

24/18



**Universidad Nacional Autónoma
de México**

FACULTAD DE CIENCIAS

**Estudio Comparativo del Acero 9840 Tratado
Mediante Implantación de Iones y Nitruración
Iónica**

T E S I S

Que para obtener el título de

F I S I C O

p r e s e n t a

Angel Homero Flores Samaniego



México, D. F.

1987



Universidad Nacional
Autónoma de México



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 está 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.

INDICE	Página
Capítulo I: Introducción	1
Capítulo II: Teoría de Colisiones	7
2.1. Colisión Elástica entre dos partículas (trata- miento clásico)	7
2.2. Sección Eficaz Diferen- cial (tratamiento clásico)	15
2.3. Alcances y Poder de Frenamiento	22
2.4. Medición Experimental de los Alcances	42
Capítulo III: Desarrollo Experimental	46
3.1. Preparación de Muestras	46
3.2. Implantación de Iones	47
3.3. Nitruración Iónica	51
Capítulo IV: Análisis de Resultados y Conclusiones	58

	Página
INDICE	
4.1. Mediciones de Microdureza	58
4.2. Resultados	61
4.3. Conclusiones	63
Referencias	67

CAPITULO I: Introducción

La inserción de impurezas en materiales semiconductores altera de manera apreciable sus propiedades eléctricas. Esta inserción o contaminación se lleva a cabo mediante varias técnicas: la implantación de iones es una de ellas. Fue en 1958 cuando por primera vez se tiene noticia del uso de la técnica de implantación de iones para introducir las impurezas. Conforme se fue desarrollando la tecnología de los semiconductores, se hizo evidente la necesidad de tener un mayor control sobre el semiconductor y las impurezas, y es en este terreno donde la implantación ofrece sus mayores ventajas (1).

Las aplicaciones de la implantación de iones en metales y aleaciones se vienen investigando desde 1970 aproximadamente, y el campo de investigación se ha ampliado considerablemente desde entonces (es en 1971 cuando aparece el tema 'Ion Implantation' en el índice de los 'Physics Abstracts'). La técnica, que a grandes rasgos consiste en bombardear una muestra con haces de iones de diferente intensidad, y el mecanismo, así como la teoría y el equipo utilizado se describirán más adelante. En metales y aleaciones, la implantación de iones tiene la propiedad de mejorar la resistencia al desgaste, a la oxidación y a la corrosión, en cuanto a propiedades mecánicas se refiere, endureciendo la superficie de la muestra y modificando sus propiedades de fricción y adhesión. Dependiendo del tipo de mejoras que se quiera obtener y del material del que se trate, será el tipo de iones que se deben implantar; por ejemplo, se ha visto que la implantación de

itrio en dosis de 3×10^{15} iones/cm² en acero inoxidable, reduce notablemente su tendencia a la oxidación durante un tiempo relativamente largo (2); algunas aleaciones, sobretodo de titanio, ofrecen resistencia limitada a la oxidación cuando se implantan con bario (2).

Las ventajas de la implantación por sobre otras técnicas de endurecimiento superficial son más que las desventajas, además de que estas últimas pueden reducirse aún más con el paso del tiempo, aunque, hasta ahora, limiten el uso de la implantación a nivel industrial, en el tratamiento de herramientas, dispositivos y componentes, y también en otras áreas como la superconducción. Algunas de las ventajas que la implantación presenta son: un alto grado de control y versatilidad, en cuanto a muestras y especies iónicas; es un proceso que se efectúa a bajas temperaturas y con un vacío limpio (alto, 10^{-5} Pa o más; 1 torr = 133.3 Pa); no es tóxico, en el sentido de que no produce desechos contaminantes; se aplica a componentes acabados; conserva los materiales; y consume poca energía. Mientras que las principales desventajas son: un alto costo (económicamente hablando); sólo se puede aplicar a superficies; es necesario un desarrollo de las fuentes de iones; y, sobre todo, se trata de un proceso prácticamente nuevo y poco familiar (3). Como se dijo anteriormente, las desventajas pueden superarse conforme vaya creciendo el interés en las aplicaciones de la técnica. Aunque, aquí en México, pensar en aplicaciones a nivel industrial resulta difícil, pues la adquisición del equipo es en exceso costosa. Ya en 1983, en Estados

Unidos, el costo del equipo se estimaba entre 200 000 y 1 000 000 de dólares y el costo del bombardeo aproximadamente en 0.05 dólares por cm^2 . Sería mejor considerar la posibilidad de construir nuestro propio equipo y diseñar un implantador, esto si se demuestra plenamente la conveniencia de utilizar dicho método, lo cual implicaría un estudio más a fondo de la cuestión. Hay que considerar también que el tratamiento alarga la vida de la herramienta o dispositivo un factor de entre 2 y 10, y que no se necesita un tratamiento posterior. En los países industrializados, con el desarrollo de aparatos especiales para la implantación, su aplicación industrial se ha vuelto prácticamente posible (2,3, 4,9).

La implantación de nitrógeno en metales y aleaciones, principalmente aceros, trae como resultado diferentes efectos, dependiendo del tipo de metal. Particularmente en aceros, diferentes experimentos han comprobado lo anterior. Por ejemplo, la implantación de nitrógeno en dosis de 2×10^{17} iones/ cm^2 en discos de acero inoxidable tipo 304, tuvo como efecto una reducción en la resistencia relativa al desgaste (en relación con acero de carbono no implantado), mientras que en acero de carbono la resistencia relativa al desgaste aumentó considerablemente (5). En este mismo acero, la implantación de nitrógeno en dosis de 10^{17} iones/ cm^2 mostró una mejoría apreciable en la fatiga, con respecto al acero no implantado: la resistencia a la fatiga aumentó un factor de 2.5 (cabe hacer notar que, en el último experimento mencionado, las muestras fueron "añejadas" durante un periodo de

cinco meses, pues no mostraron cambio alguno a una semana de la implantación) (6).

Se han publicado trabajos en los que se hace una comparación de las propiedades de dureza, corrosión y tensión de fractura (fracture stress), entre otras, entre aceros tratados con implantación de diferentes iones, y se puede observar que existe una cierta ventaja al utilizar nitrógeno en vez de otras especies iónicas (7,8).

En general, la implantación de nitrógeno en metales y aleaciones, especialmente hierro y acero, tiene efectos sobre la dureza, la resistencia al desgaste y la corrosión, entre otras propiedades. La implantación de nitrógeno incrementa la vida de troqueladoras, perforadoras y de instrumentos metálicos en general, entre tres y cinco veces su duración normal (2). Tomando en cuenta lo anterior, es evidente que las aplicaciones industriales de la implantación de iones pueden ofrecer grandes ventajas y en un futuro cercano adquirir gran importancia.

Otra de las técnicas que produce un endurecimiento superficial en los metales es la nitruración iónica, que al igual que la implantación se aplica a componentes acabados. La nitruración iónica utiliza un plasma (gas ionizado), y por esta razón se le conoce también como nitruración por plasma, que por lo general está constituido por nitrógeno o una combinación de nitrógeno e hidrógeno; el plasma se encuentra dentro de un horno eléctrico, en el que las paredes fungen como ánodo y la pieza o muestra a ser tratada como cátodo. Al establecerse una diferencia de potencial en-

tre ánodo y cátodo, el gas se ioniza y los iones positivos son arrastrados hacia la muestra, produciendo así la nitruración. Se trabaja con voltajes superiores a los 300 V, produciendo una descarga incandescente entre los electrodos; la descarga se produce en la región anormal de una gráfica de corriente contra voltaje (véase Figura 18, Capítulo III). La temperatura que alcanza la pieza (cátodo) se encuentra entre 400°C y 600°C y se mide mediante termopares. Debido a las características de la descarga, el procedimiento permite un endurecimiento uniforme, trabajando con presiones en el horno que van de 133.3 Pa a 1333.3 Pa (10,11,12, 14).

Entre las propiedades mecánicas de los metales que la nitruración iónica afecta se encuentran la resistencia al desgaste y propiedades de fricción, ductilidad y fatiga. Este proceso se desarrolló entre 1930 y 1932 en Alemania y, debido al tipo de tecnología que requiere, su aplicación industrial data del principio de la década de los setentas. Desde entonces, su uso se ha adoptado sistemáticamente en casi todo el mundo industrializado, incluyendo la Unión Soviética, Polonia, Rumania y España, países que ya en 1976 contaban con algunas unidades de nitruración iónica funcionando (10). La técnica se aplica con más frecuencia a herramientas, dispositivos y componentes de acero utilizados en la fabricación de engranajes, motores y en la industria metalmeccánica en general; algunas plantas poseen incluso unidades con capacidad de nitruración de piezas y componentes de hasta dos toneladas de peso, cuyo volumen es considerable.

Algunos factores que reducen el costo de operación de una unidad de nitruración iónica son su aplicación en todo tipo de aceros y en algunas aleaciones que se presten a la nitruración convencional (nitruración por gas); el mejoramiento de las propiedades mecánicas superficiales (fricción, resistencia al desgaste, fatiga, etc.) de la pieza tratada; y el bajo consumo de energía, que se manifiesta en el hecho de que sólo la pieza se calienta y en que necesita un tiempo relativamente corto de tratamiento, entre otros (10,13).

En México, el interés por la nitruración iónica es muy reciente y sólo se limita al nivel de investigación. En este sentido, entre 1984 y 1985 se produjeron en el IFUNAM dos trabajos: una tesis de licenciatura en la carrera de ingeniero químico metalúrgico y un artículo publicado en Scripta Metallurgica (15,16).

El objetivo del presente trabajo está encaminado a hacer comparaciones de microdureza con un tipo de acero implantado con nitrógeno molecular, tratado con nitruración iónica y sin tratamiento alguno, además de hacer una revisión de los mecanismos físicos involucrados en la implantación y la nitruración iónica.

CAPITULO II: TEORIA DE COLISIONES

Tanto en el caso de la implantación como en el de la nitruración iónica, la dispersión de los iones por los átomos de la muestra juega un papel importante. En este capítulo se hará una revisión de la dinámica de los procesos que se desarrollan durante el alojamiento de un ion en la matriz de la muestra cuando ésta se bombardea con tales iones. El material fue sacado de los libros 'Interaction of Radiation with Solids (an elementary defect production)' de C. Lehmann y 'Ion Implantation' de G. Dearnaley, J.H. Freeman, R.S. Nelson y J. Stephen.

2.1. Colisión Elástica Entre dos Partículas (Tratamiento Clásico)

El caso general de una colisión entre dos partículas con masas m_1 y m_2 , puede describirse con respecto a varios sistemas de referencia: desde el punto de vista de un observador situado en el laboratorio, sistema del laboratorio; desde un sistema de referencia cuyo origen de coordenadas se encuentra situado en alguna de las partículas, sistema relativo; y desde un sistema cuyo origen se encuentra sobre el centro de masa del sistema formado por las dos partículas, sistema centro de masa. En el sistema del laboratorio, los parámetros llevan los subíndices 1 y 2; en el sistema relativo no llevan subíndices; y en el sistema centro de masa, además de los subíndices 1 y 2, los subíndices cm.

Las ecuaciones de movimiento que rigen la colisión entre las dos partículas en el sistema del laboratorio son:

$$\begin{aligned} m_1 \ddot{\vec{r}}_1 &= \vec{F}(|\vec{r}_1 - \vec{r}_2|) \\ m_2 \ddot{\vec{r}}_2 &= -\vec{F}(|\vec{r}_1 - \vec{r}_2|) \end{aligned} \quad (1)$$

en las que \vec{F} es la fuerza mutua que actúa entre las dos partículas y depende de la distancia relativa entre éstas: $\vec{r} = |\vec{r}_1 - \vec{r}_2|$. La transformación al sistema centro de masa está dada por:

$$\begin{aligned} \vec{r}_{cm1} &= \vec{r}_1 - \vec{R} \\ \vec{r}_{cm2} &= \vec{r}_2 - \vec{R} \end{aligned} \quad (2)$$

en donde \vec{R} es la posición del centro de masa: $\vec{R} = (m_1 \vec{r}_1 + m_2 \vec{r}_2) / (m_1 + m_2)$. Tanto en el sistema del laboratorio como en el centro de masa, se conserva el momento ($m\vec{r}$) y la energía ($1/2 m\dot{\vec{r}}^2$); es decir, son sistemas conservativos o inerciales; mientras que en el sistema relativo, debido a que el origen del sistema se encuentra en movimiento junto con la partícula, el momento o cantidad de movimiento no se conserva.

Si consideramos que las partículas, de masas m_1 y m_2 , actúan bajo fuerzas iguales y opuestas que sólo dependen de $\vec{r} = \vec{r}_1 - \vec{r}_2$, la distancia relativa, entonces \vec{F} se puede expresar como el gradiente de una función escalar:

$$\vec{F} = -\nabla V(\vec{r}) \quad (3)$$

$V(\vec{r})$ es el potencial de interacción de las partículas, o simplemente el potencial, y juega un papel importante en la teoría de la dispersión, pues de él depende en gran medida el comportamiento de las partículas. Si tomamos en cuenta que la fuerza actúa a lo largo de la recta que une a las partículas (\vec{F} es repulsiva y corresponde a la dispersión de dos partículas, es decir, \vec{F} es

una fuerza central), podemos escribir $\vec{F} = (\bar{F}/r)F(\bar{F})$ y de acuerdo con las Ecuaciones (2) podemos obtener las siguientes ecuaciones de movimiento:

$$\begin{aligned} M\ddot{\bar{R}} &= m_1\ddot{\bar{r}}_1 + m_2\ddot{\bar{r}}_2 = 0 \quad \text{y} \\ \mu\ddot{\bar{r}} &= (\bar{F}/r)F(\bar{F}) \end{aligned} \quad (4)$$

en las que $M = m_1 + m_2$ y la masa reducida $\mu^{-1} = m_1^{-1} + m_2^{-1}$. De las Ecuaciones (4) se ve que el problema se divide en dos movimientos independientes: el del centro de masa del sistema y el movimiento relativo de una partícula (digamos la 1) con respecto a la otra (véanse Figuras 1 y 2).

