

Universidad Nacional Autónoma  
de México.

Nanopartículas Observadas en la  
Implantación de Si en  
Acero 316L.

T E S I S

Que para obtener el Título de:

F I S I C O

P r e s e n t a :

María Ruth Hernández Trejo.

Director de tesis: Dr. Jorge Rickards Campell

México, D.F.

2006



Universidad Nacional  
Autónoma de México

Dirección General de Bibliotecas de la UNAM

**Biblioteca Central**



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

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

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

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

FACULTAD DE CIENCIAS



UNIVERSIDAD NACIONAL  
AUTÓNOMA DE  
MÉXICO

División de Estudios Profesionales





**ACT. MAURICIO AGUILAR GONZÁLEZ**  
Jefe de la División de Estudios Profesionales de la  
Facultad de Ciencias  
Presente

Por este medio hacemos de su conocimiento que hemos revisado el trabajo escrito titulado:  
"Nanopartículas Observadas en la Implantación de Si en Acero 316L".

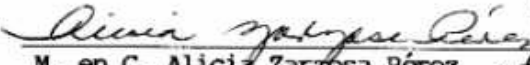

realizado por Hernández Trejo María Ruth

con número de cuenta 09813416-6 , quien cubrió los créditos de la licenciatura en Física.

Dicho trabajo cuenta con nuestro voto aprobatorio.

Tutor (a)	
Propietario	Dr. Jorge Rickards Campbell 
Propietario	M. en C. Jaqueline Rafaela Dolores Cañetas Ortega 
Propietario	Fís. René Ortega Alvarado 
Suplente	M. en C. Juan Gabriel Morales Morales 
Suplente	M. en C. Rebeca Trejo Luna

Atentamente  
"POR MI RAZA HABLARÁ EL ESPÍRITU"  
Ciudad Universitaria, D.F., a 16 de Agosto del 2006.  
CONSEJO DEPARTAMENTAL DE FÍSICA

  
M. en C. Alicia Zarzosa Pérez   
FACULTAD DE CIENCIAS  
DEPARTAMENTO DE FÍSICA

A mi querido profesor,  
pero sobre todo amigo:  
José Luis Sánchez Acenjo † .

A Camaleón y Tadeo † .

## AGRADECIMIENTOS

Al Dr. Jorge Rickards Campell por sus enseñanzas, apoyo y dirección en el desarrollo de este trabajo.

A la M. en C. Rebeca Trejo, por su amistad y conocimientos brindados durante todo el trabajo.

Al Prof. José Luis Sánchez Acenjo por su gran cariño, amistad y conocimientos regalados, pero sobre todo por haberme enseñado a jugar en el maravilloso y bello mundo de la Física.

A la M. en C. Jaqueline Cañetas-Ortega por su amistad y asistencia técnica en el microscopio electrónico de barrido de alto vacío y el microscopio electrónico de barrido de bajo vacío.

A mis padres, hermanos y a Uriel por el cariño brindado y sobre todo porque me dieron ánimos para finalizar el trabajo de tesis.

A Ramón por los bellos momentos y el gran amor incondicional otorgado durante estos años.

Al Sr. Melitón Galindo por el apoyo brindado para la preparación de las muestras, al Sr. Karim López y al Sr. Francisco Javier Jaimes por su ayuda durante la implantación de las muestras en el acelerador Pelletron.

Al M. en C. Juan Gabriel Morales por su asistencia técnica en el microscopio de fuerza atómica y al M. en C. Carlos Magaña por los análisis realizados en el microscopio electrónico de barrido de bajo vacío.

Al Fis. Roberto Hernández por la asistencia técnica en el microscopio de fuerza atómica y al Fis. Juan Carlos Piueda por la ayuda brindada para la realización del trabajo.

Al Fis. René Ortega Alvarado por los conocimientos otorgados y consejos brindados para la mejora del trabajo.

# ÍNDICE.

INTRODUCCIÓN.	1
---------------	---

## CAPÍTULO 1. Propiedades del acero 316L.

1.1	Tipos y clasificación de los aceros inoxidables.	4
1.2	Acero inoxidable austenítico 316L	8

## CAPÍTULO 2 . Procesos Físicos.

2.1	Implantación de iones.	12
2.2	Interacción de partículas con la materia.	13
2.2.1	Frenado de iones.	15
2.2.2	Alcance.	17
2.2.3	Frenado nuclear.	19
2.2.4	Frenado electrónico.	20
2.3	Daños producidos por la implantación de iones en un material.	24
2.3.1	Defectos puntuales.	25
2.3.2	Defectos lineales.	28
2.3.3	Defectos superficiales.	30
2.4	Espurreo (Sputtering).	32
2.4.1	Modelo de Sigmund.	34
2.4.2	Fórmula empírica de Matsunami.	35
2.5	Simulación con el programa SRIM.	36

