

4



UNIVERSIDAD NACIONAL AUTONOMA DE MEXICO

FACULTAD DE CIENCIAS

"USO DE REACCIONES NUCLEARES PRODUCIDAS POR EL BOMBARDEO DE UN HAZ DE DEUTERIO PARA EL ANALISIS DE MULTICAPAS DE *TiN/Ti/Acero*"

T E S I S  
QUE PARA OBTENER EL TITULO DE:  
F I S I C O  
P R E S E N T A :  
ALEJANDRO ARELLANO RIASGO



DIRECTOR: DR. EDUARDO ANDRÉS IBARRA  
FACULTAD DE CIENCIAS  
SECCION ESCOLAR

MEXICO, D. F.

TEJIS CON FALLA DE ORIGEN

2002.





Universidad Nacional  
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

**Biblioteca Central**



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

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

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

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



**M. EN C. ELENA DE OTEYZA DE OTEYZA**  
Jefa de la División de Estudios Profesionales de la  
Facultad de Ciencias  
Presente

Comunicamos a usted que hemos revisado el trabajo escrito:

"Uso de Reacciones Nucleares Producidas por el Bombardeo de un haz de Deuterio para el  
Análisis de Multicapas de TiN/Ti/Acero"

realizado por ARELLANO RIASGO ALEJANDRO

con número de cuenta 09102267-3 , quién cubrió los créditos de la carrera de Física.

Dicho trabajo cuenta con nuestro voto aprobatorio.

Atentamente

Director de Tesis  
Propietario

DR. EDUARDO ANDRADE IBARRA

Propietario

DR. ROBERTO ORTEGA MARTINEZ

Propietario

DR. JUAN ANDRES ASPIAZU FABIAN

Suplente

DR. JOSE MANUEL SANIGER Blesa

Suplente

DR. SEBASTIAN LOPEZ ROMERO

Consejo Departamental de Física

\_\_\_\_\_  
DRA. PATRICIA GOLDSTEIN MENACHE  
Coordinadora de Licenciatura

A mi madre:

Antelma Riazgo Rodríguez.

Gracias por todo tu esfuerzo incasable  
y paciencia para que este ciclo en mi vida  
pudiera culminar. Con el cariño y el agradecimiento  
que un hijo como yo te puede dar.

A mis hermanos:

Lorena y Victor Manuel, por todo  
su apoyo y los ratos felices que hemos pasado  
juntos.

A la Sr.Cristina Ramirez ,al Sr.Amancio Guzmán  
por su todo su apoyo moral y su amistad sincera y, por ser  
algo más que la Sr.Cristina y el Sr.Amancio gracias.

A mi sobrino:

Alexis yahel para que tengas mucho éxito  
en la vida y nunca te des por vencido.

A la memoria del Sr.Amancio Guzmán.  
Por sus sabios consejos ,regaños,su amistad,su  
Apoyo,sus enseñanzas, con respeto y cariño,  
ya que no pudiste compartir esto con nosotros,  
donde quiera que estés, gracias por todo.

## Agradecimientos

Agradezco a mi director de tesis Dr. Eduardo Andrade Ibarra su ayuda y paciencia para que la realización de este trabajo fuera posible.

A mis sinodales por la corrección de ésta tesis y sus comentarios hechos.

DR. Eduardo Andrade Ibarra  
Dr. Roberto Ortega Martínez  
Dr. Juan Andrés Aspiazu Fabián  
Dr. Jose Manuel Saniger Blesa  
Dr. Sebastián López Romero

De manera muy especial al M.C. Martín Flores Martínez por sus valiosos comentarios durante la realización de esta tesis así como la asesoría en la parte de recubrimientos y, en los experimentos realizados de corrosión, desgaste, dureza, ya que sin estos el trabajo realizado como tal no hubiera sido posible.

Al Físico Juan Carlos Pineda Santamaría, por su apoyo durante los experimentos así como la asesoría sobre el uso de los programas de cómputo RUMP y SIMRA para el análisis de los espectros, al M en C. Eustacio Pérez Zavala por su asistencia en el Acelerador Van de Graff 5.5 M.V, al Ingeniero, Fis.Nuc. Miguel Fernando Rocha Barajas por su asistencia en la parte de cómputo, al Fis. Jorge Dorantes por su apoyo en la parte de electrónica y hacer más agradable la estancia.

A mis amigos Adrián Alfaro, Marco Antonio Maza por su compañía y amistad durante la estancia en la facultad. A mis amigas Verónica, Blanca, Estela, Miriam, Araceli, Norma por su amistad brindada.

## ÍNDICE.

Introducción.	1
<b>CAPÍTULO I</b>	
I.1. Ejemplos de Películas Delgadas Sobre Sustratos y Multicapas de TiN/Ti/Acero.	3
I.2. Antecedentes de los Aceleradores de Partículas.	4
I.3. Principios Sobre Aceleradores de Partículas.	5
I.3.1. Clasificación de Aceleradores de Acuerdo a su Energía.	6
I.4. Aceleradores Tipo Van de Graaff.	7
I.4.1. Principios de Operación de un Acelerador Van de Graaff.	9
I.4.1.1. Generación de Alto Voltaje en el Sistema Van de Graaff.	10
I.4.1.2. Fuente de Iones del Acelerador Van de Graaff.	15
I.4.1.3. El Tubo del Acelerador Van de Graaff.	18
I.5. Corriente de Corona.	20
I.6. Circuito Eléctrico Equivalente para Describir el Funcionamiento de un acelerador Van de Graaff.	21
I.7. Principales Equipos Asociados con un Laboratorio Van de Graaff.	23
I.7.1. El Imán Selector Asociado al Acelerador Van de Graaff.	24
I.7.2. Sistema de Estabilización de Alto Voltaje.	26
I.8. Técnicas de Análisis de Materiales con Aceleradores.	27
I.9. Ecuación Básica para el Análisis de Materiales Usando Aceleradores.	29
I.10. Principios Físicos del Uso de las TAON.	31
I.11. Análisis de Materiales a Través de la Técnica de Retrodispersión de Rutherford (RBS).	33
I.12. Reacciones Nucleares y Cinemática.	37
I.13. Potencia de Frenamiento Y Sección Atómica de Frenado.	40
I.14. Esparcimiento de la Pérdida de Energía (Stragglng).	42
<b>CAPITULO II. PREPARACIÓN DE RECUBRIMIENTOS DE MULTICAPAS DE TiN/Ti SOBRE ACERO.</b>	
II.1. Generalidades Sobre Monocapas de Recubrimientos de TiN/Ti Sobre Acero.	44
II.2. Recubrimientos Duros.	46
II.3. Métodos de Medición de Dureza.	48
II.4. Mejoramiento a la Resistencia a la Corrosion.	49
II.5. Diferentes Formas de Corrosión.	50

II.6. Medición de la Corrosión por Mediciones de Polarización Potenciodinámica.	51
II.6.1. Gráficas de Tafel.	53
II.7. Multicapas de TiN/Ti/Acero.	55
II.8. Producción de Recubrimientos de TiN/Ti por Espurreo.	57

### CAPÍTULO III. DESARROLLO EXPERIMENTAL Y RESULTADOS.

III.1. Preparación de Recubrimientos Multicapa de TiN/Ti/Acero.	61
III.2. Uso de un haz de Deuterio para el Análisis de las Multicapas de TiN/Ti/Acero.	64
III.2.1. Detector de barrera Superficial y Sistema Electrónico Asociado en Experimentos de TAON.	65
III.2.2. El Pre-Amplificador Lineal y Sistema Multicanal de Altura de Pulsos.	68
III.2.3. Espectro de Altura de Pulsos y Calibración en Energía del Detector.	68
III.3. Simulación de Espectros de Energía para Multicapas de TiN/Ti/Acero.	69
III.4. Resultados de los Experimentos de TiN/Ti/Acero.	79
III.5. Medidas de Dureza.	93
III.6. Medidas de Corrosión.	94
III.7. Resultados y Discusiones.	98
III.8. Conclusiones.	99
Referencias.	100

## INTRODUCCIÓN

**El uso del depósito por erosión catódica o (espurreo) para producir recubrimientos en aceros a escala**

de películas delgadas con el objeto de mejorar las propiedades tribológicas ( resistencia al desgaste, bajo coeficiente de fricción y menor necesidad de lubricación) comenzó en los inicios de la década a de los setenta y desde entonces se ha venido ampliando sus aplicaciones.

Los recubrimientos duros de nitruros como el TiN,CrN,TiAlN, poseen propiedades mecánicas y tribológicas superiores a la de los aceros, por ello son extensamente utilizados para mejorar el desempeño e incrementar la vida útil de herramientas de corte. Por otra parte existen algunas áreas como es el caso de los discos duros de almacenamiento magnéticos de información usados en las computadoras personales, donde el uso de recubrimientos protectivos con alta resistencia al desgaste y bajos coeficientes de fricción son factores claves para el desarrollo actual y la siguiente generación de estos dispositivos. La fabricación de los nuevos discos compactos (Compact Disk ) es una de las mas recientes aplicaciones de deposito de peliculas delgadas, lo cual ha revolucionado los dispositivos de el almacenamiento de datos en computadoras personales (PC) y también la industria de audio y video, y su impacto ha sido tan importante que los sistemas de cinta magnetofónicas prácticamente están a punto de ser obsoletas.

El nitruro de titanio tiene un color dorado oro que le permite ser aplicado con fines decorativos sobre diferentes artículos como accesorios de baño y joyería de fantasía (bisutería)

Normalmente los recubrimientos de TiN se realizan en películas cuyo espesor máximo es del orden de 3  $\mu\text{m}$ . Cuando se realizan recubrimientos de TiN con espesores mayores a 5 micras, estas películas tienden a despegarse tienen problemas de adhesión al sustrato debido a las tensiones residuales. El proyecto de investigación que se presenta en esta tesis,



es el de producir multicapas de TiN/Ti en sustratos de acero con el objetivo de producir recubrimientos, que mejoren las propiedades tribológicas, reduciendo la falla por fractura y las tensiones residuales. Un beneficio mas de estas multicapas es que se mejorara la resistencia a la corrosión, lo cual, es muy atractivo para uso en recubrimientos de materiales de prótesis para implantes.

Los aceleradores de partículas de bajas energías han sido instrumentos que han influenciado en forma decisiva el desarrollo de nuevos materiales, y sus usos han sido tanto para modificar estos por "IMPLANTACIÓN DE IONES". y también para la caracterización elemental de estos a través de TÉCNICAS ANALÍTICAS DE ORIGEN NUCLEAR (TAON).

Este trabajo, es parte de un amplio proyecto de investigación interdisciplinario que se realiza entre Investigadores del Departamento de Estado Sólido y Criogénia del Instituto de Investigaciones en Materiales e investigadores del Departamento de Física Experimental del IFUNAM, del Acelerador Van de Graaff de 5.5 MV.

Para la producción de las multicapas de TiN/Ti /acero se uso una técnica de depósito con plasmas asistidos con magnetrones para confinar el plasma en la región del sustrato. Las muestras se analizaron usando una TAON, la cual consistió en bombardear las muestras con un haz de deuterio para medir el perfil de las concentraciones de Ti y N.

Otras caracterizaciones que se realizaran en las multicapas de TiN/Ti son medidas de micro dureza, resistencia al desgaste, y de resistencia a la corrosión.

## CAPITULO I

### I.1 Ejemplos de Películas Delgadas Sobre Sustratos y Multicapas de TiN/Ti/Acero.

Quizás el ejemplo mas conocido popularmente de lo que es una película de un material, es el de los espejos. La primera generación de espejos se producian evaporando plata sobre la superficie de un vidrio. La segunda generación de estos se hicieron evaporando una delgada capa (película) aluminio sobre la superficie del vidrio. La tercera generación de espejos se hizo usando métodos asistidos por plasma para depositar películas de polímeros que es la superficie reflejante.

El objetivo principal de esta tesis es la caracterización de multicapas en forma de películas delgadas de TiN/Ti sobre sustratos de acero usando el bombardeo de iones positivos producidos por el acelerador Van de Graaff de 5.5 megavoltios (MV) del Instituto de Física de la UNAM (IFUNAM). El análisis de materiales usando aceleradores de partículas son técnicas relativamente nuevas que empezaron a establecerse desde la década de los setentas del siglo pasado. El nombre de estas técnicas en el idioma ingles se les denomina como "Ion Beam Análisis (IBA)" y en el idioma español las denominaremos como: Técnicas Analíticas de Origen Nuclear (TAON) usando aceleradores de partículas. Las más importantes TAON se han establecido en el laboratorio del Acelerador Van de Graaff de 5.5 MV y se han usado para establecer proyectos de investigación interdisciplinaria en muchos campos de la ciencia que requiere del análisis de materiales. Muchos de estos proyectos han terminado con artículos de investigación científica publicados en revistas internacionales especializadas en estos campos [1].

La fabricación de las multicapas de TiN/Ti [2] sobre sustrato de acero es un proyecto de importancia tecnológica que se desarrollo en el Instituto de Investigación de Materiales de la UNAM (IIM UNAM). El método que se uso para de producir estos materiales es de desarrollo reciente, el cual consistió del uso de plasmas confinados con campos magnéticos, cuyos parámetros sobre la producción de películas fueron difíciles de controlar. La técnica de producción de estos materiales es importante para esta tesis, por lo que se describirán con algún detalle en el Capítulo II. El análisis de estos materiales con una TAON fue crucial para determinar los parámetros relacionados con la producción de estos y se reportaran en artículos que han sido enviados para su publicación en revistas especializadas.

Dado que el objetivo principal de esta tesis es el uso de un acelerador para el análisis de las muestras de TiN/Ti/acero, en este Capítulo se describirá con algún detalle información sobre **aceleradores de partículas**, dado que son los aparatos que producen los

iones que se usan para bombardear las muestras por ser analizadas. También se describirán los principios físicos en los que se fundamente algunas de las TAON mas importantes, tal como son dispersión elástica de iones y reacciones nucleares inducidas por estos iones.

## 1.2 Antecedentes de los Aceleradores de Partículas.

Un experimento típico con un acelerador de partículas, se ilustra en la figura. 1 y conceptualmente fue similar al experimento que realizaron el el año de 1911 Mardens y Geiger, alumnos de Rutherford y cuya interpretación fue el descubrimiento del núcleo atómico.

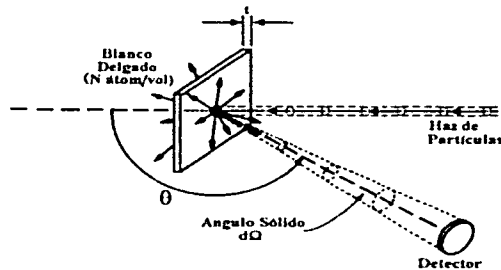


Figura 1.1. Diagrama de un experimento típico con un acelerador, cuando el blanco es delgado, este diagrama se usa también para definir el concepto de sección transversal

La fuente de partículas que usaron para este experimento fue un material radioactivo (radio) con una actividad de emisión de partículas alfa de  $3.6 \times 10^{10}$  partículas/ segundo. De la interpretación de los resultados de las colisiones de las partículas alfa con los átomos de oro se dedujo la existencia de que los átomos tiene núcleo, con carga positiva, ocupan un pequeño volumen del átomo, tienen muy alta densidad ( $\approx 10^9$  toneladas / $\text{cm}^3$ ).

Los físicos de esa época tenían dificultades para realizar experimentos [3] similares debido a que las fuentes radiactivas eran escasas y de muy baja intensidad. Otra restricción es que la energía de los proyectiles no se podían controlar, ni tampoco se podía seleccionar otro tipo de iones ( protones, deuterones, etc ). Debido a estas limitaciones los físicos se vieron en la necesidad de desarrollar los aceleradores de partículas, para lo cual se tardaron cerca de 20 años cuando Cockroft y Walton construyeron en el año de 1931 el primer acelerador de partículas con el cual produjeron un haz de protones de 380 keV y lo usaron para bombardear átomos de Litio y produjeron la primera reacción nuclear manipulada totalmente por el hombre.

### I.3 Principios Sobre Aceleradores de Partículas.

Un acelerador de partículas es un instrumento que produce un flujo de partículas con carga eléctrica con velocidades altas o energía cinéticas grandes, cuya trayectoria son líneas rectas paralelas en forma de "haz". Consultando la enciclopedia Británica sobre el concepto de un "acelerador de partículas" menciona que estos instrumentos están asociados con la física nuclear y su importancia para esta ciencia es similar a las del telescopio en la astronomía o el microscopio en la biología. Sin embargo en la actualidad el uso de los aceleradores se ha diversificado hacia otras disciplinas, siendo quizás el mayor impacto en la industria de los semiconductores, las cuales usan un tipo especial de acelerador llamado "implantadores". La irradiación de silicio con haces de B o P o As modifican las propiedades eléctricas de este. El impacto tecnológico sobre de esta actividad ha sido espectacular en la industria electrónica moderna. Otro uso muy generalizado de los aceleradores es en la medicina, los cuales se usan en los departamentos de oncología para irradiar tumores de pacientes con cáncer.

El principio de Funcionamiento del cualquier tipo de acelerador, se basa en la interacción de los campos eléctricos producidos por fuentes de voltaje "V" sobre la carga eléctrica de las partículas con carga  $q = ze$  ( $z = 1,2,3\dots$ ) La figura 1-2 ilustra esquemáticamente las componentes principales de lo que esta constituido un acelerador.

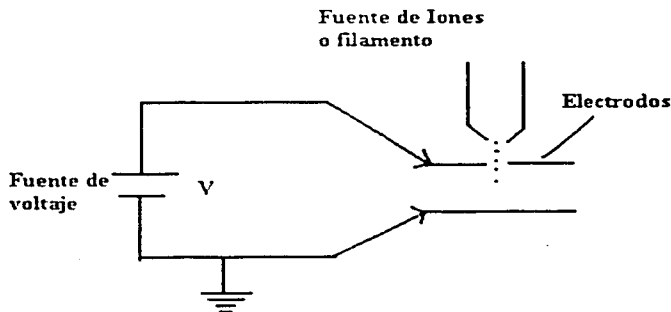


Figura 1.2. Diagrama esquemático de las componentes principales de un acelerador de partículas

Otras partes importantes asociadas a un acelerador son equipos periféricos tales como: sistemas de vacío, líneas de transporte de haz, cámaras de experimentación, etc. Un tubo de

rayos X y el cinescopio de una TV doméstica según la definición anterior son aceleradores de partículas, sin embargo en la práctica no se les refiere con este nombre.

La energía cinética  $E$  de las partículas con  $q = ze$  ( $z = 1,2,3,4 \dots$ ), está relacionada con el voltaje  $V$  de aceleración por la relación:

$$E = Vq \quad (1.1)$$

Como se sabe, las unidades que se usan para la energía en física son los julios y ergios. Sin embargo, para cuantificar la energía de los proyectiles acelerados se acostumbra usar unidades de *electrón-volt* (eV) o sus múltiplos: el *keV* = 1 000 eV, el *MeV* = 1 000 000 eV, el *TeV* =  $10^{12}$  eV, etc. Esto es por razones históricas y debido a la relación simple de la ecuación anterior, en la cual la energía es numéricamente igual al voltaje.

De acuerdo con la ecuación anterior, una energía de 1 eV es el cambio de energía cinética que experimenta una partícula con carga igual a la del electrón, después de pasar por una diferencia de potencial de un volt.

Desde un punto de vista de la mecánica clásica, la energía cinética  $E$  de una partícula está relacionada con la masa en reposo  $m_0$  y la velocidad  $v$  por la siguiente relación:

$$E = m_0 v^2 / 2 = V \cdot q \quad (1.2)$$

Una consecuencia de la última ecuación es que la energía de las partículas es independiente de la masa y solo depende de la carga. Esta ecuación es un caso particular de la mecánica relativista.

Los aceleradores se les llega a clasificar en diferentes formas, tales como a) electrostáticos, b) circulares ( ciclotrón, sincrotrón, etc), c) lineales, etc.

La sobre simplificación del esquema de la figura 1-3 para describir el funcionamiento de cualquier tipo de acelerador, tal como los ciclotrones o aceleradores lineales que producen partículas con energías de TeV no es obvia. Sin embargo en esta tesis solo se describirá con algún detalle los aceleradores electrostáticos tipo Van de Graaff.

### 1.3.1. Clasificación de Aceleradores de Acuerdo a su Energía.

Desde el inicio de los primeros aceleradores, un parámetro que se pensó en incrementar fue la energía de los proyectiles, ya que ésta es muy importante en las investigaciones de física nuclear, como de física de partículas elementales. La fig. 1-2 es un resumen de la historia de la evolución de los aceleradores con respecto a la energía a través del tiempo.

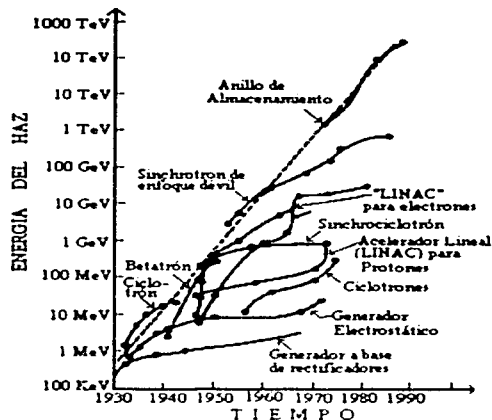


Figura 1.3 Historia gráfica del crecimiento de la energía de los aceleradores de partículas a través del tiempo.

A los aceleradores se les clasifica según la energía de aceleración de las partículas en a) bajas energías ( $E \leq 10 \text{ MeV}$ ) b) media energías ( $10 \leq E \leq 100 \text{ MeV}$ ) c) Intermedias energías ( $100 \leq E \leq 1000 \text{ MeV}$ ) y d) Altas energías ( $E \geq 1000 \text{ MeV}$ ). El costo de un acelerador, sus dimensiones físicas y su complejidad está relacionado de acuerdo con la energía de aceleración de las partículas. En el Instituto de Física de la UNAM hay cuatro aceleradores de bajas energías y estos son:

- acelerador Van de Graaff de 0.7 MV de iones positivos.
- acelerador Van de Graaff de 2 MV de electrones.
- Acelerador de 2 etapas tipo peleton de 3 MV de iones positivos.
- Acelerador Van de Graff de 5.5 MV de iones positivos.

El trabajo de esta tesis se realizó en el acelerador Van de Graaff de 5.5 MV y por esta razón se describirá con algún detalle las componentes principales de este acelerador y su principio de operación.

#### 1.4 Aceleradores Tipo Van de Graaff.

El equipo que se usó para el análisis de películas delgadas de TiN/Ti/ sobre sustratos de acero fue el acelerador de partículas de 5.5 MV que se encuentra en el IFUNAM, por lo

que este equipo se describirá con algún detalle. La fig. 1-4 es una fotografía del edificio donde se alberga este acelerador, lo cual es una torre de unos 30 metros de altura, debido a que su estructura es "vertical". Los aceleradores de 0.7 MV y el peleton son del tipo horizontal.



Fig. 1-4. Edificio del acelerador Van de Graaff de 5.5 MV del IFUNAM

Los aceleradores tipo Van de Graaff (VDG), son aceleradores electrostáticos de corriente directa y se les llama así en honor de su inventor Robert Van de Graaff quien desarrolló su sistema de generar alto voltaje en la Universidad de Princeton en el año de 1929. Sin embargo fue hasta 1935, cuando se pudo usar para acelerar iones y usarse en un laboratorio de física nuclear. Aunque los aceleradores VDG no ganaron la carrera de ser el primero para usarse en producir la primera reacción nuclear, este tipo de aceleradores son los que más se usaron para el estudio del núcleo atómico, especialmente para medir secciones nucleares y en la investigación de la llamada estructura nuclear que consiste en la determinación experimental de los niveles de energía de excitación de un núcleo y de otros "números cuánticos" que los caracterizan, tales como el momento angular y la paridad. Puede decirse que más del 60% del conocimiento en el campo de la física nuclear de bajas energías, se produjo usando este tipo de aceleradores.

Un diagrama "simplificado" del acelerador Van de Graaff de 5.5 del IFUNAM se muestra esquemáticamente en la figura 1-5, donde se indican las principales componentes de este acelerador.



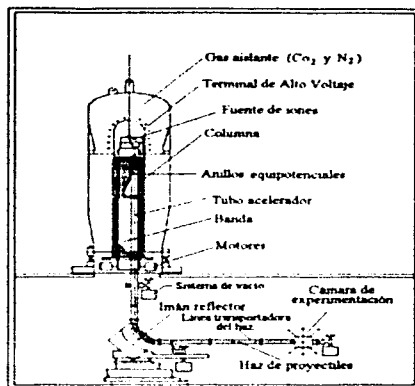


Fig. 1.5. Diagrama simplificado del acelerador Van de Graaff de 5.5 MeV. Se muestran las principales componentes del acelerador y equipo periféricos asociados

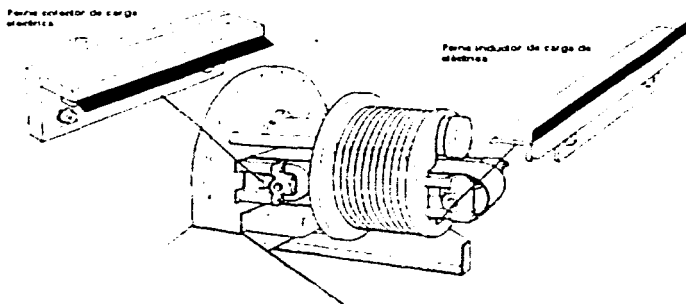
El uso de los aceleradores de bajas energías, incluyendo los del tipo Van de Graaff disminuyó su uso en el estudio del núcleo desde el inicio de la década de los 70, por lo que estos laboratorios fueron obsoletos para este uso y la mayoría fueron cerrados. Sin embargo un nuevo uso de este tipo de aceleradores se inició desde este tiempo, siendo algunos de estos: a) técnicas de análisis de origen nuclear (TAON) para el análisis de materiales, b) modificación de materiales por implantación de iones, c) modificación de materiales por irradiación con electrones [4]. Estos nuevos usos de los aceleradores ha tenido un impacto positivo en la ciencia de materiales.

#### 1.4.1. Principios de Operación de un Acelerador Van de Graaff.

Los principios de funcionamiento de todo acelerador son los que se mencionaron en la sección 1-3, en donde se mencionó en forma muy general que las principales componentes de todo acelerador son: a) fuente de alto voltaje, b) fuente de iones y c) electrodos de aceleración (tubo acelerador). En esta sección describiremos con algún detalle estas componentes para los aceleradores tipo Van de Graaff y en forma particular para el acelerador Van de Graaff de 5.5 MV.

#### 1.4.1.1. Generación de Alto Voltaje en el Sistema Van de Graaff.

Las componentes relacionadas con la generación de alto voltaje en los aceleradores tipo Van de Graaff se muestran esquemáticamente en la figura 1-5, las cuales corresponden a un acelerador Van de Graaff de 0.7 kV. Estas componentes son: a) Poleas inferior y polea superior, b) peines de carga y descarga eléctrica, c) banda transportadora de la carga eléctrica, d) Motor impulsor, d)columna , e) domo metálico, f) tanque para contener gas dieléctrico a alta presión. La figura 1-5 muestra en forma esquemática la localización de algunas de estas componentes para el acelerador Van de Graaff de 5.5 MV. Las figuras 1-6 y 1-7son fotografías del peine de carga y descarga eléctrica, la banda de transporte de carga eléctrica y del motor impulsor de la banda



La fig.1.6 Muestra el peine de carga y descarga eléctrica .

Muchas veces se le denomina indistintamente "generador Van de Graaff" y acelerador "Van de Graaff", pero la diferencia es que en el último caso se incorpora al generador la fuente de iones y el tubo acelerador.



Fig. 1.7. Fotografía del lado izquierdo muestra la banda transportadora de carga eléctrica. La fotografía del lado derecho muestra la polea inferior acoplado al motor impulsor de la banda y los electrodos de inducción de carga.