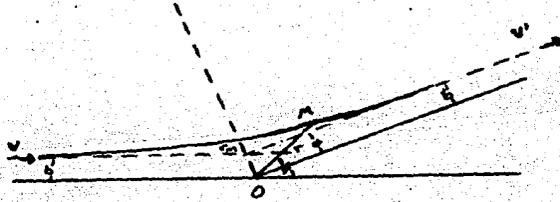


Figura 1. Dispersión en el sistema relativo

Las posiciones \bar{r}_1 y \bar{r}_2 (que dependen del tiempo) están dadas por:

$$\begin{aligned} \bar{r}_1 &= \bar{R} + (m_2/M)\bar{r} \quad \text{y} \\ \bar{r}_2 &= \bar{R} - (m_1/M)\bar{r} \end{aligned} \quad (5)$$

La energía total del sistema, expresada en términos de \bar{R} y \bar{r} es:

$$E = (1/2)M\dot{\bar{R}}^2 + (1/2)\mu\dot{\bar{r}}^2 + V(\bar{r}) = E_r + (1/2)M\dot{\bar{R}}^2 \quad (6)$$

en donde E_r es la energía relativa.

Por otro lado, el momento angular \bar{L} ($= \bar{r}_1 \times m_1 \dot{\bar{r}}_1 + \bar{r}_2 \times m_2 \dot{\bar{r}}_2$) es

$$\bar{L} = (\bar{R} \times M\dot{\bar{R}}) + (\bar{r} \times \mu\dot{\bar{r}}) = (\bar{R} \times M\dot{\bar{R}}) + \bar{L}_r \quad (7)$$

en donde \bar{L}_r es el momento angular relativo.

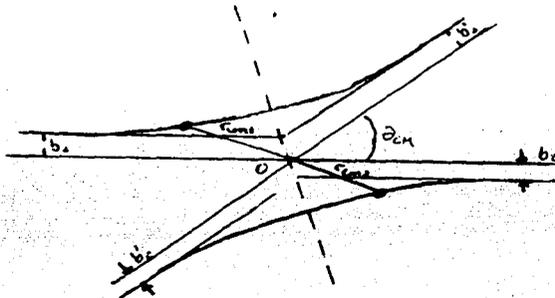


Figura 2. Dispersión en el sistema centro de masa

De las Ecuaciones (4) se puede concluir que, en el sistema de laboratorio, el centro de masa se mueve con velocidad constante a lo largo de la línea que une a las partículas. Si escribimos la otra Ecuación (4) en términos de el potencial, tendremos:

$$\mu \ddot{\vec{r}} = -\nabla V(\vec{r}) \quad (8)$$

y de esta ecuación obtenemos las leyes de conservación de la energía y del momento angular en el sistema relativo:

$$d/dt[(1/2)\mu \dot{\vec{r}}^2 + V(\vec{r})] = dE_r/dt = 0 \quad (9)$$

y

$$d/dt(\vec{r} \times \mu \dot{\vec{r}}) = d\bar{L}_r/dt = 0 \quad (10)$$

La Ecuación (10) es independiente de $V(\vec{r})$ y establece el hecho de que $\vec{r} \cdot \bar{L}_r = 0$, que implica que la partícula 1 se mueve a lo largo de una trayectoria que se encuentra en un plano perpendicular a \bar{L}_r , este plano se conoce como plano invariable. El vector

de posición \vec{r} está dado en términos de las coordenadas cartesianas x e y y como $\vec{r} = (x, y)$, pues el movimiento está restringido a un plano; si ahora cambiamos a coordenadas polares ($x = r \cos \phi$, $y = r \sin \phi$, $r = [x^2 + y^2]^{\frac{1}{2}}$), las Ecuaciones (9) y (10) quedan

$$(1/2)\mu(\dot{\vec{r}}^2 + r^2\dot{\phi}^2) + V(r) = E_r (= \text{cte}) \quad (11)$$

y

$$\vec{L}_r = \mu\vec{r}^2\dot{\phi} = \mu b\vec{v} (= \text{cte}) \quad (12)$$

en donde \vec{v} es la velocidad con que se acerca la partícula y b una constante que se conoce como parámetro de impacto y es la distancia comprendida entre la línea inicial de movimiento de la partícula proyectil (partícula 1) y el origen o centro de dispersión (partícula 2), véase Figura 1.

Como se conserva la energía, Ecuación (11), tenemos que antes de la colisión ($t = -\infty$) la velocidad v es la misma que después de la colisión \vec{v}' ($t = \infty$) y lo mismo puede decirse de los parámetros de impacto antes y después de la colisión, b y b' , respectivamente.

Si eliminamos $\dot{\phi}$ de las Ecuaciones (11) y (12), obtenemos

$$\dot{r} = \mp v [1 - V(r)/E_r - b^2/r^2]^{\frac{1}{2}} \quad (13)$$

El signo negativo vale para antes de la colisión y el positivo para después.

Definimos la línea de colisión como la línea trazada desde el origen y que pasa por el punto en que la componente \dot{r} de la velocidad se hace cero; esta línea define, a su vez, la distancia de colisión \vec{r}_m . A la distancia de colisión tenemos:

$$1 - V(\vec{r}_m)/E_r - b^2/r_m^2 = 0 \quad (14)$$

de las Ecuaciones (12) y (13) obtenemos:

$$d\phi = (\delta/\dot{r})dr = \pm (b/r^2)[1 - V(r)/E_r - b^2/r^2]^{1/2} dr \quad (15)$$

con el signo + válido para el caso en que la partícula no haya alcanzado la línea de colisión. La trayectoria $\phi(r)$ se puede determinar por el método de cuadraturas, y es simétrica con respecto a la línea de colisión.

Si consideramos que la partícula proyectil parte de una fuente que está en el infinito, el ángulo de desviación θ está dado por

$$\theta = \pi - 2 \int_{r_m}^{\infty} b/r^2 [1 - V(r)/E_r - b^2/r^2]^{1/2} dr \quad (16)$$

Esta última ecuación sólo se puede resolver para unos cuantos potenciales de interacción; en la mayoría de los casos se deben utilizar métodos aproximados (18,19).

Si ahora tomamos el origen en el centro de masa, sistema centro de masa, tendremos que

$$\bar{R} = M^{-1}(m_1 \bar{r}_{cm1} + m_2 \bar{r}_{cm2}) = 0 \quad (17)$$

con \bar{r}_{cm1} y \bar{r}_{cm2} las posiciones de las partículas con respecto al centro de masa, véase Figura 2, dadas por las relaciones

$$\begin{aligned} \bar{r}_{cm1} &= \bar{r}_1 - \bar{R} = (m_2/M)\bar{r} \\ \bar{r}_{cm2} &= \bar{r}_2 - \bar{R} = (m_1/M)\bar{r} \end{aligned} \quad (18)$$

Las ecuaciones de movimiento son ahora:

$$\begin{aligned} m_1 \ddot{\bar{r}}_{cm1} &= (\bar{r}_{cm1}/r_{cm1})G(\bar{r}_{cm1}) \\ m_2 \ddot{\bar{r}}_{cm2} &= (\bar{r}_{cm2}/r_{cm2})h(\bar{r}_{cm2}) \end{aligned} \quad (19)$$

en donde $G(\bar{r}_{cm1}) = F(\bar{r}) = F[(M/m_2)\bar{r}_{cm1}]$ y $h(\bar{r}_{cm2}) = F(-\bar{r}) = F[(M/m_1)\bar{r}_{cm2}]$. En particular tendremos que $G(\bar{r}_{cm1}) = -dW(\bar{r}_{cm1})/d\bar{r}_{cm1}$, y el potencial W está relacionado con $V(\bar{r})$ en la forma

$$W(\bar{r}_{cm1}) = (m_2/M)V[(M/m_2)\bar{r}_{cm1}] \quad (20)$$

si $V(\bar{r})$ se hace cero en el infinito. De manera similar tenemos que $Q(\bar{r}_{cm2})$, el potencial de $H(\bar{r}_{cm2})$, está dado por:

$$Q(\bar{r}_{cm2}) = (m_1/M)V[(M/m_1)\bar{r}_{cm2}] \quad (21)$$

Las Ecuaciones (18) nos dicen que

$$\bar{r}_{cm1}(\phi) = (m_2/M)\bar{r}(\phi) \quad (22)$$

$$\bar{r}_{cm2}(\phi) = (m_1/M)\bar{r}(\phi)$$

y por lo tanto

$$\phi(\bar{r}_{cm1}) = \phi[(m_2/M)\bar{r}] \quad (23)$$

$$\phi(\bar{r}_{cm2}) = \phi[(m_1/M)\bar{r}]$$

De las ecuaciones anteriores obtenemos, para ángulos de dispersión θ_{cm1} y θ_{cm2}

$$\theta_{cm1} = \theta_{cm2} = \theta_{cm} = \theta \quad (24)$$

con θ el ángulo de dispersión en el sistema relativo.

En el sistema del laboratorio, las posiciones \bar{r}_1 y \bar{r}_2 , en términos de \bar{R} y \bar{r} , están dadas por las Ecuaciones (18) y los vectores velocidad son:

$$\dot{\bar{r}}_1 = \dot{\bar{r}}_{cm1} + \dot{\bar{R}} = (m_2/M)\dot{\bar{r}} + \dot{\bar{R}} \quad (25)$$

$$\dot{\bar{r}}_2 = \dot{\bar{r}}_{cm2} + \dot{\bar{R}} = -(m_1/M)\dot{\bar{r}} + \dot{\bar{R}}$$

Si distinguimos con una prima los parámetros del movimiento después de la colisión, tendremos para los momentos \bar{P} la siguiente relación:

$$\bar{P}'_1 = \mu\dot{\bar{r}}' + (m_1/M)(\dot{\bar{r}}'_1 + \dot{\bar{r}}'_2) \quad (26)$$

$$\bar{P}'_2 = -\mu\dot{\bar{r}}' + (m_2/M)(\dot{\bar{r}}'_1 + \dot{\bar{r}}'_2)$$

En el caso de una partícula incidente sobre un blanco o una

muestra, podemos considerar a la partícula blanco como si estuviera en reposo, es decir $\vec{r}_2 = 0$; por lo tanto la Ecuación (26) queda:

$$\begin{aligned}\vec{P}'_1 &= u\vec{r}' + (m_1/M)\vec{P}_1 \\ \vec{P}'_2 &= -u\vec{r}' + (m_2/M)\vec{P}_1\end{aligned}\quad (27)$$

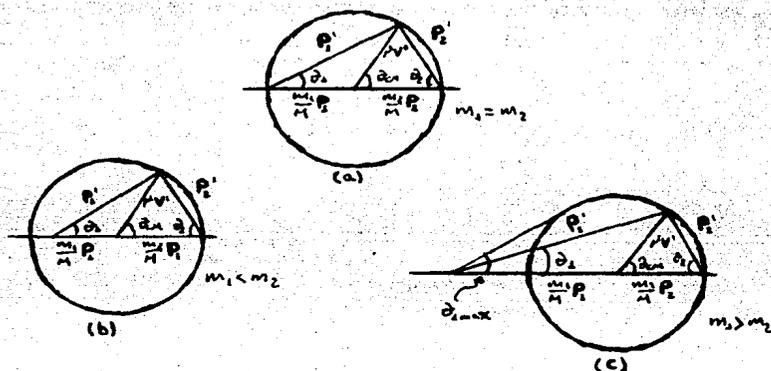


Figura 3. Momentos de las Partículas
Antes y Después de la Dispersión ($\vec{r}_2 = 0$)

Del hecho de que $\vec{P}_{cm1} = \vec{P}'_{cm1} = u\vec{r}' = (m_2/M)\vec{P}_1$, independientemente de θ , concluimos que el lugar geométrico del extremo de \vec{P}'_1 es una circunferencia de radio $u\vec{r}'$ (véase Figura 3). El origen de \vec{P}_1 y \vec{P}'_1 se encuentra dentro, fuera o en la circunferencia, dependiendo del cociente m_1/m_2 . La dirección del movimiento de cada partícula, después de la colisión está dada por:

$$\begin{aligned}\tan \theta_1 &= (\text{sen } \theta) / [(m_1/m_2) + \text{cos } \theta] \\ \theta_2 &= (1/2)(\pi - \theta)\end{aligned}\quad (28)$$

Lo anterior no se cumple para el caso $\bar{v}_2 \neq 0$, pues θ_1 , θ_2 y θ no estarían en el mismo plano.

Volviendo a la Ecuación (16):

$$\theta = \pi - 2 \int_{r_m}^{\infty} (b/r^2) [1 - V(\bar{r})/E_r - b^2/r^2]^{1/2} dr$$

con $\bar{r}_m = \bar{r}_m(b, E_r)$. Si tenemos un potencial de interacción dado, $V(\bar{r})$, el ángulo de desviación, θ , dependerá tanto de b , el parámetro de impacto, como de E_r , la energía relativa. Si $V(\bar{r})$ es repulsivo, θ es positivo y se encuentra en el intervalo $[0, \pi]$; mientras que si $V(\bar{r})$ es atractivo, θ es negativo. En el caso más general en que $V(\bar{r})$ es atractivo a grandes distancias y repulsivo a cortas, dado un parámetro de impacto, b , pequeño, el ángulo θ queda determinado esencialmente por las fuerzas repulsivas, mientras que si b es grande, θ se debe a las fuerzas atractivas. De lo anterior se deduce que dos parámetros de impacto corresponden a un mismo ángulo de desviación, esto es, $b(|\theta|)$ es una función doblemente valuada (véase Figura 4).