### **CAPÍTULO 3. Técnicas de Análisis.**

3.1	Microscopía Óptica y Electrónica de Barrido.	38
3.1.1	Microscopía Electrónica de Barrido de bajo vacío.	41
3.1.1.1	Espectroscopía por dispersión de energía (EDS).	42
3.2	Microscopía de Fuerza Atómica (AFM).	44
3.3	Pruebas de dureza.	46

### **CAPÍTULO 4. Desarrollo experimental.**

4.1	Preparación de muestras.	50
4.2	Acelerador Pelletron.	51
4.2.1	Cámara de implantación.	53
4.3	Implantación de Sí en acero 316L.	54

### **CAPÍTULO 5. Resultados experimentales.**

5.1	Caracterización de muestras.	57
5.1.1	Metalografía del acero 316L.	57
5.2	Resultados del Microscopio Electrónico de Barrido.	61
5.2.1	Resultados del Microscopio Electrónico de Barrido de bajo vacío.	69
5.3	Resultados del Microscopio de Fuerza Atómica.	79
5.4	Resultados de microdureza.	85
5.5	Resultados del programa SRIM.	87
5.6	Calculo de espurreo.	89



<b>CAPÍTULO 6. Análisis y discusión de resultados.</b>	90
<b>Conclusiones.</b>	94

# INTRODUCCIÓN.

Hace algunos años se comenzó a pensar en la interacción de iones con la materia desde el punto de vista de la modificación de las propiedades de diversos materiales. Un método para la modificación de materiales es la implantación de iones. Como su nombre lo indica, esta técnica consta de lanzar iones energéticos producidos en un acelerador, sobre un sólido. Su alta energía hace que penetren cierta distancia en el blanco, y luego queden inmóviles a una profundidad determinada, constituyendo una imperfección en el material. La implantación de iones escogidos apropiadamente, y a una profundidad también seleccionada, permite crear nuevos materiales o cambiar las propiedades de los materiales. La aplicación más notable de la implantación se encuentra en la electrónica moderna, y en la modificación de materiales [1].

En el área de biomateriales metálicos, la implantación de iones ha sido utilizada ampliamente y con resultados benéficos. Gracias a este método, se han podido mejorar las propiedades de los materiales empleados en prótesis quirúrgicas, tales como la resistencia a la corrosión, la microdureza, la resistencia al desgaste, la fricción, adhesión, entre otros [2].

Los biomateriales se pueden definir como cualquier sustancia que remplace la función de los tejidos o de los órganos vivos. Estos deben ser diseñados para ser implantado o incorporado dentro de un sistema vivo. Las principales características con las que debe de cumplir un biomaterial son: ser biocompatible, no ser tóxico, ni carcinógeno, ser inerte, una resistencia mecánica adecuada, un tiempo de fatiga adecuado, tener densidad y peso adecuados, ser relativamente barato, fácil de fabricar y procesar para su producción en gran escala.

El acero 316L, es una aleación del hierro utilizada en el área biomédica. Dicho material cuenta con algunas características como resistencia a esfuerzos, alta resistencia al desgaste y corrosión, por lo cual es utilizado para la fabricación de implantes ortopédicos como: tornillos, clavos, alambres, placas, barras intermedulares, así como implantes de cadera o rodilla dentro del cuerpo humano.

En el presente trabajo se pretende realizar el estudio de las propiedades del acero 316L cuando es implantado con iones de silicio de diferentes energías.

Dicha implantación logró producir cambios en las propiedades del material. Éstos dependieron principalmente de la energía del ion incidente. Para estudiar dichos cambios se utilizarón diversas técnicas de análisis como microscopía electrónica y microscopía de fuerza atómica; también se realizaron estudios de microdureza.

El trabajo se estructuró en seis capítulos:

En el primero se describen las características del acero 316L, material utilizado en el presente trabajo para estudiar su comportamiento al ser implantado con iones de silicio con energías de 1 MeV, 5 MeV y 9 MeV.

En el capítulo 2 se describen brevemente los procesos físicos relacionados con la implantación de iones y se introducen conceptos básicos para poder comprender dicho proceso de implantación como es: la interacción de las partículas con la materia, el frenado de iones, alcance y daños producidos por la implantación de iones en un material.

En los capítulos 3 y 4 se describe la metodología utilizada en el trabajo. En el capítulo 3 se exponen las técnicas de análisis, para el estudio del material como son: microscopía electrónica de barrido, microscopía de fuerza atómica y

estudios de microdureza. Dichas técnicas se utilizaron para conocer la estructura del material antes y después de ser implantado. En el capítulo 4 se expone el desarrollo experimental del trabajo. Se explica el proceso seguido para la preparación de la muestra, implantación y análisis. También se describen los equipos con los cuales se trabajó para la caracterización de la muestra testigo e implantadas.