La generación de alto voltaje en este tipo de acelerador se logra por el transporte de carga eléctrica inducida desde el nivel de tierra y transportada al domo metálico que está en la parte superior de la columna. La carga es inducida en la banda mediante el llamado "efecto corona", producido por un campo eléctrico intenso generado por una fuente de alto voltaje que se conecta a dos electrodos separados por la banda. Cada uno de los electrodos tiene el mismo ancho de la banda y uno de estos tiene es una serie de agujas con puntas agudas y su forma asemeja a la de un peine. El otro electrodo es una barra metálica pulida. La carga eléctrica inducida en la banda puede variarse cambiando el voltaje de esta fuente, la cual tiene un rango de operación entre 0 a 50 kV. El peine inferior se conecta al lado positivo de la fuente de CD y el electrodo pulido al lado de tierra. En esta forma se inducen cargas positivas sobre la superficie de la banda. Las cargas positivas transportadas por la banda son neutralizadas por los electrones del domo a través de una malla metálica (peine superior) que está en contacto con la banda. En la superficie del domo metálico pulido se distribuye homogéneamente la carga  $Q$  positiva. El alto voltaje  $V$  que se produce por la carga  $Q$  en la TAV está dado por la relación:

$$V = Q/C \quad (1.3)$$

donde  $C$  es la capacidad eléctrica cuyas unidades se expresa en faradios y depende de factores geométricos.

El domo metálico para este acelerador tiene la forma de una bala, con una parte cilíndrica y la parte superior de un semicasquete esférico. La fig. 1-8 es un esquema de la parte superior del domo donde se definen los parámetros geométricos para calcular  $C$ . Puede demostrarse

usando principios de electrostática, que  $C$  en función de los parámetros definidos en la fig. I-8 puede escribirse como:

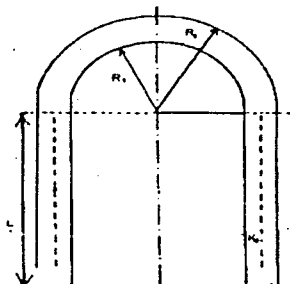


Fig.I.8.Muestra un dibujo con los parámetros geométricos para el calculo de  $C$ .

$$C = 2\pi K_0 L \left\{ \frac{R_1 R_2 \epsilon_0}{R_2 - R_1} + \frac{1}{\ln\left(\frac{R_2}{R_1}\right)} \right\} \quad (I.4)$$

Donde  $L$  es la longitud del cilindro,  $R_1$  es el radio interior y  $R_2$  el radio exterior del semicilindro,  $\epsilon_0$  la constante de permeabilidad eléctrica.

La fig. I-9 representa el circuito eléctrico equivalente del generador de alto voltaje del sistema Van de Graaff:

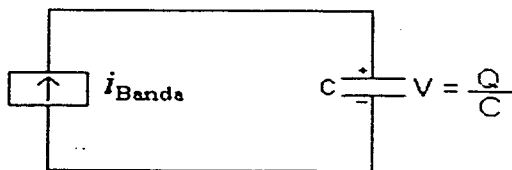


Fig. I.9 Circuito equivalente que representa el principio de carga del domo en un acelerador Van de Graaff, donde  $i_{Banda}$  es la carga inducida en la banda y el capacitor  $C$  es el domo metálico recolector de la carga  $Q$

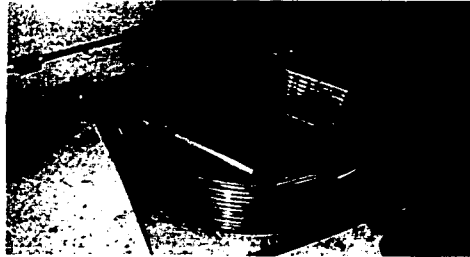
Este circuito es el de una fuente de corriente "i" y que representa la corriente eléctrica transportada por la banda y que es integrada en el condensador C. Conceptualmente el condensador podría acumular una carga  $Q = \int i dt$  en forma ilimitada, por lo que el voltaje V podría ser arbitrariamente grande. Sin embargo, en la práctica existen limitaciones para "aislar" altos voltajes debido a factores geométricos y también a la rigidez dieléctrica de los materiales de la columna y del tubo acelerador y, el gas dieléctrico contenido por el tanque que contiene el generador.

### **Banda de transporte de carga eléctrica, polea inferior, motor impulsor.**

La banda que transporta la carga eléctrica al domo metálico de la TAV, está hecha de un material dieléctrico a base de capas de hule y telas. La fig. 1-6-a Es una fotografía de la banda. La tecnología de la fabricación de la banda no es sencilla y los procesos de fabricación están patentados. Las condiciones mecánicas de trabajo de la banda imponen que ésta debe soportar un alto esfuerzo a la tensión sin que se deforme y eléctricamente la banda debe garantizar también una distribución uniforme de la carga. El movimiento de la banda es mediante una polea que esta acoplada a un motor impulsor de 20 caballos que funciona a 440 Volt, 60 Hz y a 1800 r.p.m. (ver fig. 1-6-b ). El montaje de la polea usa un mecanismo especial de suspensión, el cual, consiste de un placa de acero de 1.5 metros de largo, 60 centímetros de ancho y 5 centímetros de espesor y está conectada a la base del acelerador mediante dos amortiguadores. Con el uso de dos gatos hidráulicos y el motor funcionando se puede centrar dinámicamente la banda en la polea inferior nivelando la placa que la contiene. Sobre esta placa se encuentran dos motores impulsores de la polea, aunque sólo uno de estos está acoplado a la polea, mientras que el otro solo sirve de contrapeso y también como un posible repuesto.

### **Columna del Acelerador Van de Graaff de 5.5 MV.**

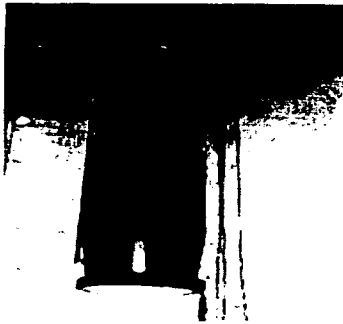
La columna del acelerador consta de 12 módulos o secciones de columna y cada una de éstas tiene 11 anillos de acero inoxidable. La figura 1-10 es una fotografía de la columna y también se presenta una fotografía de la sección transversal de uno de estos módulos. Parte de la estructura de la columna es la de anillos metálicos que dan origen a un plano equipotencial de voltaje. El total de estos planos es de 132. El voltaje máximo que se puede aislar entre dos planos equipotenciales contiguos es de 41.3 KV y corresponde al voltaje máximo de 5.5 MV que puede operar éste acelerador. La altura total de la columna es de 4 metros y el diámetro es de 90 centímetros. La columna se arma apilando las 12 secciones sobre el plato inferior (ver fig.1-9. Dentro de la columna se aloja: el tubo acelerador, la banda, los separadores o guías de la banda, los hilos de cáñamo para el control de la terminal de alto voltaje y una serie de resistencias que interconectan la terminal de alto voltaje con cada uno de los planos equipotenciales con el fin de tener un gradiente de voltaje uniforme en toda la columna y fácilmente conectar estos planos a los electrodos del tubo acelerador.



**Fig 1.10** La fotografía muestra una de las 12 secciones de la columna, en la que se puede apreciar su estructura y el siste "antideslizamiento" de dos secciones contiguas.

### **El Tanque del acelerador**

Un gran avance en la tecnología de la construcción de los aceleradores Van de Graaff fue la incorporación de un tanque para contener un gas dieléctrico a alta presión alrededor del generador de alto voltaje y poder aislar el alto voltaje cuando el acelerador está en operación. El uso del tanque hace posible reducir la longitud del acelerador hasta un factor de 5 veces con respecto si el acelerador se hiciera funcionar en la atmósfera. Este acelerador usa como gas dieléctrico una mezcla de 80% de N y 20% CO<sub>2</sub> a una presión de 220 lb/in<sup>2</sup>. La fig. 1-11 es una fotografía del tanque del acelerador Van de Graaff, el cual es de acero inoxidable con un espesor de sus paredes de 3/4". La altura del tanque es de 7.20 m y su diámetro en la parte inferior es de 2.5 m, con un peso total de 12 toneladas.

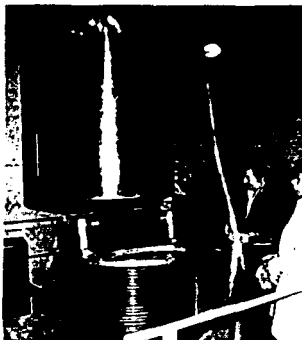


**Fig 1.11.** La fotografía muestra el tanque del acelerador.

### **La polea superior y el domo metálico.**

La polea superior que tensa la banda transportadora de carga se encuentra en la parte superior de la columna sobre un "plato" metálico. Sobre este plato también se coloca el domo metálico, cuyas dimensiones son indicadas en la fig. 1-12. Dentro de este domo se encuentra la fuente de iones y a esta parte del acelerador se le identifica como la terminal de alto voltaje (TAV).

Otra función importante de la polea superior cuando el acelerador está en operación funciona como un generador de voltaje que genera 120 voltios de corriente alterna, a una frecuencia de 420 hertz y una capacidad de potencia de 1000 watts. Esta potencia eléctrica se usa para operar la fuente de iones.



**Fig 1.12. La fotografía muestra la parte superior de la columna, el plato superior, la polea superior, la banda tensa y el domo metálico el cual va hacer colocado sobre la columna.**

#### **1.4.1.2 Fuente de iones del Acelerador Van de Graaff.**

Como ya se mencionó, cuando al generador de alto voltaje se le ensambla una fuente de iones y además el tubo acelerador, el generador se convierte en un acelerador de partículas. La fuente de iones se coloca sobre el "plato superior", que también contiene la polea superior en la parte superior de la columna. A la fuente de iones se le llega a considerar la componente más importante del acelerador, lo cual se refleja durante la operación del acelerador, el 80% de los componentes están asociados con la fuente de iones. La fig. 1-13 son dos fotografías de la fuente de iones de este acelerador, donde la fotografía del lado izquierdo es la fuente de iones

y circuitos eléctricos y electrónicos asociados. La fotografía del lado derecho muestra la fuente de iones instalada en el acelerador. Al conjunto fuente de iones, circuitos eléctricos y electrónicos asociados, la polea superior y el domo metálico se le suele denominar como la terminal de alto voltaje (TAV). La TAV tiene un peso de 200 kilogramos, una altura de 1.5 metros y el mismo diámetro de la columna (90 centímetros).

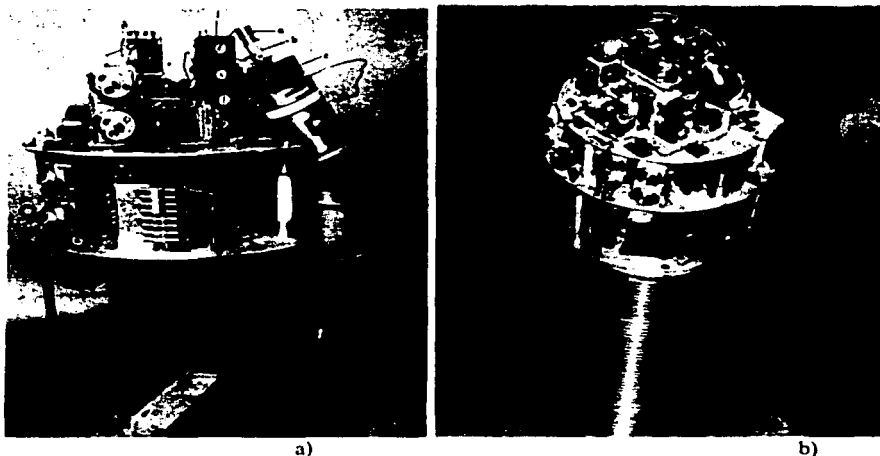


Figura 1.13 La fotografía de la izquierda muestra la fuente de iones, circuitos eléctricos y electrónicos asociados, transformadores de CA variables para el control de las fuentes eléctricas y electrónicas: a) Control de intensidad de haz, b) Botella de cuarzo donde se introduce el gas para su ionización, c) imán toroidal para comprimir los iones en el eje de la botella de cuarzo d) fuente de enfoque del tipo "Einzel" e) imán selector de energías f) sistema deflector para pulsar el haz (opcional), g) Lente de enfoque del haz h) transformadores variables para control de las fuente de voltaje, i) cuatro tanque de almacenamiento de gases a ionizar. En la fotografía de la derecha se muestra en forma completa la TAV instalada en la parte superior de la columna.

Para resaltar la importancia de la fuente de iones se le llega a denominar como el cerebro del acelerador ya que se considera como la componente más compleja del acelerador, ya que para mantener en operación este equipo se necesita de personal capacitado que tenga conocimiento de fuente de iones y de circuitos eléctricos y electrónicos. La fig. 1-14. es un diagrama donde se muestran esquemáticamente los circuitos asociados con la operación de la fuente de iones.



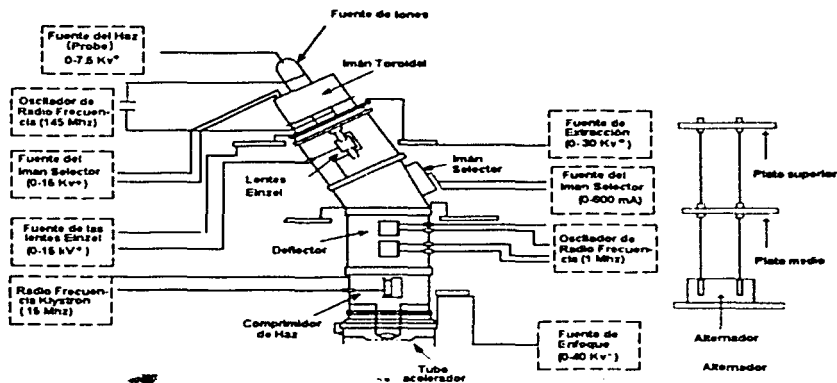


Fig. I.14 Diagrama eléctrico de la fuente de iones que es el sistema de producción de iones del acelerador Van de Graaff de 5.5 MV del IFUNAM. Las fuentes del sistema de producción de iones son: Botella de cuarzo, sistema de enfoque, imán selector de análisis de masas, sistema deflector de barrido del haz, sistema "Klystron" para comprimir los pulsos del haz y los platos superiores de la columna.

En el acelerador Van de Graaff de 5.5 MV, la fuente de iones es del tipo de radio-frecuencia y solo se pueden acelerar iones a partir de gases. En la terminal hay 4 tanque que almacenan gases de hidrógeno, deuterio,  $^4\text{He}$  y  $^3\text{He}$ . La botella de ionización es de cuarzo de una longitud de 20 centímetros y de un diámetro de 3.8 centímetros, a la cual se le aplica la energía de un oscilador de radio-frecuencia 145 Mhz a través de dos electrodos en forma de anillos que rodean a la botella y que tienen una separación de 10 centímetros. Dos elementos del circuito electrónico de este oscilador lo constituyen dos bulbos electrónicos del tipo "tetrodos" de alta potencia. La entonación para la óptima transferencia de la potencia eléctrica de este circuito a la fuente de iones se hace ajustando la corriente de placa de éste oscilador y ajustando la capacitancia de un condensador variable. Este circuito de RF entra en operación automáticamente 30 segundos después que se pone a funcionar el motor de la banda e ioniza el gas contenido en la fuente de iones. La botella de la fuente de iones está al vacío y se le introduce el gas seleccionado usando el control del selector de gas desde la consola de control. La cantidad de gas que se introduce a la botella se hace controlando el flujo de este a través de una válvula termoelectrónica conectada entre la botella y el tanque que almacena el gas. Existen 4 válvulas termoelectrónicas, siendo 2 de un bulbo de paladio, las cuales se usan para controlar el hidrógeno y el deuterio, mientras las otras dos válvulas son termomecánicas y se usan para controlar el gas helio u otro gas.

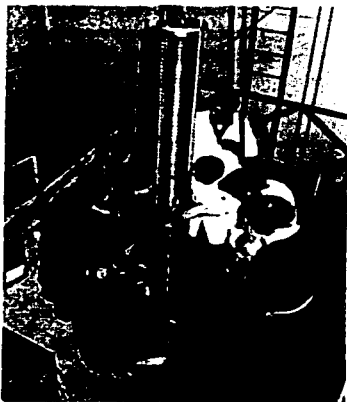
Cuando sucede la ionización se forma en la botella un plasma, con los iones positivos y los electrones entre mezclados. El uso de un electromán, que tiene la forma de un toroide y

que se coloca a la mitad de la longitud de la botella, es alimentado por una fuente de corriente directa que se puede variar de 0 a 500 mA. El objeto de este imán es producir un campo magnético para comprimir el plasma a lo largo del eje de la botella. Los electrones son extraídos del plasma por un electrodo colocado en la parte superior de la fuente de iones a través de un voltaje positivo suministrado por una fuente de voltaje de C.D. que se puede variar de 0 a 7.5' kV, con la cual se controla la intensidad de la corriente de haz, por lo que a este control se le denomina con el nombre de "Haz". La corriente de electrones extraídos del plasma descarga el domo metálico y es la corriente de haz. Los iones positivos son repelidos en dirección opuesta a los electrones y estos salen de la fuente de iones por el canal de extracción con una energía o velocidad muy pequeña. El orificio del canal de extracción es de un diámetro de 3 mm. Para incrementar la energía de los iones a la salida de la fuente se hace por medio de un electrodo de extracción el cual se le aplica un voltaje de aceleración máximo de 30 kV'. Después del electrodo de extracción se encuentra una lente de enfoque del tipo Einzel, con la cual se puede enfocar en un orificio de un diámetro de 4 milímetros y que se encuentra en un disco metálico a 50 centímetros del canal de salida. Este orificio esta en la dirección del eje del tubo acelerador. Este enfoque se hace aplicando al electrodo central de la lente Einzel un voltaje positivo con una fuente de voltaje C.D que se puede variar entre 0 y 15 kV'. Los iones de la fuente de iones son seleccionados según la masa y carga de estos con un espectrómetro magnético, cuyo campo se selecciona desde la consola de control. El eje de la fuente de iones y de la lente Einzel forman un ángulo de 15° con respecto al eje del tubo acelerador. Sólo los iones de masa y carga seleccionados son los que se enfocan en el orificio mencionado, mientras que, los otros iones con diferentes masas y carga eléctrica tienen otras trayectorias y son eliminados en el disco. El electroimán del selector magnético es alimentado por una fuente de corriente directa y se puede variar entre 0 y 600 mA.

Después del electroimán existe un sistema de enfoque que ayuda a que los iones sean inyectados en el eje del tubo acelerador y lo cual se presenta en la próxima sección. Este sistema se le llama "enfoque del tubo" y consiste de dos electrodos se conecta una fuente de C.D cuyo voltaje se puede variar en forma continua desde - 40 kV a 0 volts.

#### **1.4.1.3. El tubo del acelerador Van de Graaff**

El tubo acelerador, es la componente dentro del cual el haz de iones producidos por la fuente de iones son acelerados en la dirección de su eje. El tubo acelerador consiste de dos secciones, la longitud de la sección inferior es 2.38 m y la superior 1.62 m. En términos de óptica de iones, el tubo acelerador se le considera como un sistema de enfoque lo cual se explica mas adelante. Para que el haz pueda ser transportado se requiere que el tubo se evacue a un alto vacío (del orden de  $10^{-6}$  torr). Las fig. 1-15 son fotografías que ilustran el aspecto y dimensiones del tubo acelerador.



a)

Fig. 1.15. La fotografía a) muestra las maniobras que se realizaron para colocar el tubo acelerador dentro de la columna del acelerador. La fotografía b) se puede observar las dimensiones del tubo acelerador.



b)

La estructura del tubo acelerador son de discos de vidrio pegado a electrodos metálicos de aluminio. La separación de los electrodos es la misma que la de los planos equipotenciales de la columna, por lo que la longitud total del tubo es igual al de la columna.

El diámetro exterior del tubo es de 24.5 cm., el diámetro interior de 14.5 cm. y tiene un peso de 300 Kgs. El tubo acelerador está sustentado en forma independiente a la columna y la conexión eléctrica se hace a través de resortes conductores. Estos resortes unen cada disco del tubo acelerador con su correspondiente plato equipotencial de la columna.

En el tubo acelerador, es en donde se lleva a cabo la aceleración de los iones producidos en la fuente de iones. Sin embargo, el voltaje total  $V$  generado en la terminal de alto voltaje no se aplica en forma total sino que, se que este se divide en pasos  $\delta V$ , que se aplica entre dos electrodos contiguos del tubo acelerador. Para este propósito se diseña un divisor de voltaje usando resistencias conectadas en serie y que se colocan dentro de la estructura dentro de la columna del acelerador. El circuito eléctrico equivalente de este sistema divisor se ilustra en la fig.1-16.

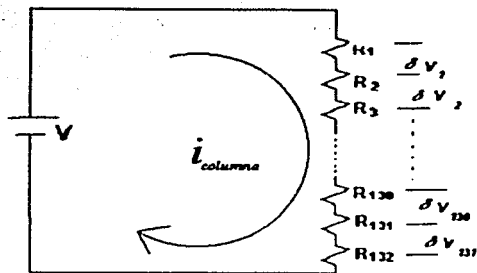


Fig. 1.16 Diagrama esquemático del circuito equivalente del divisor de número total de resistencias divisoras del acelerador es de 132. La caída del voltaje en voltaje para establecer un gradiente de voltaje a través del tubo acelerador. El máximo en cada una de estas resistencias es de 41.3 k, cuando el acelerador trabaja a un voltaje de 5.5 MV.

El número de resistencias divisoras es 132 en este acelerador y es igual al número de platos equipotenciales. La caída de voltaje máximo en cada una de estas resistencias es de 41.3 kV. Cada resistencia conecta dos platos contiguos dentro de la columna. A través de estas resistencias se drena una corriente eléctrica entre la terminal de alto voltaje y tierra, la cual se le denomina como corriente de columna. Los valores de estas resistencias se escogen de un valor alto, típicamente del orden de 1000 MΩ con el objeto que esta corriente tenga valores de algunos micro amperios. La razón de establecer el gradiente de voltaje a lo largo del tubo es para que el haz de iones tienda a viajar a lo largo del eje del tubo acelerador, por lo que al tubo acelerador se le considera dentro del lenguaje de óptica de iones como una "lente delgada". El campo eléctrico disperso entre dos electrodos contiguos cuyas líneas de fuerza actúa en los iones como un efecto de "embudo" hacen que estos viajen en la dirección del eje del tubo. Las 5 resistencias mas cercanas a la terminal de alto voltaje se ponen de un valor menor en un 20% con respecto a las otras resistencias con el objeto gradiente de voltaje sea menor y el campo eléctrico correspondiente sea menor, lo cual hace "el efecto de embudo" y así los iones que no son inyectados al tubo acelerador correctamente en la dirección del eje, corrijan su trayectoria.

### 1.5 Corriente de Corona.

Una de las componentes básica del sistema de estabilización del alto voltaje (SEV) en los aceleradores tipo Van de Graaff, y por lo tanto de la energía del haz son las puntas de corona las cuales, consisten de un conjunto de 12 agujas, similares a las agujas que se usan en los fonógrafos, con puntas muy agudas. Estas agujas están montadas en una pieza metálica hueca, cuya superficie es la mitad de una esfera de 15 cm de diámetro. Las puntas de corona se montan sobre una barra en una boca del tanque del acelerador enfrente del

domo metálico. Cuando existe un alto voltaje en la terminal del acelerador se genera un campo eléctrico muy intenso que se concentra en la punta de las agujas, lo cual produce una corriente eléctrica (corriente de corona) a través del gas dieléctrico. Las puntas de corona están aisladas eléctricamente del tanque y se conectan a la placa de un tubo al vacío (tetrodo) y a través de este elemento se cierra el circuito de corriente a tierra. El tetrodo es un tubo o válvula de vacío, el cual es poco conocido por las nuevas generaciones de técnicos en electrónica, pero siguen teniendo aun gran utilidad en algunos usos especiales. Este rejilla de este tetrodo se conecta a través de un circuito de retroalimentación negativa lo cual produce variaciones pequeñas en la corriente de corona casi instantáneamente lo que permite que la energía de los iones se mantenga constante. Las puntas de corona se puede acercarse o retirarse de la terminal de alto voltaje, usando un motor que se controla desde la consola de mando del acelerador. Para un voltaje dado del acelerador, se ajusta la distancia de las puntas a la terminal de tal forma que esta corriente sea del orden de 25  $\mu\text{A}$ . Una forma de variar ligeramente la energía del haz es modificando la distancia de las puntas de corona respecto al domo metálico. Así, si se desea bajar la energía, se acercan las puntas para que se incremente la corriente que se drena por este circuito y si se desea aumentar la energía, se alejan las puntas, para que disminuya esta corriente y aumenta el voltaje en la terminal

### 1.6 Circuito Eléctrico Equivalente para Describir el Funcionamiento de un Acelerador Van de Graaff.

En la fig. 1-8 se presentó como el circuito equivalente de operación de un acelerador Van de Graaff, donde la generación de alto voltaje se debe a la carga eléctrica acumulada en el domo metálico que es subida por la corriente de banda  $i_{banda}$ . Sin embargo como se vio en las secciones anteriores existen corrientes eléctricas que descargan al domo metálico, las cuales son: a) la corriente  $i_{col}$  que se drena por las resistencias de columna, b) la corriente de haz  $i_{haz}$  debido al flujo de iones que son generados en la fuente de iones y c) la corriente que se drena por las puntas de corona  $i_{cor}$ , que se usa para estabilizar el alto voltaje  $V$  de operación del acelerador. Para mantener  $V$  constante ( $Q$  constante) implica que la corriente de entrada al domo, que es la transportada por la banda ( $i_{banda}$ ) sea igual a la suma de las corrientes de salida que son: 1) la corrientes de columna ( $i_{col}$ ) 2) la corriente corona. 3) la corriente de haz. Lo anterior se puede expresar por la siguiente ecuación:

$$i_{banda} = i_{col} + i_{cor} + i_{haz} \quad (1-5)$$

El balance de estas corrientes se puede representar con el siguiente circuito equivalente, mostrado en la figura 1-17.

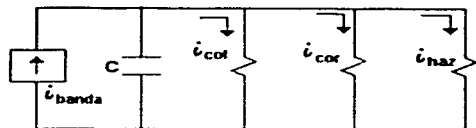


Fig. 1.17. Se muestra esquemáticamente un circuito equivalente que representa el balance de las corrientes que descargan el domo metálico y mantienen constante el voltaje  $V$  del acelerador, algebraicamente se tiene que  $i_{haz} = i_{cor} + i_{haz} + i_{cor}$ .

Un sistema hidromecánico para representar la operación del acelerador a un voltaje constante se representa esquemáticamente en la figura 1-18. En este simul, la cantidad de agua almacenada en el tinaco es el simul del voltaje  $V$  y el nivel de agua en el tinaco dependerá de las magnitudes de los 3 flujos de agua de descarga y del flujo de agua de subida. En este diagrama se usó la misma notación que en el caso de la acelerador para representar las corrientes: de corona, columna y haz.

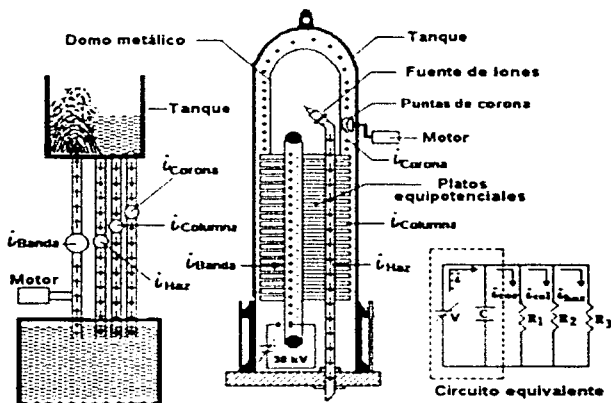


Fig. 1.18 Un simul de un sistema hidromecánico para representar la operación de un acelerador Van de Graaff. El nivel de agua en el tinaco representa el voltaje en el acelerador. Las corrientes eléctricas tienen sus analogos con los 3 flujos que descargan el nivel de agua en el tinaco.