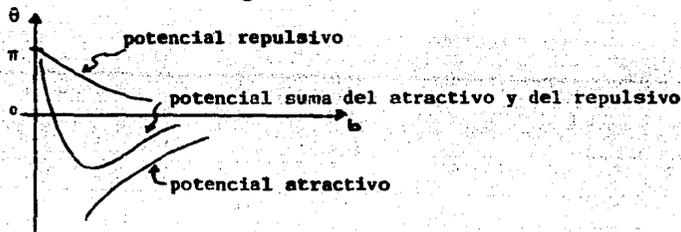


Figura 4. Diferentes tipos de potencial

2.2. Sección Eficaz Diferencial (Tratamiento Clásico)

En el caso en que se tiene un número muy grande de partículas

chocando contra los átomos de la superficie de una muestra, deberá haber un número grande de parámetros de impacto y ángulos de desviación; como es prácticamente imposible contemplar el impacto de un proyectil con un blanco, hacemos uso de distribuciones de parámetros de impacto y de ángulos de desviación. Si se conoce la ley que gobierna a una colisión simple, Ecuación (16), se puede encontrar una relación entre las distribuciones.

Debido a cuestiones de simplicidad, consideremos que el blanco está expuesto a un haz monoenergético de partículas idénticas y, como antes, supongamos que V , el potencial de interacción entre partícula y blanco, depende sólo de la distancia relativa. La discusión se hará en el sistema relativo.

Consideremos que se tiene una densidad homogénea de flujo ϕ , que es el número de partículas que pasan por un área de 1 cm^2 en una dirección perpendicular a la de incidencia en 1 segundo, entonces el número de proyectiles que cruzan el área, perpendicular a la dirección del haz, formada entre los parámetros de impacto b y $b+db$ es $\phi \cdot 2\pi b db$, por unidad de tiempo. Después del choque, dentro de un ángulo sólido $d\Omega$, el mismo número de partículas debe aparecer, por lo tanto podemos hacer

$$\phi \cdot 2\pi b |db| = \phi \sigma(\theta) |d\Omega| \quad (29)$$

en donde $\sigma(\theta) |d\Omega|$ se define como el número de partículas dispersadas en un ángulo sólido $d\Omega$ por unidad de tiempo, por densidad de flujo incidente ϕ .

Como $d\Omega = 2\pi \sin\theta d\theta$, de la Ecuación (31) se obtiene:

$$b |db| = \sigma(\theta) \sin\theta d\theta \quad (30)$$

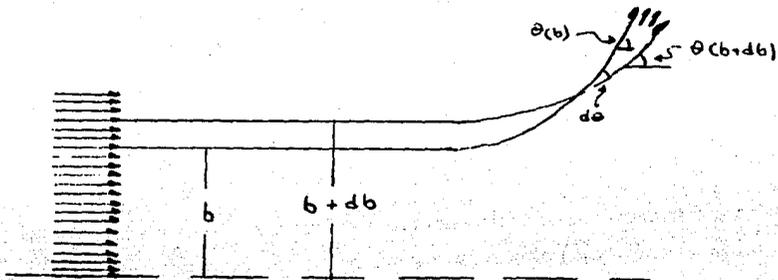


Figura 5. Dispersión de un haz de partículas

de la cual se concluye que

$$\sigma(\theta) = (b/\text{sen}\theta) |db/d\theta| \quad (31)$$

con θ dada por la Ecuación (16). $\sigma(\theta)$ se toma como una medida de la densidad de probabilidad de desviación en la dirección θ . $\sigma(\theta)$ es una cantidad positiva con unidades de área, por esta razón se le conoce como sección eficaz diferencial, y es la función de distribución de los ángulos en que son dispersadas las partículas de un haz paralelo homogéneo.

En el caso en que $b(|\theta|)$ sea una función doblemente valuada, se debe tomar la suma de los valores, es decir $b_1 |db_1/d\theta| + b_2 |db_2/d\theta|$ en lugar de $b |db/d\theta|$ en la Ecuación (31), debido a que las partículas que poseen diferentes parámetros de impacto y un mismo ángulo de desviación contribuyen positivamente a formar la sección eficaz.

Si ahora consideramos el proceso desde el punto de vista del laboratorio, tendremos que el número de partículas dispersadas un ángulo sólido $d\Omega_1 (= 2\pi \text{sen } \theta_1 d\theta_1)$ alrededor de θ_1 deberá ser el mismo que se dispersa en el ángulo sólido $d\Omega$ del sistema relativo, por lo tanto podemos hacer:

$$\sigma(\theta_1) \text{sen } \theta_1 d\theta_1 = \sigma(\theta) \text{sen } \theta d\theta \quad (32)$$

de donde concluimos que

$$\sigma(\theta_1) = \frac{\sigma(\theta) \text{sen } \theta}{\text{sen } \theta_1} \left| \frac{d\theta}{d\theta_1} \right| = \sigma(\theta) \left| \frac{d(\cos \theta)}{d(\cos \theta_1)} \right| \quad (33)$$

Por otro lado, si tomamos en cuenta la Ecuación (27), podemos obtener

$$E_1' = (\bar{P}_1'^2 / 2m_1) = (E_1 / M^2)(m_1^2 + m_2^2 + 2m_1 m_2 \cos \theta) \quad (34)$$

con $E_1' = (1/2)m_1 \bar{v}_1'^2 = \bar{P}_1'^2 / 2m_1$. Aplicando la ley de los cosenos a θ_1 del triángulo que contiene a \bar{P}_1' y \bar{v}_1' de la Figura 3, tenemos (con $\mu \bar{v}' = m_2 \bar{P}_1 / M$)

$$P_1' / P_1 = (m_1 / M) \cos \theta_1 \pm [(m_2 - m_1) / M + (m_1 / M)^2 \cos^2 \theta_1] \quad (35)$$

en la que, cuando $m_1 \ll m_2$ se toma el signo positivo y cuando $m_1 > m_2$ se toman los dos. De la Ecuación (35) obtenemos

$$E_1' = E_1 \left\{ (m_1 / M) \cos \theta_1 \pm [(m_2 - m_1) / M + (m_1 / M)^2 \cos^2 \theta_1] \right\}^2 \quad (36)$$

Si ahora igualamos la Ecuación (34) con la (36) y despejamos $\cos \theta$, tendremos:

$$\cos \theta_{\pm} = -(m_1/m_2) \sin^2 \theta \pm \cos \theta_1 [1 - (m_1/m_2)^2 \sin^2 \theta_1]^{1/2} \quad (37)$$

en donde el subíndice indica qué signo se debe tomar. Para el caso $m_1 \leq m_2$, $\cos \theta$ es es función única de θ_1 (Figura 3) y, por lo tanto, se debe tomar el signo +, además que si $\theta_1 \rightarrow 0$, debe suceder que $\theta \rightarrow 0$; la Ecuación (33) queda:

$$\sigma(\theta_1) = \sigma(\theta_2) \left| \frac{d(\cos \theta_+)}{d(\cos \theta_-)} \right| = \sigma(\theta_+) \left((2m_1/m_2) \cos \theta_1 + \frac{1 + (m_1/m_2)^2 \cos 2\theta_1}{[1 - (m_1/m_2)^2 \sin^2 \theta_1]^{1/2}} \right) \quad (38)$$

En el caso $m_1 > m_2$, $\cos \theta$ es función doblemente valuada. Cuando θ_1 aumenta, θ_+ aumenta y θ_- disminuye, por lo tanto se debe tomar la diferencia de las expresiones para $\cos \theta_+$ y $\cos \theta_-$, para tener las contribuciones a la sección eficaz. Ahora se tiene:

$$\sigma(\theta_1) = \sigma(\theta_+) \frac{d(\cos \theta_+)}{d(\cos \theta_1)} - \sigma(\theta_-) \frac{d(\cos \theta_-)}{d(\cos \theta_1)} \quad (39)$$

que junto con la Ecuación (37) queda:

$$\sigma(\theta_1) = \sigma(\theta_+) \left(\frac{2m_1}{m_2} \cos \theta_1 + \frac{1 + (m_1/m_2)^2 \cos 2\theta_1}{[1 - (m_1/m_2)^2 \sin^2 \theta_1]^{1/2}} \right) - \sigma(\theta_-) \left(\frac{2m_1}{m_2} \cos \theta_1 - \frac{1 + (m_1/m_2)^2 \cos 2\theta_1}{[1 - (m_1/m_2)^2 \sin^2 \theta_1]^{1/2}} \right) \quad (40)$$

con $0 \leq \theta \leq \arcsen(m_1/m_2)$.

Siguiendo la misma línea de razonamiento, podemos obtener $\sigma(\theta_2)$ que es la sección eficaz de retroceso de la partícula blanco en el sistema de laboratorio. Tomando en cuenta que θ es función univaluada de θ_1 , independientemente del cociente m_1/m_2 , tenemos:

$$\sigma(\theta_2) = \sigma(\theta) \left| \frac{d(\cos\theta)}{d(\cos\theta_2)} \right| = \sigma(\theta) \cdot 4\pi \cos\theta_2 \quad (41)$$

con $0 \leq \theta_2 \leq \pi/2$.

En las Ecuaciones (38), (40) y (41) se tiene una dependencia explícita de $\sigma(\theta_1)$ y $\sigma(\theta_2)$ con respecto a θ_1 y θ_2 . Si no se desea esta dependencia podemos hacer las dos secciones eficaces dependientes del ángulo de desviación θ .

Utilizando la Ecuación (28) obtenemos:

$$\sigma[\theta_1(\theta)] = \sigma(\theta) \frac{[1 + (m_1/m_2)^2 + 2(m_1/m_2) \cos\theta]^2}{1 + (m_1/m_2) \cos\theta} \quad (42)$$

y

$$\sigma[\theta_2(\theta)] = 4\sigma(\theta) \sin\theta/2 \quad (43)$$

En el proceso anterior obtuvimos $\sigma(\theta)$ que da la distribución de los ángulos de desviación desde el punto de vista de un observador situado en el sistema centro de masa (o en el sistema relativo). Pero σ puede darnos la distribución de cualquier otra cantidad equivalente, como la energía, momento o velocidad. En un proceso similar al seguido (tomando la conservación del número de partículas), se obtiene:

$$\begin{aligned} \sigma(E'_2; E_1) &= \sigma(\theta) \frac{d\Omega}{dE'_2} = \\ &= \frac{4\pi}{E'_{2\max}} \sigma(\theta) \quad 0 \leq E'_2 \leq E'_{2\max} \end{aligned} \quad (44)$$

en donde $E'_{2\max} = (4m_1 m_2 / M^2) E_1$. $\sigma(E'_2; E_1)$ es la sección eficaz diferencial en términos de la transferencia de energía E'_2 al blanco, para una energía incidente E_1 dada.

Si se quiere la sección eficaz como función del vector \vec{P}'_2 , Tenemos:

$$\sigma(\vec{P}'_2; \vec{P}_1) d\vec{P}'_2 = \sigma(\theta) d\Omega \quad (45)$$

en la que $d\Omega = 2\pi \sin\theta d\theta$, $d\vec{P}'_2 = (\vec{P}'_2)' dP_2 d\theta_2$ y $d\Omega_2 = 2\pi \sin\theta_2 d\theta_2$; la diferencial $d\vec{P}'_2$, que representa a dos diferenciales escalares, y $d\Omega$ están relacionadas entre sí. Como θ_2 es el ángulo formado entre la dirección de incidencia y la dirección final de la partícula blanco, se debe cumplir que

$$(\vec{P}_1/P_1) (\vec{P}'_2/P'_2) - \cos\theta_2 = 0 \quad (46)$$

Utilizando las Ecuaciones (45) y (46) tenemos que:

$$\sigma(\vec{P}'_2; \vec{P}_1) = \sigma(\theta) \frac{\delta[(\vec{P}_1/P_1)(\vec{P}'_2/P'_2) - \cos\theta_2]}{m_2 P'_2} \cdot \frac{M^2}{2m_1 m_2 E_1} \quad (47)$$

con δ la función delta de dirac. La Ecuación (47) debe satisfacer la condición

$$[\int \sigma(\vec{P}'_2; \vec{P}_1) (\vec{P}'_2)' d\Omega_2] d\vec{P}'_2 = \sigma(\theta) d\theta \quad (48)$$

Si ahora deseamos tener $\sigma = \sigma(E'_2, \vec{P}'_2; \vec{P}_1)$, podemos escribir

$$\sigma(E'_2, \vec{P}'_2; \vec{P}_1) dE'_2 d\vec{P}'_2 = \sigma(\theta) d\theta \quad (49)$$

con $d\Omega$ y $d\vec{P}'_2$ dados como en la Ecuación (45). Además se debe cumplir la Ecuación (46) y

$$E'_2 - (\vec{P}'_2)' / 2m_2 = 0 \quad (50)$$

De lo anterior obtenemos que

$$\sigma(E_2', \bar{P}_2'; \bar{P}_1) = \sigma(\theta) \frac{1 - (\bar{P}_1/P_1)(\bar{P}_2'/P_2) - \cos\theta_2}{v_2 \Gamma_2'} \times \delta(E_2' - \bar{P}_2'^2/2m_2) \quad (51)$$

La ecuación (51) es más general que la (47); si la integramos con respecto a E_2' tendremos

$$\int \sigma(E_2', \bar{P}_2'; \bar{P}_1) dE_2' = \sigma(\bar{P}_2'; \bar{P}_1)$$

Alternativamente podemos escoger una cantidad característica para que aparezca en el argumento de σ ; en el caso $\sigma = \sigma(E_1', E_2'; E_1)$ se tiene:

$$\sigma(E_1', E_2'; E_1) = \sigma(\theta) \frac{4\pi}{E_{2\max}'} \delta(E_1 - E_1' - E_2') \quad (53)$$

cuya integración con respecto a E_1' da:

$$\int \sigma(E_1', E_2'; E_1) dE_1' = \sigma(E_2'; E_1) = \sigma(\theta) \frac{4\pi}{E_{2\max}'} \quad (54)$$

La información más general se obtiene si consideramos todos los parámetros, en cuyo caso la sección eficaz es:

$$\begin{aligned} \sigma(E_1', E_2', \bar{P}_1', \bar{P}_2'; E_1, P_1) &= \sigma(\theta) \frac{2}{E_{2\max}'} \\ &\delta(E_1 - E_1' - E_2') \times \frac{\delta[E_1' - (\bar{P}_1')^2/2m_1]}{m_1 P_1} \\ &\frac{\delta[E_2' - (\bar{P}_2')^2/2m_2]}{m_2 P_2} \left(\frac{\bar{P}_1 \bar{P}_1'}{P_1 P_1'} - \cos\theta_1 \right) \times \\ &\delta\left(\frac{\bar{P}_1 \bar{P}_1'}{P_1 P_1'} - \cos\theta_2 \right) \delta(\theta_1 - \theta_2 - \pi) \end{aligned} \quad (55)$$

2.3. Alcances y Poder de Frenamiento

Cuando una muestra determinada se irradia con un haz de parti-

culas, éstas tendrán interacción con sus constituyentes; algunas partículas penetran la muestra y, después de cierto, salen de ésta sufriendo lo que se conoce como retrodispersión; otras son dispersadas en la superficie misma de la muestra, en lo que se llama dispersión superficial; y otras más penetran y, después de un tiempo dado, llegan al reposo sin salir de ella.