En el capítulo 5 se presentan los resultados experimentales obtenidos. En él se muestra una serie de imágenes con las cuales podemos observar las características del material sin implantar, así como los cambios estructurales y mecánicos surgidos por el proceso de implantación en el material de trabajo.

Por último, en el capítulo 6 se presentan las principales conclusiones derivadas del presente trabajo.

#### **REFERENCIAS:**

- 1.- J. Rickards, *Las radiaciones: reto y realidades*, Fondo de Cultura Económica, 2001.
- 2.- M. C. Piña, *La física en la medicina*, Fondo de Cultura Económica, 1996.

# CAPÍTULO 1.

## PROPIEDADES DEL ACERO 316L.

Los aceros inoxidable son aleaciones a base de hierro, cromo, carbono y otros elementos, principalmente, níquel, molibdeno, manganeso, silicio, wolframio, aluminio, titanio, cobre, vanadio, nitrógeno, entre otros, que les confieren una resistencia particular a algunos tipos de corrosión en determinadas aplicaciones industriales. La presencia de cada uno de los componentes produce diferencias en las características intrínsecas, adquiriendo distintas estructuras de los diversos tipos de acero. Entonces se puede definir a los aceros inoxidable como aquellas aleaciones férricas que contienen cromo en una mínima proporción del 10.5% [1].

### 1.1 Tipos y clasificación de los aceros inoxidable.

Los aceros inoxidable son aleaciones complejas compuestas de diversos elementos; como ya sabemos los principales componentes después del hierro son el cromo, carbono y níquel. El porcentaje de dichos elementos y su variación cambia la proporción de fases presentes, lo cual da lugar a aceros inoxidable austeníticos (o fase  $\gamma$ ), ferríticos (fase  $\alpha$ ), martensíticos (bifásicos  $\gamma \rightarrow \alpha$ ) [2].

En la figura 1.1.1 podemos observar las diferentes clases de acero, los aceros inoxidable se encuentran al final de dicha estructura como consecuencia de su alto grado de aleación [1]. (ver figura 1.1.1)

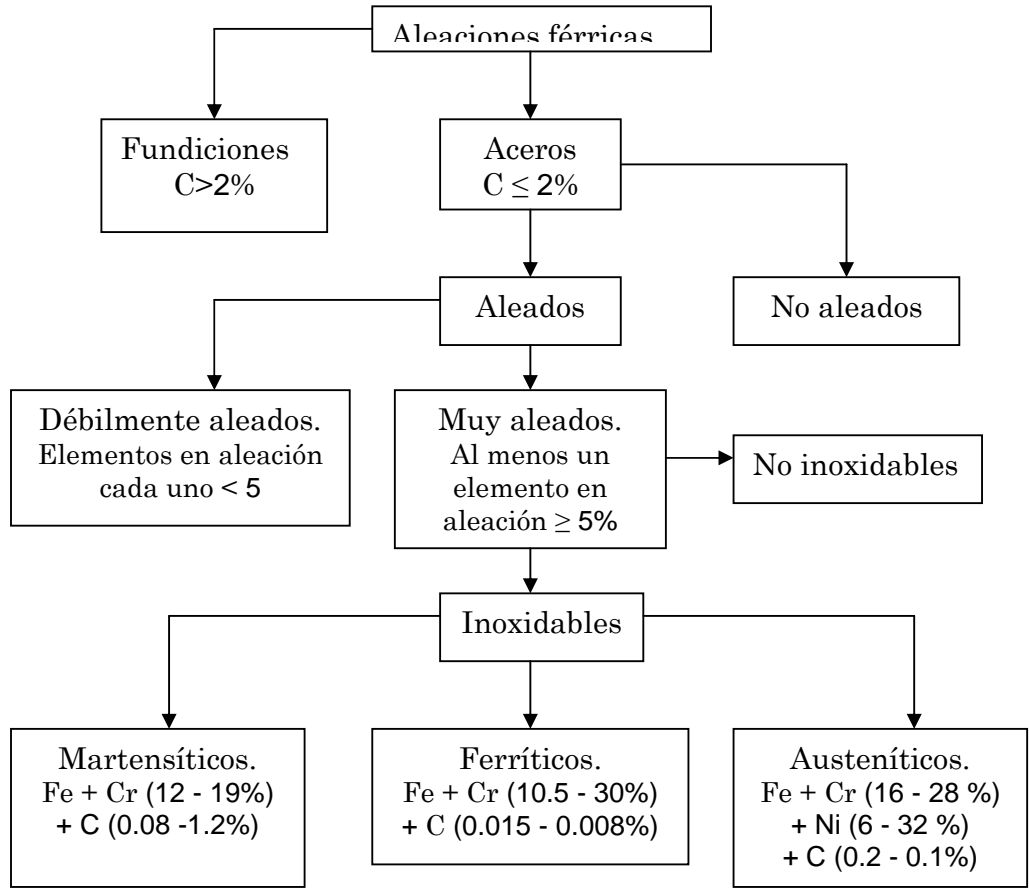


Figura 1.1.1 Clasificación de los aceros.