## 1.7. Principales Equipos Asociados con un Laboratorio Van de Graaff

Como se mencionó anteriormente, un acelerador es una fuente de partículas monoenergéticas que se usan para bombardear átomos y a núcleos atómicos (blancos). El haz normalmente se puede enfocar en el blanco de un área igual o menor a  $1 \text{ mm}^2$ . Los propósitos de bombardear un blanco pueden ser: a) estudiar reacciones nucleares, b) estudiar reacciones atómicas, c) caracterización elemental de sólidos a través de técnicas analíticas de origen nuclear, etc.

Para poder usar un acelerador con estos propósitos, se requiere de otros equipos periféricos asociados a este. El conjunto acelerador y equipos periféricos asociados constituyen *un laboratorio de un Acelerador*. Obviamente la componente más importante del laboratorio es el acelerador de partículas y quizás esta es la razón de que en la práctica se usen como sinónimos los términos Acelerador y Laboratorio de un Acelerador.

Los componentes principales del laboratorio del acelerador Van de Graaff de 5.5 se indican esquemáticamente en la fig. 1-19 La sala de experimentación de este acelerador se puede observar alguna de las componentes de este laboratorio.



La figura 1.19 es una fotografía en la que se ilustra de las componentes que forman parte para la transportación el haz a las cámaras de experimentación

Estas componentes son:

- a) Sistemas de vacío.
- b) Base giratoria.
- c) Electroimán selector de energía de  $90^\circ$ .
- d) Línea transportadora del haz.
- e) Cuádrupolos eléctricos.

- f) Cámara de experimentación.
- g) Octupolos eléctricos.
- h) Fuente de alimentación del imán selector de energías.

Algunas de estas componentes de importancia para esta tesis se describirán con algún detalle.

### 1.7.1. El Imán Selector de Energías Asociado al Acelerador Van de Graaff.

Un electroimán es una componente típica en la línea de conducción del haz localizada entre la salida del acelerador y la cámara de blancos. El electroimán asociado al acelerador tiene dos funciones: 1) medir en forma precisa la energía de las partículas del haz y 2) seleccionar el haz que tiene la carga y masa requerida. Esto último es necesario debido a que la fuente de iones produce diferentes especies de iones, que son transmutados en el haz. El requerimiento de un analizador de energía de haz, es debido, a que los aceleradores electrostáticos no tienen una forma absoluta de medir el alto voltaje  $V$  y por consiguiente la energía  $E$  de los iones. Como ya se mencionó la relación entre  $E$ ,  $V$  y la carga  $q$  de los iones es:  $E = Vq$ .

En el acelerador VDG de 5.5 MV el imán desvía las partículas en la trayectoria de entrada y de salida un ángulo de  $90^\circ$ . La fig. 1-20 puede observarse esta componente, la cual tiene un peso de unas 4 toneladas y esta montado sobre una base giratoria.

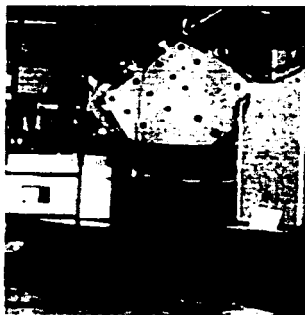


Fig. 1.20.L a fotografía muestra el imán selector de energías montado sobre una base giratoria.

La ecuación que relaciona la energía  $E$  del haz, es cuando es desviado por un campo magnético  $B$  producido por el electroimán, se le conoce como la ley de Barver, por medio de la ecuación siguiente:



$$BR = \frac{1}{cq} \sqrt{2m_0c^2 E + E^2}, \quad (1-6)$$

donde, R es el radio de curvatura de la trayectoria del haz dentro del imán,  $mc^2$  es la energía en reposo de las partículas del haz y  $q = z \cdot e$  con  $z = 1, 2, \dots$ , que es la carga eléctrica de las partículas del haz. Si  $\frac{E}{mc^2} \ll 1$  (que es el caso no relativista), la ecuación anterior se reduce a: la siguiente ecuación:

$$BR = 144 \sqrt{\frac{mE}{z^2}} \text{ (Kilogauss \cdot centímetros)}, \quad (1-7)$$

donde ahora las unidades son: m en u.a.m.;  $z = 1, 2, 3$  y la E se expresa en MeV. El valor de R se puede estimar de parámetros geométricos del imán, pero esta determinación no es muy precisa debido a efectos de borde en las fronteras de los polos del electroimán, que hace que el campo magnético no sea homogéneo. Normalmente se requiere de una buena precisión en el valor de R y para esto se usan los llamados métodos de calibración de los aceleradores. Una vez determinado R, la relación entre E y B se puede escribir como:

$$E = k \cdot B^2 \text{ [MeV]} \quad (1-8)$$

donde

$$k = \frac{z^2 R^2}{(144)^2 \text{ m}}, \quad (1-9)$$

Experimento de calibración en este acelerador se obtuvo un valor de  $R = 60.45 \text{ cm.}$  El valor de "k" para partículas alfas tiene un valor de  $k = 1.17 \times 10^{-4}$ . Para protones el valor de  $k = 2.91 \times 10^{-5}$ , que es un factor 4.

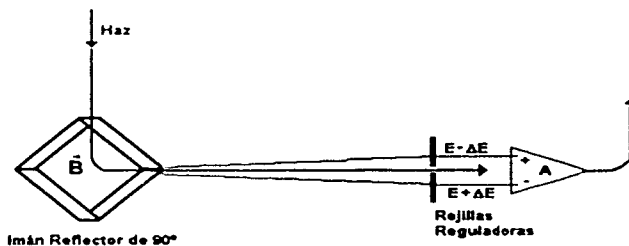
Los laboratorios con aceleradores usan la ecuación 1-8 Para calcular B para la energía E que se selecciona en el experimento.

La alta precisión de la determinación de E, se debe a que B se puede determinar usando un fluxometro de Efecto Hall con cuatro cifras de precisión. El campo magnético B es producido por corrientes de C.D que son muy estables debido a que la corriente en las bobinas del imán son muy estables ( $10^{-4}$ ). La corriente del imán de este acelerador se puede variar de 0 a 150 amperios.

### 1.7.2. Sistema de Estabilización de Alto Voltaje.

El sistema de estabilización (SEV) de los aceleradores tipo Van de Graaff permite que estos pueden operar con haces de partículas casi monoenergéticos con muy pequeñas fluctuaciones, debido a que el voltaje en la terminal permanece casi constante. El SEV del acelerador, lo constituyen circuitos electrónicos que usan diversos sensores para disminuir las fluctuaciones de  $V[5]$ . Los sensores asociados al SEV son: 1) puntas de corona, y 2) rejillas reguladoras. Las puntas corona se localizan en la parte superior del tanque que cubre el acelerador y fueron descritas en la sección 1-5, mientras que, la última se localiza en la línea de transporte del haz, a la salida del imán de  $90^\circ$ .

La figura 1-21 se usa para describir como con el uso del par de unas rejillas reguladoras de alto voltaje, las cuales se localizan a la salida del electroimán selector de  $90^\circ$ , se puede operar el acelerador con un voltaje  $V$  constante.



La figura 121 es un diagrama esquemático para describir como funcionan las rejillas reguladoras de alto voltaje para mantener el voltaje  $V$  constante.

En condiciones estables, para una energía  $E = V \cdot q$  constante se pone el valor del campo magnético  $B$  para que el haz pase en medio del par de rejillas reguladoras, de tal forma que, la diferencia de corriente entre estas sea cero. Si por alguna razón el voltaje en la terminal  $V$  aumenta, el haz se desvía hacia la rejilla inferior (llamada rejilla de alta energía) y la diferencia de corrientes se desbalancea teniendo una mayor corriente en la rejilla de alta energía. Esta señal es procesada por el amplificador operacional y hace que la reja del tetrodo opere con un voltaje de polarización más positivo, cuyo efecto es aumentar la corriente de corona hasta que el haz vuelve a centrarse, de modo que la diferencia de corriente de las rejillas sea cero. Inversamente, cuando el voltaje de la terminal disminuye, el haz se desvía hacia la rejilla superior (llamada rejilla de baja energía) y se tiene mayor corriente en la otra

rejilla de baja energía y se envía una señal a la reja para que su polarización sea más negativa y disminuya la corriente de corona.

### I-8. Técnicas de Análisis de Materiales con Aceleradores.

Cuando se bombardea material con un haz de iones con carga positiva (protones, deuterones, partículas alfa, etc) producido por un acelerador con energía del orden de algunos MeV/uam, puede ocurrir diferentes fenómenos, algunos de los cuales se resumen en la fig. I-22

Debido a la gran abundancia de los electrones en cualquier material la ionización y la excitación atómica y molecular es el fenómeno que mas se produce por el bombardeo del material con los iones. La ionización del material posteriormente da lugar a la desexcitación con emisión de radiación: fotones, electrones, Auger, rayos delta. Esporádicamente, los iones interactúan con los núcleos de los materiales, pero con menos frecuencia con los electrones. En los raros casos que esto sucede, existe la posibilidad de un choque elástico del ion incidente con núcleo afectado o también puede dar origen a reacciones nucleares. Estos dos tópicos los discutimos más adelante.

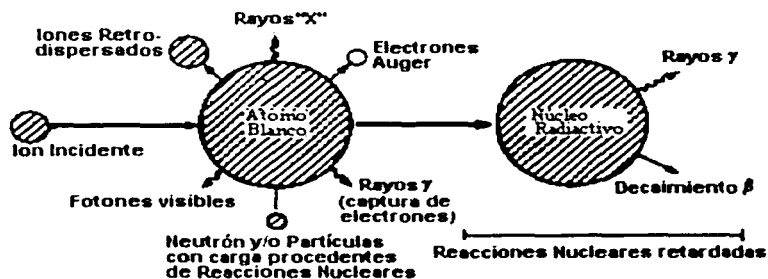


Figura I-22 Diagrama esquemático que muestra cómo se sintetizan los fenómenos que pueden ocurrir cuando un ion energético interactúa con un átomo.

Existen diferentes sensores para detectar y medir la energía originada por el bombardeo de un material con iones. De estas mediciones se pueden analizar en forma cualitativa o cuantitativa el material bombardeado, es decir se pueden identificar los átomos constituyentes de la muestra y la cantidad de estos. El uso de aceleradores para estas aplicaciones son las que se denominan: Técnicas de Análisis de Materiales de Origen Nuclear (TAON) para el análisis de materiales.

Según el fenómeno que se utilice para el análisis del material, así se le denomina a la TAON. A continuación se resumen las TAON más importantes:

1. Dispersión elástica de los iones por los núcleos de los átomos de la muestra (BS y RBS, cuyas siglas en inglés son: Backscattering y Rutherford Backscattering debido a que con ésta técnica las partículas son medidas a ángulos grandes respecto a la dirección de incidencia).
  - 2.- Reacciones Nucleares (RN). Estas ocurren principalmente si los iones son: deuterones e isótopos de Helio (masas 3 y 4) y son útiles para determinar elementos ligeros en matrices de átomos pesados. Algunos ejemplos son:  $^{14}\text{N}(d,p_{1,2,3,4,5,6})^{15}\text{N}$ ,  $^{14}\text{N}(d,\alpha_1)^{12}\text{C}$ ,  $^{16}\text{O}(^3\text{He},p)^{18}\text{F}$ , etc.
  - 3.- Reacciones Nucleares Resonantes (RNR). La interacción puede ser útil para determinar perfil de algún átomo muy específico dentro de una muestra. En el idioma inglés se le denomina: "RNR". Un ejemplo es la reacción  $^{19}\text{F}(p,\alpha\gamma)^{16}\text{O}$ .
  - 4.- Detección de Núcleos de Retroceso. (ERDA cuyas siglas significan Energy Recoil Detection Analysis). El ejemplo más conocido es la determinación del perfil de hidrógeno en un sólido cuando se bombardea con un haz de partículas  $\alpha$ .
  - 5.- Producción de radioisótopos inducidos con partículas con iones positivos. (CPAA cuyas siglas significan Charged Particle Activation Analysis). Ejemplos son la producción de  $^{11}\text{C}$  y  $^{13}\text{N}$  que decaen por la emisión de positrones y que son producidos por las siguientes reacciones nucleares:  $^{12}\text{C}(d,n)^{13}\text{N}$ ,  $^{12}\text{C}(^3\text{H},\alpha)^{11}\text{C}$ ,  $^{16}\text{O}(p,\alpha)^{13}\text{N}$ .
  - 6.- Espectroscopia de Masas usando aceleradores. (AMS cuyas siglas significan Accelerator Mass Spectrometry). Existen en el mundo como 20 aceleradores que se usan para determinar la cantidad relativa de  $^{14}\text{C}$  respecto a  $^{13}\text{C}$  y  $^{12}\text{C}$ , con el propósito de medir antigüedad de objetos.
  - 7.- Fluorescencia de Rayos X Inducidos por Partículas Cargadas. (PIXE cuyas siglas significan Particle Induced X-ray Energy ). La interacción en este caso entre iones y la muestra es a nivel atómico, sin embargo se le identifica como una técnica de origen nuclear.
  - 8.- Espectroscopia de electrones Auger producidos por iones positivos, este tipo de análisis no tiene un nombre especial y esta en desarrollo.
  - 9.- Uso de micro haces para el análisis de materiales (MB cuyas siglas significan Micro-Beam). Existen en el mundo unos 30 aceleradores que tienen la facilidad de enfocar el haz en la muestra en un diámetro del orden de  $1\ \mu\text{m}$  y hacer estudios en forma similar como se hace con sondas de electrones en microscopios electrónicos.
- Para el análisis de las muestras que se presentan en esta tesis se usa dos TAON que consiste en la dispersión elástica de iones de deuterio y de las reacciones nuclear (RN) que dan origen en los núcleos de nitrógeno, por lo que estas dos TAON se discutirán con algún detalle.

## 1.9. Ecuación Básica para el Análisis de Materiales Usando Aceleradores.

Los arreglos experimentales para investigar datos nucleares o el uso de TAON para el análisis de materiales son básicamente los mismos. Este tipo de arreglo es similar al utilizado por Geiger y Marsden en el experimento cuando descubrieron el núcleo atómico, lo cual ya se mencionó en relación a la fig. 1-1. Haciendo referencia a esta figura, la película delgada de espesor  $t$  (cm) y densidad atómica  $N$  (átomos/cm<sup>3</sup>) es irradiada con un número  $Q$  de partículas de un haz que incide perpendicular al blanco. En esta figura se indica que se coloca un detector para medir la energía de las partículas a un ángulo  $\theta$  medido desde el laboratorio a través del cual, la partícula es dispersada con ángulo sólido  $\Delta\Omega$ ,  $\phi$  es cero debido a la geometría usada es la IBM, en la cual la dirección del haz y el detector están en el mismo plano.

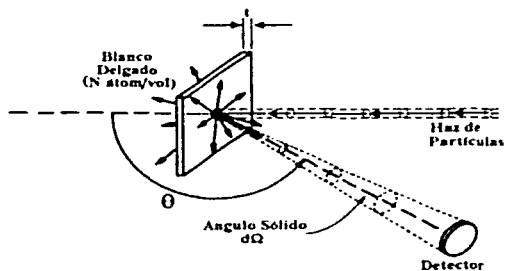


Figura 1-1. Diagrama de un experimento típico con un acelerador, cuando el blanco es delgado, este diagrama se usa también para definir el concepto de sección transversal.

El número  $H$  de partículas medidas por el detector es:

$$H = D \cdot \Delta\Omega \frac{d\sigma}{d\Omega}(E, \theta, \phi) N \cdot t \quad (1-10)$$

La ecuación 1-2 también se llega a usar para definir el concepto de sección transversal  $\frac{d\sigma}{d\Omega}$  la cual se puede medir experimentalmente si  $t$  y  $N$  del blanco son conocidas, ya que las otras cantidades tales como  $H$ ,  $D$  y  $\Omega$  son obtenidas del experimento.

Las unidades de  $\frac{d\sigma}{d\Omega}$  son de  $\text{cm}^2$  y en el caso de colisiones con los núcleos atómicos esta magnitud esta relacionada con el área de estos. Las áreas de los núcleos atómicos son muy pequeñas, por lo que se usa una unidad apropiada denominada "el barn" y se abrevia con la letra "b". Un barn es igual a  $10^{-24} \text{cm}^2$ .

La  $\frac{d\sigma}{d\Omega}$  como se indica en la ecuación anterior, depende de la energía  $E$  de los proyectiles, los ángulos  $\theta$  y  $\phi$  y se denomina según el fenómeno que se produce por el bombardeo. Si la interacción ocurre con los núcleos del átomo a la sección se le denomina: a) elástica, b) reacción nuclear, c) resonancia nuclear resonante, etc. Si la interacción ocurre con los electrones del átomo, se puede hablar de sección de ionización atómica, sección de producción de rayos X, sección Auger, etc.

Uno de los parámetros que ha interesado a los físicos nucleares es la medida de  $\frac{d\sigma}{d\Omega}$  actividad que se ha desarrollado por varias décadas. La  $\frac{d\sigma}{d\Omega}$  depende de la  $Z_1$  del proyectil y de su energía  $E$  además de los ángulos  $\theta$ ,  $\phi$ . Esta cantidad además de depender de la  $Z_2$  del núcleo y también depende del isótopo nuclear bombardeado. Esta cantidad para reacciones nucleares en general es muy difícil de calcular, debido a que las fuerzas nucleares aún no son bien conocidas. La  $\frac{d\sigma}{d\Omega}$  como función de  $E$ ,  $\theta$ ,  $\phi$  en muchos intervalos de  $E$  no se puede escribir como una función analítica La fig. 1-23 es un ejemplo de la  $\frac{d\sigma}{d\Omega}$  [6] para la reacción nuclear  $^{14}\text{N}(d, \alpha_1)^{12}\text{C}$

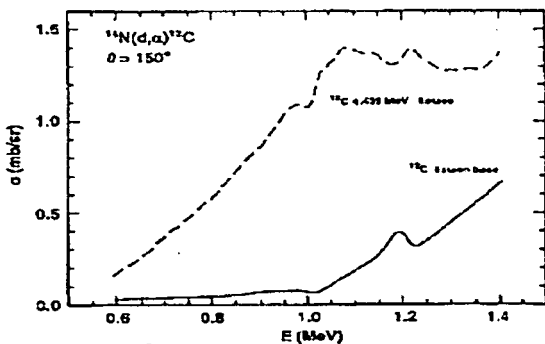


Fig 1.23 La reacción nuclear  $^{14}\text{N}(d, \alpha)^{12}\text{C}$  medida a un ángulo de  $150^\circ$  desde .6 a 1.4 MeV ( $\alpha_0$  y  $\alpha_1$ )

El uso de las técnicas de origen nuclear para el análisis de materiales invierte el objetivo de los experimentos nucleares. Para el uso de TAON se supone que la  $\frac{d\sigma}{d\Omega}$  es conocida y se puede usar valores experimentales o alguna ecuación teórica o ecuación semiempírica. La composición del blanco, es decir de que átomos lo constituyen y la densidad atómica superficial  $N \cdot t$  (átomos/cm<sup>2</sup>) se pueden obtener describiendo la ecuación 1-10 como:

$$N \cdot t = \frac{H}{D \Delta \Omega \frac{d\sigma}{d\Omega}(E, \theta, \phi)} \quad (1-11)$$

La precisión de éste método dependerá de la exactitud con que la sección sea conocida. Como se mencionó, para el análisis de materiales usando reacciones nucleares debido a la dificultad de conocer teóricamente  $\frac{d\sigma}{d\Omega}$  se recurre a usar valores experimentales, los cuales se han recopilado en manuales sobre TAON.

### 1.10 Principios Físicos del Uso de las TAON.

En la practica el uso de bombardeo de iones no se limita al bombardeo de películas autoportadas como se menciona en la sección anterior, sino que las muestras por analizar son más complejas. Como un ejemplo de una de las muestras que se analizaron en esta tesis la fig. 1-24 muestra el espectro de energía que se produce al bombardear con un haz de deuterio de energía de 1.38 MeV, un blanco que consiste de multicapas de TiN/Ti depositadas sobre acero. Un detector de barrera superficial que se puso en un ángulo  $\theta = 150^\circ$  se uso como espectrómetro para detectar y medir la energía de las partículas producidas por la irradiación de la muestra. Los principios involucrados para el análisis del espectro de energías como el mostrado en la fig. 1-24, que permiten deducir la composición y estructura de la muestra, incluyen los siguientes fenómenos:

- 1) La  $\frac{d\sigma}{d\Omega}(E, \theta, \phi, Z_1, Z_2)$ , la cual ya se menciona con anterioridad en la sección 1.9 y esta puede ser de reacción nuclear, elástica. Un caso particular de la sección elástica por su importancia es la descrita por la ecuación de Rutherford y se describirá por separado en la sección 1.11. Esta técnica se le conoce en la literatura como: RBS de las siglas en el idioma ingles "Rutherford backscattering" En el espectro de la fig. 1.24 ocurren interacciones cuya  $\frac{d\sigma}{d\Omega}$  son tanto elásticas como de reacciones nucleares, las primeras son descritas por Rutherford y otras son secciones de reacciones nucleares.
- 2) Cinemática de reacciones nucleares y como caso particular el conocido factor cinemático aplicable a colisiones elásticas.

- 3) Potencia de frenamiento y sección atómica de frenado.
- 4) Esparcimiento de la pérdida de energía ("straggling").

La incorporación de todos los fenómenos anteriores para el análisis de un espectro es complejo. Afortunadamente se han desarrollado programas de computo que pueden usarse en computadoras personales (PC) y que incluyen todos estos fenómenos. La línea sólida en el espectro de la fig. 1.24 es la simulación del espectro experimental (•). De esta simulación se deduce la estructura de la muestra, cuya forma de presentación se discutirá en el Capítulo III.

Los programas de computo que se tienen en el Laboratorio del Acelerador de 5.5 MV, fueron adquiridos comercialmente y se les identifica como: "RUMP" [7] y el SIMNRA [8]. El manipular estos programas no es sencillo y requiere de entender los principios físicos que se mencionaron anteriormente. En las siguientes secciones estos fenómenos que se usan para el análisis de muestra se describirán brevemente.

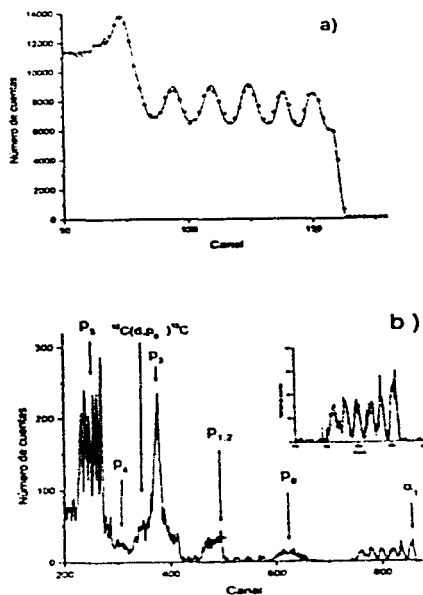


Fig.1.24 Muestra la simulación de un espectro experimental en a) la parte elástica y en b) la parte de reacciones nucleares



### **I-11. Análisis de Materiales a Través de la Técnica de Retrodispersión de Rutherford (RBS).**

Una de las TAON más usada para el análisis de materiales usando aceleradores es la conocida como "RBS" de las siglas en inglés Rutherford Backscattering y aun en el idioma español se usan estas siglas. Esta TAON se refiere a la retrodispersión elástica de iones por núcleos cuando es válida la sección  $\frac{d\sigma}{d\Omega}(E, \theta, \phi)$  deducida por Rutherford. Esta TAON es ampliamente discutida en la literatura [9] y se han publicado miles de artículos de análisis de materiales.

El gran uso de la técnica de RBS para el análisis de materiales es debido a que la  $\frac{d\sigma}{d\Omega}(E, \theta, \phi)$  de Rutherford es una función analítica, que puede calcularse y usarse en la ecuación básica (I-11).

Algunas de las propiedades de RBS son las siguientes:

- 1) Es una técnica de análisis no destructiva y es multielemental, es decir se pueden deducir simultáneamente las concentraciones de muchos elementos de la muestra irradiada.
- 2) Es sensible a la medición de los "perfiles" de las concentraciones de los elementos dentro de la muestra. Se entiende por "perfil" la determinación de los átomos de la muestra en función del espesor o profundidad de la muestra de la muestra medido con relación a la superficie de esta.
- 3) Es una técnica cuantitativa absoluta tanto para determinar las concentraciones de los elementos y los perfil de estos. Por lo anterior, no se requiere el uso de materiales estándares para calibración de esta técnica.
- 4). El tiempo de bombardeo de una muestra generalmente es tan solo de unos minutos ( $\leq 10$  minutos ).
- 5) Existen programas de computo que se pueden comprar para analizar los datos de las muestras bombardeadas usando computadoras personales.

La sección de Rutherford se define en la siguiente ecuación:

$$\frac{d\sigma}{d\Omega} = \left[ \frac{Z_1 Z_2 e^2}{2 E_0 \sin^2 \theta} \right]^2 \frac{\left\{ \cos \theta + \left[ 1 - \left( \frac{M_1 \sin \theta}{M_2} \right)^2 \right]^{1/2} \right\}^2}{\left[ 1 - \left( \frac{M_1 \sin \theta}{M_2} \right)^2 \right]^{1/2}} \quad (I-12)$$

La hipótesis que Rutherford [10] usó para deducir su ecuación, supone que tanto el proyectil como el núcleo del blanco son esferas rígidas con carga eléctrica positiva distribuida uniformemente. El proyectil tiene carga  $Z_1 e$ , radio  $R_1$ , masa  $M_1$  y el núcleo blanco tiene carga  $Z_2 e$ , radio  $R_2$  y masa  $M_2$ . La energía  $E_0$  del proyectil se asume que es lo suficientemente baja y la única fuerza que actúa entre proyectil y núcleo blanco es descrita por la fuerza repulsiva Coulombiana:

$$F_{12} = \left( \frac{Z_1 Z_2 e^2}{r^2} \right) \bar{r} \quad (I-13)$$

siendo  $r$  la distancia entre las dos partículas y  $\bar{r}$  un vector unitario.

Las condiciones para las cuales son válidas las hipótesis de Rutherford se pueden discutir en forma más simple haciendo referencia a la siguiente figura 1-25:

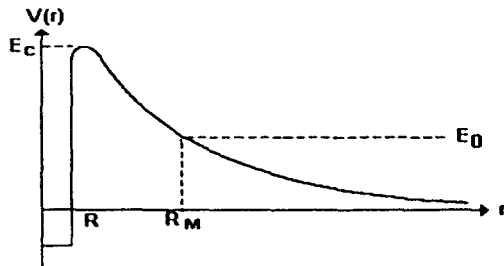


Fig. 1.25 Gráfica entre el potencial Coulombiano repulsivo y el potencial nuclear atractivo de una interacción entre el núcleo y la partícula incidente en función de la distancia.  $E_0$  es la energía incidente del proyectil y  $E_C$  es la energía potencial que se define como "la energía de la barrera Coulombiana".

En esta figura se representa la conservación de la energía del sistema proyectil-núcleo blanco.  $E_0$  representa la energía total del sistema y es igual a la energía cinética del ion incidente cuando  $r = \infty$  y clásicamente es  $E_0 = \frac{1}{2} M_1 v^2$ , donde  $v$  es la velocidad del proyectil.