Una partícula, al penetrar en un sustrato, comienza a perder energía y, si no sale retrodispersada, llegará al reposo siguiendo cierta trayectoria. Al esbozar los aspectos generales de la trayectoria de la partícula dentro del material, así como el comportamiento de su energía, se hará la suposición de que el material en donde la partícula penetra es un gas con una densidad igual a la del material; es decir, el arreglo atómico del sustrato será considerado como un arreglo al azar.

Podemos distinguir dos situaciones distintas para una partícula que penetra en una estructura sólida: el caso en que la partícula provenga del exterior, irradiación externa, y el caso en que la partícula tenga su origen dentro del material mismo, irradiación interna (Figura 6).



Figura 6. (a) Irradiación externa. (b) Irradiación interna
Consideremos una partícula que posee una energía cinética E_0 .

en un punto dado y que se mueve con una cierta dirección, y si tenemos un sistema coordenado cartesiano con el origen en el punto dado y el eje X a lo largo de la dirección es ese punto, que llamaremos punto inicial. Si la partícula proviene del exterior del sólido podemos tomar el origen sobre su superficie y, si la incidencia es normal, la superficie coincidirá con el plano YZ.

A medida que la partícula penetra irá perdiendo su energía E_0 y la dirección de su movimiento cambiará constantemente debido a los choques con los átomos del sólido, hasta llegar a un punto P (véase Figura 6.b) en donde prácticamente se encuentra en reposo.

Se define el alcance lineal de penetración, R_L , como la longitud total de la trayectoria recorrida por la partícula; el alcance vectorial, R_v , como el vector que parte del origen y termina en el punto P; el alcance proyectado de penetración, R_p , como la proyección normal del alcance vectorial de penetración sobre el eje X, la dirección inicial; y el alcance lateral de penetración, R_l , como la distancia comprendida desde el punto final P hasta la línea recta que pasa por el origen y sigue la dirección inicial.

En lo sucesivo nos referiremos a los alcances de penetración sólomente como alcances; así pues el alcance de lateral está relacionado con el alcance vectorial y el proyectado de la forma siguiente, Figura 7:

$$R_v^2 = R_p^2 + R_l^2 \quad (56)$$

El alcance proyectado R_p es el grosor del material atravesado

por la partícula, es decir, nos proporciona una medida de la profundidad de la penetración. Por otro lado, cabe señalar que, como la posición del punto P depende de las colisiones de las partículas con los átomos del sólido y éstos se encuentran distribuidos al azar, dos partículas de la misma naturaleza que comiencen su interacción en el mismo punto y con la misma energía no tendrán forzosamente el mismo punto final, por lo general habrá trayectorias distintas y por lo tanto diferentes alcances; debido a lo anterior habrá que hacer un estudio estadístico de dichos

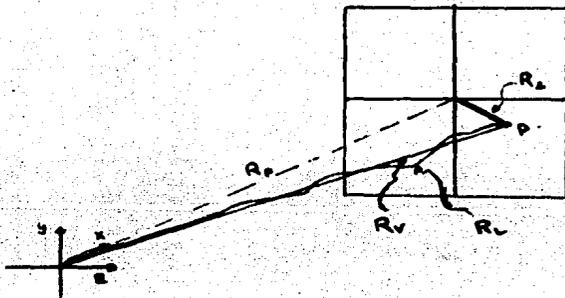


Figura 7. Relación entre los diferentes alcances

alcances y hablar de sus distribuciones alrededor de un valor medio. Las distribuciones de alcances, normalmente, quedan bien aproximadas por una gaussiana. Si tomamos el caso de un número grande de partículas incidiendo sobre un sólido, cada una de éstas puede considerarse como independiente de las otras y la distribución de los alcances tendrá el comportamiento antes mencio-

nado.

Uno de los objetivos del tratamiento teórico de los alcances y del frenamiento de partículas en un sólido es hallar una distribución espacial $W(R)$ ($R = R_v$) de los puntos finales de las trayectorias de las partículas que poseen un mismo punto inicial. De acuerdo con el sistema coordinado introducido anteriormente (Figura 7), el alcance proyectado promedio $\langle R_p \rangle$ queda:

$$\langle R_p(E_0) \rangle = \int x W(R) dR \quad (57)$$

con $W(R)$ normalizada ($\int W(R) dR = 1$). Y se tiene un segundo momento

$$\langle R_p^2(E_0) \rangle = \int x^2 W(R) dR \quad (58)$$

que da la medida del ancho de la curva de distribución de los alcances proyectados.

En un experimento, las partículas no parten de un mismo punto, sino de un mismo plano. Por lo tanto, el problema consiste en encontrar la distribución $W(R_p)$ del alcance proyectado R_p . En el caso de la implantación de iones, proceso en el que no se da la difusión de partículas de manera significativa, $W(R_p)$ proporciona de manera directa el perfil de implantación.

Si definimos la pérdida específica de energía o poder de frenamiento como

$$P_E = -(dE/dx) \quad (59)$$

entonces el alcance lineal se define como

$$R_L(E_0) = \int_0^{E_0} \frac{dE}{-(dE/dx)} \quad (60)$$

en donde E es la energía de incidencia.

El frenamiento de una partícula en un sólido ocurre debido a la pérdida de energía de la partícula al interactuar ésta con los átomos del sólido. Existen varios procesos mediante los cuales se puede dar el frenamiento: colisiones elásticas de la partícula con los átomos del sólido; excitación y reacciones nucleares; bremsstrahlung; radiación de Cerenkov; colisiones nucleares elásticas; y colisiones electrónicas inelásticas.

De los procesos anteriores sólo son importantes, para los intereses de este trabajo, el frenamiento debido a colisiones nucleares y a colisiones electrónicas.

Si tomamos los átomos del sólido como un todo, y consideramos el frenamiento de las partículas debido sólo a colisiones elásticas con dichos átomos, ésta perderá una energía

$$T = T_m \sin^2(1/2)\theta \quad T_m = (4m_1 m_2 / m_1 + m_2) E_1 \quad (61)$$

cuando sufra una sola colisión. Como se estableció anteriormente, θ es el ángulo de desviación de la partícula en el sistema cm, E_1 su energía cinética, m_1 su masa y m_2 la masa del átomo blanco. Definimos a continuación la cantidad

$$\lambda = 1/n \sigma \quad (62)$$

conocida como el camino libre medio; λ es la distancia promedio que la partícula recorre entre una colisión y otra sin sufrir perturbaciones, n es la densidad atómica del sólido y σ la sección eficaz total de dispersión elástica. σ está dada por

$$\sigma(E_1) = \int \sigma(T; E_1) dT \quad (63)$$

y la pérdida de energía promedio por colisión es

$$\langle T \rangle = (1/\sigma(E_1)) \int T \sigma(T; E_1) dT \quad (64)$$

er. la que $(1/\sigma) \int \sigma dT = 1$, es decir, $\sigma(T; E)/\sigma(E)$ es una función normalizada. Si la partícula sufre una cantidad ν de colisiones, entonces la pérdida de energía por longitud de trayectoria $-(\Delta E/\Delta R)$, $\Delta E = -\nu \langle T \rangle$ y $\Delta R = \nu \lambda$, en el límite cuando $\Delta R \rightarrow 0$, $-(dE/dR)$ es:

$$\frac{dE_1}{dR} = \frac{\langle T \rangle}{\lambda} = n \int T \sigma(T; E_1) dT \quad (65)$$

Esta última ecuación sólo tiene significado si $|\Delta E_1| = \nu \langle T \rangle \ll E_1$, es decir, si sólo se pierde una cantidad pequeña de energía en cada colisión. Si, por otro lado, sólo ocurren cambios muy pequeños en la dirección de la trayectoria del proyectil, dicha trayectoria se puede tomar como una línea recta a lo largo del eje x , esto es $R = x$ y por lo tanto

$$-(dE_1/dx) = n \int T \sigma(T; E_1) dT \quad (66)$$

La sección eficaz de frenamiento está definida como

$$S(E) = -(1/n) dE/dR = \int T \sigma(T; E) dT \quad (67)$$

y el alcance lineal R_L es, considerando que la partícula incide con una energía E_0 ,

$$R_L(E_0) = - \int_0^{E_0} \frac{dE_1}{(-dE_1/dR)} \quad (68)$$

que en términos de $S(E_1)$ queda:

$$R_L(E_0) = (1/n) \int_0^{E_0} \frac{dE_1}{S(E_1)} \quad (69)$$

Si los cambios en la dirección de la trayectoria son pequeños, R_L coincidirá con R_p .

Tomando la Ecuación (69), vemos que la cantidad $R_L \rho$ ($\rho = \text{nm}^{-2}$) es independiente de la densidad atómica, n , del material blanco y puede ser una medida equivalente del alcance de penetración.

Si tenemos una pérdida de energía $|\Delta E_1|$ ($= v \langle T^2 \rangle$), debido a que dicha pérdida está sujeta a fluctuaciones estadísticas, deberá existir una distribución de energías $W(\Delta E_1)$ para una partícula que ha perdido una energía ΔE_1 , ha recorrido una distancia ΔR ($= v\lambda$) y sufrido v colisiones.

El concepto de poder de frenamiento, tal como se desarrollo en estas líneas, puede aplicarse a procesos que, dijimos, son los de interés: el frenamiento electrónico y el nuclear. Lo único que se necesita es sustituir la sección eficaz del proceso en cuestión. Por otro lado, si las partículas proyectil poseen una alta energía inicial, el frenamiento de éstas se deberá, en gran medida, a colisiones con los electrones, y podemos despreocupar el frenamiento nuclear, y si por el contrario, la energía es baja, el frenamiento nuclear es el que predomina. En ciertos casos podemos hallar una situación intermedia y los dos procesos ser de igual importancia; aquí, si la correlación entre los dos procesos no es significativa, podemos decir que

$$-\frac{dE_1}{dR} = \left(-\frac{dE_1}{dR}\right)_e + \left(-\frac{dE_1}{dR}\right)_n \quad (70)$$

en donde los subíndices e y n se utilizan para diferenciar el frenamiento electrónico del nuclear.

El frenamiento de la partícula dentro del sólido se hace muy complicado pues existe un número muy grande de átomos blanco y

la pérdida de energía de una sola partícula puede deberse a un gran número de procesos de frenamiento, es por esta razón que no existe una teoría bien definida sobre el asunto. Los planteamientos teóricos del problema del frenamiento se hacen bajo diferentes suposiciones y se pueden aplicar aisladamente.

En el caso del frenamiento de la partícula debido a colisiones electrónicas, debemos hacer notar que es la velocidad la cantidad característica del estado del proyectil, que, debido al carácter estadístico de las colisiones, con respecto a su carga eléctrica no queda bien caracterizado por una función bien definida de la velocidad, es decir podría haber fluctuaciones en la carga, y por último, que la pérdida de energía no sólo se verifica mediante la transmisión de energía a los electrones de los átomos blanco, sino también mediante la pérdida de sus propios electrones y el intercambio de electrones con los átomos del sustrato.

Las características principales del frenamiento electrónico son:

(a) La pérdida de energía por colisión es una función de la velocidad instantánea v_1 del proyectil

$$(-dE_1/dx)_e = f(v_1) \quad (71)$$

(b) La pérdida de energía por colisión, T , siempre es muy pequeña comparada con la energía E_1 del proyectil, esto es:

$$T \ll E_1 \quad (72)$$

esto da lugar a un frenamiento continuo como sucede con la fric-

ción.

(c) La transmisión de momento a los electrones es pequeña y por lo tanto las desviaciones angulares del proyectil son muy pequeñas:

$$\theta \ll 1 \quad (73)$$

lo anterior significa que la trayectoria del proyectil es prácticamente una línea recta.

(d) La pérdida de energía electrónica siempre posee una naturaleza estadística.

Cuando el ion proyectil lleva una velocidad lo suficientemente alta como para desprenderse de sus electrones, el núcleo, cuya carga es $Z_1 e$ (Z_1 es el número atómico y e la carga elemental), interactúa con los electrones del blanco mediante un potencial coulombiano y, por lo tanto, la dispersión quedará descrita por las fórmulas de la dispersión de Rutherford; la sección eficaz para la dispersión de Rutherford está dada por

$$\sigma(T; E_1) = 4\pi\sigma(\theta)/T_m = (2\pi C_1^2 / m_e v_1^2 T^2) \quad (74)$$

con $C_1 = Z_1 Z_2 q^2$, y sustituyéndola en la Ecuación (66) tenemos:

$$\left(-\frac{dE_1}{dx}\right)_e = Z_2 n_2 \int 2T \frac{Z_1^2 e^4}{m_e v_1^2} \frac{dT}{T^3} \quad (75)$$

En donde $m_2 = m_e$ (masa del electrón), $Z_2 = 1$ (sólo en la Ecuación (74)), $C_1 = Z_1 e^2$ y $n = Z_2 n_2$ (con n_2 la densidad atómica del material blanco). T_m corresponde a $E_{2\max} = [4m_1 m_2 E_1 / (m_1 + m_2)^2] = 4m_e E_1 / m_1 = 2m_e v_1^2$; el límite inferior se toma aproximadamente igual a la energía de ionización I de los átomos blanco.