Las clasificaciones más consideradas en la rama de los aceros inoxidables se encuentran en el Instituto Americano del Hierro y el Acero AISI (American Iron and Steel Institute) y la Sociedad de Ingenieros de Automotor SAE (Society of Automotive Engineers ). Según estas Sociedades las aceros inoxidables se subdividen en [3]:

1.- Aceros austeníticos al cromo-manganeso-níquel, designados por un número de tres cifras comenzando por el dígito 2, conocidos como la serie “200”, caracterizados por una alta resistencia mecánica, debida a la presencia del azufre y el manganeso, en la cual las dos últimas cifras se determinan, por los demás elementos de la aleación.

2.- Aceros austeníticos al cromo-níquel, designados también por tres cifras comenzando por el dígito 3, conocidos también por la serie “300”; tienen como composición básica de 8% a 12% de níquel, siendo el tipo de acero con más éxito a nivel comercial. Para esta última serie la composición química se modifica según el uso del material añadiendo o reduciendo elementos como el carbono y/o nitrógeno y/o modificando el balance del níquel y cromo.

3.- Aceros ferríticos y martensíticos, comienzan con el dígito 4, que representan la familia “400”, en la cual, como en las series anteriores, los dos últimos dígitos son determinados por los demás elementos de la aleación.

La definición de acero inoxidable viene dada por el porcentaje de cromo (mayor al 10.5%). El aumento de este porcentaje y el aumento del níquel y carbono determinan la naturaleza y la proporción de las fases presentes, y en consecuencia se determina el tipo de acero inoxidable [4]. La forma más simple de visualizar esto es a través del diagrama de fases en equilibrio del sistema hierro-carbono.

Considerando el contenido de carbono, es común dividir este diagrama en dos partes: las de fundiciones (aproximadamente entre 2 % y 6.67 % de carbono) y las de los aceros (entre 0 % y 2 % de carbono).

En la figura 1.1.2 vemos varias zonas definidas dentro del diagrama [5]. Algunas de éstas corresponden a sólidos; la solución sólida gamma o fase  $\gamma$ , derivada de la fase gamma del hierro, se le llama región austenítica y posee una estructura cúbica centrada en la cara (f. c. c.). Para altas temperaturas se encuentra la solución sólida delta o fase  $\delta$ , derivada de la fase delta del hierro, con una estructura cúbica centrada en la cara (f. c. c.). A menor temperatura se encuentra la región ferrítica, derivada de la fase alfa del hierro, también con estructura cúbica centrada en la cara (f. c. c.).

La velocidad de enfriamiento de las soluciones determinará el tipo final de microestructura que presentará el material; definirá si la fase presente es de naturaleza metaestable, estable, o si es una fase fuera de equilibrio; por lo tanto determinará las propiedades mecánicas, físicas, químicas, etc.