$V(r) = \frac{Z_1 Z_2 e^2}{r}$  es la energía potencial Coulombiana del sistema. La ley de conservación de energía para este sistema se puede escribir como:

$$E_0 = V(r) + \frac{1}{2} M_1 v_1^2(r) = \frac{Z_1 Z_2 e^2}{r} + \frac{1}{2} M_1 v_1^2(r) \quad (I-14)$$

Cuando el proyectil se acerca al núcleo, su velocidad  $v$  disminuye gradualmente y para  $r = R_M$  la velocidad es cero, y la energía del sistema es solo la energía potencial.  $R_M$  es la distancia mínima a la cual el proyectil se acerca al núcleo. Si  $r < R_M$  la energía cinética del proyectil de acuerdo con la ecuación I-14 sería negativa lo cual no es posible físicamente, ya que la energía cinética siempre es una cantidad positiva.

El pozo de potencial es un modelo para representar el carácter atractivo de las fuerzas nucleares que son experimentadas por el proyectil si  $r \leq R_2$ .

Si la energía de bombardeo se aumenta el valor de  $R_M$  disminuye, por lo que el proyectil se acerca más al núcleo. Existe un valor de  $E_0$  para el cual  $R_M = R_2$ , es decir en este punto el proyectil empieza a sentir la fuerza atractiva nuclear y la energía potencial del sistema es:

$$E_c = V(R_1 + R_2) = \frac{Z_1 Z_2 e^2}{R_1 + R_2} \quad (I-15)$$

A esta energía  $E_c$  se le denomina como la energía de la barrera Coulombiana. Si  $E_0 < E_c$  la fuerza repulsiva coulombiana impedirá que el proyectil toque al blanco y sólo se puede acerca a este una distancia mínima  $R_m$ , tal que  $R_m > R_1 + R_2$ . De lo anterior se desprende que del punto de vista de la mecánica clásica solo puede haber interacciones nucleares y por lo tanto reacciones nucleares sólo si  $E_0 \geq E_c$ . Sin embargo existen muchos ejemplos, de que ocurren reacciones nucleares a energías de bombardeo menores a la energía  $E_c$ . Un ejemplo es la reacción nuclear  $^{19}\text{F}(p,\alpha)^{16}\text{O}$  que ocurre para energías  $E_0 < 1$  MeV.

La  $E_c$  puede calcularse en unidades de MeV usando la relación entre los radios de los núcleos  $R$  y el número de masa atómica  $A$ , que es la suma de  $Z$  protones y la suma de  $N$  neutrones y esta dada por

$$R = r_0 \cdot A^{1/3} \quad (I-16)$$

con  $r_0 = 1.2 \times 10^{-13}$  cm sustituyendo la ecuación anterior en la ecuación I-15 y usando el valor de  $e^2 = 14.4 \times 10^{-13}$  MeV cm. Se puede calcular fácilmente  $E_c$  en unidades de MeV como:

$$E_c = \frac{144 (Z_1 Z_2)}{(A_1 + A_2)^{1/3}} \quad (I-17)$$

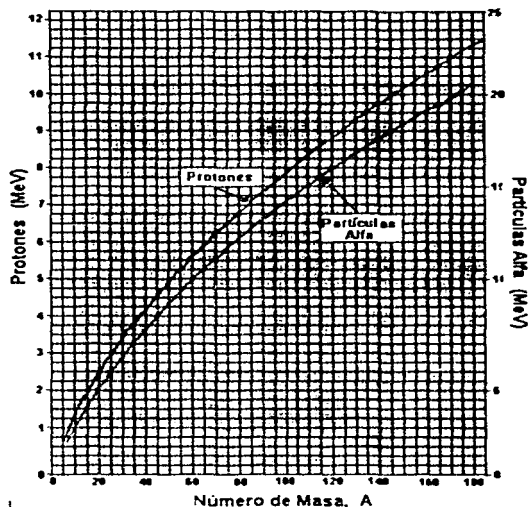


Fig. 1.26 Gráfica donde se muestra la altura de la Barrera Coulombiana para diferentes núcleos cuando son bombardeados con partículas  $\alpha$  y protones.

La fig.1-26 muestra una gráfica de  $E_c$  para diferentes núcleos de la tabla periódica cuando se usan como proyectiles protones y partículas  $\alpha$ . Una conclusión importante aunque es obvia, es que  $E_c$  tiene el doble de valor cuando se usan partículas  $\alpha$  con respecto a cuando se usan protones como proyectiles. Estas gráficas son muy útiles para estimar si la  $\frac{d\sigma}{d\Omega}(E, \theta, \phi)$  puede usarse como la calculada por la ecuación 1-12, aunque debido al efecto túnel es más seguro revisar en la literatura estos datos. Sin embargo, mientras  $E_0 \ll E_c$  se tendrá un factor de seguridad mayor de poder usar la fórmula de Rutherford.

Por lo anterior, en la práctica es común usar como proyectiles partículas  $\alpha$  con energías  $E_0 \leq 2.0$  MeV y usar el detector para ángulos ( $\Omega > 150^\circ$ ). En éstas condiciones la ecuación (1.-11) es válida aún para el caso más desfavorable de núcleos ligeros tales como B, C, N, O, etc. La razón de usar ángulos grandes es que la variación de la sección con el ángulo  $\theta$  es pequeña comparada con ángulos pequeños.

### I.11.1. Reacciones Nucleares y Cinemática.

La colisión de un ion con energía  $E_x$  y masa  $M_x$  con un núcleo de masa  $M_X$  puede producir por efecto de la colisión dos partículas: "y" "Y" que son diferentes a las partículas antes de la colisión y las cuales tienen masas  $M_y$  y  $M_Y$ . Cuando esto sucede se dice que ocurre una reacción nuclear (RN). Una forma convencional de denotar una RN es:  $X(x,y)Y$ , donde "X" se indica como el núcleo blanco, "x" como el proyectil, "y" es la partícula de masa más ligera y "Y" es la partícula de retroceso. Algunos ejemplos de reacciones nucleares son  $^{14}\text{N}(d,p_0)^{15}\text{N}$ ,  $^{14}\text{N}(d,p_1)^{15}\text{N}$ ,  $^{14}\text{N}(d,p_5)^{15}\text{N}$ ,  $^{14}\text{N}(d, \alpha_1)^{12}\text{C}$ ,  $^{16}\text{O}(d, p_1)^{17}\text{O}$ ,  $^{12}\text{C}(d,p_0)^{13}\text{C}$  etc.

Las reacciones nucleares con uso de aceleradores fue una de las actividades de investigación científica por medio de la cual se determinaron: niveles de energía de los núcleos (energías de excitación), momentos angulares, paridad, isospin asociados a los niveles de energía. Además se midieron las secciones de producción de las RN. En el ejemplo  $^{14}\text{N}(d,p_5)^{15}\text{N}$  indica que la RN produjo el  $^{15}\text{N}$  excitado en el nivel "5".

En las reacciones nucleares se cumplen leyes de conservación tales como: conservación de: i) la energía, ii) momento lineal, iii) momento angular, iv) paridad, vi) carga eléctrica, etc. .

La fig. I-27 es un diagrama esquemático para representar la RN.  $X(x,y)Y$ :

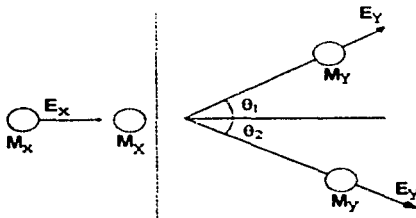


Fig. I.27 Esquema donde se muestra una partícula "x" incidiendo sobre un núcleo del blanco "X" que está en reposo. Se muestran las partículas resultantes después de la colisión: "y", "Y"

La cinemática de las RN es un aspecto de estudio en la física nuclear experimental. La cinemática de las RN consiste en calcular la energía (cinética)  $E_y$  de las partículas "y", cuando se dan los siguientes datos: la energía del proyectil  $E_x$ , las masas de todas las partículas, la "Q".

de la RN y que definimos más adelante, el ángulo  $\theta$ , que es la partícula que se detecta. La cinemática se basa en las leyes de conservación de energía y del momento lineal y a continuación se mencionan algunos detalles sobre estas.

Usando las leyes de conservación de energía [11] del sistema da origen a la definición de la "Q" de la RN, la cual es la diferencia de masas antes y después de la colisión, pero también es la diferencia de energía antes y después de la RN y esta dada por:

$$Q = [M_i + M_x - (m_i + M_f)] \cdot c^2 \\ = E_i + E_x - E_i' - E_f' \text{ [MeV]} \quad (1-18)$$

El valor Q puede ser positivo, negativo ó cero. Cuando  $Q > 0$  las RN se llaman exoenergéticas y si  $Q < 0$  se les denomina endoenergéticas y el caso  $Q = 0$  es el caso de dispersión elástica, en el cual las partículas antes y después de la colisión son las mismas por lo que tienen la misma masa.

Para el caso no relativista, la ecuación "Q" se puede escribir en termino de las velocidades de las partículas como:

$$Q = \frac{1}{2} M_i v_i^2 + \frac{1}{2} M_x v_x^2 - \frac{1}{2} M_i v_i'^2 - \frac{1}{2} M_f v_f'^2, \quad 1-19$$

Usando las leyes de conservación del momento:  $\vec{p}_i = \vec{p}_i' + \vec{p}_f'$ , da origen a las siguientes ecuaciones escalares

$$M_i v_i = M_i v_i' \cos \theta + M_f v_f' \cos \phi \quad 1-20$$

$$0 = M_i v_i \sin \theta - M_f v_f' \sin \phi \quad 1-21$$

Elevando al cuadrado y sumando las ecuaciones 1-20 Y 1-21, obteniendo

$$M_i^2 v_i^2 = M_i^2 v_i'^2 + M_f^2 v_f'^2 - 2M_i M_f v_i v_f' \cos \theta. \quad 1-22$$

Haciendo uso de las siguientes relaciones

$$k_i = \frac{1}{2} M_i v_i^2, k_i' = \frac{1}{2} M_i v_i'^2, k_f = \frac{1}{2} M_f v_f'^2, \quad 1-23$$

y sustituyéndolas en la ecuación 1-23 Obtenemos la siguiente relación para  $E_f$ :

$$\sqrt{E_y} = a \pm \sqrt{a^2 + b} \quad (1-24)$$

donde

$$a = \frac{\sqrt{m_x m_y E_x}}{M_y + M_x} \cos \theta \quad (1-25)$$

y

$$b = \frac{E_x (M_y - m_x) + M_y Q}{(M_y + M_x)}$$

En el caso de colisiones elásticas, la  $Q = 0$  debido a que:  $M_x = M_y$  y  $M_x = M_y$ . Usando ésta hipótesis y las ecuaciones: (1-24 y (1-25) se puede deducir que:

$$\frac{E_y}{E_x} = K = \left( \frac{M_x \cos \theta + \sqrt{M_y^2 - M_x^2 \sin^2 \theta}}{M_x + M_y} \right)^2 \quad (1-26)$$

El factor  $K$  (se le denomina como el Factor cinemático) depende del ángulo  $\theta$  y de las masas del proyectil y del blanco. Puede observarse que  $K < 1$ . Por lo que en un experimento de dispersión elástica a un ángulo fijo ( $\theta < 150^\circ$ ), la energía de las partículas dispersadas variará debido a que varía el factor  $K$  según la masa del núcleo dispersor. Puede observarse de la ecuación (1-26) que el valor de  $K$  es cercano a la unidad cuando  $M_x \ll M_y$ , por lo que  $E_x \cong E_y$ , y que el valor de  $K \ll 1$  cuando  $M_x$  tiene valores cercanos a  $M_y$ , por lo que  $E_x$  disminuye al valor cero. Por esta característica muchas veces a la técnica de RBS se le denomina como espectrometría de masas por reflexión.

En las tablas I y II obtenidas en el capítulo III, se muestran valores calculados del factor cinemático  $K$  cuando se usa como proyectiles un haz de protones y partículas alfa a diferentes ángulos  $\theta$ , para diferentes núcleos de los blancos (los que se identifican con su símbolo químico).

Comparando los valores de  $K$  en estas dos tablas, puede observarse que la diferencia de  $\Delta K$  para dos masas de núcleos vecinos es mayor con partículas  $\alpha$  con respecto a si se usan protones, es decir, la separación en energías de las partículas dispersadas será mayor para partículas  $\alpha$  que con protones.

### 1.1.2. Potencia de Frenamiento y Sección Atómica de Frenado.

La pérdida de energía por unidad de longitud de los iones incidentes en un material, es descrita por una fuerza que se le llega a comparar con una 'fuerza de fricción' y se debe [12] a la interacción de los iones incidentes con la nube de los electrones de la muestra. El uso de este fenómeno es el responsable de que se pueda deducir el perfil de las concentraciones de los átomos de una muestra en algunas de las TAON. Niels Bhor fue el primero en hacer una teoría para dar una explicación a este fenómeno y dedujo la siguiente ecuación:

$$S = -\frac{dE}{dt} = \frac{2\pi Z_1 e^4}{E} NZ_2 \ln\left(\frac{2E}{I}\right)^{1/2}, \quad (1-27)$$

donde E es la energía del ion incidente, con carga eléctrica  $Z_1 e$ , y masa  $M_1$ , N es el número de átomos por unidad de volumen de la muestra con número atómico  $Z_2$ ,  $I$  es el promedio de la energía de ionización. Después de Bhor hubo teorías más sofisticadas, tal como la de Linhart, pero para muchos cálculos de uso TAON, la aproximación de Bhor da buenos resultados.

Para ilustrar este fenómeno se hace referencia a la fig. 1-28 en la cual se supone que una película delgada de espesor "dt" es bombardeada con iones monoenergéticos de energía  $E_0$  (tales como: p, d, ó  $\alpha$ , etc.). Debido a que los iones incidentes interaccionan con la nube de electrones estos viajan en línea recta y solo cuando chocan con los núcleos atómicos, lo cual ocurre esporádicamente estos son dispersados o absorbidos por estos.

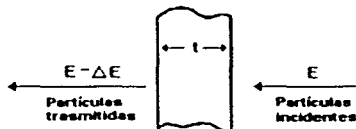


Fig.128 Diagrama esquemático de un experimento para medir la pérdida de energía  $\Delta E$  de una partícula incidente con energía E que incide en una película de un material solido de espesor "t".

Existen muchas publicaciones de teorías sobre el cálculos de S(E), y la comparación con valores experimentales llega haber diferencias no mayores de un 10%. Los valores de S(E) se presenta en manuales de TAON en forma de Tablas y de Gráficas. También se llegan a presentar por medio de ecuaciones empíricas.



En la literatura es muy común usar la sección por átomo de pérdida de energía  $\epsilon$ , la cual se define por la siguiente ecuación:

$$\epsilon = \frac{1}{N} \frac{dE}{dt} \quad (1-28)$$

Las unidades de  $\epsilon$  se acostumbra a expresarlas en unidades de  $10^{-15} \text{ eV}\cdot\text{cm}^2$ . Valores de  $\epsilon$  para los materiales: Au, Ag, Cu, Al, O, Be cuando son bombardeados con protones con energías en el rango de 0.01 a 10 MeV se presenta en forma grafica en la fig 1-29. Puede observarse de esta figura la tendencia descrita por la ecuación de Bhor que el valor de  $\epsilon$  se incrementa con el valor de  $Z_2$  y para un material dado,  $\epsilon$  decrece con la energía E, pero solo en un rango de energías.

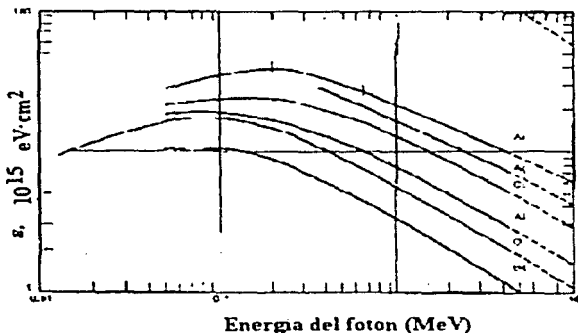


Fig.1.29. Gráfica de la sección de pérdida de energía por átomo  $\epsilon$  en función de la energía de protones para diferentes átomos.

Cuando el material que forma el blanco está compuesto por más de un elemento, la sección eficaz de frenamiento es la suma de las secciones eficaces de cada uno de los elementos que lo forman. Por ejemplo, para un compuesto o molécula de dos elementos  $A_m B_n$ , siendo  $m$  y  $n$  las cantidades relativas de éstos, que Bragg postulo que la sección de frenamiento se podía escribir como:

$$\epsilon^{A_m B_n} = m \epsilon^{A_m} + n \epsilon^{B_n} \quad (1-29)$$

donde  $\epsilon^{A_m B_n}$  es la sección eficaz de frenamiento en un material compuesto por  $m$  átomos de A y  $n$  átomos de B,  $\epsilon^{A_m}$  y  $\epsilon^{B_n}$  son las secciones eficaces de A y B respectivamente.

La generalización es obvia para un compuesto o molécula compleja de "n" átomos. El postulado anterior se le denomina Ley de Bragg y se ha comprobado su exactitud para la mayoría de aleaciones y compuestos.

#### 1.14 Esparcimiento de la Pérdida de Energía (Straggling)

Las fluctuaciones en la pérdida de energía de iones energéticos cuando inciden en un material son llamadas esparcimiento en energía y en el idioma inglés "straggling". La fig. 1-28 que se usó para discutir los conceptos de pérdida de energía  $\Delta E$  se puede usar también para ilustrar éste fenómeno. El blanco de espesor "t" con densidad atómica  $N$ ,  $t$  y número atómico  $Z_2$  es bombardeado con iones monoenergéticos de energía  $E_0$  y carga eléctrica  $Z_1$ . Los iones incidentes se consideran monoenergéticos por lo que la dispersión en energía puede representarse por una  $\delta$  de Dirac. El efecto del blanco es una pérdida de energía  $\Delta E$ , por lo que la energía de los iones después del blanco es:

$$E_1 = E_0 - \Delta E \quad (1-30)$$



Fig. 1.30 Diagrama esquemático para ilustrar el esparcimiento de energía. La dispersión de energía de los iones incidentes puede representarse por una  $\delta$  de Dirac.

Sin embargo, los iones emergentes del blanco ya no tendrán una energía única, sino que tienen una distribución en energías cuyo promedio es  $E_1$ . Esta dispersión en energías se puede representar por una distribución gaussiana  $G(E)$  descrita [13] por la siguiente función:

$$G(E) = \frac{1}{\Omega \sqrt{2\pi}} \exp\left[-\frac{1}{2} \left(\frac{E - E_1}{\Omega}\right)^2\right], \quad (1-31)$$

donde  $\Omega$ , es la desviación estándar de la distribución con centro en el promedio  $E_1$ .  $E_1$  esparcimiento en energía limita el análisis de materiales muy gruesos, debido a que empeora la resolución en energía.

Existen muchas teorías para explicar esta distribución en energías y una de las teorías mas simples es la teoría de quien dedujo la siguiente expresión para  $\Omega$ :

$$\Omega^2 = 4\pi (Z_1 \cdot e^2)^2 Z_2 N \cdot t \quad (I-32)$$

Otras teorías más modernas y sofisticadas que la de Bohr, es la teoría de Lindhard y Scharrff pero en la práctica la teoría de Bohr es suficiente para el análisis de materiales.

El efecto de straggling en un blanco grueso se ilustra esquemáticamente en la fig. I-31 donde se indica el ensanchamiento de la energía del haz por las Gaussianas, siendo estas cada vez más anchas cuanto más penetra.

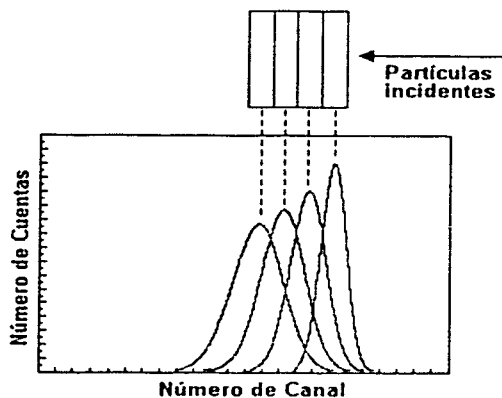


Fig. 1.31. Forma esquemática del efecto de straggling en un blanco grueso. Se puede observar que a medida que ion penetra en el material las Gaussianas se hacen cada vez más anchas.

## CAPITULO II

### PREPARACIÓN DE RECUBRIMIENTOS DE MULTICAPAS DE TiN/Ti/ACERO.

#### II.1 Generalidades Sobre Monocapas de Recubrimientos de TiN.

Como ya se menciona, el tema de esta tesis es sobre recubrimientos multicapas de TiN/Ti sobre acero. Antes de abordar este tema, se mencionará algunas propiedades de los recubrimientos de monocapas. Los recubrimientos son depósito de materiales sobre la superficie de un sustrato en forma de película delgada cuyo espesor es  $\approx$  de algunas micras ( $\mu\text{m}$ ) o puede ser menor a  $1\ \mu\text{m}$  ( $1\ \mu\text{m} = 10^{-3}\ \text{mm}$ )

Los recubrimientos de TiN son del tipo cerámicos y los recubrimientos de Ti son del tipo metálico. Los recubrimientos de TiN en forma de monocapas es de los recubrimientos más usados en la industria. Una de las aplicaciones industriales de algunos de los recubrimientos duros sobre acero, es cuando se usan estos materiales para fabricar herramientas de corte, tales como brocas, buriles fresas, seguetas, cuchillas, dados de extrusión, etc, con lo que se logra un mejoramiento en el rendimiento de estas. Los recubrimientos duros también se usan a nivel industrial en flechas de motores, bombas, valeros, válvulas, etc. Otra aplicación industrial de este tipo de recubrimientos es para recubrir componentes tales como discos duros magnéticos que se usan en computadoras, discos compactos, espejos, lentes y artículos de bisutería, etc. El uso de este tipo de recubrimientos también mejora la resistencia a la corrosión, por ejemplo en moldes de plástico los cuales se usan a una alta temperatura. La figura II-1 es una fotografía de piezas con recubrimiento duro.



Fig. II.1. Fotografía en la que se muestran herramientas con recubrimientos de TiN. También se muestran discos compactos que usan recubrimientos de películas reflejantes a la luz visible.

Los recubrimientos de TiN son los que más se han usado y estudiado desde el punto de vista tanto teórico como experimental en los últimos 30 años. Estos recubrimientos son resistentes a la corrosión, también se ha encontrado que son biocompatibles y cuando se usan en prótesis disminuyen el rechazo de prótesis sobre aleaciones de cobalto y sobre acero.[14]. Otra propiedad de los recubrimientos de TiN es que tienen un color dorado, similar al color del oro. Esta propiedad permite usarlo como recubrimiento decorativo, en artículos de bisutería, cajas de relojes, pulsera, bolígrafos y armazones para lentes oftálmicos, artículos para baños, tales como llaves, regaderas, etc.

Las películas de TiN tienen estructura policristalina las cuales pueden ser caracterizadas por Difracción de Rayos X.[15] La dureza y el color de los recubrimientos de TiN son fuertemente dependientes del método de producción, su composición y su fase. El método de espurreo reactivo es la técnica más comúnmente usada para depositar el TiN y se discutirá con algún detalle mas adelante. Las TAON descritas en el capítulo I son muy adecuadas para la determinación de la composición de las películas de TiN. La figura II-2 es un resume de propiedades de dureza y de color de películas de TiN de películas producidas con un técnica de espurreo reactivo

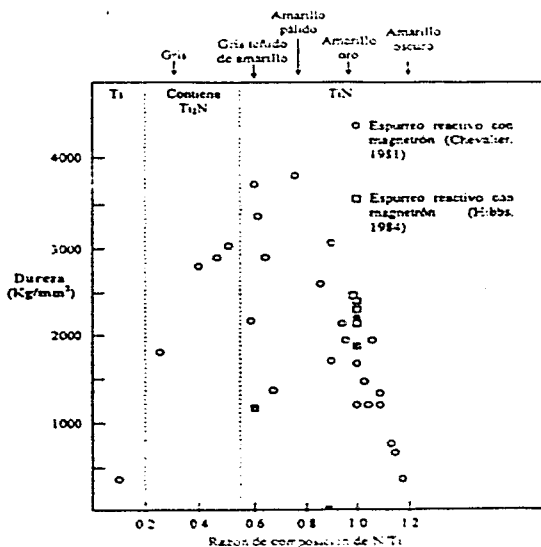


Fig. II.2. Recopilación bibliográfica de propiedades de dureza y de color de películas de TiN, como función de la razón N/Ti.

## II.2 Recubrimientos Duros.

El antecedente del desarrollo de los recubrimientos duros esta relacionado con el desarrollo de películas delgadas para la industria de los semiconductores y de la microelectrónica. Los principales materiales para recubrimientos duros son compuestos binarios o ternarios del grupo de elementos: Ti, Cr, Hf, Zr, Nb, V, Si, Al, B, C, N, O, P y N. Además del TiN otros recubrimientos clásicos son hechos de: CrN, AlN, TiCN, etc. Algunas de sus propiedades relevantes se enlistan en la Tabla I.

Tabla I.  
Propiedades relevantes de algunos recubrimientos duros.

Propiedades	TiN	CrN	AlN	TiCN	AlTiN
Dureza AR.T.(H <sub>v</sub> )	3000	2000	2200	4000	5000
Dureza Temp. De operación	≈ 3100	¿?	¿?	≈ 3200	≈ 5300
Adherencia (Carga crítica)	70N	70N	¿?	60-65N	70-80N
Resistencia a la oxidación	450°C	700°C	800°C	350°C	800-900°C
Color	Dorado	Gris	Gris	Gris	Gris oscuro

Uno de los objetivos de los recubrimientos de aceros, es el mejoramiento de las herramientas. El termino "mejoramiento" quiere decir: proteger, alargar la vida útil de las herramientas, reducir el coeficiente de fricción, aumentar la velocidad de corte etc, lo cual implica reducir costos de operación en la industria, lo que implica una mejor productividad.

Con los recubrimientos duros, se aumenta la "dureza" del material recubierto. La dureza se usa como indicador de la posible utilidad del recubrimiento y en general estos recubrimientos tienen mayor resistencia al desgaste por fricción y también mejor resistencia al desgaste por corrosión.

Desde el punto vista teórico, los materiales mas duros tienen enlaces principalmente covalentes, módulos de young y de corte grandes. Los enlaces entre estos átomos son cortos, lo que hace que las distancias entre los planos de átomos también sean pequeñas. Los elementos que satisfacen estas condiciones son: Be, B, C, N, O, Mg, Al, Si, P, S.

Los materiales duros pueden ser divididos en tres grupos dependientes de enlace: a) materiales duros metálicos, tales como: boruros, carburos, y nitruros de los metales de transición, b) materiales duros covalentes, tales como boruros, carburos y nitruros de: Al, Si



5.-Selección de las técnicas de características requeridas para medir las propiedades ,asi como la eficacia del recubrimiento en uso.

### II.3. Métodos de Medición de Dureza.

Hasta ahora se ha hablado de recubrimientos duros sin haber definido este concepto. La dureza se define como la resistencia de un cuerpo a la deformación plástica local. La dureza es una propiedad muy compleja. Hasta la fecha no ha sido posible predecir la dureza de un compuesto conociendo sus características mecánicas o de los enlaces atómicos. Existen algunas ideas al respecto para ciertos compuestos. En realidad la deformación es una mezcla de las características plásticas y elásticas del material, y por lo tanto esta relacionada con: a) el tipo de enlace atómico, b) el esfuerzo del enlace, c) el largo del enlace, c) la densidad atómica, d) la dirección de aplicación de la carga, e) las características de los defectos y dislocaciones, f) así como el método de medición utilizado.

Existen diferentes métodos de medición de dureza y escalas de dureza y estos son: a) **escala de Mhos**, b) **escala de Brinell**, c) **escala Rockwell** y d) **escala Vickers**. [16]. Los métodos de medición de dureza involucra procesos de indentación. La indentación puede ser microindentación o nanoindentación.

La escala de Vickers es de las más usadas para recubrimientos delgados sobre todo cuando se usa nonoindentacion, porque se pueden usar cargas pequeñas, en esta tesis será la escala que usaremos y describiremos a continuación. En la fig. II-4 se muestra esquemáticamente una figura para definir la dureza Vickers  $H_v$  y esta dada por la ecuación:

$$H_v = \frac{1.854F}{d^2} \quad (II-1)$$

donde  $d$  es igual al promedio del largo de las diagonales de la indentación y  $F$  es la carga aplicada.

