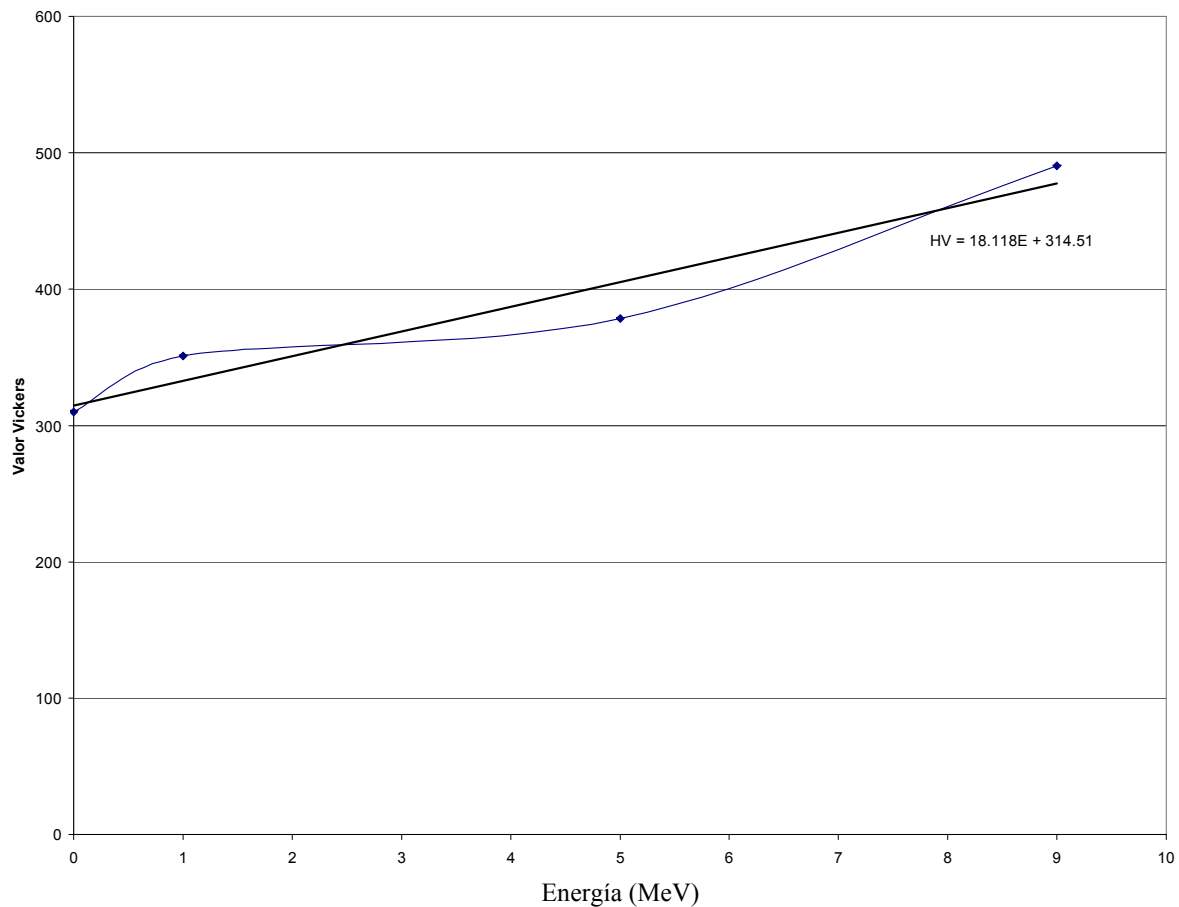


Figura 6.41 Gráfica del incremento en la dureza en función de la energía de implantación.

Como podemos apreciar en la gráfica y en la tabla, la dureza se incrementa conforme la energía de implantación aumenta. Recordemos que la fluencia de los iones en las muestras implantadas fue la misma y que en las tres el haz barrió la muestra durante la implantación, así que la única variable que hace la diferencia en el cambio de dureza es la energía de implantación. Un ajuste rectilíneo es  $H_v = 18.19E(\text{MeV}) + 314.51$ , el cual se obtuvo con el método de mínimos cuadrados.

Dado que las otras dos muestras fueron implantadas usando colimador y una fluencia de iones distinta, las pruebas de microdureza se analizan por separado. Tales pruebas se realizaron en las diversas zonas que se formaron alrededor del punto donde incidió el haz en la muestra (ver figura 6.42).