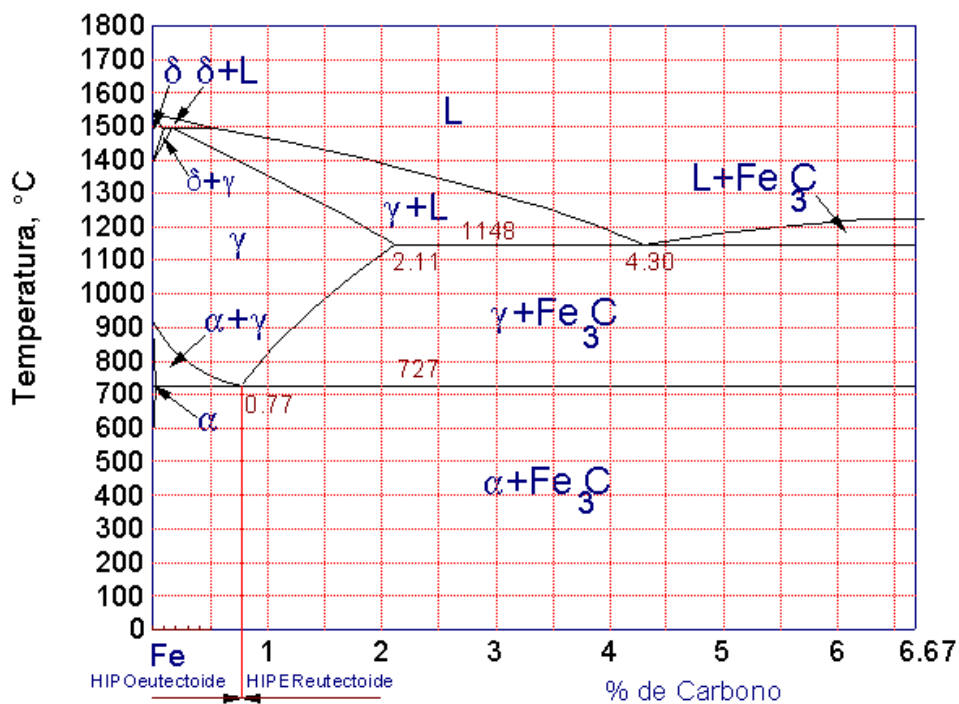


Figura 1.1.2. Diagrama de fases del sistema Hierro – Carbono

La selección de los aceros inoxidable depende de las condiciones de uso que se requieren: la resistencia a la corrosión y ambientes agresivos, las características de fabricación, las propiedades mecánicas en temperaturas específicas y obviamente el costo de fabricación.



Las principales diferencias entre las familias de aceros inoxidables vienen dadas por la diferencia de la composición química y las fases presentes, así como sus porcentajes.

Los aceros austeníticos al cromo-manganeso-níquel, se caracterizan por tener un alto valor de límite elástico y tensión de rotura, pero su ductilidad es baja si se compara con los aceros austeníticos al cromo-níquel. Los aceros inoxidables austeníticos son similares a los ferríticos en el sentido de que no se pueden endurecer con tratamientos térmicos. Se caracterizan por un alto grado de ductilidad, maleabilidad y tenacidad, siendo materiales que se pueden endurecer trabajándolos en frío. No obstante los aceros inoxidables ferríticos se caracterizan por presentar valores bajos de dureza, tenacidad y susceptibilidad. Sus ventajas vienen dadas por su resistencia a la corrosión atmosférica y la oxidación [1].

## **1.2 - Acero inoxidable austenítico 316L.**

Como ya se mencionó en la familia de los aceros inoxidables austeníticos se distinguen dos grandes grupos: el de los austeníticos cromo-níquel y el cromo- manganeso- níquel. El primer grupo es el más importante dado que a éste pertenecen la mayor parte de aceros inoxidables empleados en la actualidad. Está compuesto por aleaciones hierro- carbono- cromo- níquel con aporte ocasional de otros elementos como molibdeno, manganeso, silicio, volframio, aluminio, titanio, cobre, vanadio, nitrógeno, etc. El segundo grupo está formado por aleaciones hierro- carbono- cromo- manganeso- níquel, con contenido de níquel inferior al 6%.

El acero austenítico tipo 316L, que es motivo de nuestro estudio, pertenece al primer grupo teniendo la siguiente composición química (ver tabla 1) [6].

Tabla 1. Composición química del acero inoxidable tipo 316L.

Elemento	*Composición (%)
Carbón	0.03 max
Manganeso.	2.00 max
Fósforo.	0.03 max
Azufre.	0.03 max
Silicio.	0.75 max
Cromo.	17.00 – 20.00
Níquel.	12.00 – 14.00
Molibdeno.	2.00 - 4.00

\* La composición es dada en porcentaje en peso.

Concentrándonos en al acero inoxidable 316L, la modificación de la composición química tiene como objetivo conseguir ciertas propiedades mecánicas para ciertas aplicaciones. Tomando el acero 316 como base se añade cromo y níquel para mejorar las características mecánicas y la resistencia a la oxidación. Sin embargo, para aumentar la resistencia a la corrosión intragranular podemos agregar molibdeno disminuyendo el porcentaje de carbón. Por otro lado, el azufre favorece la maquinabilidad pero disminuye la resistencia a la corrosión como consecuencia de la formación de sulfuros [7].

El acero 316L se encuentra en una sola forma cristalográfica. A temperatura ambiente, exhibe una estructura cúbica centrada en las caras (ver figura 1.1.3), o también llamada fase  $\gamma$ ; la formación de esta fase puede ser atribuida al contenido de níquel y cromo [8,9].

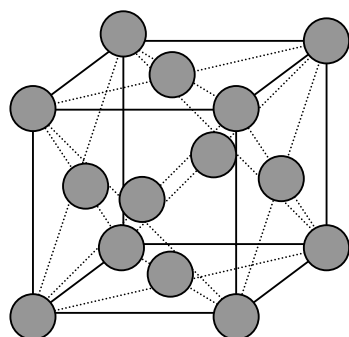


Figura 1.1.3. Estructura cúbica centrada en las caras

El acero 316L es utilizado en el área de ingeniería biomédica debido a su alta resistencia a la fatiga, desgaste y corrosión [1], por lo cual es utilizado para la fabricación de implantes de cadera o rodilla, dentro del cuerpo humano.