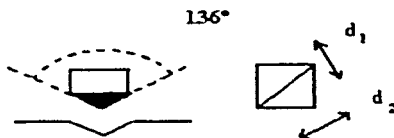


Fig.II.4.La figura muestra un esquema de medición de dureza donde  $d_1$  y  $d_2$  es la medida del largo de las diagonales, el ángulo entre las paredes de la pirámide invertida es de  $136^\circ$ .



Para dar una idea práctica de dureza de diferentes materiales, la Tabla II-2 resume las durezas en la escala de Vickers para varios materiales.

Tabla II-2.  
Dureza Vickers  $H_V$  para diferentes materiales.

Material	$H_V(K/mm^2)$	Mateial	$H_V(K/mm^2)$
Talco	2.4	Ortoclase	800
Yeso	36	Cuarzo	1120
Calcita	110	Topacio	1430
Fluorita	190	Corindon	2000
Apatito	540	Diamante	(10,000)

#### II.4 Mejoramiento a la Resistencia a la Corrosion de los Recubrimientos de TiN.

La corrosion es el ataque destructivo que sufre un metal por reacciones químicas o electroquímicas con su ambiente. El deterioro por causas físicas no es llamado corrosion si no erosión, abrasión o desgaste. En algunos casos el ataque químico es acompañado de deterioro físico, es entonces llamado corrosion-erosión o desgaste corrosivo. El termino corrosion se aplica solo al ataque químico de los metales.[17] El termino "aherrumbrado" u "oxidación" se aplica a la corrosion del hierro y las aleaciones en que este es el metal base. Por lo tanto, los metales no ferrosos se corroen, pero no se aherrumbran. La importancia de los estudios de la corrosion es múltiple. El que figura en primer lugar es el económico. Algunos países como México, tienen grandes pérdidas por corrosion, pero no se tiene medido el costo total.

El TiN posee una reactividad química muy baja; por eso es un material muy interesante para usarlo como recubrimiento protector contra la corrosion. Una forma de medir la resistencia a la corrosion es a través de estudios electroquímicos en soluciones acuosas de:  $H_2SO_4$  (0.5 M),  $Na_2SO_4$  (0.5 M), y el  $NaCl$  (0.51 M, 30g/l) Estos estudios muestran que recubrimientos de monocapas de TiN sobre acero se logra un incremento en la resistencia a la corrosion. La mejora a la resistencia a la corrosion es mejor cuando se aplican dos monocapas de TiN/Ti sobre acero, siendo el Ti primer recubrimiento de sobre el acero, sobre el cual se le deposita la película de TiN. [18]. Esta mejora se explica porque el recubrimiento de Ti sobre el acero, disminuye la porosidad y el número de defectos, lo cual impide que la solución penetre al sustrato.

Tambien se han realizado estudios para medir la biocompatibilidad de recubrimientos de TiN, sobre aleaciones de cobalto y titanio, observándose que mejora la aceptación cuando se usa en prótesis.

Por las propiedades antes mencionadas, los recubrimientos duros cerámicos a base de TiN tienen una buena perspectiva de aplicación de estos para protección contra la corrosión. Un ejemplo de medios altamente corrosivos son los moldes de plástico, los cuales se operan a una alta temperatura. Cuando estos moldes se recubren con TiN se aumenta el tiempo de uso de estos moldes.

## 11.5 Diferentes Formas de Corrosión.

Las formas de corrosión pueden dividirse en diferentes maneras dependiendo del autor que haga la clasificación. En esta sección, se presenta brevemente una de las formas más amplias de clasificación, basadas de la clasificación que hace Dennis A. Jones [19].

**Ataque Uniforme.** Es un tipo común de corrosión, para medir la tasa de corrosión, se supone que este es el mecanismo que se presenta.

**Picaduras.** Se denomina así, al tipo de ataque local que se forma por que la velocidad de corrosión es mayor en unas zonas que en otras.

**Corrosión Galvánica.** Cuando dos aleaciones disímiles se acoplan en presencia de un electrolito corrosivo, una de ellas se corroe preferentemente mientras que la otra se protege de la corrosión.

**Corrosión en rendijas.** La corrosión de una aleación se acelera en el pequeño volumen cerrado de una hendidura creada por el contacto con otro material.

**Agrietamiento inducido por el ambiente.** Cuando una aleación que normalmente es dúctil, sufre una fractura frágil en presencia de un ambiente que le causa una corrosión mínima y uniforme, es conocida como agrietamiento inducido por el ambiente. Otras tres fallas relacionadas pero diferentes son: corrosión bajo tensión, corrosión bajo fatiga y agrietamiento inducido por hidrógeno.

**Corrosión intergranular.** Esta ocurre cuando la composición química en los límites o fronteras de grano es notablemente distinta de la del interior de estos. Las impurezas reactivas de una aleación se pueden segregar o bien por los elementos pasivantes, pueden empobrecer en las fronteras de grano. Como resultado las fronteras de grano o sus regiones adyacentes presentan menor resistencia a la corrosión preferencial, la cual puede ser severa en esta zona. Este ataque frecuentemente rápido, penetra con profundidad en el metal y en algunas veces causa averías catastróficas.

**Corrosión selectiva.** y decincado. La corrosión selectiva separa a un elemento de una aleación de solución sólida. El evento vulnerable puede ser Al, Fe, siendo el ejemplo mas conocido el decincado de latón. El zinc es relativamente mas activo que el cobre. Rápidamente es evacuado del latón, quedando, cobre poroso relativamente puro con propiedades mecánicas pobres.

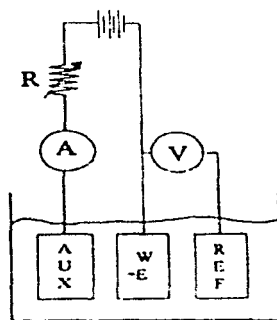
**Corrosion por erosión o fricción.** Cuando un metal esta en contacto con un liquido corrosivo que tiene alta velocidad de flujo se origina un proceso combinado de corrosion – erosión.

## II. 6 Medición de la Corrosion por Mediciones de Polarización Potenciodinámica.

La resistencia a la corrosión de los recubrimientos multicapas de TiN/Ti/acero que se reportan en esta tesis se realizo mediante un método de polarización potenciodinámica y este se describe a continuación.

Los fenómenos de corrosión pueden ser explicados en términos de reacciones electroquímicas. Por lo tanto estas reacciones pueden ser usadas para estudiar dichos fenómenos. La medición de la corrosion con técnicas electroquímicas alcanzo popularidad entre buen número de ingenieros de corrosion debido principalmente a la rapidez[20] con lo que se realizan estas mediciones. Los estudios de larga duración como la determinación de perdida de peso pueden tomar días o semanas para completarlo, mientras que un experimento electroquímico puede requerir a lo mucho de algunas horas. La rapidez de las mediciones electroquímicas es especialmente útil para aquellos metales o aleaciones que son altamente resistentes a la corrosion.

La figura II-5 es un diagrama esquemático del circuito eléctrico para realizar estas caracterizaciones. El espécimen por caracterizar (WE), el electrodo auxiliar es de grafito para medir la corriente y el electrodo de referencia de calomelanos usado para medir el voltaje. Estos electrodos se conectan al potencioestado, y los tres electrodos se sumergen en el electrolito dentro de un matraz de cinco bocas.



TESIS CON  
FALLA DE ORIGEN

Fig. II.5. Figura esquemática del matraz donde se forma la celda de corrosion con los tres electrodos conectados al potencioestado.

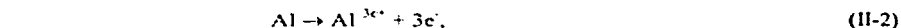
Las mediciones de la relación potencial-corriente bajo condiciones cuidadosamente controladas (manteniendo un burbujeo de N<sub>2</sub> o aire para expulsar o introducir el oxígeno y manteniendo la temperatura constante) producen información sobre las tasas de corrosión, de recubrimientos, así como de la pasivación, tendencias de picado y otros datos importantes.

La caracterización de un espécimen metálico se realiza mediante su relación corriente-voltaje obtenida a través de la polarización hecha con un potenciostato. Al espécimen se aplica un potencial que es variado lentamente hacia la dirección positiva, el espécimen actúa como ánodo de tal forma que es corroído o se le forma una capa de óxido. Estas mediciones son usadas para determinar las características de corrosión en ambientes acuosos (tales como H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>, y el Na Cl<sub>2</sub> ). Una gráfica completa corriente-potencial de un espécimen puede medirse en algunas horas o incluso en pocos minutos.

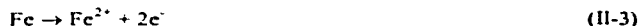
Con esta técnica potenciodinámica se pueden realizar las investigaciones sobre las tendencias de pasivación, los efectos que tienen inhibidores y oxidantes sobre un espécimen. Esta información permite comparar las características de corrosión de los diferentes especímenes (metales y aleaciones).

Cuando un espécimen metálico es sumergido en un medio corrosivo, en su superficie, ocurren procesos tanto de oxidación como de reducción. Generalmente el espécimen se oxida (corroe) y el medio (solvente) se reduce. El espécimen puede funcionar tanto como ánodo o como cátodo, presentándose corrientes anódicas y catódicas en su superficie.

Las reacciones anódicas tienen la forma:  $M \rightarrow M^{n+} + ne$ . En estas reacciones se liberan n electrones. Algunos ejemplos de estas reacciones son:



Y



Por otra parte las reacciones catódicas que juegan un papel significativo en los procesos de corrosión son pocas, siendo una de las más comunes la reducción de iones de hidrógeno en una solución ácida un ejemplo de una reacciones catódicas es:



Usualmente cualquier proceso de corrosión es el resultado de corrientes anódicas. Si el espécimen está en contacto con un líquido corrosivo y no está conectado a ningún instrumento (como estaría en "servicio"), el potencial que adquiere (con relación a un electrodo de referencia) es llamado "potencial de corrosión"  $E_{corr}$ . Una muestra que se encuentra en  $E_{corr}$  presenta en su superficie corrientes anódicas y catódicas. Sin embargo

estas corrientes son exactamente iguales en magnitud por lo que no se presenta una corriente neta que pueda ser medida. Esto significa que la muestra esta en equilibrio con su ambiente (aun cuando pueda estar corroyéndose visiblemente).  $E_{corr}$  puede ser definido como el potencial en el cual la tasa de oxidación es exactamente igual que la tasa de reducción.

Es importante repetir que cuando un espécimen se encuentra en  $E_{corr}$  están presentes las corrientes de ambos signos. Entonces mediante una fuente de voltaje se puede polarizar el espécimen para forzarlo a que asuma un potencial diferente al de corrosión de tal forma que la corriente neta medida representa la diferencia entre las corrientes catódicas y anódicas. Si el espécimen es polarizado hacia un potencial ligeramente más positivo que  $E_{corr}$ , entonces la corriente anódica predomina a expensas de la corriente catódica.

Conforme el espécimen es llevado a un potencial mucho mas positivo, la componente de la corriente catódica se vuelve despreciable con respecto a la componente anódica. Obviamente si la polarización se hace en la dirección negativa, la corriente catódica predomina y la componente anódica se convierte en insignificante. Experimentalmente se miden las características de polarización graficándola corriente de respuesta como una función del potencial aplicado. Debido a que la corriente medida puede variar en varios ordenes de magnitud, generalmente se grafica el logaritmo de la corriente como una función del potencial aplicado. En los estudios de corrosión suele llamarse potencial de reposo  $E_{rep}$ , al potencial asumido por la muestra al sumergirla en el electrolito y potencial de corrosión  $E_{corr}$  al valor del potencial para el cual la corriente pasa de catódica a anódica al efectuar una polarización, si estos dos potenciales son diferentes, significa que la muestra ha sufrido cambios superficiales durante la polarización.

### 11.6.1 Graficas de Tafel.

Una curva de Tafel[21] para las multicapas de TiN/Ti analizadas para resistencia a la corrosión, se obtuvo polarizando el espécimen este a una velocidad de 10mV/min a 600 mV alrededor del potencial de corrosión  $E_{corr}$  en la dirección anódica y bariendo este alrededor de este. Este potencial no puede ser barrido de manera continua, por lo que se varia de forma escalonada, la corriente que resulta de aplicar este voltaje al espécimen es graficado en escala semilogarítmica (ver fig. 11.6).

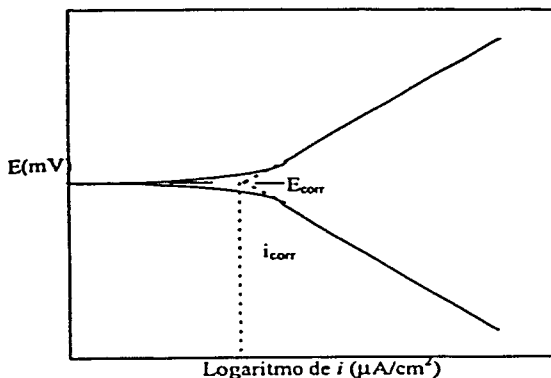


Fig. II.6. Medición de  $i_{corr}$  mediante las curvas de Tafel.

La corriente de corrosión  $i_{corr}$  se obtiene de extrapolar la parte lineal de la curva de Tafel a  $E_{corr}$ . Como se muestra en la fig II-6 La tasa de corrosión es directamente proporcional a  $i_{corr}$ . Las partes anódicas y catódicas de las curvas de Tafel son descritas por la ecuación de Tafel,

$$\eta = \beta \log i / i_{corr} \quad (II-5)$$

donde  $\eta$  = sobrepotencial, o sea la diferencia entre el potencial aplicado al espécimen y el potencial de corrosión.

$\beta_0$  constante de Tafel

$i_{corr}$  = densidad de corriente de corrosión

$i$  = densidad de corriente con el sobrepotencial  $\eta$ .

Rearreglando la ecuación tenemos

$$\eta = \beta (\log i - \log i_{corr}) \quad (II-6)$$

esta ecuación tiene la forma  $y = mx + b$ , que corresponde a una línea recta, así una gráfica de  $\eta$  contra  $\log i$  es una recta con pendiente  $\beta$ . Por lo tanto en la ecuación II-6, se observa que si  $\eta = 0$  (en  $E_{corr}$ ), entonces  $\log i / i_{corr} = 0$ , en consecuencia  $i / i_{corr} = 1$ , por ello se obtiene la relación directa,

$$i = i_{corr.}$$

Con este valor se puede encontrar la tasa de corrosión.

La ecuación II-5 describe la parte anódica y catódica solo si  $|\beta_c| |\beta_a|$  es decir si las curvas tienen las mismas pendientes. Cuando no sucede lo anterior, la parte anódica de la gráfica de Tafel es descrita por la ecuación

$$\eta_a = \beta_a \log i_a / i_{int} \quad (II-7)$$

y la parte catódica por la ecuación

$$\eta_c = \beta_c \log i_c / i_{int} \quad (II-8)$$

donde  $i_a$  = densidad de corriente anódica

$i_c$  = densidad de corriente catódica

$i_{int}$  = corriente intercambiada (análoga a  $i_{corr}$  en un sistema corroyéndose).

Generalmente las curvas experimentales no son simétricas como en la fig II-5, además es común que la parte anódica de la curva no sea lineal. En estos casos se hace difícil conocer el valor  $\beta_a$ . Sin embargo pueden calcularse los valores de la parte anódica mediante las ecuaciones II-7 y II-8 igualándolas en la región cercana a  $E_{corr}$ , obteniéndose resultados que no son muy diferentes de los experimentales.

Las razones de no linealidad no están bien entendidas, pero se han hecho algunas especulaciones razonables. La extrapolación de Tafel puede ser válida aun si la parte anódica no es muy lineal, sobre todo cuando se hacen mediciones de corrosión en forma comparativa y no en términos absolutos.

## II.7 Multicapas de TiN/Ti/Acero.

Los recubrimientos homogéneos ( monocapas ) de TiN se están llegando al límite de mejoramiento de propiedades tribológicas y de resistencia a la corrosión. Una de las posibles técnicas para depositar capas gruesas de TiN es el esputreo con magnetrones desbalanceados, con los cuales se pueden alcanzar altas tasas de depósito del orden de algunas decenas de nm por minuto (para nuestro sistema) Cuando se producen películas de TiN con espesores mayores a 5  $\mu\text{m}$ , estas películas tienen poca adherencia al sustrato, y baja resistencia a la fractura.

Una alternativa al mejoramiento de recubrimientos de TiN es el uso de multicapas de TiN/Ti. Las multicapas presentan mejores propiedades mecánicas como la dureza, la resistencia a la fractura; mejor resistencia a la corrosión, comportamiento que ha sido reportado tanto para sistemas cerámico-metal, que es el caso de TiN/Ti, así como para sistemas cerámico-cerámico, tal como el TiN/NbN. Con el uso de las multicapas se pueden combinar las mejores propiedades de diferentes materiales para producir un solo recubrimiento protector con propiedades superior a recubrimientos homogéneos.

Los antecedentes de recubrimientos multicapa se remonta al año de 1970 cuando Koehler [22] propuso que una estructura laminar (multicapa) compuesto de dos metales (1 y 2) donde el metal 1 tiene una línea de dislocación de alta energía y el metal 2 una línea de dislocación de baja energía, debía de resistir mejor el movimiento de las dislocaciones y presentar mejor plasticidad que una aleación homogénea. A mediados de los noventa se incrementó considerablemente el interés por incrementar las propiedades mecánicas mediante multicapas.

Se ha intentado explicar la razón del incremento del mejoramiento de las propiedades en los materiales en multicapas pero todavía hay mucho trabajo por hacer, tanto en el mejoramiento de las técnicas de producir estas como entender teóricamente la forma como se logra este.

Para definir el significado de multicapas de recubrimientos multicapas, la figura II-7 muestra en forma esquemática un ejemplo teórico para la representación de multicapas de TiN/Ti/acero. Para estandarizar el estudio de multicapas, como en el ejemplo mencionada se define el periodo de modulación  $\lambda$ , el cual es el espesor para el cual se repite la composición de la multicapas. En este ejemplo el recubrimiento es de 5 periodos y  $\lambda = 1 \mu\text{m}$ , y se usa la siguiente notación:  $\lambda_{\text{TiN/Ti}} = 1:1$  para indicar que los espesores de TiN y Ti son iguales. Una notación simplificada para denotar el recubrimiento de este ejemplo es  $[\text{TiN}(0.5 \mu\text{m})/\text{Ti } 0.5 \mu\text{m}]_5$ , donde 5 significa que el periodo de modulación se repite 5 veces. Con el procedimiento de multicapas se pueden tener recubrimiento de TiN/Ti con un espesor mayor a  $10 \mu\text{m}$ , debido a que las capas de Ti disipan tensiones y aumentan la adhesión.



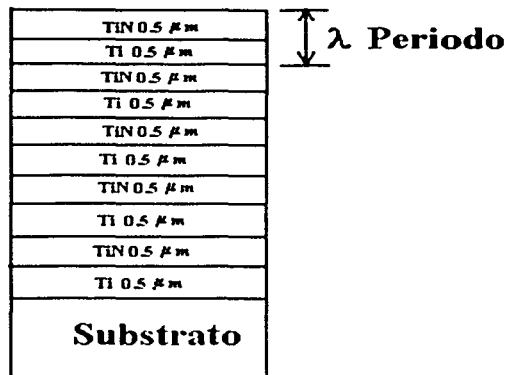


Fig. II.7. Ilustración de un recubrimiento de multicapas de TiN/Ti/acero. En esta figura se define el concepto de periodo  $\lambda$ .

En muchos reportes de estudios de recubrimientos en la literatura, los espesores de los recubrimientos de TiN y de Ti no siempre tienen el mismo valor, así por ejemplo, el recubrimiento  $[\text{TiN}(150 \text{ nm})/\text{Ti}(50 \text{ nm})]_{20}$ ,  $\lambda_{\text{TiN/Ti}} = 3:1$ , indica que el espesor total del recubrimiento es de  $4 \mu\text{m}$  con 20 periodos de repetición.

Otro tipo de recubrimientos de TiN/Ti, los cuales no son periódicos no se pueden describir en la forma simple anterior. En el estudio de recubrimientos multicapas de TiN/Ti que se reportan en esta tesis, ambos tipos de recubrimientos fueron realizados. En este trabajo algunas de las muestras, la última capa de TiN se produjeron con un espesor mucho mayor que las capas más interiores. Este tipo de muestras se produjeron debido a que la dureza del recubrimiento es fuertemente influenciada por el espesor de la última capa de TiN.

## II.8 Producción de Recubrimientos de TiN/Ti por Espurreo

El gran auge de nuevos métodos de producir recubrimientos duros, por métodos asistidos por plasma, tal como los métodos de depósito de vapores físicos (con siglas en el idioma inglés: PVD) por medio de espurreo asistido con magnetrones, se debe en parte que los procesos electroquímicos para producir recubrimientos duros de: cromo, cadmio y el níquel producen graves contaminaciones ambientales, sobre todo si no son estrictamente vigilados; por lo que estos métodos cada vez se usan menos, en los países avanzados.

Los recubrimientos multicapas de TiN/Ti/acero objeto del estudio en esta tesis se produjeron con el método de espurreo magnetrón, por lo que haremos una breve descripción a continuación.

El método de espurreo magnetrón es un método asistido con plasma que requiere de una cámara que se le produce vacío. Para describir este método hacemos referencia al diagrama simplificado de la figura II-8.

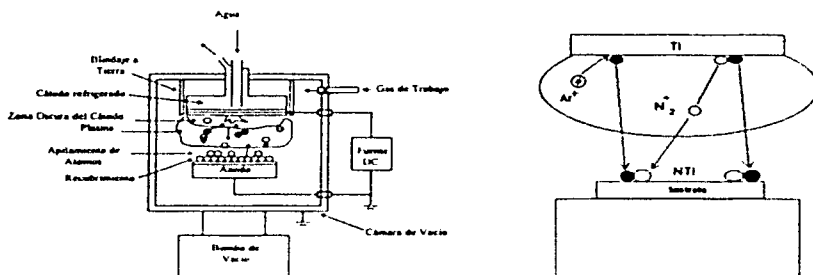


Figura II.8. La figura de la izquierda es una representación esquemática de un sistema para producir espurreo con una descarga gaseosa de diodo operada con voltaje de corriente directa CD. La figura de la derecha es una representación del desprendimiento (espurreo) de átomos de Ti por el impacto de iones de  $Ar^+$  y de  $N^+$  del plasma de la mezcla gaseosa de  $Ar-N$ .

Este arreglo es del tipo diodo y es el más simple para generar un espurreo auto sostenido, y consiste en dos electrodos planos con diámetros que suele diseñarse entre 2 y 30 cms. Estos electrodos son colocados uno frente al otro, separados entre 5 y 10 cms. Estos elementos se ilustraran en la figura II-8. Otros elementos importantes de este sistema es la bomba de vacío, (que puede ser bomba turbo molecular o bomba de difusión), una fuente de CD que es la que proporciona la corriente a los electrodos y sistemas para controlar el flujo de gases (Aragón, Nitrógeno, etc)

El blanco generalmente es un disco del material del que se quiere producir el recubrimiento. En nuestro caso usamos discos de titanio. Este disco se pega con pasta de plata a una placa disipadora de calor y conductora de la corriente eléctrica, lo cual constituye el cátodo. Este electrodo es enfriado por agua. El sustrato o espécimen por recubrir se coloca en el otro electrodo lo cual constituye el ánodo, el cual esta previsto de un sistema de resistencias eléctricas para poder calentar el sustrato. Ambos electrodos están dentro de la cámara la cual se evacua a vacíos  $\approx 10^{-6}$  torrs, y es entonces cuando se introduce un gas ( Argón y Nitrógeno) para proporcionar un medio donde la descarga gaseosa pueda ser iniciada y mantenida. El campo eléctrico producido por la fuente de CD es el responsable de que se produzca el plasma de los gases de soporte. La presión del gas es relativamente alta y es  $\approx 5$  a 100 mtorrs. La fuente de CD conectada entre los dos

electrodos es una fuente de potencia que se puede variar entre  $-500\text{ V}$  y  $-5000\text{ V}$ , según sea necesario. Al aplicar el voltaje se inicia la descarga, los iones positivos del plasma ( $\text{Ar}^+$  y  $\text{N}^+$ ) son acelerados hacia el cátodo, que al chocar con los átomos de la superficie estos se espurrean ( o se desprenden ) lo cual se ilustra en la fig. II-8. El sustrato debe de estar colocado de tal forma que intercepte los átomos espurreados los cuales pueden chocan varias veces con los átomos del plasma antes de alcanzar el sustrato donde se condensaran para formar el material del recubrimiento.

Para aumenta la eficiencia de ionización del plasma al sistema de diodo, se incorpora un arreglo de imanes permanentes que producen campos magnéticos relativamente intensos cerca de los polos, lo cual se le conoce como "sistema magnetrón". Los imanes se colocan cerca del cátodo fuera de la cámara de vacío. El sistema magnetrón puede ser "magnetrones balanceado" o "magnetrones no balanceados" en la figura II.9 se muestran ambos arreglos y sus líneas de campo magnético.

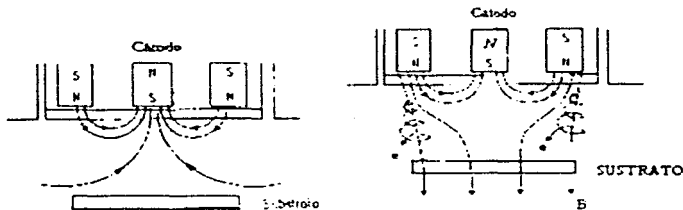
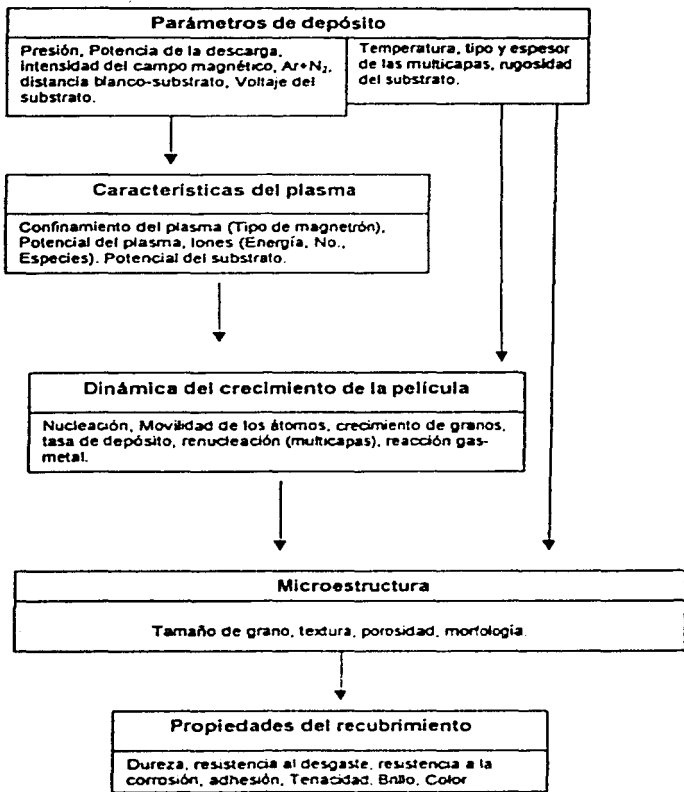


Figura II.9. El esquema del lado izquierdo corresponde a magnetrones balanceados, mientras que el esquema del lado derecho corresponde a magnetrones desbalanceados.