Si integramos la Ecuación (75) tendremos

$$\left(-\frac{dE_1}{dx}\right)_e = (Z_2 n_2) 2 \frac{Z_1 e^4}{m_e v_1} \ln(2m_e v_1^2 / \hat{I}) \quad (76)$$

A pesar de que la Ecuación (76) es una burda aproximación del poder de frenamiento electrónico (puesto que se considera a los electrones blanco como si fueran electrones libres para una transmisión de energía por debajo de $T = \hat{I}$, la excitación se desprecia y la energía de ionización \hat{I} no está bien definida), muestra las características básicas del frenamiento: es proporcional a Z_1^2 y a v_1^{-2} (además del factor logarítmico), y no depende de la masa m_1 del proyectil.

De una manera más general, el poder de frenamiento electrónico puede escribirse como

$$\left(-\frac{dE_1}{dx}\right)_e = \frac{4 Z_1^2 e^4}{m_e v_1} n_2 B \quad (77)$$

y a la cantidad B se le conoce como el número de frenamiento.

Si calculamos la interacción entre el ion proyectil y los electrones de los átomos blanco utilizando la primera aproximación de Born (16, p.53), teoría de Bethe, haciendo uso de ondas planas para describir el movimiento del ion incidente y del ion dispersado, se obtiene la Ecuación (77) con B dada por

$$B = Z_2 \ln(2m_e v_1^2 / I) \quad (78)$$

en la que I es la energía media de excitación del átomo blanco.

En la segunda aproximación de Born aparece un término de corrección proporcional a $(Z_1 e)^2$ que parece concordar bastante con los datos experimentales (18, p.117).

La fórmula de Bethe, Ecuación (78), debe ser válida para valores de v_1 grandes con relación a las velocidades de los electrones de la capa K de los átomos blanco, es decir

$$(Z_1 v_0 / v_1) \ll 1 \quad (79)$$

con $v_0 = e^2/\hbar$ la velocidad orbital del electrón del átomo de hidrógeno.

En una gama intermedia de velocidades v_1 , deben tomarse en cuenta algunas "correcciones de capa interna", puesto que los electrones de las capas internas de los átomos blanco van dejando de contribuir poco a poco al frenamiento, además es necesario tomar en cuenta también un "efecto de densidad", es decir, la influencia que posee un gran número de átomos blanco, de manera simultánea, sobre el proyectil, y unos con respecto a otros.

En esta gama de velocidades se ha obtenido la siguiente fórmula:

$$B = Z_2 \left\{ \ln \frac{2m_e v_1^2}{I} + \Psi(1) - \operatorname{Re} \Psi(1 + iZ_1 \frac{e^2}{\hbar v_1}) \right\} \quad (\text{Bloch}) \quad (80)$$

en la que Ψ es la derivada logarítmica de la función gama y $\operatorname{Re} \Psi$ su parte real. Esta última ecuación se obtuvo considerando la perturbación que el proyectil introduce es las funciones de onda de los electrones atómicos. Si en la Ecuación (80) tomamos $(Z_1 e^2/\hbar v_1) \ll 1$, ésta se reduce a la Ecuación (78). Si, por el contrario, hacemos $(Z_1 e^2/\hbar v_1) \gg 1$, entonces tendremos, haciendo $w = I/\hbar$,

$$B = Z_2 \ln \frac{1.123 m_e v_1^2}{Z_1 e^2 w} \quad (81)$$

Esta ecuación está de acuerdo con el resultado de Bohr, quien

supuso válido el modelo de Rutherford del átomo.

Hasta este punto hemos considerado el material blanco como si estuviera hecho de un sólo material. En el caso en que se tenga un compuesto o una mezcla como blanco de los iones proyectil, podemos hacer uso de la regla de adición de Bragg, que relaciona el poder de frenamiento del compuesto con el de sus constituyentes mediante la fórmula

$$\left(\frac{dE_1}{dx}\right) = \frac{1}{M} \sum_k N_k A_k \left(\frac{dE_1}{dx}\right)_k \quad (82)$$

Con A_k el peso atómico de los átomos k , N_k el número de átomos de k por molécula y $M = \sum_k N_k A_k$ el peso molecular del compuesto.

Cuando la velocidad del ion es tan alta que el frenamiento nuclear se hace insignificante, podemos calcular el alcance lineal R_L considerando la teoría de Bethe, Ecuaciones (77) y (78), en cuyo caso tendremos:

$$\begin{aligned} R_L(E_0) &= \int_0^{E_0} \frac{dE_1}{n_2 Z_2 (4\pi Z_1^2 e^2 / m_e v_1^2) \ln(2m_e v_1^2 / I)} = \\ &= \frac{m_1}{(Z_1)^2} \int_0^{v_1^2 - 2E_0/m_1} \frac{dv}{n_2 Z_2 (8\pi e^2 / m_e v^2) \ln(2m_e v^2 / I)} \end{aligned} \quad (83)$$

El alcance lineal de un ion en un cierto material está dada por

$$R_L(m_1, Z_1, E_0) = \frac{m_1}{m_p Z_1^2} R_L^p\left(\frac{m_p}{m_1} E_0\right) \quad (84)$$

En donde m_p es la masa de un protón y R_L^p el alcance de un protón en el mismo material, tomado con una energía $E = m_p E_0 / m_1$.

Si el ion proyectil lleva una velocidad para la cual no sólo el frenamiento electrónico se lleva a cabo, sino también el frenamiento nuclear, éste tiene que tomarse en cuenta en el alcance de la manera siguiente:

$$R_L(E_0) = \int_0^{E_1} \frac{dE_1}{(-dE_1/dR)_n + (-dE_1/dR)_e} + \int_{E_1}^{E_0} \frac{dE_1}{(-dE_1/dR)_e} \quad (85)$$

en donde E_1 es la energía límite a la cual deja de tener importancia el frenamiento nuclear, es decir, para energía por debajo de E_1 se debe tomar en cuenta el frenamiento nuclear.

Cuando la velocidad del proyectil es baja ($v_1 \ll Z_1 v_0$) el poder de frenamiento electrónico es proporcional a v_1 , esto es

$$\left(\frac{dE_1}{dx}\right)_e = \lambda v_1 \quad (86)$$

lo anterior surge de la idea de que a bajas velocidades sólo los electrones libres o aquéllos que se encuentran enlazados de manera débil, contribuyen al proceso de frenamiento. En este caso la energía del proyectil se disipa en la generación de oscilaciones cuantizadas de los electrones libres (en la teoría de Fermi se les considera como un gas compuesto por electrones, a los electrones se les llama fermiones y a las oscilaciones plasmones).

Otra forma para el frenamiento electrónico, basada en el modelo estadístico Thomas-Fermi, está dada por

$$\left(\frac{dE_1}{dx}\right)_e = n_2 S(E_1) = n_2 \int_0^\infty 2\pi Q(b) b db = n_2 \pi C_1 v_1 / 6C_2^2 \quad (87)$$

en donde $Q(b) = C_1 v_1 / (1 + C_2 b)^5$, $C_1 = 0.35(Z_1 + Z_2)^{5/3} h/a_B$, $C_2 =$

$0.16(Z_1 + Z_2)^{1/2}/a_B$; $Q(b)$ es la pérdida de energía en función del parámetro de impacto b , C_1 y C_2 son constantes y a_B el radio de Bohr. Como se puede ver $(-dE_1/dx)_e$ depende linealmente de v_1 , (20 | 21').

El frenamiento debido a colisiones con los núcleos de los átomos blanco se lleva a cabo de una manera significativa cuando las velocidades de los iones proyectil son bajas ($v_1 \ll Z_1 v_0$), llegando a dominar a velocidades $v_1 \ll v_0$; cuando $v_1 = 0$ el poder de frenamiento nuclear se hace cero.

El potencial de interacción $V(\bar{r})$ entre el ion proyectil y un átomo blanco tiene como característica principal que a grandes distancias es atractivo y repulsivo a cortas. Entonces, para considerar el frenamiento nuclear, podemos suponer $v(\bar{r})$ como repulsivo. En este caso el frenamiento queda caracterizado por los hechos siguientes:

(a) La pérdida de energía T durante una colisión depende de la energía cinética E_1 del proyectil, es decir, la masa del proyectil tiene un papel importante; por lo tanto, el frenamiento nuclear es función de E_1 ,

$$(-dE_1/dR) = f(E_1) \quad (88)$$

(b) La pérdida de energía por colisión es grande:

$$T \leq E_1 \quad (89)$$

(c) La transferencia de momento a un átomo blanco también puede ser grande, trayendo como consecuencia una desviación conside-

nable

$$\theta_1 \begin{cases} \leq \pi & \text{si } m_1 \leq m_2 \\ \leq \arcsen(m_1/m_2) & \text{si } m_1 > m_2 \end{cases} \quad (90)$$

en particular, cerca del punto final.

(d) La energía que se pierde de manera individual dependerá del parámetro de impacto y de la energía del proyectil:

$$T = T(b, E_1) \quad (91)$$

Tanto la función $f(E_1)$ como $T(b, E_1)$ dependen del potencial $V(\bar{r})$, pero la forma explícita de $V(\bar{r})$ no se conoce; se han propuesto varias formas para $V(\bar{r})$, basándose en distintos modelos y suposiciones y el intervalo de validez del potencial varía de acuerdo con el modelo.

Para un potencial de la forma $V(\bar{r}) = C_2/\bar{r}^2$ ($C_2 > 0$), tenemos:

$$\sigma(T, E_1) = \frac{4C_2\pi^2(\pi - \theta)}{T E_1 \sin\theta \cdot \theta^2 (2\pi - \theta)^2} \quad (92)$$

que junto con las Ecuaciones (61) y (65), dan un poder de frenamiento independiente de la energía; y el alcance R_L correspondiente [Ecuación (60)] es lineal con respecto a la energía inicial E_0 (Nielsen, 1956). Si utilizamos un potencial de la forma

$$V(\bar{r}) = [(Z_1 Z_2 e^2)/\bar{r}] \phi(\bar{r}/a_{TF}) \quad (93)$$

con $a_{TF} = (0.8853 a_B)/(Z_1^{3/2} + Z_2^{3/2})^{1/2}$; $\phi(\bar{r}/a_{TF})$ es la función de apantallamiento de Fermi y a_{TF} un radio modificado de apantallamiento, conocido como parámetro de Thomas-Fermi, obtenemos una sección eficaz $\sigma(T)$ dada por:

$$\sigma(t) = \pi a_{TF}^2 (1/2t^2)^3 f(t^{\frac{1}{2}}) \quad (94)$$

en donde $t = TE^2/T_m$ es una cantidad sin dimensiones; ϵ , la energía reducida, está definida como

$$\epsilon = \frac{a_{TF}}{Z_1 Z_2 e^2 / E_r} = E_1 [a_{TF} m_2 / Z_1 Z_2 e^2 (m_1 + m_2)] \quad (95)$$

y la función $f(t^{\frac{1}{2}})$, conocida como función de dispersión universal, es una función que se valúa numéricamente (Lindhart, 1963). Partiendo del hecho de que $\sigma(t)dt = \sigma(T)dT$ y utilizando la Ecuación (65) obtenemos el poder de frenamiento; y el alcance con la Ecuación (60).

Se pueden obtener curvas para el frenado nuclear y el alcance lineal que son válidas para cualquier material, Figuras 8 y 9; estas curvas están en términos de las cantidades ϵ y ρ , respectivamente, con ϵ definida en la Ecuación (95) por:

$$\rho = R[4\pi n_2 a_{TF}^2 m_1 m_2 / (m_1 + m_2)^2] \quad (96)$$

ambas cantidades carecen de dimensiones.

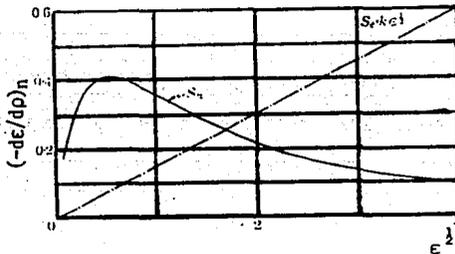


Figura 8. Poder de Frenamiento vs. $\epsilon^{\frac{1}{2}}$

introducida por Bohr, y donde $a = a_B / (Z_1^{\frac{3}{2}} + Z_2^{\frac{3}{2}})^{\frac{1}{2}}$.

Para una distancia de separación intermedia se puede utilizar el potencial dado en la Ecuación (93), basado en el modelo de Thomas-Fermi.

Existen también algunas relaciones empíricas como la dada por Brinkman:

$$V(r) = [AZ_1Z_2e^2 \exp(-Br)] / [1 - \exp(-Ar)] \quad (100)$$

en donde A y B son parámetros ajustables. Se puede ver que, en la Ecuación (131), para \bar{r} pequeña, $V(\bar{r})$ tiende al potencial coulombiano no apantallado $V(r) = Z_1 Z_2 e^2 / r$, y cuando $r \rightarrow \infty$, $V(r)$ tiende a la Ecuación (98). En la Figura 10 se tienen los distintos potenciales como función de la separación, calculados para dos átomos de cobre (22, pp. 21-25).