A continuación se presentan algunas propiedades del acero inoxidable tipo 316L [6].

Densidad	7.96 g/cm <sup>3</sup> .
Punto de fusión	1370 – 1400 (°C)
Alargamiento	< 60%
Tensión de rotura.	860 MPa.
Límite elástico.	690 MPa.

## REFERENCIAS:

- 1.- A. Malishev, G Nikolaiev, y Y Shuvalov, *Tecnología de los metales*, Editorial Mir, URSS, 1975.
- 2.- William F. Smith, *Fundamentos de la Ciencia de los Materiales*, McGraw-Hill, 1994.
- 3.- J. Apraiz, *Aceros Especiales y otras Aleaciones*, Editorial Dossat, Madrid, 1975.
- 4.- Paul. G. Shewmon, *Transformations in metals*, McGraw-Hill, USA, 1969.
- 5.- J. Apraiz, *Tratamiento Térmico de los Aceros*, Editorial Dossat, España, 1981.
- 6.- J. B. Park, y J. D. Bronzino, *Biomaterials: Principles and Application*, CRC Press, USA, 2003.
- 7.- A. Inchaurreza, *Aceros Inoxidables y Aceros Resistentes al Calor*, Limusa, México, 1981.
- 8.- *Metals Handbook*, American Society for Testing and Materials, USA, 1992
- 9.- M Mallo, *Conformación de metales*, IPN, México, 1997.

## **CAPÍTULO 2.**

### **PROCESOS FÍSICOS.**

En el presente capítulo se describirán los procesos físicos que se llevan a cabo durante la experimentación, como son el proceso de implantación de iones, la interacción de partículas cargadas con la materia y el fenómeno de espurreo. También se mencionarán modelos teóricos que nos describe más profundamente el fenómeno de espurreo, y se habla brevemente del programa SRIM 2003, el cual nos ayuda a visualizar lo que ocurre dentro de nuestra muestra implantada.

#### **2.1 Implantación de iones.**

Basada en conceptos de aceleradores originalmente desarrollados para la investigación fundamental en física nuclear o en física de altas energías, la tecnología nuclear es ampliamente usada en la investigación básica de materiales, así como en la manufactura industrial avanzada. La implantación de iones, por ejemplo, se hace con aceleradores que son descendientes directos de máquinas desarrolladas para física nuclear.

El proceso de implantación de iones, como su nombre lo indica, consiste en bombardear la superficie de un material con iones energéticos producidos en un acelerador, acelerados a energías adecuadas para que penetren hasta una cierta profundidad determinada, que llega a ser del orden de  $\sim \mu\text{m}$ .

La implantación de iones escogidos apropiadamente y a una profundidad también determinada permite lograr diversos efectos, tales como introducir daños en la red cristalina del material, modificar la estructura de la superficie y

de las primeras capas atómicas, producir microaleaciones en capas muy delgadas, instalar determinadas sustancias en posiciones intersticiales o sustitucionales dentro de los cristales (p. ej. en la fabricación de semiconductores, transistores, diodos y circuitos integrados), modificar las propiedades superficiales suministrando dureza y resistencia a la corrosión, producir zonas aislantes en el interior de materiales conductores o semiconductores, inducir transformaciones de fase en materiales metálicos, producir polimerización de monómeros, etc [1].

La aplicación de estas técnicas se extiende a muy diversos campos de desarrollo tecnológico, entre ellos: física, química, metalurgia, biología, medicina.

La implantación de iones es ahora universalmente usada por la industria de semiconductores, la cual produce ventas por más de \$100,000 millones de dólares anuales. La fabricación de los “chips” de computadora Pentium o Alpha, por ejemplo, depende de la implantación de iones y de hecho estos “chips” no podrían ser fabricados con la antigua tecnología de difusión. La implantación de iones de nitrógeno en aleaciones quirúrgicas ayuda a evitar cirugías repetidas para reemplazar prótesis de cadera al reducir desgaste y corrosión por fluidos corporales normales.

## **2.2 Interacción de partículas con la materia.**

Cuando las partículas interactúan con la materia, producen una serie de efectos que son función del tipo de partícula, de su energía y del medio material en el que sufren la interacción.

En general, cuando un haz de partículas cargadas interactúa con la materia, tienen lugar una serie de procesos que ocasionan que se atenúe el haz

incidente. Dicho fenómeno se puede producir por degradación energética, dispersión, captura, etc.

Cuando una partícula cargada penetra en un material, experimenta una serie de colisiones con los átomos constituyentes, es decir, la partícula incidente sufre colisiones mecánicas con los electrones o núcleos del blanco [2].