El sistema que se uso para los recubrimientos de  $\text{TiN/Ti}$  que se reportan en esta tesis, fue un sistema de magnetrón balanceado que se convirtió en desbalanceado mediante una bobina colocada alrededor del magnetrón. El campo magnético producido enfrente del cátodo (blanco) hace que los electrones sigan trayectorias helicoidales, por lo que electrones recorren mayores distancias, cuyo efecto es producir un mayor número de ionizaciones de los átomos del gas soporte con lo cual se produce un mayor número de iones que espurrean el blanco. En el caso de los magnetrones desbalanceados, uno de los imanes es más intenso y las líneas de campo magnético llegan al área del sustrato. Con esta método se logra que los átomos espurreado lleguen con un mayor flujo al sustrato con lo que se tiene una mejor tasa deposito del recubrimiento ( $\mu\text{m}/\text{minuto}$ )

La calidad de los recubrimientos realizados con el método de PVD usando magnetrones depende de muchos factores, lo cuales se resumen en forma esquemáticamente en la figura II-11. El estudio de la calidad de los recubrimientos en función de los parámetros de deposito ha dado origen a muchas publicaciones en artículos científicos[23, 24,25,26] y también que se reportan en libros especializados.



## CAPÍTULO III

### DESARROLLO EXPERIMENTAL Y RESULTADOS.

#### III.1 Preparación de Recubrimientos Multicapas de TiN/Ti/Acero.

Los recubrimientos multicapas de TiN/Ti/acero como se menciono fueron preparados con el método de erosión catódica usando magnetrones desbalanceados. Un esquema del equipo usado se muestra en la figura III.1.

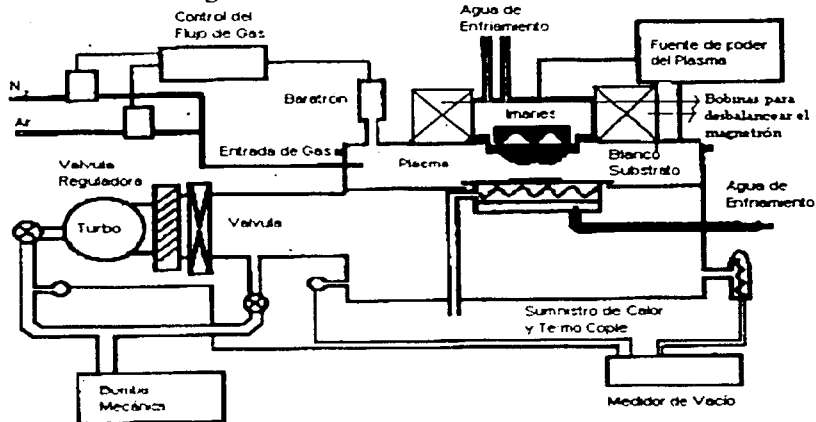


Fig III.1. Diagrama esquemático del equipo de DC con magnetrones desbalanceados que se uso para producir los recubrimientos multicapas de TiN/Ti/acero

Los sustratos son hechos de piezas cortadas de una placa comercial de acero AISI H13. La composición química de este acero se muestra Tabla III.1. Las muestras de acero no se les dio tratamiento térmico. Fueron rectángulos de 2.54x de ancho, 7.62 cm de largo y 1.27 cm de espesor. Este tamaño de muestra se seleccionó para poder hacer mediciones de desgaste abrasivo, las cuales no se reportan en esta tesis. Las muestras se pulieron usando lija del No.2000 y al final se pulieron con pasta de diamante de 1 $\mu$ m. Antes del deposito, los sustratos son limpiados con ultrasonido, primero en acetona y luego en alcohol.

TABLA III.1

Rango de composición elemental del acero .H13 provista por el fabricante. Las concentraciones son expresadas en pesos porcentual. La composición porcentual de Fe es. 89.4 a 91.73.

C	Mn	Si	Cr	Ni	Mo	V
0.32- 0.45	0.20- 0.50	0.80- 1.20	4.75- 5.50	0.30 max	1.10- 1.75	0.80- 1.20

Los recubrimientos de multicapas fueron depositados por espurreo (erosión catódica para corriente) usando una fuente de de CD. Los magnetrones usados son imanes permanentes de Ferritas de y se logro el arreglo desbalanceado se logro con un campo externo producido por una bobina. Como la mayoría de los sistemas de espurreo, los imanes son colocados externamente a la cámara que contiene el blanco y el sustrato. La cámara es de acero inoxidable y se evacua con una bomba turbó molecular y es evacuada a un vacío (  $10^{-6}$  torrs) .El blanco usado fue de titanio con diámetro de 10.20 cms de diámetro y 99.99 % de pureza. Los sustratos de acero se colocaron a una distancia del blanco de 5 cms. Cuando se producen las capas de titanio el gas de trabajo que se usa para generar el plasma fue de argón con una pureza del 99.99%. El flujo de gas argón se introduce a la cámara de espurreo con un flujo 4 sccm. Las unidades sccm son de las siglas del inglés "Standart Centimetre Cubic per Minute". El gas soporte se introduce a la cámara hasta que la presión de vacío es de 2 mtorr, que es cuando el gas se ioniza. Cuando se producen las películas de TiN además del gas argón se introduce gas de nitrógeno de alta pureza (~ 99.99%) con un flujo de 5.6 sccm con este flujo sumado al argón se alcanza una presión de 4 mtorr. El cambio de depósito de Ti a TiN es logrado controlando el flujo de nitrógeno sin la interrupción del plasma, durante el depósito de las capas el sustrato se calienta hasta una temperatura de 450°C, la distancia del blanco al sustrato es de 5cm.

En la Tabla III.2 se resume algunos de los parámetros relevantes del sistema de espurreo de cómo se prepararon las multicapas de TiN/Ti/acero.

Tabla III.2

Parámetros relevantes asociados a la producción de multicapas de TiN/Ti/acero. Tambien se indica el numero de periodos ( de preparación de las multicapas).

Número de la Muestra	Voltaje del Plasma (V) Ti/TiN	Corriente de plasma (A) Ti/TiN	Voltaje de Polarización del Substrato (V)	Espesor Total (µm)	Presión (m Torr) Ti/TiN
TiN01	350/370	.06/0.06	-100	2.78	4/4
TiN02	460/570	0.6/0.6	-100	10.35	4/4
TiN04	460/570	0.6/0.6	-100	4.75	4/4

TiN05	460/570	0.6/0.6	-100	5.92	4/4
TiN06	460/570	0.6/0.6	Aterrizada	4.59	0.6/0.6
TiN07	690/610	0.4/0.45	Aterrizada	1.80	2/4
TiN08	620/520	0.4/0.45	Aterrizada	1.80	2/4
TiN09	700/620	0.4/0.45	Aterrizada	1.80	2/4
TiN10		0.4/0.45	-100	1.80	2/4

Para todos las multicapas de TiN/Ti/acero, la primera capa depositada sobre el sustrato es de Ti, la siguiente es de TiN, después de Ti, seguida de TiN y así hasta terminar con la ultima capa que es de TiN. Si el espesor de cada una de las capas de Ti y TiN es el mismo, el conjunto de las multicapas es periódica. En la figura II.7 se ilustró esquemáticamente un sistema de multicapas para 5 periodos, es decir, hay un total de 10 monocapas de un espesor cada uno de 0.5  $\mu\text{m}$ . Este sistema tiene un espesor total de 5  $\mu\text{m}$ .

La planeación del experimento de producir multicapas de TiN/Ti se puede hacer en producir las multicapas en forma no periódica, pero este sistema no será discutido en esta tesis.

Una vez que se decide producir un sistema de multicapas de TiN/Ti, el detalle del numero de periodos y el espesor de cada uno de estos es considerado. El diseño del experimento de producción de las multicapas se hace en base a un parámetro del sistema de espurreo, que es el rendimiento de la taza de depósito para los parámetros elegidos de presión, temperatura etc, lo cual se expresa como el espesor de los recubrimientos por unidad de tiempo (por ejemplo, nm/minuto). Este parámetro depende de muchos factores del sistema de espurreo, lo cual se resumió en forma esquemática en la fig. II.11. Algunos de estos parámetros son: la potencia del plasma, la distancia blanco-sustrato, los flujos de los gases soporte, etc.

La taza de depósito depende principalmente del rendimiento de espurreo, dicho rendimiento o eficiencia para producir películas homogéneas de Ti es diferente para producir recubrimientos de TiN. El rendimiento se define como el número de partículas que bombardean (iones, átomos, e) el blanco sobre el número de partículas espurreadas. El rendimiento de depósito para películas de TiN y Ti en función de la potencia del plasma, el flujo de los gases de soporte del plasma y otros parámetros del sistema. Para planear el experimento de producir recubrimiento de multicapas es necesario calibrar el sistema de espurreo para conocer el rendimiento de depósito para Ti y TiN. Experimentalmente se encuentra que los rendimientos de depósito para Ti y TiN no son iguales. Los rendimientos de depósito para determinados parámetros del plasma, se mide depositando estos recubrimientos sobre porta objetos de vidrio y midiendo el espesor de estos con un perfilometro para un lapso de tiempo dado. Para nuestro sistema usado en esta tesis, valores típicos del rendimiento de espurreo, fue para el TiN de 15nm/min ( $P = 4$  ntorr) y para recubrimientos de Ti fue de 45 nm min ( $P = 2$  mtorr).

### III.2 Uso de un haz de deuterio para el análisis de las multicapas de TiN/Ti/acero.

La composición de los recubrimientos de  $TiN_x$ , es decir, determinar el valor "x" lo cual es de suma importancia. Cuando  $x = 1$ , las películas de TiN son estequiométricas, las cuales tienen la mayor dureza y aspecto agradable de color dorado para usos decorativos. Lo anterior se resumió en la fig II.1, en el cual se muestra algunas de las propiedades de recubrimientos de  $TiN_x$  en función de la razón N/Ti.

Algunas de las Técnicas de Análisis de Origen Nuclear (TAON) pueden dar la composición de cada una de las multicapas de TiN e información de las interfaces de estas con las películas de Ti. Además, esta TAON puede dar información de los espesores de cada una de las monocapas de TiN y Ti, pero estos espesores se miden en unidades de densidad de área atómica, es decir, en átomos/cm<sup>2</sup>. La unidad de densidad de área atómica es la de una monocapa (MC) y es igual a  $10^{15}$  átomos/cm<sup>2</sup>. Si la densidad  $\rho$  (gr/cm<sup>3</sup>) de cada una de las monocapas es conocida, entonces se puede calcular el espesor lineal en unidades de cms o submúltiplos de esta unidad, tales como nm,  $\mu$ m o Å°. Sin embargo, la densidad del material en bulto no siempre coincide con la densidad de las películas.

El uso de algunas de las TAON para las caracterizaciones de recubrimiento multicapas de TiN/Ti/acero es quizá el más apropiado de las técnicas disponibles, las cuales son muy pocas. Una técnica alternativa a las TAON sería la de efecto Auger, pero para el sistema de TiN, no es adecuada por la interferencia que hay entre la señales de titanio y nitrógeno. La técnica cuyas siglas en inglés son: "SIMS" cuyo significado es: "Secondary Ion Mass Spectrometry" y en español significa "Espectrometría de Masas de Iones" tampoco es muy adecuada debido a que es una técnica destructiva que altera la composición de nitrógeno en la película de TiN durante la medición, debido a que se pierde nitrógeno.

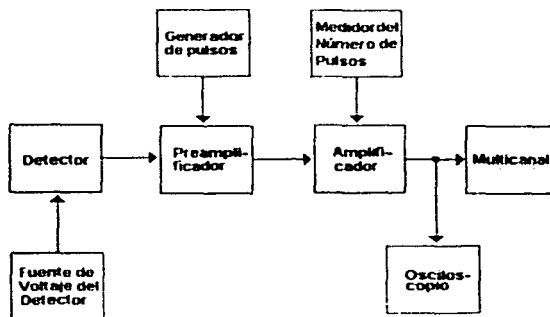
El acelerador Van de Graaff de 5.5 MV que se encuentra en las instalaciones del Instituto de Física de la U.N.A.M. y que se describió con algún detalle en el Capítulo I, lo mismo que se hizo con aspectos generales de las TAON se usaron para el análisis de las multicapas de TiN/Ti/acero.

Para establecer que TAON se usaría para el análisis de las muestras requirió de una minuciosa investigación para establecer la técnica más adecuada. Esta investigación se pudo hacer usando simulaciones con el programa SIMNRA y lo cual ilustraremos con algunos ejemplos más adelante. Un haz de deuterio con una energía de 1380 keV y el uso de un detector de barrera superficial puesto en un ángulo de laboratorio de  $\theta = 150^\circ$ , fue la TAON que se seleccionó para el análisis de las muestras.



### III.2.1. Detector de Barrera Superficial y Sistema Electrónico Asociado en Experimentos de TAON.

El sistema de adquisición de datos que se usa en experimentos típicos del empleo de las TAON se muestra esquemáticamente en la figura III.3 en el cual una de las componentes básica es un detector de barrera superficial.

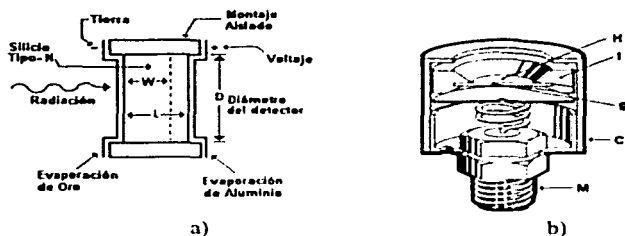


La figura III.2 representa en forma esquemática la electrónica de pulsos de voltaje que se utiliza en la adquisición de datos en experimentos con aceleradores.

El funcionamiento del detector y sistema electrónico es descrito con detalle en la literatura y con el objeto de describir los espectros de energía que se generan por el bombardeo de las muestras, aquí se hará una descripción muy general.

El detector de barrera superficial eléctricamente[27] es un diodo. El material del diodo es de silicio en forma mayoritaria. Cuando se usa como detector de radiación ionizante, el voltaje de operación es en el sentido de no conducción del diodo. En el diagrama de la fig. III.3 se indica la fuente de DC de polarización del detector, y el voltaje de operación del detector se establece según el espesor de este. Cuando una partícula con energía cinética superior algunas decenas de keV inciden en su volumen sensible del detector da origen a un pulso eléctrico cuya amplitud  $v_p$  es proporcional a la energía de esta.

La forma geométrica del detector es de un cilindro y en sus caras transversales se ponen los contactos eléctricos, siendo uno de estos una película de oro  $\approx 500 \text{ \AA}$  de espesor y el otro contacto es de aluminio. Un diagrama esquemático del montaje de un detector de barrera superficial se muestra en la figura III.4.



La fig. III.3 Diagrama esquemático y montaje de un detector de berrera superficial para partículas Uno de los electrodos de contacto con el volumen sensible del detector es de oro y el otro es de aluminio

El espesor del detector se selecciona según el tipo de partículas ( protones, alfas, deuterio, etc) y la energía de estas que se desea medir. Parte del diseño del experimento es seleccionar el espesor del detector de barrera superficial, lo cual es necesario calcular las posibles energías de las partículas que se pueden producir por el bombardeo de las muestras. Estos cálculos se realizan usando las ecuaciones de la cinemática 1-24, 1-25 y 1-26 que se describieron en el Capítulo I. Como se menciona un haz de deuterio de energía de 1490 keV y geometría de detección IBM ( en la cual la normal del blanco, la dirección del haz y el detector están en un mismo plano) con ángulo del detector puesto en un ángulo  $\theta = 150^\circ$  se selecciono para analizar las multicapas de TiN/Ti .

Las posibles reacciones nucleares exoenergéticas que pueden ocurrir son:  $^{14}\text{N}(d, p, )^{15}\text{N}^*$  y  $^{14}\text{N}(d, \alpha, )^{12}\text{C}$ , donde el índice "i" se refiere al nivel de energía en que el núcleo residual. El índice  $i = 0$  denota que el núcleo residual es el estado base. La "Q" de la reacción nuclear se definió en la ecuación 1-18. Para el calculo de la cinemática se define  $Q_i$  correspondiente a la energía de excitación del nivel  $E_i$ , como:  $Q_i = Q_0 - E_i$ . Cálculos de la cinemática para las reacciones nucleares relacionadas con la planeación de los experimentos y tambien de cálculos de energías de dispersión elastica de deuterio con núcleos de Ti y N se muestran en la tabla III.3.

Tabla III.3

Calculo de las energías de las partículas producidas por el bombardeo de núcleos de N y Ti con un haz de deuterio de energía de 1490 Kev, ángulo de detección  $\theta = 150^\circ$ . Y geometría de detección IBM. Las energías para las colisiones elásticas con los núcleos de Ti y N tambien son calculadas

Reacción	Valor Q (keV)	Energía Después de la Reacción de "y" (keV)	Energía del Ion Dispersado para el Elástico (keV)
$^{14}\text{N}(d, \alpha_0)^{12}\text{C}$	13574	9927.40	---
$^{14}\text{N}(d, \alpha_1)^{12}\text{C}$	9146	6809.87	---
$^{14}\text{N}(d, P_0)^{15}\text{N}$	8610	8721.22	---
$^{14}\text{N}(d, P_1)^{15}\text{N}$	0.00	1018.94	---
$^{14}\text{N}(d, P_2)^{15}\text{N}$	0.00	1018.94	---

$^{14}\text{N}(\text{d},\text{P}_3)^{15}\text{N}$	2285	3022.90	---
$^{14}\text{N}(\text{d},\text{P}_4)^{15}\text{N}$	0.00	1018.94	---
$^{14}\text{N}(\text{d},\text{P}_5)^{15}\text{N}$	1305	1018.94	---
<b>Elastico</b>			---
$^{14}\text{N}(^2\text{H},^2\text{H})^{14}\text{N}$	0.00	2155.49	867.64
$^{48}\text{Ti}(^2\text{H},^2\text{H})^{48}\text{Ti}$	0.00		1273.68

Usando la perdida de energia descrita por la potencia de frenamiento  $S = -dE/dx$  que se describio en el Capitulo 1 en la seccion I-11-2, es posible calcular el rango de una partícula en un material. El rango se define como el espesor dentro del material en el cual la partícula pierde toda su energía, es decir, la energía de la partícula tiene valor 0. En la figura III-5 se muestra una grafica del rango para diferentes partículas (protones, alfas, deuterones, etc) en función de la energía de estas. Usando estas graficas dio la justificación de usar un detector de 300  $\mu\text{m}$  de espesor, lo cual es suficiente para que en el detector pierdan toda su energía partículas alfas con energía  $\leq 10$  MeV y protones con energía  $\leq 14$  MeV.

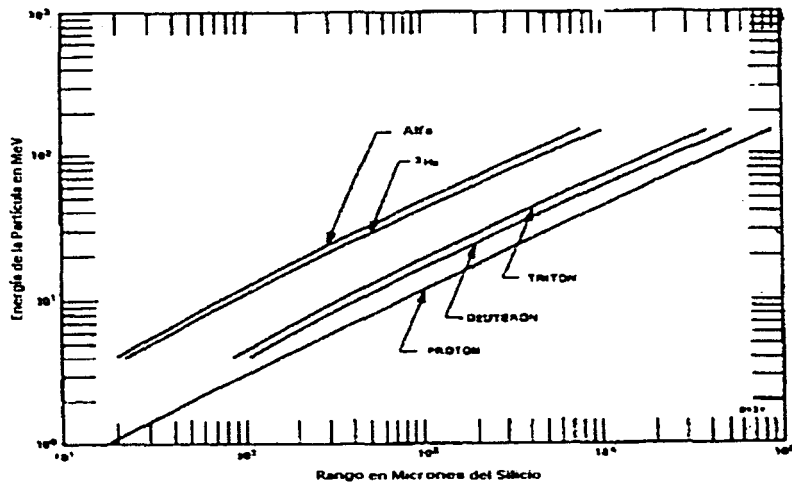


Fig.III-4. La figura muestra curvas del rango de energia para partículas cargadas en silicio[28]

Con el detector seleccionado se pueden medir en principio las energías de la mayoría de partículas producidas en blancos que contengan N y Ti.

### **III.2.2. El Pre Amplificador, Amplificador Lineal y Sistema Multicanal de Altura de Pulsos.**

La amplitud de los pulsos del detector de barrera superficial es solo de algunos cuantos milivoltios (mv). Para que estos pulsos puedan ser medidos por un sistema electrónico de análisis de altura de pulsos, se requiere de un sistema electrónico de amplificación lineal para elevar la amplitud de estos pulsos a un nivel hasta de 10 voltios. Esto se logra con los módulos electrónicos estandarizados llamados pre y amplificador lineal, los cuales tienen además la función de formación de pulsos para que los pulsos puedan ser medidos.

El amplificador se caracteriza con un parámetro que se le denomina "Ganancia G" y se define como la razón de las amplitudes del pulso de salida a la de entrada. El valor de G puede seleccionarse con un control (potenciómetro) del amplificador y puede tener valores entre 1500 a 2.5. Por ejemplo, si la ganancia  $G = 1000$  y los pulsos de entrada son de 1 mv, los pulsos de salida tendrán una amplitud de 1 voltio.

El pre amplificador tiene una ganancia  $G = 1$  y su función es tanto de formación de pulso (diferenciación) y de acoplamiento de impedancias entre el detector y el amplificador.

El sistema de análisis de amplitud de pulsos se hace con una tarjeta electrónica acoplada a una computadora personal. Esta computadora no se indica en la figura III.2. Este sistema de análisis de pulsos es un convertidor analógico-digital y es un "Sistema Multicanal de Análisis de Altura de Pulsos" (SMAAP). La digitalización de los pulsos se les denota como número "C" de "canal" y son números enteros de la forma  $2^n$ . El número total de canales caracteriza la tarjeta del SMAAP y la que se usó en las mediciones que se reportan en esta tesis fue de 2048 canales.

### **III.2.3 Espectro de altura de pulsos y calibración en energía del detector.**

Una descripción de lo que es el espectro de energías que se genera con el espectrómetro de energías con un detector de barrera superficial como el que se indica en figura III.3 4, se describe a continuación. Las partículas que se inciden al detector tienen por lo general diferentes energías E y por lo tanto el detector producirá una distribución de pulsos eléctricos con diferentes amplitudes  $v_0$  debido a proporcionalidad con la energía E de cada una de las partículas incidentes al detector. La amplitud de salida del pre-amplificador  $v_1$  es proporcional a  $v_0$ . La amplitud de los pulsos de salida  $v_2$  es proporcional a la ganancia G seleccionada del amplificador y será proporcional a la energía E de cada partícula. La amplitud máxima  $v_2$  del SMAAP usado es de 10 voltios, por lo que pulsos de 10 voltios se clasifican con el número de canal 2048. Pulsos con valores de  $v_2$ : 1,2,3,4,5,6,7,8 9 y 10 el sistema les

asignara los canales: 204,8,...respectivamente. El SMAAP además de clasificar los pulsos por su altura, cuenta el numero de estos. Esta información se presenta como una grafica, donde el eje horizontal es en número de "canal" y en el vertical es el numero de pulsos correspondiente al canal.

La relación entre número de Canal C y energia E, se puede resumir analíticamente por relaciones de proporcionalidad (indicada por el símbolo ~ ), dado que  $v_2 \sim v_1 \sim v_0 \sim E \sim C$ , estas relaciones de proporcionalidad se pueden resumir analíticamente como:

$$E = b.C. + O \quad (III.1)$$

El parámetro b (energía/canal) el usuario la selecciona a través de la ganancia G del amplificador. El parámetro "O" tiene unidades de energía y se le denomina como "offset". La determinación de b, normalmente se hace usando fuentes radioactivas que emiten partículas  $\alpha$ , que se hacen incidir en el detector y ajustando la ganancia "G" del amplificador. Tomando la energía de las partículas  $\alpha$ s como referencia el obtiene el valor de "b" y de "O" Este proceso se le llama "CALIBRACIÓN EN ENERGÍA DEL DETECTOR"

La figura III-5, muestra un espectro de energía de calibración del detector, para el cual se uso una fuente tripe de partículas  $\alpha$ s cuyos elementos radioactivos son: Pu  $^{239}$  (5150 keV), Am  $^{241}$  (5480) y Cm  $^{241}$  (5800 keV) Los números entre paréntesis es la energía de decaimiento mas intenso del radioisótopo indicado. En este ejemplo la ganancia "G" se selecciono para que los parámetros "b" y "O" tuvieran los siguientes valores:  $b = 7.82 \text{ keV/canal}$  y  $O = 78$ , y Cm  $^{241}$  (5800 keV).

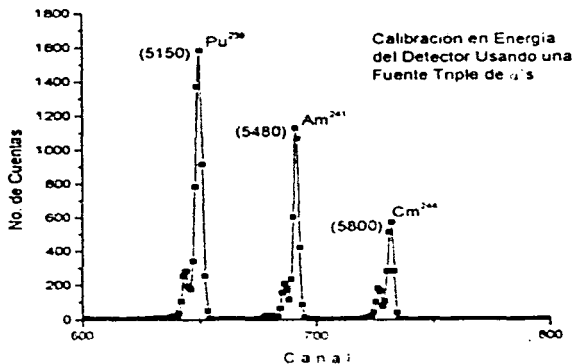


Figura III 5. Espectro de altura de pulsos para un detector de barrera superficial generado por la incidencia en el detector de partículas proveniente de una fuente tripe cuyos elementos radioactivos son: Pu  $^{239}$  (5150 keV), Am  $^{241}$  (5480) y Cm  $^{241}$  (5800 keV).

Un espectro de energía como el de la figura III.4, en el eje vertical está relacionado con el número de pulsos en el canal. C con amplitud  $v_2$  al cual se le asigno el numero de canal C.

### III.3. Simulaciones de espectros de energía para multicapas de TiN/Ti/acero.

Las técnicas de simulaciones usando computadoras personales (PC's) o supercomputadoras con estaciones de trabajo son usadas en diferentes áreas, por ejemplo, los pilotos de aviones comerciales o de helicópteros en sus etapas de aprendizaje, o los operadores de plantas eléctricas con reactores nucleares de potencia usan simuladores durante su entrenamiento, etc. Los programas de simulaciones son programas de computo complejos en los cuales se simulan situaciones de emergencia que un posible piloto u operador de un reactor podrían enfrenarse en la practica profesional.

En relación al uso de las TAON existen programas de computo para PC's que además de servir para el análisis de muestras producidas por el bombardeo con iones producidas con un acelerador, se pueden usar para calcular espectros de energía de muestras con una estructura teórica supuesta por el usuario. Algunos de estos programas pueden ser adquiridos comercialmente, tal como el denominado "RUMP" y el "SIMNRA".

Quien desarrollo el programa SIMNRA le dio este nombre por las siglas en ingles de "SIM" que significa "simulación" y NRA que significa "Nuclear Reaction Análisis". El programa "SIMNRA es mas completo que el programa RUMP ya que incluye una gran biblioteca de archivos de secciones de reacciones nucleares experimentales, además de las secciones elásticas (descritas por Rutherford y aun las nos descritas por Rutherford) con las cuales se pueden analizar en forma más precisa muestras las cuales contienen N, C, O y otros núcleos ligeros en los cuales pueden ocurrir reacciones nucleares, por ejemplo cuando se bombardea con haces de deuterio,  $^3\text{He}$ , etc.

El programa SIMNRA como ya se había mencionado en el Capitulo I, fue el que se uso para el análisis de las muestras que se estudiaron en esta tesis. Usando simulaciones de muestras de recubrimientos hipotéticos de multicapas de TiN/Ti se mostrara algunos ejemplos de estas simulaciones que fueron la base para seleccionar una TAON adecuada.

Ya sea el programa RUMP o SIMNRA, la simulacion de un espectro se basa en los principios descritos el Capitulo I seccion I-9, y la ecuación I-10, donde se describen todos los parámetros involucrados en esta ecuación. Una de las dificultades de programar esta ecuación es que deben tomarse en cuenta todos los fenómenos que ocurren cuando el haz penetra en la muestra tales como: potencia de frenamiento, esparcimiento en energía, ("straggling"), cinemática de reacciones nucleares y la sección de interacción de los proyectiles con los núcleos blancos. El cálculo de esta ecuación para una "película delgada" puede hacerse en forma manual si se dispone de los datos necesarios. Sin embargo, muchas de las muestras por analizar no son películas delgadas como en el caso de los recubrimientos multicapas de TiN/Ti/acero y el calculo del espectro es muy complejo.