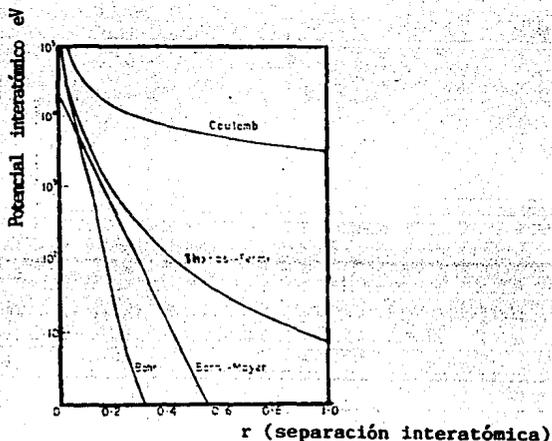


Figura 10. Aproximaciones del potencial interatómico como función de la distancia, en cobre

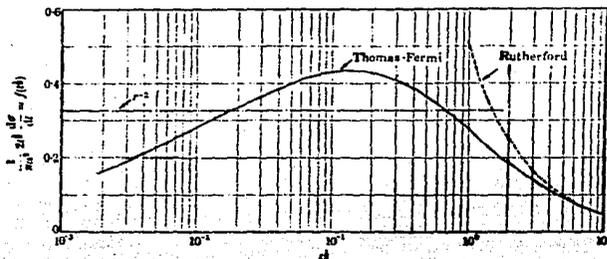


Figura 11. Función universal de dispersión, $f(t^{\frac{1}{2}})$

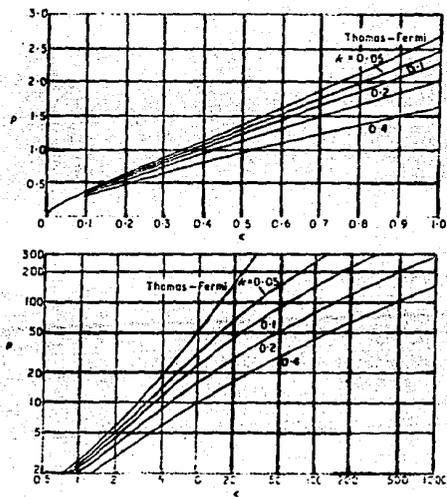


Figura 12. Alcance reducido ρ vs la energía reducida ϵ , para distintos valores de k

En el caso que nos atañe, la distancia de separación está en un valor intermedio, por lo cual podemos tomar el modelo de Thomas-Fermi como una buena aproximación.

2.4. Medición Experimental de los Alcances

Utilizando el potencial de Thomas-Fermi se han hecho cálculos numéricos del alcance en función de la energía (Lindhart, Scharff, Schiøtt, 1963) y estos valores constituyen el conjunto de datos más útil para la estimación de la penetración de los átomos en materiales no cristalinos. Para efectuar los cálculos se hizo uso del alcance reducido ρ y la energía reducida ϵ , definidos en las Ecuaciones (96) y (95), respectivamente. Con éstos se obtuvo:

$$d\epsilon/d\rho = (d\epsilon/d\rho)_n + k\epsilon^{\frac{1}{2}} \quad (101)$$

en donde k está dada por

$$k = \zeta_e \frac{0.0793 Z_1^{\frac{1}{2}} Z_2^{\frac{1}{2}} (m_1 + m_2)^{\frac{3}{2}}}{(Z_1^{\frac{3}{2}} + Z_2^{\frac{3}{2}})^{\frac{1}{2}} m_1^{\frac{1}{2}} A_2^{\frac{1}{2}}} \quad (102)$$

con A_2 el peso atómico y ζ_e una constante adimensional $= Z_1^{\frac{1}{2}}$. Haciendo uso de la función de apantallamiento de Fermi, $f(t^{\frac{1}{2}})$, que se introdujo en la Ecuación (94), véase Figura 11, se hicieron gráficas del alcance contra la energía que son válidas para cualquier ion y cualquier blanco. Tomando en cuenta que k depende de Z_1 , Z_2 , m_1 y m_2 , es necesario graficar una serie de curvas correspondientes a los diferentes valores de k , véase Figura 13, y se hallan disponibles gran número de tablas y gráficas con los valores calculados. Se ha observado que estos valores se ajustan,

dentro de un porcentaje alto, a los valores obtenidos experimentalmente.

Existen varias formas para determinar el alcance de los iones experimentalmente, los más populares son aquéllos que retiran una cierta cantidad (una capa de grosor conocido) del material bombardeado y en las que se mide la cantidad de iones implantados, ya sea de la capa retirada o los que quedan en el material. Para esto se requiere de un método muy sensible de detección, puesto que los iones implantados son muy pocos con respecto al número de átomos del material. Por lo general se utilizan iones radioactivos y técnicas de rastreo apropiadas.

Una de las técnicas para determinar el alcance es la conocida como 'remoción anódica', en ésta se hace crecer electroquímicamente una capa de óxido anódico con un grosor dado, que se determina mediante el voltaje o el tiempo de anodización. Una vez hecho esto, el óxido se retira sumergiendo la muestra en algún reactivo que no ataque al material que se encuentra bajo el óxido. Existe la necesidad de calibrar la cantidad de sustancia que se retira en cada capa y esto puede realizarse haciendo el material uniformemente radioactivo y midiendo la pérdida de actividad, o pesando la muestra antes y después de haber removido algunas capas. En otros casos es necesario medir la actividad del material que se disuelve de la superficie, este resultado da la distribución diferencial de los alcances; y en otros más, como en el caso de la implantación de iones de gases inertes, se hace esencial medir la radioactividad remanente después de retirar un determi-

nado número de capas.

Otros métodos hacen uso de pulidos químicos o de abrasión mecánica, para retirar las capas de interés y se utilizan diferentes métodos para controlar el material retirado. Por ejemplo, se desbasta la muestra con alúmina de $0.05 \mu\text{m}$, en un pulidor automático y la velocidad de remoción se calibra midiendo la pérdida de peso o, si se puede, comparándola con la técnica anódica mencionada anteriormente. La técnica es capaz de retirar capas de un grosor que va desde 20 \AA hasta 50 \AA , y se aplica a oro, cobre, tantalio, aluminio y silicio, entre otros, para determinar alcances.

Un método físico un tanto diferente es aquél que hace uso de la erosión iónica (sputtering) controlada para retirar las capas. Esto se hace bombardeando las muestras con iones de gas noble de baja energía. Después de la erosión, para un cierto tiempo, se libera el gas que quedó en la muestra elevando su temperatura hasta casi llegar al punto de fusión; la cantidad de gas se determina con un espectrómetro de masas o, de manera más efectiva, con espectroscopía Auger.

Algunos métodos se aplican específicamente a ciertas especies implantadas. Se puede utilizar la variación en la energía de un haz de prueba con respecto a la profundidad para determinar la distribución de los núcleos de la muestra. La retrodispersión de Rutheford de protones u otras partículas más pesadas (de masa m_1), da como resultado una energía E' de retrodispersión que se encuentra regida por la masa del núcleo blanco, m_2 , y por el án-

gulo de dispersión en el sistema centro de masa, θ_{cm} , de la siguiente manera:

$$\frac{E'}{E} = 1 - \frac{2m_1 m_2 (1 - \cos \theta_{cm})}{(m_1 + m_2)^2} \quad (103)$$

Si se conoce dE/dx , el frenamiento o pérdida de energía, puede calcularse la energía perdida por las partículas proyectiles al penetrar una cierta profundidad y regresar a la superficie. Por lo tanto, el espectro de energías que se mide, correspondiente a las partículas dispersadas, conduce a una distribución de profundidades. Con la ayuda de un espectrómetro magnético, se ha conseguido una resolución de profundidad de 50 Å. Sin embargo, la técnica se ve limitada al estudio de iones relativamente pesados en una matriz ligera (22,23).

Cuando la matriz es un compuesto, se pueden seguir dos métodos: uno consiste en hacer un promedio de los alcances de un ión dado en los diferentes elementos que componen al compuesto, tomando en cuenta la estequiometría de cada elemento; el otro método, más exacto para iones de baja energía, consiste en encontrar el alcance en un elemento cuyo número atómico sea igual al número atómico promedio del compuesto y con una masa igual a la masa atómica promedio (24).

Por lo general, las unidades de los alcances vienen dadas en mg/cm^2 y están en términos de la densidad del elemento o del compuesto bombardeado; para tenerlos en unidades de longitud, basta con dividirlos entre la densidad del material de que se trate, teniendo en cuenta la congruencia de unidades.

CAPITULO III: DESARROLLO EXPERIMENTAL

Como se dijo en la introducción, parte del objetivo de este trabajo es hacer un estudio comparativo de los efectos superficiales que producen tanto la implantación de iones como la nitruración iónica.

3.1. Preparación de Muestras

Las muestras de acero 9840 (acero herramienta) consistieron en trozos con una superficie cuadrada de 9 mm de lado y un grosor de 4.5 mm. Estas muestras se desbastaron con lijas de agua (carburo de silicio), comenzando con el número 220, siguiendo con 240, 300, 400 y 500, hasta terminar con la del número 600. Después se pulieron en un torno sobre paño con alúmina de 1, 0.3 y 0.5 μm , sucesivamente; esto corresponde a un pulido a espejo, vistas en el microscopio óptico con un aumento de 1000x, las superficies no mostraron las líneas características que dejan los granos de alúmina.

Por lo general, las muestras de acero que van a ser nitruradas, después de pulirlas a espejo, se someten a un tratamiento térmico, como el templeado y revenido para facilitar la difusión del nitrógeno. Este tratamiento no se les aplicó a nuestras muestras debido a que con un tratamiento de este tipo se endurecerían, y habría que determinar su microdureza antes de nitrurarlas para poder determinar el cambio en éstas producido exclusivamente por la nitruración, teniendo que hacer lo mismo con las muestras a implantar.

Antes de implantarlas o nitrurarlas, las muestras se limpiaron

con acetona en ultrasonido durante 15 minutos.

3.2. Implantación de Iones

El dispositivo experimental se muestra en la Figura 13.

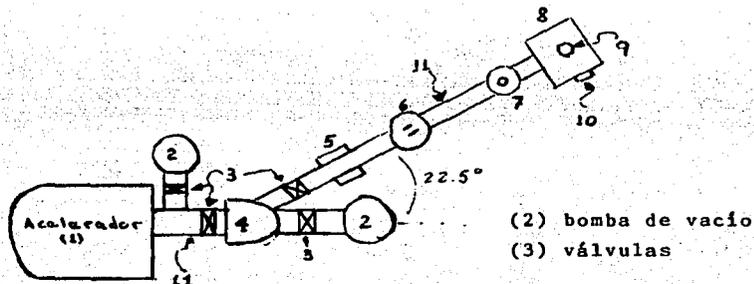


Figura 13. Implantación de iones

Un haz de nitrógeno molecular se produce en el acelerador (1), éste es un acelerador van de Graaf de 700 KeV, y sale por la línea de vacío (11), que consiste en tubo de acero inoxidable; al pasar por el electroimán (4) se produce una discriminación de masas, carga y energía, y se hace llegar el haz con la pureza deseada a la cámara de implantación (8). El laboratorio tiene disponibles tres líneas, para este experimento se utilizó la que forma un ángulo de 22.5° con respecto a la línea de salida del acelerador. Una vez en la dirección correcta, el haz pasa por un dipolo magnético (5), el cual, en un momento dado, puede corregir la posición vertical del haz; las rejillas (6) que se encuentran a continuación están conectadas de tal forma que al pegar el haz

en ellas, la corriente que se genera es retroalimentada al acelerador y éste corrige la energía de haz, manteniéndolo estable. A la salida de estas rejillas se colocó un colimador de 4 mm de diámetro (la dispersión del haz en el vacío, y a la distancia a la que se encuentra el colimador del portamuestras, es pequeña comparada con las dimensiones de su sección transversal y podemos considerar esta área transversal como un círculo de 4 mm de diámetro); a continuación se encuentra una trampa fría o trampa de nitrógeno (7) que sirve para limpiar el haz de las impurezas que pudieran haber quedado en el sistema y ser arrastradas, la trampa fría se colocó lo más cerca posible del portamuestras con el fin de obtener una implantación "limpia", es decir, con la menor cantidad posible de impurezas (principalmente el carbono que se desprende de las bombas de vacío); y, finalmente, está la cámara de implantación en donde, en un portamuestras (9), se colocaron las piezas que se implantaron; el portamuestras está conectado a un integrador de corriente que nos permite conocer la intensidad de corriente que incide sobre la muestra y, por consiguiente, la cantidad de carga que está recibiendo. La cámara posee una ventana (10) que permite asegurarse de la posición correcta de la muestra.

Si conocemos el tipo de iones que conforman el haz, la cantidad de carga que está recibiendo y el área de la región implantada, es posible determinar el número de iones o partículas que recibió la muestra por unidad de área, es decir, la dosis de iones implantados.