Los resultados de la muestra implantada a 5 MeV con fluencia de  $3 \times 10^{17}$  iones/cm<sup>2</sup> (usando colimador):

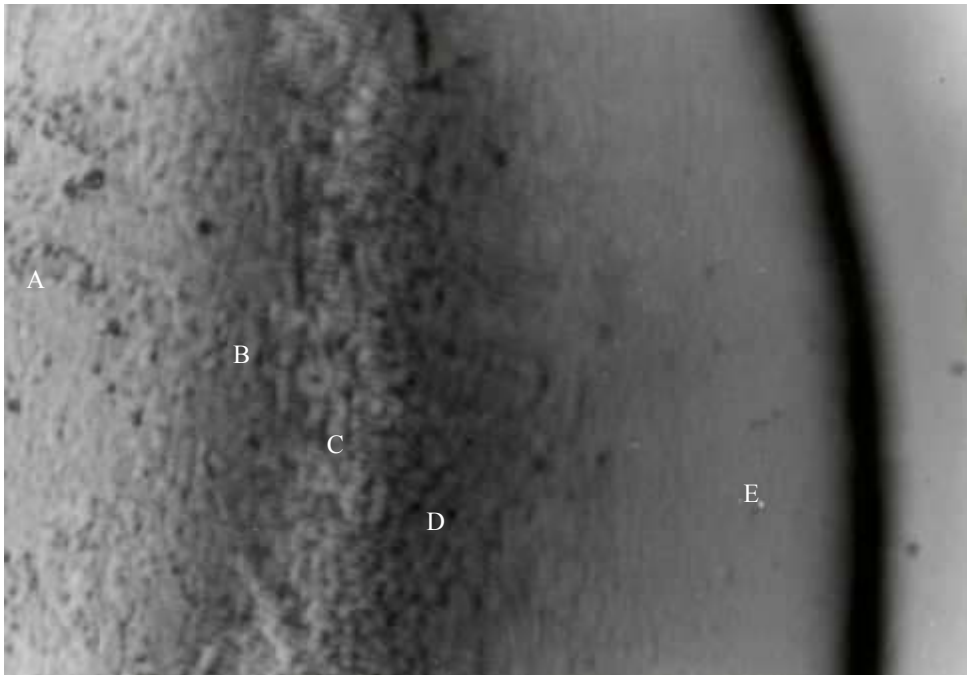


Figura 6.42 Acero 316L implantado con iones de oro de 5 MeV a una fluencia de  $3 \times 10^{17}$  iones/cm<sup>2</sup> (se usó colimador de 0.5 mm de diámetro). Imagen obtenida con microscopio óptico a 500x en campo claro.

	Diagonal (μm)	Microdureza Vickers (g/μm <sup>2</sup> )
Zona A	15.33±0.24	394±13
Zona B	15.67±0.24	377±12
Zona C	15.83±0.24	370±11
Zona D	15.50±0.41	386±15
Zona E	16.33±0.24	348±10

En este caso también podemos ver un incremento de la dureza con respecto a la muestra testigo, y vemos también que la dureza decrece del centro hacia fuera a excepción de la zona D donde la dureza se incrementa un poco.

Los resultados de la muestra implantada a 9 MeV con fluencia de  $5 \times 10^{17}$  iones/cm<sup>2</sup> (usando colimador):