En realidad, el proceso predominante es la colisión Coulombiana el cual es un proceso de interacción debido a las fuerzas eléctricas producidas entre la partícula incidente y los electrones o núcleos del medio utilizado como blanco. Esta interacción produce una pérdida gradual de la energía de la partícula, hasta que se detiene.

Los procesos que contribuyen a la pérdida de energía de una partícula en su interacción con medios materiales son [3]:

#### 1.- La colisión elástica.

En este tipo de colisión, se conserva tanto la energía cinética como la cantidad de movimiento. En estos casos, la partícula se desvía de su trayectoria, cediendo parte de su energía en forma de energía cinética. En estas colisiones, no se produce, en ninguna de las dos partículas, cambio de estado.

#### 2.- La colisión inelástica.

En este tipo de colisión, se conserva la cantidad de movimiento, pero no la energía cinética, pues la partícula, modifica la estructura electrónica de los átomos, produciendo excitación, ionización o disociación.

#### 3. Colisiones radiativas.

Si la partícula cargada se frena o se desvía de la trayectoria por una aceleración debida a la interacción con los electrones o el núcleo, se emite radiación electromagnética.

Evidentemente las partículas pueden también producir reacciones nucleares, pero estos procesos son relativamente poco probables, y por tanto, no suelen considerarse en los procesos de interacción.

### 2.2.1. Frenado de iones.

Cuando una partícula cargada se implanta en un sólido sufre una serie de colisiones con los electrones y núcleos del átomo; en cada una de éstas la partícula experimenta una pérdida de energía. Se distinguen dos diferentes mecanismos [4].

1.- El frenado nuclear se debe a choques elásticos de la partícula incidente con átomos completos del material. Puesto que éstos tienen masas comparables con las de la partícula, pueden desviarlo, dando lugar a trayectorias quebradas, y mayor esparcimiento de los proyectiles. El resultado de este proceso es que los átomos del material pueden ser desplazados de sus posiciones originales, dando lugar a daños estructurales en el material [5].

2.- El frenado electrónico, que se debe a la interacción de la partícula incidente con los electrones del material, produciendo ionización y excitación atómica. Este frenado se caracteriza porque las trayectorias de las partículas son prácticamente rectas, debido a que los electrones, por tener masa pequeña, no alcanzan a desviar a la partícula considerablemente. Además, por la diferencia de masas entre el electrón y la partícula, la transferencia de energía en cada colisión inelástica es pequeña, de modo que se requiere un gran número de colisiones para producir el frenado [5].

Para muchos propósitos esta separación entre colisiones elásticas e inelásticas es conveniente. Aunque no estrictamente verdadera, es una buena aproximación. Entonces la pérdida de energía  $dE$  por longitud recorrida  $dx$ , puede ser expresada de la siguiente forma:

$$\frac{dE}{dx} = \left(\frac{dE}{dx}\right)_n + \left(\frac{dE}{dx}\right)_e \quad 2.2.1.1$$



donde los subíndices  $n$  y  $e$  denotan el frenado nuclear y electrónico respectivamente.

Las colisiones elásticas involucran grandes pérdidas de energía y deflexiones angulares significativas de la trayectoria de la partícula. Este proceso es el responsable de la producción de desordenes en la red cristalina, por el desplazamiento de átomos de su posición dentro de ésta. Las colisiones inelásticas involucran mucho menor pérdida de energía, poca deflexión en la trayectoria de la partícula y poco desorden en la red cristalina.

El proceso de pérdida de energía depende de varios parámetros, entre ellos figura, la energía, masa y el número atómico de la partícula incidente, el número atómico, masa y densidad del blanco, etc. El frenado nuclear predomina a bajas energías y altos números atómicos, mientras que el frenado electrónico se lleva a cabo con altas energías y bajos números atómicos.

Como el poder de frenado depende del estado físico del material, es preferible usar propiedades atómicas o electrónicas de los materiales, y que por lo tanto son aditivas cuando se trata de materiales compuestos. El poder de frenado másico  $\varepsilon$  se define como:

$$\varepsilon = \frac{1}{\rho} \left( -\frac{dE}{dx} \right) \quad 2.2.1.2$$

siendo  $\rho$  la densidad del material.

Cuando tenemos un material compuesto, la pérdida de energía se calcula utilizando la llamada regla de Bragg, que nos expresa que se puede calcular la pérdida de energía sumando la pérdida de energías de cada elemento multiplicada por la abundancia de cada uno de los componentes [5];

$$\varepsilon(A_m B_n) = m\varepsilon(A) + n\varepsilon(B) \quad 2.2.1.3$$

donde  $\epsilon(A)$  y  $\epsilon(B)$ , son los poderes de frenado másicos de los elementos  $A$  y  $B$ , y  $\epsilon(A_m B_n)$  es el poder de frenado másico del compuesto.