Fuente de Iones

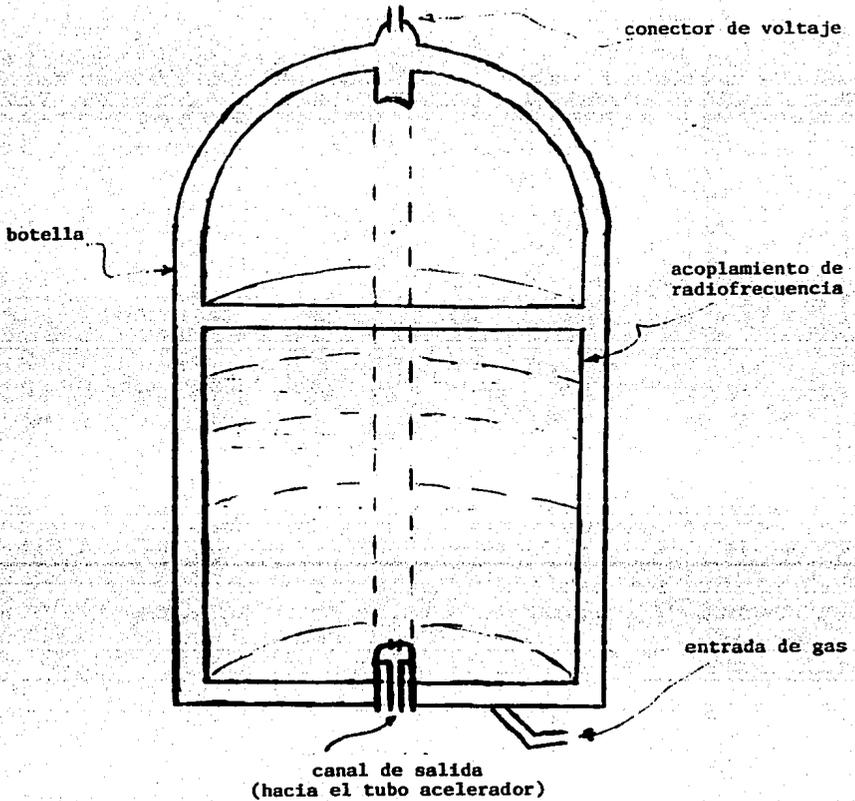


Figura 15. Fuente de Iones

El acelerador proporciona haces con energías que llegan a un máximo de 700 KeV. A grandes rasgos, el funcionamiento del acelerador es el siguiente: En primer lugar, se trata de un acelerador lineal tipo van de Graaf, modelo AN-700 fabricado por High Voltage Engineering, Corp., de Burlington Mass. La Figura 14 muestra un diagrama simplificado del aparato, éste posee una fuente de iones positivos que consiste en una botella en donde se introduce el gas que va a ser ionizado, la ionización se lleva a cabo mediante energía de radiofrecuencia (rf). El plasma que se forma se concentra en el canal de salida (véase Figura 15) utilizando medios magnéticos, y los iones positivos son expulsados hacia el tubo de aceleración al aplicarse un potencial al ánodo de la botella. La aceleración se lleva a cabo a través del gradiente de voltaje que se desarrolla a lo largo de la columna (Figura 14). El gradiente de voltaje o voltaje de aceleración se produce al retirar electrones de manera electrostática de la placa terminal de alto voltaje, esto se efectúa con una banda de hule que transporta a tierra los electrones. La banda se encuentra girando mediante poleas (una de las cuales está a tierra) y la recolección de carga se consigue mediante fricción. De esta forma se eleva el potencial al valor deseado y, como es positivo, produce la aceleración de los iones (25).

En la tabla siguiente se reportan las condiciones de implantación de las cinco muestras tratadas.

Los alcances dados corresponden a nitrógeno en hierro, y se obtuvieron utilizando la ecuación

$$S_n = s_n (8.462 Z_1 Z_2 m_1) (m_1 + m_2)^{-1} (Z_1 + Z_2)^{-\frac{1}{2}} \quad (104)$$

para el poder de frenamiento, en donde $s_n = 0.5 \ln(1 + \epsilon) (\epsilon + 0.10718 \epsilon^{0.97544})^{-1}$ y $\epsilon = 32.53 m_2 E_1 [Z_1 Z_2 (m_1 + m_2) (Z_1^{\frac{2}{3}} + Z_2^{\frac{2}{3}})^{\frac{1}{2}}]^{-1}$ es la energía reducida (26). Los alcances en el acero 9840 no deben diferir mucho de los reportados, dado que un 96.39% del acero es hierro (27).

Muestras de Acero 9840
Implantadas con Iones de N^+

muestra	energía de hez KeV	carga acumulada mC	vacío inicial 10^6 torr	intensidad de hez µA	dosis $10^{18} N^+ / cm^2$	alcance Å
1	300	10	1.2	12	0.99	6734.1
2	300	20	1.2	12	1.98	6734.1
3	600	10	2.4	6	0.99	8835.6
4	300	10	2.4	18	0.99	6734.1
5	600	20	1.2	12	1.98	8835.6
6	600	10	1.2	12	0.99	8835.6

3.3. Nitruración Iónica

El aparato en el que se llevó a cabo la nitruración se muestra en la Figura 16. Consiste en una campana de acero (3) que sirve para aislar el sistema y hacerle vacío, al mismo tiempo que funge como ánodo; el portamuestras (cátodo) situado sobre una placa de acero, a la que atraviesa y de la cual está aislado eléctricamente (1); una camisa de acero que se coloca cubriendo al cátodo

y que sirve para retener el calor de éste (6); un termopar en contacto con el cátodo para medir su temperatura (2); la entrada para el gas, conectada a un tanque que contiene la mezcla de gas que se va a utilizar (4); la salida de evacuación conectada a la bomba de vacío (5); una fuente de alto voltaje (7); un sistema de enfriamiento externo, que consiste en una serie de vueltas de tubo colocadas debajo de la campana y por el cual circula aire frío (9); y los medidores necesarios: amperímetro, voltímetro, termómetro, medidor de presión y cronómetro.

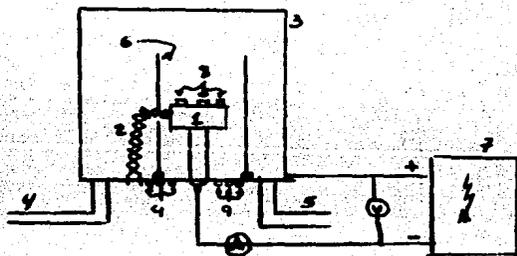


Figura 16. Nitruración iónica, dispositivo experimental

El proceso de nitruración se efectúa de la manera siguiente: en primer lugar se limpia el sistema con acetona, así como cada una de las partes desmontables, la campana y la plancha; se colocan las muestras y los demás componentes como se muestra en la Figura 16; se hace un vacío de aproximadamente 10^{-3} torr; se eleva la presión introduciendo la mezcla de gas (en este caso, compuesta por 90% de nitrógeno y 10% de hidrógeno), hasta alcanzar

4 o 5 torr y se vuelve a hacer un vacío de 10^3 torr (esto con el fin de garantizar que el gas que habrá en la cámara sea exclusivamente la mezcla deseada); volvemos a llenar la cámara con el gas hasta la presión con que se va a trabajar; y por último se enciende la fuente de voltaje, estableciendo la diferencia de potencial que se requiera. Los parámetros sobre los que se ejerce el control son cinco: presión, P, voltaje, V, intensidad de corriente, I, temperatura, T, y tiempo, t. Una vez fijos cualesquiera dos valores de estos parámetros (excluyendo el tiempo) los valores de los otros dos quedan determinados y el tiempo se fija según lo requiera el experimento. Los valores de los parámetros bajo los cuales se lleva a cabo la nitruración se encuentran aproximadamente dentro de los siguientes intervalos: presión de 4 a 10 torr, temperatura de 350 a 600°C, voltaje de 300 a 700 V, intensidad de corriente de 0.1 a 2 A y el tiempo de 4 a 25 horas.

Al establecerse la diferencia de potencial, el gas se ioniza formando lo que se conoce como plasma y se establece un flujo de corriente (o descarga) entre ánodo y cátodo; las características de la curva de intensidad de corriente contra voltaje se muestran en la Figura 17. La región en la que se lleva a efecto la nitruración es la conocida como región anormal y corresponde aproximadamente a los valores ya señalados de I y V. En esta región la descarga produce una incandescencia de color entre azul y violeta, y puede alcanzarse con relativa facilidad.

Cuando la mezcla de gas se ioniza, los iones positivos son arrastrados hacia el cátodo donde chocan, la presencia del hidró-

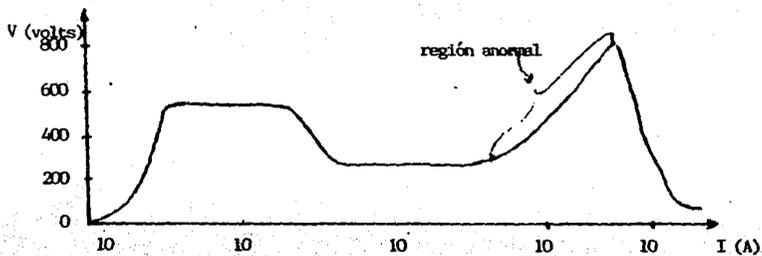


Figura 17. Gráfica voltaje contra intensidad de corriente

geno asegura que habrá formación de óxidos, pues reaccionará químicamente con el oxígeno y facilitará la interacción del nitrógeno con el cátodo. Este no es el único proceso mediante el cual el nitrógeno penetra en la muestra, sino que, debido a las temperaturas que se alcanzan, el nitrógeno se difunde en la muestra llegando a una mayor profundidad que la alcanzada por el mero bombardeo con iones.

Existen varios procesos a los cuales se les puede atribuir la nitruración. El primero de éstos es el bombardeo de los iones sobre la muestra, proceso descrito en el Capítulo II. Otro es el llamado erosión iónica (sputtering), que consiste en la expulsión de átomos de la superficie de la muestra, debido al choque de los iones del plasma con ésta; la erosión iónica podría considerarse como una especie de vaporización de los átomos blanco, puesto que los iones proyectil llegan a éstos y les transmiten la energía suficiente para ser expulsados; esta energía se encuentra en for-

ma de trabajo, energía cinética y calor, es decir, la parte de la superficie en donde chocó un ion se calienta "evaporando" uno o más átomos. El otro proceso es el conocido como condensación. En este proceso, los átomos expulsados de la superficie se combinan con los iones de nitrógeno del plasma que se encuentran muy cerca de la superficie de la muestra y, mediante adsorción, se depositan de nuevo sobre la superficie en forma de nitruro; si la muestra es de hierro o algún tipo de acero, el nitruro que se condensa será el nitruro de hierro (FeN). Como puede observarse, la condensación tiene un efecto contrario a la erosión; el FeN que se condensa puede quedarse así en la superficie si la temperatura en ese punto bajó lo suficiente, pero si sucede lo contrario, el nitruro se descompondrá en nitruros menores como Fe_2N , Fe_3N y Fe_4N , y parte del nitrógeno que se libera durante la formación de tales nitruros se difundirá en la muestra y la otra parte regresará al plasma. Así pues, durante la nitruración iónica se forman dos capas superficiales, una externa, conocida como capa de compuestos o capa blanca (debido a que no es atacada por el ácido nítrico cuando se preparan las muestras para tomarles micrografías, quedando de color blanco), que está compuesta por los diferentes nitruros que se condensan. La otra capa es la zona de difusión que se encuentra inmediatamente debajo de la capa compuesta y que está formada con el nitrógeno que se difunde, esta zona tiene un grosor que depende del tiempo de nitruración, la composición de la muestra y la temperatura. La capa compuesta es de menor dureza, quebradiza y muy delgada, el endurecimiento

de la superficie proviene de la zona difundida; ahora bien, no existe una concordancia acerca de cuál es el factor que produce la nitruración iónica, mientras hay quienes concluyen que ésta se debe al bombardeo de los iones, otros aseguran que el proceso se efectúa mediante la erosión y la absorción del nitrógeno (12, 14).

Es difícil calcular la cantidad de iones que penetran en la muestra, puesto que la ionización del gas no es completa. Por lo tanto, no sólo iones nitrógeno llegarán a la muestra, sino también un cierto número de neutros, los cuales se producen mediante colisiones de intercambio de carga (17). La dosis de nitrógeno que se le aplica a la muestra dependerá, pues, de la presión del gas, su composición y el tiempo de nitruración, así como de la formación de átomos neutros en las cercanías del blanco, y, a diferencia de la implantación de iones, no hay manera fácil de calcular el número de partículas por unidad de área que llegan a la muestra.

Se prepararon cuatro muestras de acero 9840 para ser nitruradas; el proceso duró desde las 12:30 h hasta las 16:45, completándose un total de 4 h 15' de nitruración; la presión en la cámara se estabilizó en 4 torr a media hora de iniciado el proceso; se mantuvo una temperatura promedio de 348.68°C, un voltaje de 413.15 V y una intensidad de corriente de 0.285 A. Antes de establecer el voltaje, se hizo un prevacío que, debido a algunas fugas en la manguera de la bomba y, probablemente en la soldadura de los atravesadores, no pasó de 10^{-1} torr, por lo que al finali-

zar el experimento las muestras quedaron muy manchadas, presentando un color griz azulado muy intenso y perdiendo su pulido a espejo. Cuando se les hicieron las mediciones de microdureza se notó una capa delgada muy quebradiza que presumiblemente era óxido e impidió que se llevaran a cabo tales mediciones. Para evitar esto, se pensó aumentar tanto la temperatura como el tiempo. Se fijaron en 500°C y 10 h, con el fin de eliminar esta capa mediante erosión iónica y así poder obtener muestras más limpias; Se prepararon otras dos muestras y se nitruraron bajo las condiciones siguientes: $T = 486.11^{\circ}\text{C}$, $V = 509.40\text{ V}$, $P = 4.55\text{ torr}$, $i = 0.362\text{ A}$ y $t = 11.5\text{ h}$. Después de 6.4 h de iniciado el proceso hubo una falla en el sistema eléctrico de la zona y la nitruración se suspendió durante un lapso de dos minutos, continuando después sin contratiempos. Con estas nuevas condiciones las muestras quedaron más limpias y se les hicieron las pruebas de microdureza.

CAPITULO IV: ANALISIS DE RESULTADOS Y CONCLUSIONES

4.1. Mediciones de Microdureza

La medición de la microdureza se hizo con un microdurímetro Shimadzu que posee una punta de diamante tipo Vickers; esta punta consiste en una pirámide regular con base cuadrada cuyas caras forman un ángulo de $136^{\circ} 0'$ ($\pm 30'$), véase Figura 18.

La microdureza de un material está relacionada directamente con la resistencia de éste a ser penetrado unas cuantas micras por una punta, ya sea ésta de acero o de diamante, que posee un peso determinado. El grado de microdureza se conoce como número de dureza, y en nuestro caso tendremos un número de dureza Vickers, denotado por HV y dado por:

$$HV_P = (2P/d^2) \text{sen}(\alpha/2) = 1854.4 P/d^2$$

en donde P es el peso aplicado en gf (gramos fuerza), d el promedio de las diagonales en μm y α el ángulo que forman dos caras opuestas de la punta ($\alpha = 136^{\circ}$).