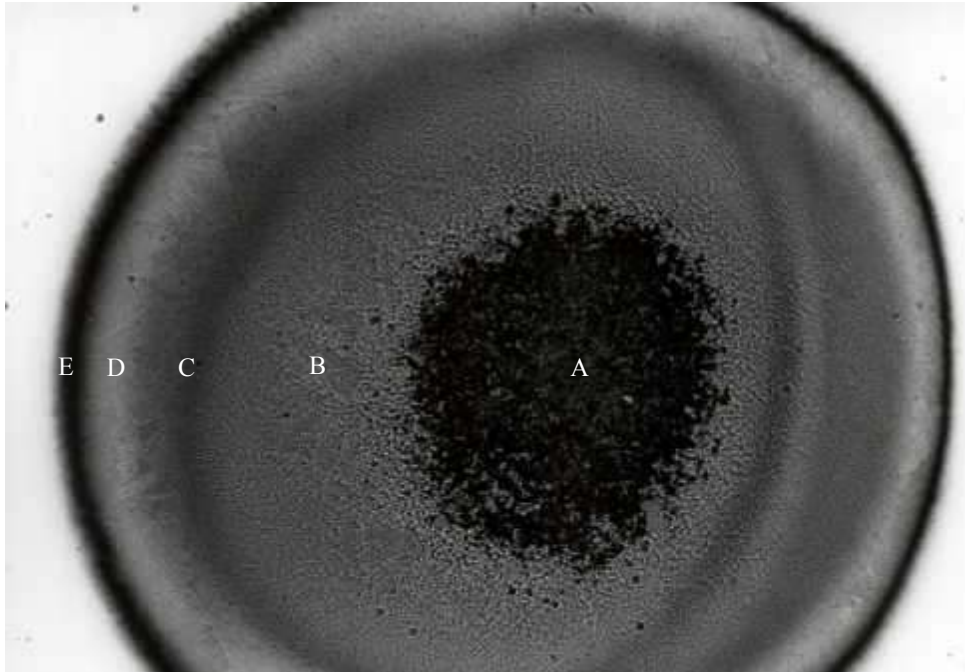


Figura 6.43 Acero 316L implantado con iones de oro de 9 MeV a una fluencia de  $5 \times 10^{17}$  iones/cm<sup>2</sup> (se usó colimador de 0.5 mm de diámetro). Imagen obtenida con microscopio óptico a 100x en campo claro.

	Diagonal (µm)	Microdureza Vickers (g/µm <sup>2</sup> )
Zona A	13.83±0.24	485±17
Zona B	14.33±0.24	451±16
Zona C	14.83±0.24	421±14
Zona D	15.67±0.24	377±12
Zona E	17.00±0.41	321±16

Aquí podemos apreciar una vez más que la dureza del material va disminuyendo del centro de la muestra hacia fuera.

En estos casos vemos que el incremento de la dureza en las zonas centrales con respecto a la muestra testigo fue del 27% y del 56% respectivamente. Estos porcentajes no son muy distintos a los incrementos obtenidos en las muestras implantadas a distinta fluencia de iones pero con la misma energía de implantación; por lo tanto concluimos que la fluencia total de iones no influye mucho en el incremento de la dureza.

## **Conclusiones.**

Los iones de oro al ser implantados en el acero 316L penetran en el material algunas centenas de nanómetros; claro que existe una penetración promedio y una cierta dispersión ya que no todos los iones alcanzan la misma profundidad en la muestra.

Tenemos así que, para el caso de los iones implantados a 1 MeV de energía, el alcance promedio es de 100 nm con una dispersión de 30 nm; para los iones implantados a 5 MeV de energía, el alcance promedio es de 465 nm con una dispersión de 110 nm; mientras que los iones implantados a 9 MeV de energía, tienen un alcance de 873 nm y una dispersión de 177 nm. Estos valores fueron estimados estadísticamente por medio de una simulación hecha con el programa SRIM 2003 descrito anteriormente, y adicionalmente se verifican con los espectros de RBS en los que la energía a la que aparece el pico del oro depende de qué tan profundo dentro del material se encuentra.

Lo anterior nos muestra que a pesar de estar implantando partículas con muy alta energía, éstas no penetran una gran distancia dentro del acero 316L. Esto ocurre primordialmente porque los iones implantados tienen un número atómico alto y por consiguiente pierden mucha de su energía al tratar de abrirse paso dentro del material.

Por otro lado vemos que los iones no se dispersan tanto y que no se están difundiendo dentro del material una vez implantados. Lo anterior se comprueba de dos formas distintas:

- En primer lugar lo podemos ver en los espectros de RBS tanto simulado como el experimental. El pico de oro tiene una anchura que nos indica que no se difundió hacia dentro del material. El mejor ejemplo es la muestra implantada con iones de oro de 1 MeV, ya que en sus correspondientes espectros de RBS el pico de oro está separado del resto de los elementos del material representados en tales espectros.
- La segunda forma es verificar con los espectros de EDS y sus tablas correspondientes que en las muestras implantadas con el haz de iones colimado no existió una difusión lateral del oro (en las muestras con barrido el pico del oro no se alcanza a distinguir debido a la baja afluencia de iones). En dichos espectros se ve claramente cómo en la zona implantada existe una gran cantidad de oro mientras que en la zona no implantada el pico de oro no aparece.