En una simulación al programa se le tiene que proveer de datos relacionados con el experimento tales como: tipo de haz ( deuterio, protones, alfas, etc), energía del haz en unidades de keV's, geometría de detección ( IBM o Cornell), ángulo del haz respecto a la muestra, ángulo en el sistema del laboratorio de donde se coloca el detector, su ángulo sólido  $\Omega$  (en unidades de msr ) y resolución en energía del detector, que se denota por FWHM ( en unidades de keV) cuyas siglas en ingles provienen de "Full Width Half Maximum) y por ultimo la dosis "D" del numero total de particula del haz con el cual se irradia la muestra por analizar. Debido a que "D" se puede medir como una carga eléctrica integrada en la supuesta jaula de Faraday donde se encuentra la muestra, "D" se mide en  $\mu$  culombios.(  $1\mu C = 6.24 \times 10^{12}$  particulas). Otros parámetros que deben proveerse son "b" (keV/canal) y "O" (keV) definidos por la ecuación III.1 y definen calibración del detector, por medio de la cual se calcula la energía E de las particulas medidas con el numero del canal C. Otros datos que se les suministra al programa es relacionado con la estructura hipotética de la muestra tales como elementos atómicos que la constituyen y sus concentraciones relativas en función del espesor de estas, es decir el "perfil".

A continuación mostramos algunos ejemplos de cálculos de simulaciones de espectros de energía: H ( numero de cuentas) Vs C (numero de Canal) de recubrimientos hipotéticos de TiN/Ti auto soportados y TiN/Ti/acero Estos parámetros se muestran en la Tabla III.3.4 y son similares a como se realizaron la mayoría de las muestras que se reportan en esta tesis.

Tabla III.4

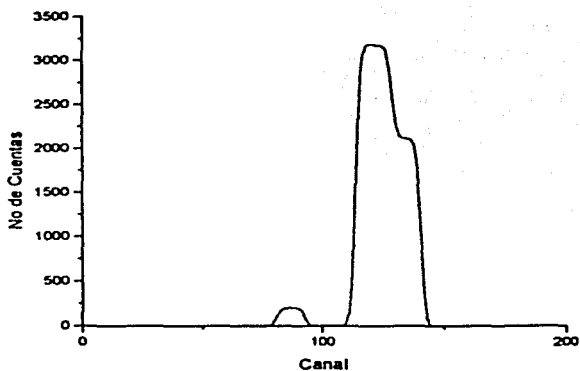
Parámetros experimentales relacionados con la TAON

Grupo de parámetros de que como se piensa realizar el experimento:

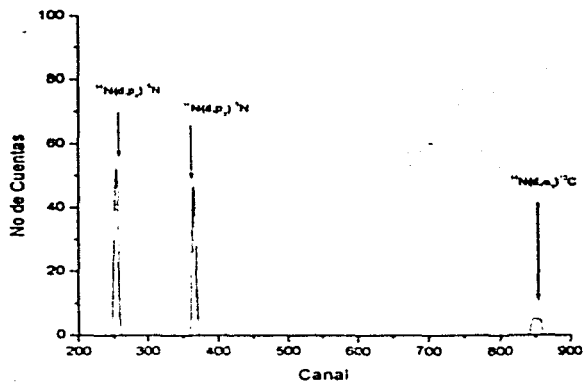
Tipo de haz: deuterio  
 Energía del haz: 1380 keV  
 Geometría: IBM  
 Ángulo del detector: 150°  
 Ángulo de la normal del blanco respecto al haz: 0°.  
 Ángulo sólido del detector:  $\Omega = 2$  msr.  
 Resolución del detector: FWHM = 25 keV  
 Calibración del detector: b = 7.8 (keV/canal) y O = 78  
 Dosis "D" =  $32 \times 10^{12}$  particulas

#### Ejemplo No 1

Datos del Blanco Hipotético: Bicapa de TiN/Ti auto sostenida.  
 Primera película respecto al haz:  
 TiN, de un espesor de 400 nm ( 4040 monocapas atómicas)  
 Segunda película: Ti, de un espesor de 400 nm (3600 monocapas atómicas)



a)



b)

En la fig III.5.a) Se muestra la simulación de un espectro de RBS y la fig III.5.b) muestra el espectro de reacciones nucleares para una bicapa de TiN/Ti auto sostenida, la composición de TiN es de partes iguales.

Como se menciono la técnica de RBS ha sido usada extensivamente para el análisis de materiales, sin embargo, en muchos casos RBS con un haz de partículas de  ${}^4\text{He}^+$  es inefectivo. En algunos casos, con partículas incidentes a bajas energías la señal se traslapa,



en este intervalo las partículas pueden perder poca de su energía al atravesar la película resultando picos muy estrechos en el espectro, una manera de solucionar esto es incrementar la energía de las partículas incidentes que ayuda a la resolución de los picos de los elementos de una película delgada en la cual están muy cercanas sus masas.

Al incrementar la energía de la partícula tiene mas probabilidad de penetrar la barrera del potencial de Coulomb del núcleo blanco ( en especial para elementos ligeros ) ,la dispersión de las partículas que logran un efecto túnel a través o sobre la barrera de potencial ,no es mas grande que la dispersión pura del potencial de Coulomb ,es llamada retrodispersión de no-Rutherford .La sección transversal de la retrodispersión de no-Rutherford no es predecible teóricamente en muchos casos. El método de reacciones nucleares es especialmente de ayuda en casos donde regularmente RBS es inefectivo es decir es una técnica complementaria.

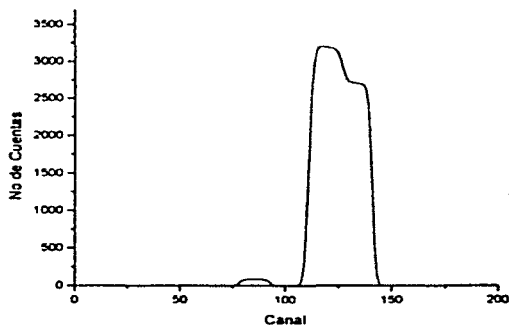
En la fig III.5.a) se muestra el espectro de RBS teórico simulado de una bicapa de TiN/Ti auto sostenida donde se observan los elementos Ti N de la película para este caso bastaría con el espectro de RBS para realizar el análisis, en la fig III.5.b) se muestra el espectro de reacciones nucleares, en donde se obtendría información solamente del N.

En la fig III.6.a) se muestra el espectro de RBS teórico simulado de una bicapa de TiN/Ti auto sostenida la diferencia con la simulación de la fig III.5.a) y III.5.b) es que la concentración del Ti es tres veces mas que la del N ,la fig III.6.b) muestra el espectro de reacciones nucleares . La diferencia entra los espectros de las figuras III.5.a y b los de la fig III.5 a y b se observa en el primer escalón que es la primera capa (TiN) que el haz ve en la Fig III.6.a) es mas alto que en la fig III.5.a) y en cuanto a los espectros de reacciones nucleares el espectro de la fig III.6.b) es menos alto que el de la fig III.5.b). Esto se debe a la diferencia entre los dos espectros en cuanto a la altura y el ancho, se debe a que la sección diferencial transversal  $\frac{d\sigma}{d\Omega}$  para el Ti es mayor que la del N, debido a que la Z es mayor para el Ti que para el N, por lo que el número de eventos para el Ti es mayor para el Ti, además, conforme entra el haz a la película va perdiendo energía y esto se traduce en el espectro en un corrimiento de la señal del elemento.

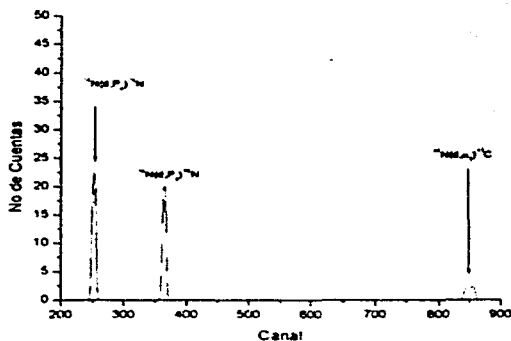
En la fig III.7.a) muestra el espectro de RBS teórico simulado para una bicapa de TiN/Ti sobre un sustrato de acero en donde se puede observar que la señal del N se traslapa con al del sustrato que es de acero, por que la aleación del acero es basicamente Fe contiene otros elementos, aunque todavia se puede diferenciar ya no es con la misma claridad que cuando la bicapa es auto sostenida, el pico mas alto es de Fe. La fig III.7.b) muestra el espectro de reacciones nucleares, que en este caso es de mucha ayuda por que con él podemos hacer el análisis del N de manera segura ya que como se menciono al principio es una técnica complementaria de la técnica de RBS. Es importante aclarar en este momento que en los espectros de reacciones nucleares aparecen varias reacciones nucleares, la que se elige para hacer el análisis se elige la mas claras, en esta tesis la reacción que se elige es la  $^{14}\text{N}(\text{d},\alpha_1)^{12}\text{C}$  que es la mas clara en los espectros obtenidos.

Es importante aclarar en este momento que en los espectros de reacciones nucleares aparecen varias La fig III.8.a) y III.8.b) se muestran los espectros de RBS teórico simulado para una bicapa de TiN/Ti sobre un sustrato de acero, ambas muestras se bombardearon con un haz de partículas alfas ,la diferencia entre ellas es que la composición de la fig III.8.a) tiene una composición del TiN de uno a uno y la Fig III.8.b) tiene una composición del TiN de tres veces mas N que Ti .Lo que se observa es que no se logran distinguir los elementos de la película en ambos espectros, por lo que la técnica con el haz seleccionado no es útil.

La fig III.9.a) muestra el espectro de RBS teórico simulado para una muestra de seis TiN/Ti sobre un sustrato de acero, lo que se observa es que la señal del N se traslapa con la del sustrato, y que es difícil identificarla, en el espectro los máximos son el Ti y los mínimos son TiN. La figura HI.9.b) muestra el espectro de reacciones nucleares que donde se puede hacer el análisis del N, la reacción que se utiliza es la  $^{14}\text{N}(d,\alpha)^{12}\text{C}$  que es la mas clara en los espectros obtenidos experimentalmente.

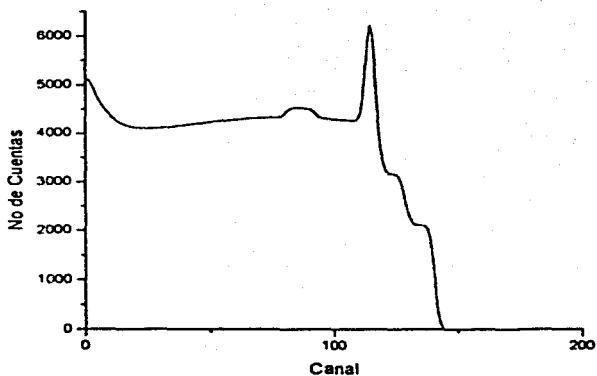


a)

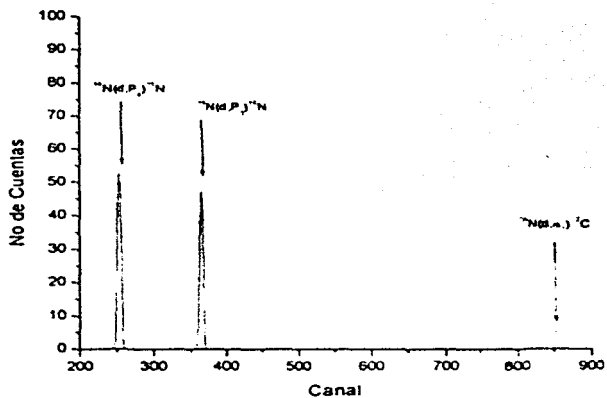


b)

En la fig III.6 a) Se muestra la simulación de un espectro de RBS y la fig III.6 b) muestra el espectro de reacciones nucleares para una bicapa de TiN/Ti auto sostenida, siendo en la composición de TiN tres veces más nitrógeno que titanio. Los parámetros experimentales son los mismos que en el ejemplo 1.

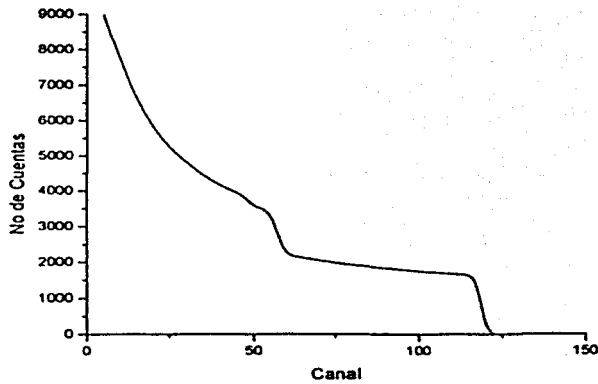


a)

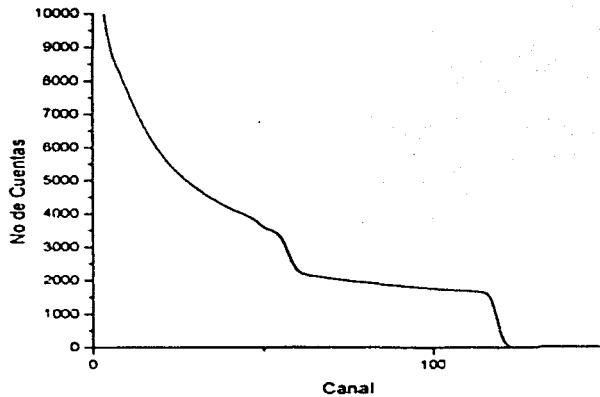


b)

En la fig III.7.a) Se muestra la simulación de un espectro de RBS y la fig III.7.b) muestra el espectro de reacciones nucleares para una bicapa de TiN/Ti/acero, la composición del TiN es uno a uno. Los parámetros experimentales son los mismos que en el ejemplo 1.

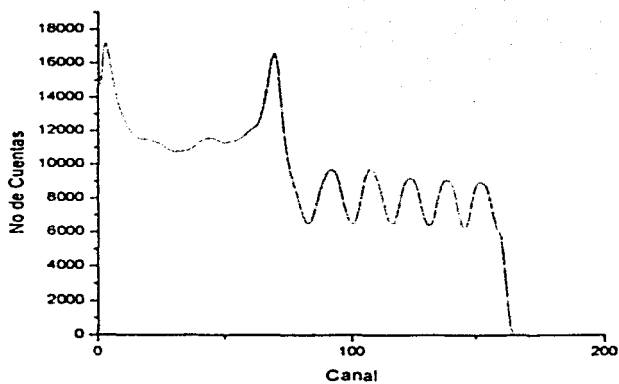


a)

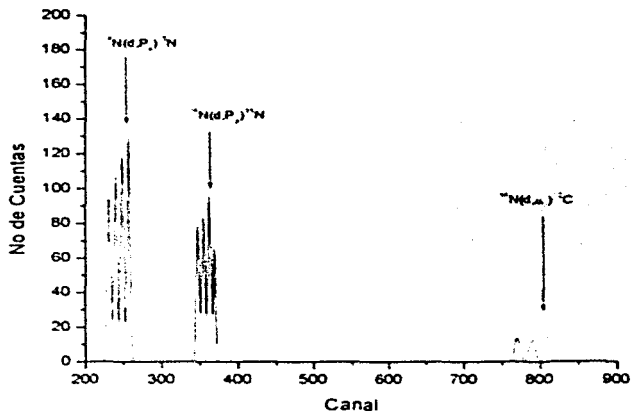


b)

La fig III.8.a) Muestra la simulación de un espectro de RBS de una muestra de TiN/Ti/acero la composición del TiN es de uno a uno y la fig b) es la simulación de un espectro de RBS también de TiN/Ti/acero la composición del TiN es tres veces más el nitrógeno que el titanio. Los parámetros experimentales que se usaron son los mismos que los de ejemplo 1 a excepción del haz que es de partículas alfa.



a)



b)

Fig III.9.a) Muestra la simulación de un espectro de RBS y la fig III.9.b) muestra la parte de reacciones nucleares para una muestra de seis capas de TiN/Ti con un sustrato de acero la composición del TiN es uno a uno. Los parámetros experimentales son los mismos para el ejemplo 1.

#### III.4. Resultados de los espectros de TiN/Ti/Acero.

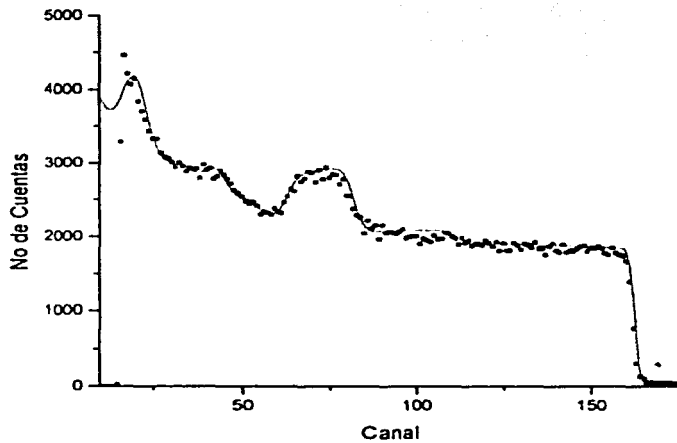
Los resultados de simular los espectros obtenidos por el bombardeo por un haz de deuterio en las muestras de TiN/Ti/Acero con el programa SIMRA se muestran a continuación:

En la muestra se depositaron experimentalmente 3 periodos de TiN/Ti sin embargo en la simulación del espectro se obtuvieron 5 periodos y se observa que hay una interfase entre el sustrato (Fe) y la primera capa depositada (Ti), que se simula con dos capas (capas 9,10).

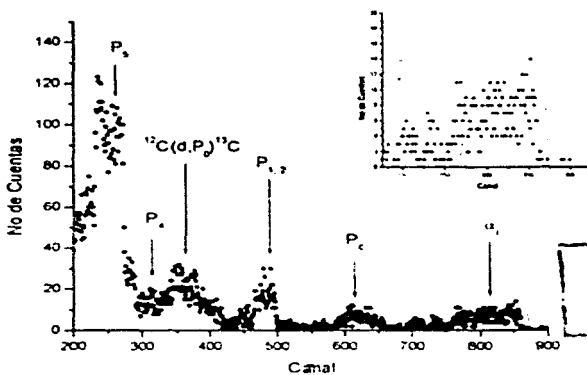
Tabla III.5

Valores obtenidos del espesor y de la concentración relativa de los elementos para cada una de las capas que se utilizo para la simulación del espectro de la muestra TiN06 de la tabla III.2. Se puede apreciar las capas que simulan la difusión del Ti en el sustrato.

Capa	Ti	N	Espesor (Monocapas/cm <sup>2</sup> )	Espesor (nm)
1	0.5	0.5	25000	2300
2	1	0	3400	577
3	0.65	0.35	1900	203
4	1	0	500	84
5	0.7	0.3	500	56
6	1	0	200	33
7	0.8	0.20	130	15
8	1	0	650	110
	<b>Ti</b>	<b>Fe</b>		
9	0.861	0.139	1490	190
10	0.715	0.285	1490	98
	<b>Espesor total del recubrimiento</b>		<b>35260</b>	<b>3668</b>
	0	1	15000	



a)



ANÁLISIS CON  
FALLA DE ORIGEN

b)

Fig III.10. Estos espectros corresponden a la muestra TiN06 de la tabla III.2. La figura a) muestra la simulación del espectro de RBS y la figura b) muestra el espectro de reacción nuclear.

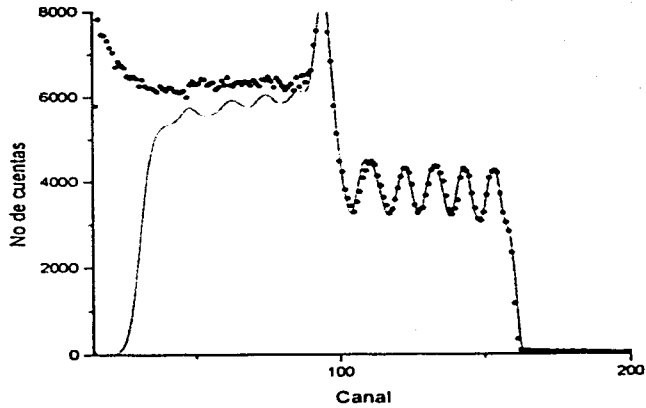
En la muestra se depositaron 6 periodos de TiN/Ti y en la simulación se necesitaron 6 periodos que corresponde con lo experimental, también se observa una interfase entre el sustrato (Fe) y la primera capa depositada (Ti) que se simula con una capa (capa 13)

Tabla III.6.

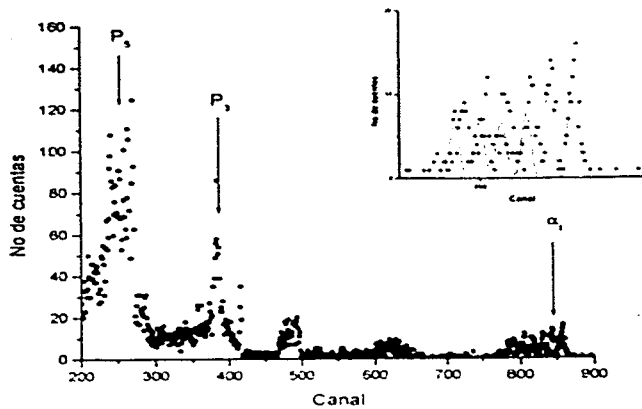
Valores obtenidos del espesor y de la concentración relativa de los elementos para cada una de las capas que se utilizo para la simulación del espectro de la muestra TiN07 de la tabla III.2. Se puede apreciar las capas que simulan la difusión del Ti en el sustrato.

Capa	Ti	N	Espesor (Monocapas/cm <sup>2</sup> )	Espesor (nm)
1	0.5	0.5	1900	175
2	1	0	1400	237
3	0.49	0.51	1700	287
4	1	0	1400	237
5	0.488	0.512	1450	132
6	1	0	1500	253
7	0.5	0.50	1550	143
8	1	0	1250	212
9	0.5	0.50	1750	161
10	1	0	1700	287
11	0.365	0.635	1200	95
12	1	0	1800	304
	<b>Ti</b>	<b>Fe</b>		
13	0.50	0.50	400	28
	<b>Espesor total del recubrimiento</b>		19000	2551
14	0	1	10000	





a)



b)

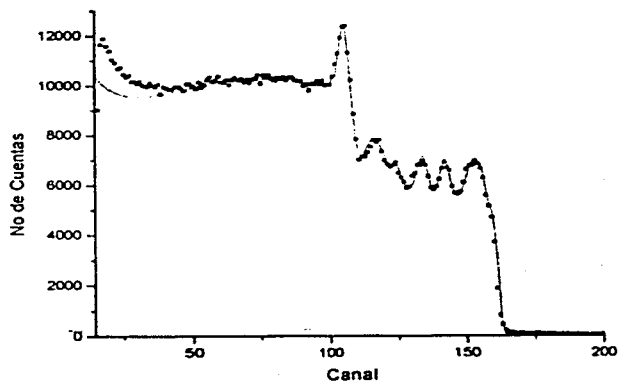
La fig-III.11 Estos espectros corresponden a la muestra TiN07 de la tabla III.2. La fig III.11.a) muestra la simulación del espectro de RBS y la fig III.11.b) muestra la simulación del espectro de reacción nuclear.

En la muestra se depositaron experimentalmente 6 periodos de TiN/Ti sin embargo para la simulación del espectro se necesitaron 7 periodos, observándose una interfase entre el sustrato (Fe) y la primera capa (Ti), simulándose con una capa (capa 14).

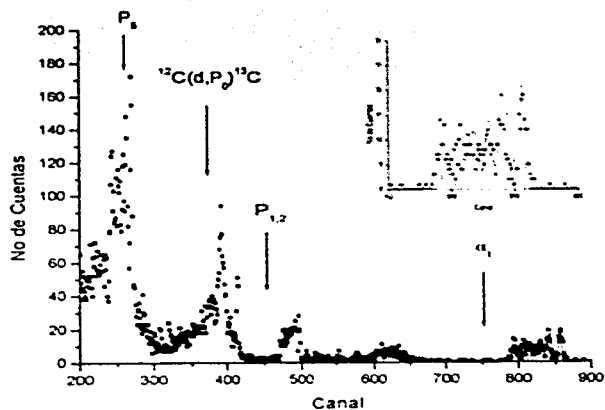
Tabla III.7.

Valores obtenidos del espesor y de la concentración relativa de los elementos para cada una de las capas que se utilizo para la simulación del espectro de la muestra TiN08 de la tabla III.2. Se puede apreciar las capas que simulan la difusión del Ti en el sustrato.

Capa	Ti	N	Espesor (monocapas/cm <sup>2</sup> )	Espesor (nm)
1	0.5	0.5	1950	180
2	1	0	700	118
3	0.5	0.5	300	28
4	1	0	750	13
5	0.575	0.425	2400	239
6	1	0	800	135
7	0.555	0.445	1700	166
8	1	0	900	152
9	0.59	0.41	2300	236
10	1	0	500	84
11	0.65	0.35	900	96
12	1	0	2000	338
13	0.35	0.65	400	31
14	1	0	1600	270
	<b>Ti</b>	<b>Fe</b>		
15	0.485	0.515	5000	410
	<b>Espesor total del recubrimiento</b>		22200	2496
16	0	1	20000	



a)



b)

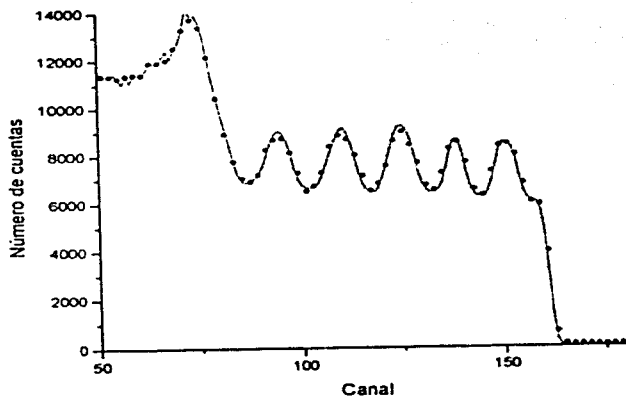
La fig-III.12. Estos espectros corresponden a la muestra TiN08 de la tabla III.2.La fig III.12.a) muestra la simulación del espectro de RBS y la fig III.12 b) muestra la simulación del espectro de reacción nuclear.

En la muestra se depositaron experimentalmente 6 periodos de TiN/Ti sin embargo para la simulación del espectro se necesitaron 8 periodos y se observa una interfase entre el sustrato (Fe) y la primera capa (Ti) que se simula con dos capas (capa 17 y 18).