Figura 18. Punta tipo Vickers

Existe otro tipo de punta para hacer mediciones de microdure-

za, ésta es la punta tipo Knoop, cuya forma difiere de la Vickers, véase Figura 20; el número de dureza Knoop se denota por HK y está dado por:

$$HK_P = P/A_p = P/d^2 c = P/0.07028 d^2 = 14.229 P/d^2$$

en donde P es el peso aplicado en kgf, A_p el área proyectada de penetración en mm^2 , d la longitud de la diagonal principal del dibujo de la huella en mm y c la constante de la punta que relaciona el área proyectada con el cuadrado de la longitud de la diagonal principal. Si los parámetros P y d se miden en gf y μm , respectivamente, la fórmula para HK queda: $HK_P = 14229 P/d^2$. (28)



Figura 19. Punta tipo Knoop

Cuando se hace este tipo de mediciones, en realidad se mide una dureza promedio, pues ésta variará según la profundidad y en ocasiones se llega a traspasar la capa tratada, midiendo diferentes durezas.

La huella que deja la punta Vickers sobre la superficie de la muestra tiene forma de un rombo regular, el microdurímetro lleva integrado un dispositivo que permite medir sus diagonales en micras; este modelo de microdurímetro consiste en un microscopio

óptico en cuyo ocular se encuentra montado el dispositivo de medición antes mencionado; su revólver está colocado de manera paralela a su platina y posee dos objetivos, que combinados con el ocular producen aumentos de 400x y 600x: el primer aumento sirve para ubicar la zona de medición y el segundo para llevarla a cabo. Además de los objetivos, el el revólver se encuentra la punta, que en su parte superior lleva el peso que se va a aplicar. Una vez ubicada la región en donde se efectuará la medición, se gira el revólver hasta traer al frente la punta, que baja automáticamente al accionar un botón. El tiempo que deberá permanecer la punta presionando la superficie de la muestra también se determina automáticamente en el aparato. La platina no posee ningún mecanismo para sujetar la muestra, por lo que ésta deberá quedar bien asentada para evitar cualquier movimiento al penetrar la punta, trayendo como consecuencia una huella deforme; lo anterior implica que la muestra debe tener la base lo suficientemente lisa para que no se mueva al entrar en contacto con la punta.

Para llevar a cabo una buena medición, es necesario que la huella quede bien visible en la superficie, de un tamaño adecuado y además no debe tener deformaciones. Para lograr esto, es necesario situar el microdurímetro sobre una base bien cimentada y firme, evitando al máximo cualquier tipo de vibración.

El dispositivo de medición, situado en el ocular, permite, mediante un tornillo micrométrico, medir las diagonales con una incertidumbre de $\pm 0.5 \mu\text{m}$. Ahora bien, esta incertidumbre aumenta

debido a que, después de cierto tiempo, el ojo se cansa y se hace difícil efectuar correctamente la medición. Para minimizar el efecto de este tipo de error, cometido al medir las diagonales, se recomienda que las mediciones sean hechas por una sola persona.

Aparte de las vibraciones externas, existen otras causas que pueden producir una huella deforme, principalmente las fracturas que se encuentran en la superficie y que pueden ser provocadas al formarse una huella; por esta razón, en nuestras mediciones, las huellas se hicieron espaciadas, cuidando que en el campo de medición no se encontrara presente una huella anterior. Por otro lado, en el caso de la implantación, como la microdureza no se ve afectada uniformemente es probable que se produzca también una huella deforme, aunque esta deformación no resulte tan grande como en los otros casos. Para tomar una huella como buena, se consideró una diferencia máxima entre las diagonales de $1.5 \mu\text{m}$.

4.2. Resultados

En las muestras implantadas se hicieron 12 huellas dentro de la región de implantación y 10 fuera de ella. En las nitruradas se hicieron 22 en una (muestra 9) y 10 en la otra (muestra 8). En la muestra virgen se hicieron 10 mediciones. La tabla siguiente consigna los resultados:

muestra	características	microdureza HV gf/ μm^2	incertidumbre
Muestra Virgen			
7	-----	375.11	7.301
Muestras Implantadas			
1	Energía: 150 KeV Dosis: 1×10^{18} N ⁺ /cm ²	408.10	4.033
2	Energía: 150 KeV Dosis: 2×10^{18} N ⁺ /cm ²	405.82	5.898
3	Energía: 300 KeV Dosis: 1×10^{18} N ⁺ /cm ²	402.99	9.802
4	Energía: 150 KeV Dosis: 1×10^{18} N ⁺ /cm ²	405.16	11.084
5	Energía: 300 KeV Dosis: 2×10^{18} N ⁺ /cm ²	443.85	8.674
6	Energía: 300 KeV Dosis: 1×10^{18} N ⁺ /cm ²	413.24	4.759
Muestras Nitruadas			
8	Nitruada a 500 °C durante 11.5 h.	631.18	31.140
9	Nitruada a 500 °C durante 11.5 h.	633.98	32.413

La incertidumbre asociada a los valores de microdureza corresponde al error estándar, definido como

$$E_s = \sigma / \sqrt{n}$$

en donde σ es la desviación estándar de las mediciones hechas y n el número de éstas.

4.3. Conclusiones

A continuación se dan algunas características de los dos métodos:

Implantación de Iones de N^+

La penetración de los iones en la muestra se lleva a cabo mediante un proceso de dispersión de los iones por los átomos de la muestra. El proceso es puramente físico. Debido a la energía de los iones, el fenómeno conocido como erosión iónica es de poca importancia. No se alcanza una temperatura suficiente para propiciar la difusión de los iones.

Existe control sobre todos los parámetros que intervienen. La dosis de iones implantados queda bien determinada, así como el alcance de penetración.

Nitruración Iónica

La penetración, además de una inicial dispersión, se efectúa mediante difusión. La temperatura en la muestra es lo suficientemente alta como para permitir la formación de nitruros en la superficie. La erosión iónica juega un papel importante.

No hay una forma sencilla de determinar la dosis de nitrógeno, debido a la producción de neutros durante la ionización del gas. Es necesaria una vigilancia continua del proceso, puesto que el valor de los parámetros no se mantiene estable.

El proceso es caro, puesto que el equipo requiere de un acelerador que produzca el haz, además de que es necesario mantener un alto vacío.

El proceso es relativamente barato y el equipo accesible para su construcción.

Ambos tratamientos producen cambios en la estructura del acero y en sus propiedades mecánicas. Su aplicación puede tener lugar en componentes acabados, pues no aumentan su volumen. Las características que adquiere el metal tratado forman parte de su estructura y no se necesitan tratamientos posteriores.

Por otro lado, se obtiene un aumento de alrededor del 70% en la microdureza de las muestras nitruradas, mientras que en las implantadas sólo fue del 19%, aproximadamente. Lo anterior indica que la nitruración iónica es más efectiva, en cuanto a aumentar la microdureza se refiere, que la implantación. En la implantación se esperaba observar cambios significativos al variar la dosis y la energía de los iones implantados, pero salvo en el caso de la muestra 5, cuya microdureza subió a $443.85 \text{ gf}/\mu\text{m}^2$, no existe tal cambio, véase Figura 20. Además, este aumento no arroja ninguna luz sobre el comportamiento de la microdureza con respec-

to a los parámetros ya citados; por ello es necesario hacer un estudio más exhaustivo al respecto.

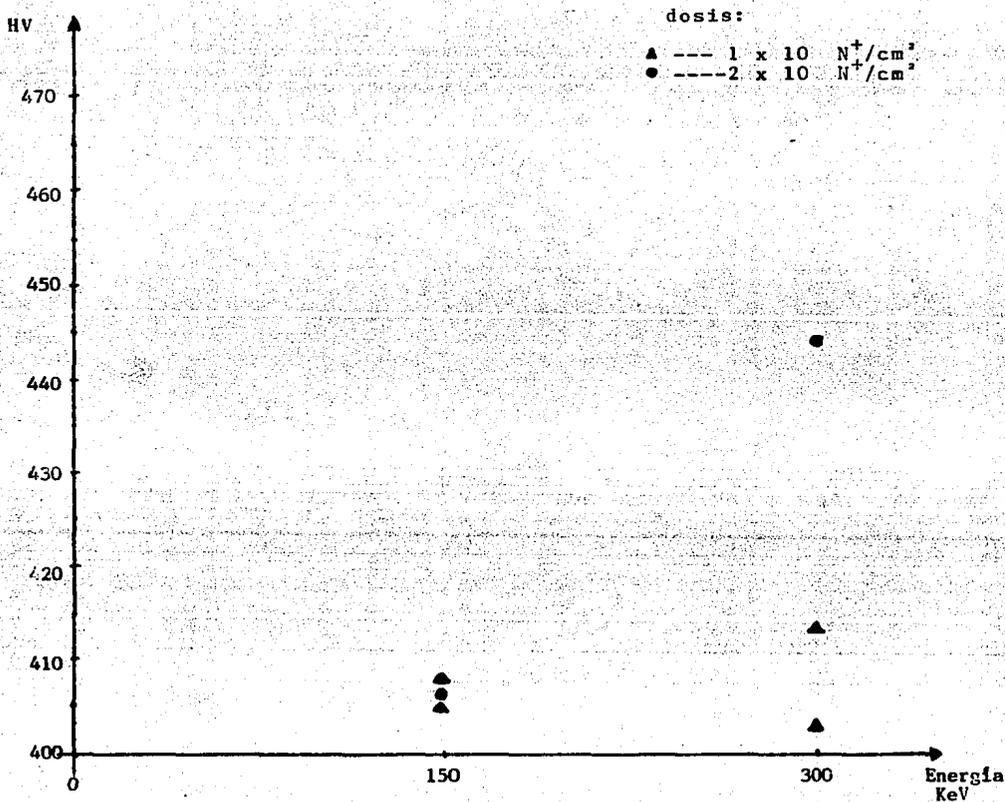


Figura 20. Gráfica de dureza HV vs. Energia a diferentes dosis

El interés que la implantación despertó al considerar el siguiente trabajo, reside en el control que se tiene sobre los parámetros, la dosis de iones y el alcance de éstos en la muestra, así como los resultados tan interesantes que reporta la literatura al respecto y el hecho de poder realizar en México, por vez primera, un experimento guiado a comprobar tales resultados.

Pensando en las aplicaciones industriales en México, es factible que la nitruración iónica pueda tener cabida en un futuro próximo; mientras que la implantación de iones queda aún como un campo abierto a la investigación cuyos avances se verán limitados por el lento desarrollo de la tecnología y la dependencia enorme que se tiene del exterior, principalmente de los EE.UU. Quede este trabajo como un primer acercamiento a dicha investigación.

REFERENCIAS

- 1 H.S. Ruprecht, J. Vac. Sci. Technol., 13, #1, p. 27 (1967).
- 2 G. Dearnaley, Thin Solid Films, 107(1983), p. 315.
- 3 G. Dearnaley y N.E.W. Hartley, Thin Solid Films, 54(1978) p. 215.
- 4 G. Dearnaley, S.J.B. Charter y L.R. Thompson, Thin Solid Films 84(1981), p. 355.
- 5 Robert N. Bolster e Irwing L. Singer, ASLE Translations (USA), 24,4, p. 526 (oct 1981).
- 6 G. Welsch, J.J. Wang, H. Bakhru, A. Mashayekhi, W. Gibson y R.K. Mac Crone, Thin Solid Films, 107(1983), p. 305.
- 7 A.K. Suri, R. Nimmagadda y R.F. Bunshah, Thin Solid Films, 64(1979), p. 191.
- 8 Herbert Herman, Nuc. Instr. & Meth., 182/183(1981), p. 887.
- 9 G. Dearnaley, Nuc. Instr. & Meth., 189(1981, p. 117.
- 10 Bernd Edenhofer, Metal Progress, mar 1976, p. 181.
- 11 P.C. Jindal, J. Vac. Sci. Technol., 15, #2, p. 313 (mar/abr 1978).
- 12 Martin Hudis, J. Appl. Phys., 44, #4, p. 1489 (abr 1973).
- 13 C.K. Jones, D.J. Sturges y S.W. Martin, Metal Progress, p. 186 (dic 1973).
- 14 B. Edenhofer, Heat Treatment of Metals, 1974.1, p. 23.

- 15 R. Trejo-Luna, L. Cota, L. Martínez, L. Morales y J. Rickards, *Scripta Metallurgica*, 19, p. 1297 (1985).
- 16 J.L. Albarrán, J.T. Cisneros, R. Lovera, E.F. Robles y M.A. Villagrán, *Nitruración Iónica de Aceros de Herramienta y Aleados de Fabricación Mexicana*, Tesis, Fac. Química, UNAM.
- 17 J. Rickards, *Vaccum*, Vol. 24, # 5, p. 559 (1984).
- 18 C. Lehman, *Interaction of Radiation with Solids (an elementary defect production)*, North Holland Co.
- 19 H.G. Goldstein, *Classical Mechanics*, Addison-Wesley Publishing Co., 1959.
- 20 O.B. Firsov, *Sov. Phys., JETP*, 9, p.1076 (1959).
- 21 Y.A. Teplova, V.S. Nikolaev, I.S. Dimitrov y L.N. Fateeva, *Sov. Phys., JETP*, 15, p. 31 (1962).
- 22 G. Dearnaley, J.H. Freeman, R.S. Nelson y J. Stephen, *Ion Implantation*, North Holland Publishing Co. (1973).
- 23 J. Miranda, *Interdifusión del Sistema Oro-Plata por Efectos de Temperatura y Daños por Radiación*, Tesis, Fac. Ciencias, UNAM.
- 24 U. Littmark y J.F. Ziegler, *Handbook of Range Distributions for Energetic Ions in All Elements*, vol. 6 de *The Stopping and Ranges of Ions in Matter*, Pergamon Press (1980).
- 25 *The Model AN-700 Accelerator, High Voltage Engineering, Corp., Manual de Operación.*
- 26 C. Vargas-Aburto, S.A. Cruz y E.C. Montenegro, *Radiation Effects*, vol. 80, p. 23 (1984).

- 27 Metals Handbook, vol. 1, American Society for Metals, 8^a ed.
- 28 ANSI/ASTM 384-73 (reaprobado 1979), p. 559.