Como dato adicional podemos destacar que el acero 316L se oxida muy poco ya que los espectros de RBS hechos a 7 MeV muestran un pico muy pequeño de oxígeno a pesar de que a esa energía se tiene una resonancia en la dispersión de

éste elemento; cabe mencionar que en los espectros de RBS realizados a 6 MeV de energía, el pico de oxígeno no se observa. Adicionalmente comprobamos que el proceso de implantación no propicia cambios en la oxidación del material, es decir, la muestra no se oxida más ni menos; esto se dedujo al ver que los picos de oxígeno en los espectros de RBS realizados a 7 MeV son iguales.

Gracias a la implantación de los iones de oro en el acero 316L, obtenemos un revelado de la estructura un tanto tenue pero apreciable (la muestra implantada con iones de oro de 9 MeV fue la que se reveló de forma más clara). Esto era de esperarse ya que recordemos que existe un proceso de espurreo, es decir, el material es erosionado por los iones implantados en él.

El revelado de la estructura, ya sea por el proceso de ataque químico o por espurreo, muestra los detalles estructurales de nuestro material. En este caso, el revelado de la estructura mostró las maclas que podemos asociar con la martensita residual que se encuentra inmersa en la matriz de austenita de nuestro material. Cabe mencionar que la temperatura que se alcanza durante el proceso de implantación resulta ser del orden de los 250°C para iones de 4 MeV según experimentos realizados anteriormente midiendo la temperatura como función de la energía de los iones. Por lo tanto para el caso específico de esta tesis se espera que las temperaturas no subieran más de 400°C o 500°C, con lo cual no se esperarían cambios de fase.

Se observaron algunos puntos como hoyos y unas esferas blancas nanométricas en la muestra testigo, las muestras implantadas y las muestras atacadas químicamente. En dichos hoyos se registra con los espectros EDS un incremento notable de molibdeno y manganeso, mientras que en las esferas blancas se detecta un incremento en la concentración de Mo, Mn y Cr.

Las pruebas de microdureza hechas a las muestras implantadas a una misma fluencia de  $2 \times 10^{16}$  iones/cm<sup>2</sup> nos muestran un considerable incremento de la dureza del material, dependiente de la energía. Entre mayor sea la energía de implantación, mayor resulta ser el incremento de dureza, teniendo así un incremento de 13% en el caso de la muestra implantada a 1 MeV, un incremento de 22% en el caso de la muestra implantada a 5 MeV, y un incremento de 58% en el caso de la muestra implantada a 9 MeV.

Por otro lado, se realizaron pruebas de microdureza a las muestras que fueron implantadas con colimador a distintas fluencias de iones de oro. Se tuvo un incremento de 27% en la dureza en el caso de la muestra implantada a 5 MeV con una fluencia de  $3 \times 10^{17}$  iones/cm<sup>2</sup> y un incremento de 56% en la dureza en el caso de la muestra implantada a 9 MeV con una fluencia de  $5 \times 10^{17}$  iones/cm<sup>2</sup> (esto comparando la dureza en el centro de la zona implantada con la dureza de la muestra testigo).

Adicionalmente, las pruebas de microdureza realizadas en las distintas zonas de las muestras implantadas con el haz colimado muestran que la dureza va disminuyendo paulatinamente desde el centro hacia las orillas, aunque no de forma lineal.

Por último, vale la pena pensar un poco en las posibles aplicaciones del material modificado y también mencionar que líneas de investigación se pueden realizar en un futuro.

- A reserva de que surjan diversas aplicaciones que por el momento no se tengan contempladas o que no se nos ocurran, se mencionan algunas posibles aplicaciones del acero 316L implantado con iones de oro:
  - Una aplicación es para fabricar y usar distintas piezas de uso médico, por ejemplo, prótesis, tornillos, placas, etc. que podemos implantar o usar dentro del cuerpo de las personas, ya que el acero 316L es biocompatible y el oro implantado le aumenta la dureza sin que pierda sus propiedades de biocompatibilidad o de antioxidación.
  - Para la fabricación de artículos de joyería, ya que actualmente se usa este acero para realizar distintas piezas de joyería, y al usar el acero 316L implantado con iones de oro, le daría a la pieza mayor dureza y pos lo tanta mayor resistencia.
  - Etc.
- Algunas líneas de investigación que se podrían seguir usando el acero 316L implantado con iones de oro:
  - Pruebas de corrosión al acero 316L tanto implantado con iones de oro como al acero 316L normal par poder apreciar los cambios.
  - Implantes de este material a pequeños mamíferos para poder apreciar las reacciones de éstos ante el material.
  - Etc.