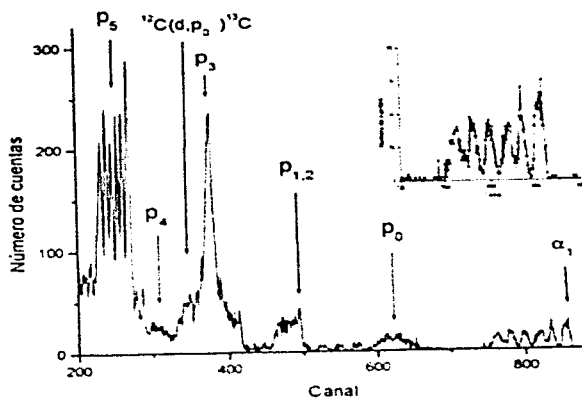
Tabla III.8

Valores obtenidos del espesor y de la concentración relativa de los elementos para cada una de las capas que se utilizo para la simulación del espectro de la muestra TiN09 de la tabla III.2. Se puede apreciar las capas que simulan la difusión del Ti en el sustrato

Capa	Ti	N	Espesor (Monocapas/cm <sup>2</sup> )	Espesor (nm)
1	0.5	0.5	2900	268
2	1	0	700	118
3	0.5	0.5	200	18
4	1	0	700	118
5	0.5	0.5	1	00.923
6	1	0	1	00.169
7	0.5	0.5	2500	230
8	1	0	1075	182
9	0.51	0.49	2300	214
10	1	0	1700	287
11	0.48	0.52	2300	208
12	1	0	1500	253
13	0.47	0.53	2300	205
14	1	0	1100	186
15	0.56	0.44	2500	245
16	1	0	1770	300
	<b>Ti</b>	<b>Fe</b>		
17	0.48	0.52	750	51
18	0.25	0.75	200	14
	<b>Espesor total del recubrimiento</b>		20697	2898.46
19	0	1	10000	



a)



b)

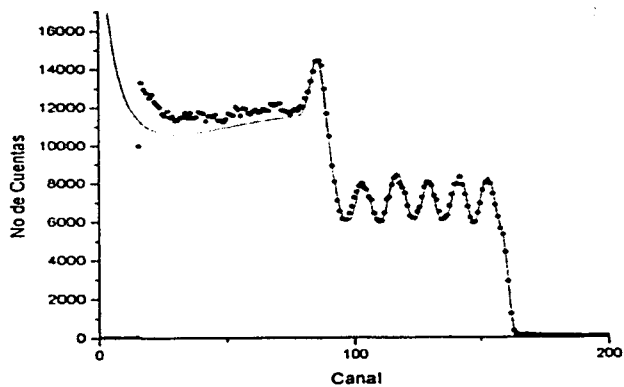
La fig-III.13 Estos espectros corresponden a la muestra TiN09 de la tabla III.2. La fig III.13.a) muestra la simulación del espectro de RBS y la fig III.13.b) muestra la simulación del espectro de reacción nuclear.

En la muestra se depositaron experimentalmente 6 periodos de TiN/Ti sin embargo para la simulación del espectro se necesitaron 8 periodos y se observa una interfase ente el sustrato (Fe) y la primera capa depositada (Ti) y se simula con una capa (capa 17).

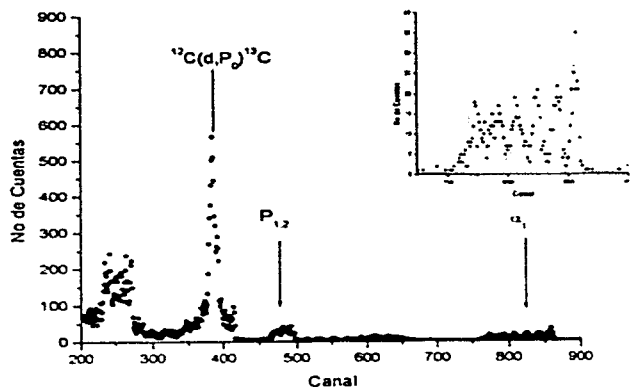
Tabla III.9.

Valores obtenidos del espesor y de la concentración relativa de los elementos para cada una de las capas que se utilizo para la simulación del espectro de la muestra TiN10 de la tabla III.2. Se puede apreciar las capas que simulan la difusión del Ti en el sustrato.

Capa	Ti	N	Espesor (Monocapas/cm <sup>2</sup> )	Espesor (nm)
1	0.5	0.5	2000	184
2	1	0	1650	279
3	0.51	0.49	2000	186
4	1	0	1500	253
5	0.52	0.48	2500	236
6	1	0	1100	186
7	0.52	0.48	2500	236
8	1	0	1500	253
9	0.5	0.5	2500	230
10	1	0	1050	177
11	0.49	0.51	2300	210
12	1	0	90	15
13	0.33	0.67	480	36
14	1	0	120	20
15	0.115	0.885	750	40
16	1	0	180	30
	Ti	Fe		
17	0.58	0.42	960	65
	<b>Espesor total del recubrimiento</b>		<b>231800</b>	<b>2637</b>
18	0	1	20000	



a)



b)

La fig-III.14. Estos espectros corresponden a la muestra TiN10 de la tabla III.2. La fig III.14.a) muestra la simulación del espectro de RBS y la fig III.14.b) muestra la simulación del espectro de reacción nuclear.

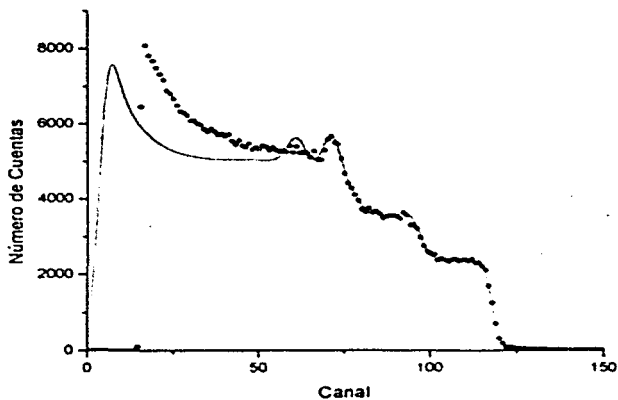
Las siguientes tres muestras son que se sometieron a una prueba de corrosión y se bombardearon para tratando de que el haz diera en la picadura de la muestra para tratar de observar en el espectro algún detalle, finalmente los resultados se muestran a continuación.

En la muestra se depositaron experimentalmente 2 periodos de TiN/Ti y para la simulación del espectro se necesitaron los mismos 2 periodos y se observa una interfase ente el sustrato (Fe) y la primera capa depositada (Ti) y simula con dos capas (capas 5,6).

Tabla III.10.

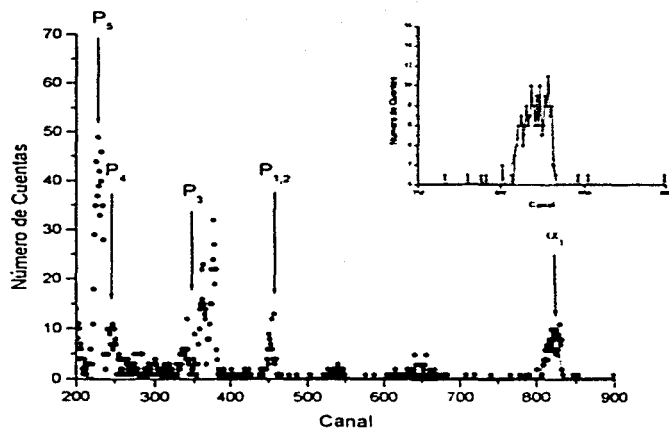
Valores obtenidos del espesor y de la concentración relativa de los elementos para cada una de las capas que se utilizo para la simulación del espectro de la muestra Ij11103. Se puede apreciar las capas que simulan la difusión del Ti en el sustrato

Capa	Ti	N	Espesor (Monocapas/cm <sup>2</sup> )	Espesor (nm)
1	0.5	0.5	6700	618
2	1	0	1600	270
3	0.94	0.06	1400	192
4	1	0	1800	304
	<b>Ti</b>	<b>Fe</b>		
5	0.865	0.135	900	57
6	0.30	0.70	1800	128
	<b>Espesor total del recubrimiento</b>		14200	1569
7	0	1	50000	



a)





b)

La fig. III.15. Estos espectros corresponden a la tabla de valores III.10 La fig III 15.a) muestra la simulación del espectro de RBS y la fig III.15.b) muestra la simulación del espectro de reacción nuclear.

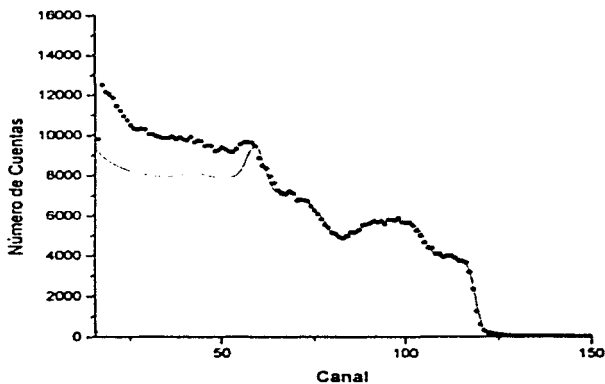
En la muestra se depositaron experimentalmente 6 periodos de TiN/Ti y para la simulación del espectro se necesitaron los mismos 2 periodos y se observa una interfase ente el sustrato (Fe) y la primera capa depositada (Ti) y simula con cuatro capas (capas 5,6,7,8).

Tabla III.11.

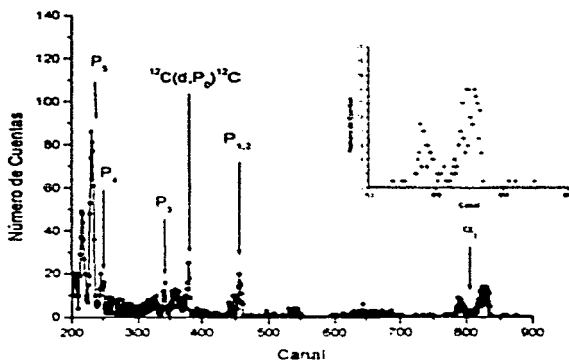
Valores obtenidos del espesor y de la concentración relativa de los elementos para cada una de las capas que se utilizo para la simulación del espectro de la muestra 1j1104. Se puede apreciar las capas que simulan la difusión del Ti en el sustrato

Capa	Ti	N	Espesor (Monocapas/cm <sup>2</sup> )	Espesor (nm)
1	0.54	0.46	4250	409
2	1	0	4100	693
3	0.70	0.30	200	22
4	1	0	1600	27
	Ti	Fe		
5	0.885	0.115	1000	63
6	0.7	0.30	1000	66

7	0.62	0.38	300	20
8	0.05	0.95	200	15
	<b>Espesor total del recubrimiento</b>		<b>12650</b>	<b>1315</b>
9	0	1	60000	



a)



b)

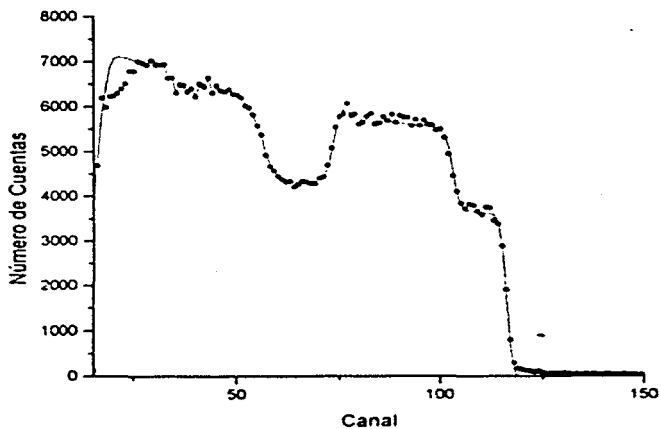
La fig-III.16. Estos espectros corresponden a la tabla de valores III.11 La fig III 16 a) muestra la simulación del espectro de RBS y la fig III 16 b) muestra la simulación del espectro de reacción nuclear.

En la muestra se depositaron experimentalmente 3 periodos de TiN/Ti y para la simulación del espectro se necesitaron los mismos 3 periodos y se observa una interfase ente el sustrato (Fe) y la primera capa depositada (Ti) y simula con cuatro capas (capas,7,8).

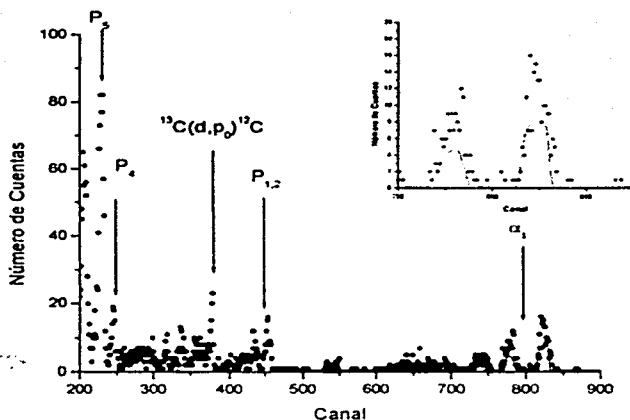
Tabla III.12.

Valores obtenidos del espesor y de la concentración relativa de los elementos para cada una de las capas que se utilizo para la simulación del espectro de la muestra Ij11 105. Se puede apreciar las capas que simulan la difusión del Ti en el sustrato.

Capa	Ti	N	Espesor (Monocapas/cm <sup>2</sup> )	Espesor (nm)
1	0.50	0.50	4200	387
2	1	0	6300	1060
3	0.52	0.48	2800	264
4	1	0	100	17
5	0.59	0.41	1100	111
6	1	0	1400	237
	<b>Ti</b>	<b>Fe</b>		
7	0.89	0.11	1900	120
8	0.65	0.35	3200	213
	<b>Espesor total del recubrimiento</b>		21000	2407



a)



b)

La fig-III.17. Estos espectros corresponden a la tabla de valores III.12. La fig III.17.a) muestra la simulación del espectro de RBS y la fig III.17.b) muestra la simulación del espectro de reacción nuclear.

### III.5. Medidas de Dureza.

Las medidas de microdureza se hicieron usando un equipo marca Matsuzawa MXT-UL. La velocidad con la que se aplico la carga fue de 50 mm/sec, tiempo que duró la aplicación de la carga fue de 30s, y las cargas fueron 5, 10 y 50 gramos.

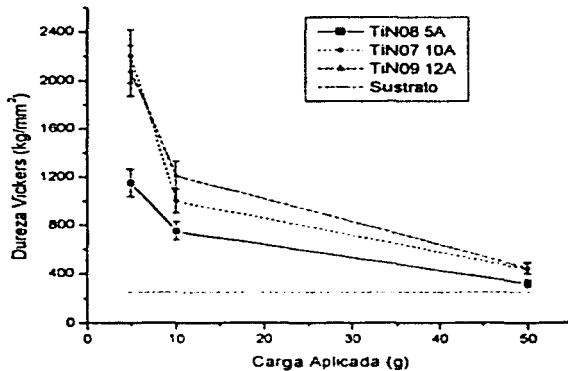
A continuación se presentan los resultados de la prueba de dureza para alguna muestra que se analizaron, la escala usada es la Vickers. Estas muestras tienen seis capas de Ti y 6 capas de TiN con espesores de aproximadamente 150 nm cada una dando un espesor total de 18 micras, fueron depositadas con diferentes corrientes aplicadas en la bobina que desbalancea el magnetrón para estudiar el efecto del campo magnético adicional sobre las propiedades de las películas.

Como se observa en la fig. III.18 la multicapa depositada a mayor corriente en la bobina (12 A)-Δ- es la que tiene mayor dureza.

TESIS CON  
FALLA DE ORIGEN

Tabla III.13.  
Valores de dureza para distintas cargas aplicadas.

Muestra	Carga Aplicada (g)	Dureza (Kg/mm <sup>2</sup> )	Carga Aplicada (g)	Dureza (Kg/mm <sup>2</sup> )	Carga Aplicada (g)	Dureza (Kg/mm <sup>2</sup> )
Sustrato	5	247	10	247	50	247
lab0205	5	2217	10	998	50	438
lab0206	5	1154	10	747	50	324
lab0207	5	2069	10	1214	50	438



La fig III.18. Muestra la gráfica correspondiente a la tabla III.13.

### III.6. Medidas de Corrosion.

La prueba de corrosion fue realizada usando el método de barrido de polarización potenciodinámica en una solución electrolítica de 0.5 M de NaCl y agua destilada en contacto con un burbujeo de aire sin purgar a una temperatura de 22° C. El barrido potenciodinámico fue hecho a 10 mV por minuto. El arreglo experimental es un arreglo convencional con tres electrodos. Los electrodos de trabajo fueron cuadrados de aproximadamente 1 cm<sup>2</sup> y cilindros de aproximadamente 0.68 cms<sup>2</sup>. Algunas pruebas son cíclicas.

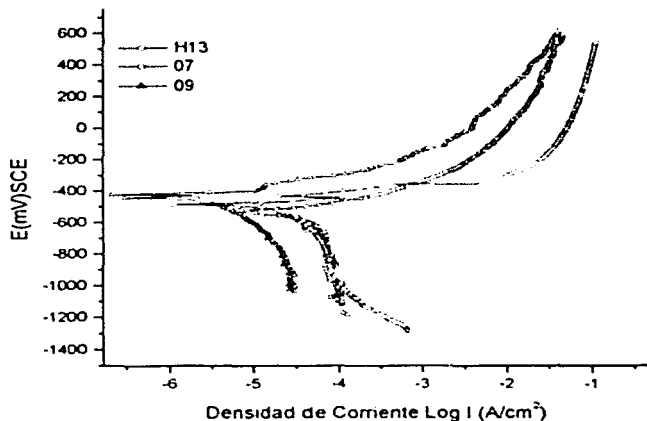
Los resultados de las pruebas se muestran a continuación, aclarando que no todas las muestras que les realizo la prueba de corrosión, son analizadas por TAON.

La corriente de corrosión  $I_{corr}$  se calculó tomando la parte anódica de la fig III.19.

Tabla III.14.

Valores que indica el potencial de picado , así como la corriente de corrosion.

Muestra	Potencial de Picado $E_{pit}$ (mV)	Corriente de Corrosion $I_{corr}$ (A)	Corriente en la Bobina $I_{coil}$ (A)	Periodos (TiN/Ti)
H13	-390	$2.5 \times 10^{-2}$		
07	-439.3	$4.4 \times 10^{-3}$	10	1
09	-398.2	$6.3 \times 10^{-4}$	12	1



La fig III.19. Muestra la grafica de corrosion que corresponde la tabla III.14.

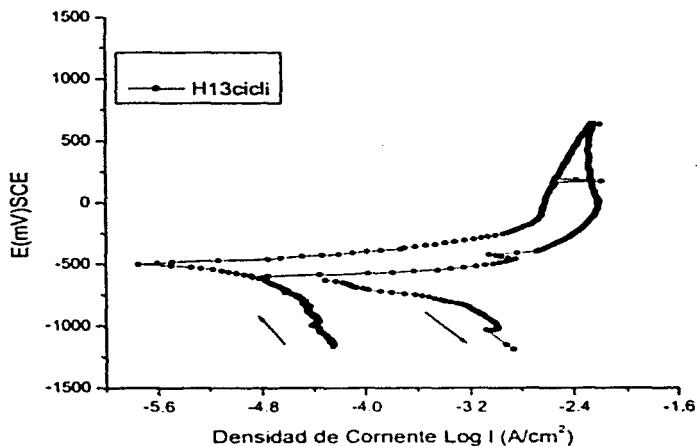
En la fig III.19 se observa el comportamiento de tres muestras de una prueba de corrosión, que va de la parte catódica hacia la parte anódica, la parte catódica es la parte de arriba que es cuando comienza aplicarse el potencial de ionización, cuando llega a  $E_{corr}$  se efectúa una polarización, y hay un cambio hacia la parte anódica, en la parte anódica se observa el comportamiento del proceso de corrosión. La trayectoria en la parte anódica ya que se inicia su proceso de corrosión ya no es también comportada como la parte catódica. La muestra con mayor resistencia a la corrosión es la 07 que fue depositada con la corriente más alta de 12 A.

En este caso la corriente de corrosión disminuye en casi dos ordenes de magnitud respecto al sustrato sin recubrir.

Tabla III.15.

La tabla muestra los valores del potencial de picado y la corriente de corrosion para una prueba ciclica

Muestra	Potencial de Picado $E_{pit}$ (mV)	Corriente de Corrosion $I_{corr}$ (A)
H13 (Ida)	-598	$2.88 \times 10^{-4}$
H13 (Regreso)	-488.3	$1.62 \times 10^{-5}$



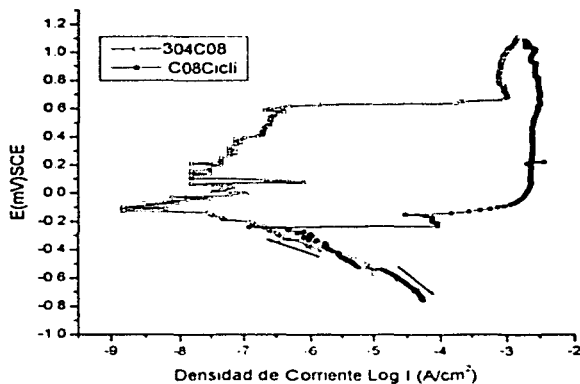
La fig III.20. Muestra la grafica de corrosion que corresponde la tabla III.15.

La fig III.20 al igual que en fig III.19 se le aplica un potencial de corrosión de positivo(catódica) a negativo(anódica), solo que al llegar al final de la parte anódica, se aplica un potencial de regreso, es decir, se le aplica un potencial de corrosión de la parte negativa a la positiva. Esto con el fin de obtener mas información del material.

Tabla III.16.

La tabla muestra los valores del potencial de picado y la corriente de corrosion para una prueba ciclica

Muestra	Potencial de Picado $E_{pit}$ (mV)	Corriente de Corrosion $I_{corr}$ (A)
304C08 (Ida)	-0.14	$8.51 \times 10^{-8}$
304C08 (Pegar)	-0.232	$2.34 \times 10^{-6}$



La fig III.21. Muestra la grafica de corrosion que corresponde la tabla III.16.

En la fig III21 el comportamiento es igual al de la fig III.20.



### III.7. Resultados y Discusiones.

La TAON usada para el análisis de multicapas resulto ser muy útil por que con ella se pudo determinar el perfil de concentración de los elementos(Ti, N) en cada capa, así como el espesor lineal de cada una, además, se observo difusión de la primera capa depositada (Ti) con el sustrato (Fe) debido a que para poder simular esta ultima parte se tuvo que emplear capas que contenian a los elementos Ti y Fe.

La dureza de los recubrimientos es fuertemente influidos por la presencia de las capas de Ti, las cuales tienen poca dureza, es decir, son relativamente blandas. Los valores de dureza de los recubrimientos son relativamente baja cuando el espesor de la ultima capa de Ti es menor de  $0.5 \mu\text{m}$ . La dureza de la muestra TiN07 a una corriente de 12 A es mayor que la de la muestra TiN06 5 A.

En las pruebas de corrosión que se hicieron fueron con muestras no todas son las analizadas con la TAON pero al igual que las muestras analizadas en esta tesis tambien fueron recubiertas con una bicapa y otras muestras son sustrato, es decir, sin recubrir esto, para hacer una comparación con las recubiertas, lo que se observo es que las muestras con recubrimiento tiene una mayor resistencia a la corrosión y, la que más resistió fue la que, el deposito de la multicapa descrita en la pagina 92 se hizo con una corriente de bobina de 12 A, recordando que el deposito de los recubrimientos se hizo variando este parámetro.

### III.8. Conclusiones.

La TAON usada en esta tesis para el análisis de las muestras recubiertas de TiN/Ti/Acero es una técnica muy útil para poder determinar ciertas características de los recubrimientos, que son muy importantes para su diseño. Ya que es una combinación de RBS y reacciones nucleares. Los recubrimientos de TiN/Ti mejoran las propiedades (corrosión, dureza, desgaste etc.) del material.

Con la TAON usada su puede apreciar la interfase entre el sustrato (Fe) y la primera capa depositada (Ti), haciendo una comparación de esta interfase encontrada en la muestra TiN08 y TiN09. Para la muestra de TiN08 se aplicó corriente en la bobina de 5 A y en la muestra TiN09 se aplicó una corriente en la bobina de 12 A. La diferencia de las interfases es que para la interfase de TiN08 se simula con una sola capa y para la interfase de TiN09 se simula con dos capas, lo que tambien se observa es que para simular los siete periodos de TiN/Ti de cada muestra, en la muestra TiN08 se simula con 7 periodos de TiN/Ti y para la muestra de TiN09 se simula con ocho periodos, es decir, sucede lo siguiente para simular la segunda capa depositada se necesitan dos periodos para simularla y para la muestra de

TiN09 pasa lo siguiente, para la penúltima capa que es de Ti se necesitaron se necesitaron 3 capas (Ti/TiN/Ti) para simularla y para la antepenúltima capa depositada que es de TiN se necesitaron 3 capas (TiN/Ti/TiN) para simularla, que podríamos pensar es que también en el depósito de las capas de Ti/TiN también hay interfaces.

La diferencia en las propiedades es la siguiente la muestra TiN09 tiene mayor dureza que la muestra TiN08. En cuanto a la corrosión comparando la muestra TiN07 con una corriente de bobina de 10 A contra la muestra TiN09 la muestra TiN09 tiene una corriente de corrosión menor que la muestra TiN07.

Esto tiene que ver con la corriente aplicada en la bobina para desbalancear el campo por que si hay una diferencia en las muestras en cuanto a como se depositan como en las propiedades, observándose que la mejor en cuanto a la mejora de propiedades es la muestra TiN09 con corriente de 12 A que es la mayor. Los recubrimientos de TiN/Ti mejoran las propiedades del material (corrosión, dureza, etc)

TESIS CON  
FALLA DE ORIGEN

## Referencias.

1. E.Andrade. *Nucl.Instr.and Meth. In Phys. Res.* B57(1991)802.
2. Flores M. Tesis de Maestria , UNAM, 1997, México D.F.
3. W.Bygrave,p.Treado and J. Lambert. *Accelerators Nuclears Physics. Inc.* 1970.
4. E. Andrade, J.C. Pineda. *Revista Mexicana de Fisica*, suplemento 1 (1992) 93-109.
5. Manual High Voltaje Engineering.
6. Amsel, G., and David , D. (1969), *Rev. Phys,Appl*,4,383
7. L.R. Doolittle, Nucl. Inst. And Meth. B9(1985)344.
8. M.Wieluski, M. Mayer, R. Behrisc, j. Roth, and B.M.u. Scherzer.Nucl. Instr. Meht. B122(1197)113.
9. W.K.Chu. *Back Scattering Espectrometry*, academic Prss. New York (1978).
10. Arya, P.A. *Fundamentals of Nuclear Physics*, edit. Allyn and Barcoc, Inc. 1966 pag 147-152.
11. Arya, P.A. *Fundamentals of Nuclear Physics*, edit. Allyn and Barcoc, Inc. 1966 pag 80-84.
12. Jorge Ricarks Campbell. *La Fisica de las Radiaciones en Materia*. Dirección General de Divulgación de las Ciencias, UNAM. Inc. 2001.Capitulo 17.
13. Mayer, J.W.and Rimini,E. *Ion Beam Handbook for Materials Analysis*, Acad. Press. New York (1977).
14. Harrison, P.G. *Chemistry of Ti* ,Chapaman and Hall New York (1989)
15. A. Dück, N. Gamer, W. Gesatzke, M. griepentrong, W. Österle,M. Sahre, I. Urban. *Surface and Coatings Technology* 142-144 (2001) 579-584.
16. Jonson B. And S. Hogmark (1984), *Ardness Measurements of TiN Films*, *TiN Solid Films*, Vol. 114,pp. 257-269.
17. Uling H. (1963), *Corrosion y control de la corrosion*, Urmo, Bilbao.
18. Massiani Y.,A. Medjahd, P. Grabier and P. Croudier, *Surf. Coat. Technol.*,191, (1992) 305-316.
19. Jones D. A (1992). *Principles and Prevention of Corrosion*, Macmillan Publishing,New York.
20. Más Allá de la Herrubre. Vol II Javier Ávila, Joan Genescá. Colección la ciencia para todos vol 79.
21. Pierre R. Roberge. *Handbook of Corrosión Engineering*. MacGraw-Hill, (1999) ISBN 007-076516-2.
22. Koeler.
23. J.C. Alonso, R. Vazquesz, A. Ortiz, E. Andrade, and V. Pankov. *J. Vac. Sci. Technol. A* No. 616 (1998) 3211.
24. S.Mulh, J.A.Zapien, J M.Méndez and E.Andrade. *Journal of Physics D Phuyss*. 30(1997)2147.
25. E.Andrade, J.C Pineda, E.P. Zavala, F. Alba, S.Mulh,J.A.Zapien, J.M.Méndez. *Amer.Inst. of Phys* Vol 1, (1997) 619.
26. International Conference on Metallurgical Coatings and Thin Films (2000) pag 13-14.

- 27. Manual Detector de Barrera superficial.
- 28. Manual de Ortec de Rango de Energía.