En ocasiones uno no tiene la suficiente visión como para encontrar todas las posibles aplicaciones, así como para indicar todas las líneas de investigación que se pueden seguir, por lo cual este trabajo es un pequeño paso en la investigación referente a este material que contribuye con su “granito de arena” en el conocimiento universal. Sin embargo ha sido así (paso a paso) como se ha ido construyendo y ha avanzado la ciencia y la tecnología a lo largo del tiempo.

## Referencias.

- [Av74] S.H. Avner, *Introducción a la Metalurgia Física (2ª Ed.)*, McGraw-Hill, 1974.
- [Ch68] B. Chalmers, *Metalurgia Física*, Aguilar, 1968.
- [Ch78] W.K. Chu, J.W. Mayer y M.A. Nicolet, *Backscattering Spectrometry*, Academic Press, 1978.
- [De73] G. Dearnaley, *Ion Implantation*, North-Holland, 1973.
- [Go81] J.I. Goldstein, *Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis*, Prentice Hall, 1981.
- [Ht01] <http://www.tulan.edu/~sanelson/eens211/twinning.htm>
- [Ht02] <http://www.solocursos.net/aceros-slcurso648820.htm>
- [Ht03] [http://www.tecnicaenlaboratorios.com/Molecular/que\\_es\\_afm.htm](http://www.tecnicaenlaboratorios.com/Molecular/que_es_afm.htm)
- [Ht04] <http://www.jenck.com/shim-spm9500-t.htm>
- [Ht05] <http://spm.phy.bris.ac.uk/techniques/AFM/>
- [Ht06] <http://www.srim.org/SRIM/SRIMLEGL.htm>
- [Ht07] <http://www.rzg.mpg.de/~mam/version5.html>
- [Ht08] <http://www2.ing.puc.cl/~icm2312/apuntes/materiales/index.html>
- [Kn00] G.F. Knoll, *Radiation Detection and Measurement (Third Ed.)*, John Wiley & Sons, 2000.
- [Ma84] N. Matsunami, Y. Yamamura, Y. Itikawa, N. Itoh, Y. Kazumata, S. Miyagawa, K. Morita, R. Shimizu y H. Tawara, *Atomic Data and Nuclear Data Tables*, **31**(1984)1.
- [Pa03] J.B. Park y J.D. Bronzno, *Biomaterials: Principles and Applications*, CRC Press, 2003.
- [Qu63] L. Quevron y L. Oudine, *Curso de Metalurgia*, Aguilar, 1963.
- [Ri01] J. Rickards, *La Física de las Radiaciones en Materia*, Dirección General de Divulgación de la Ciencia (UNAM), 2001.

- [Ri95] E. Rimini, *Ion Implantation: Basics to Device Fabrication*, Kluwer Academic Publishers, 1995.
- [Sa94] D. Sarid, *Scanning Force Microscopy (with, Applications to Electric, Magnetic and Atomic Forces)*, Oxford University Press, 1994.
- [Sc86] W. Scharf, *Particle Accelerators and Their Uses (Part 1)*, Harwoor Academic Publishers, 1986.
- [Ta97] A. Tavard y F. Demay *Enciclopedia Metódica 2000 (volumen 2)*, Larousse, 1997.
- [Tp83] Topics in Applied Physics Vol. 52, *Sputtering by Particle Bombardment II*, Springer-Verlag, 1983.
- [Va98] G.F. Vander y G.M. Lucas, *Advanced materials & processes*, (Sep./1998)21.
- [Ve75] J.D. Verhoeven, *Fundamentals of Physical Metallurgy*, John Wiley & Sons, 1975.
- [Wa97] I.M. Watt, *The Principles and Practice of Electron Microscopy (second edition)*, Cambridge University Press, 1997.
- [Wi00] K. Wille, *The Physics of Particle Accelerators: An Introduction*, Oxford University Press, 2000.
- [Wi94] R. Wiesendanger, *Scanning Probe Microscopy and Spectroscopy (Methods and Applications)*, Cambridge University Press, 1994.