### 2.2.2.- Alcance.

Se define el alcance de una partícula cargada como la máxima distancia de penetración en el medio usado como blanco. En el caso de partículas pesadas, el alcance coincide con la longitud de la trayectoria, ya que ésta es aproximadamente rectilínea. Para el caso de electrones, la trayectoria es muy quebradiza, por lo que el alcance resulta ser muy inferior a la longitud de la trayectoria.

Si consideramos una partícula de energía cinética  $E_0$  que incide en un material dado, al penetrar en él, se va frenando gradualmente hasta detenerse, quedando implantado como un átomo extraño dentro del material. En el trayecto sufre ligeras desviaciones por el frenado electrónico cuando su velocidad es alta, y desviaciones más notables por el frenado nuclear cuando la partícula viaja más lento. Este fenómeno tiene carácter aleatorio; la trayectoria es enmarañada, tridimensional y no hay dos trayectorias iguales.

Se denomina alcance lineal  $R_L$  a la distancia recorrida sobre la trayectoria, desde el punto incidente hasta que se detiene [5].

$$R_L(E_0) = \int_{E_0}^0 \left( -\frac{dE}{dx} \right)^{-1} dE \quad 2.2.2.1$$

El alcance proyectado  $R_p$ , es la proyección de  $R_L$  en la dirección de la partícula incidente. Representa la profundidad a la cual la partícula se detiene

dentro del material , y por esa particularidad, ésta es una cantidad importante en la implantación de iones. El alcance transversal  $R_t$  es la proyección de  $R_L$  en dirección perpendicular de la partícula incidente. (ver figura 2.2.2.1)

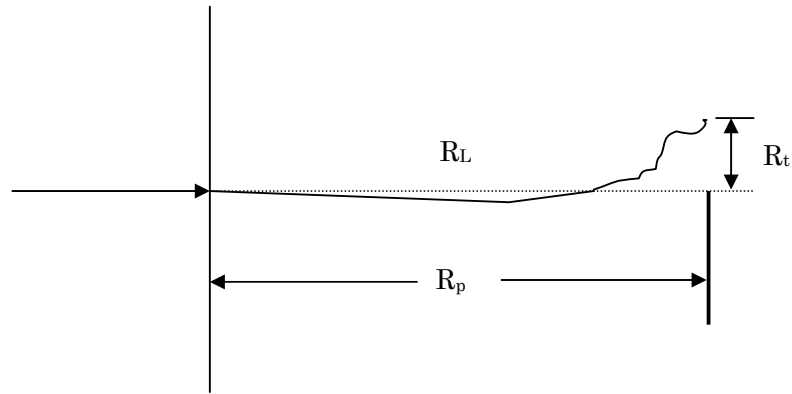


Figura 2.2.2.1. Alcance lineal, proyectado y transversal de una partícula incidente en un material.

Si se considera un gran número de partículas, el concepto de alcance presenta ciertas dificultades para su definición. Si las trayectorias de las partículas fueran idénticas, el número de partículas,  $N$  que traspasan un espesor de materia dado  $d$  se obtendría una distribución rectangular, todas las partículas tendrían la misma penetración.

Sin embargo, como cada colisión es independiente de las restantes, la pérdida de energía sufre fluctuaciones. El alcance proyectado de la distribución se refiere al promedio del alcance proyectado de todos los  $N$  proyectiles, dado por:

$$\langle R_p \rangle = \frac{1}{N} \sum_i R_{pi} \quad 2.2.2.4$$

### 2.2.3. Frenado nuclear.

Como ya se mencionó, cuando una partícula se introduce en un blanco, ésta experimenta diferentes tipos de interacción, por lo que va perdiendo gradualmente su energía hasta que se detiene y se queda alojado dentro del material.

El poder de frenado nuclear o pérdida de energía elástica lo consideraremos como el promedio de la pérdida de energía de las colisiones elásticas de la partícula incidente con los átomos del blanco, por unidad de longitud recorrida en el blanco. La probabilidad de que una partícula con energía  $E$  experimente una colisión mientras recorre una distancia  $dx$  y con resultado de una pérdida de energía entre  $T$  y  $T + dT$ , está dado por[4,5]:

$$\frac{dP(E)}{dT} dT = Ndx \left( \frac{d\sigma(E)}{dT} \right) dT \quad 2.2.3.1$$

donde  $E$  es la energía de la partícula en movimiento,  $N$  es la densidad atómica del blanco,  $\frac{d\sigma(E)}{dT}$  es la sección diferencial de transferencia de energía y  $T$  es la energía transferida al átomo reculante. La pérdida promedio de energía de la partícula en movimiento en una distancia  $dx$  se obtiene si multiplicamos la ecuación anterior por la energía transferida  $T$ , e integramos respecto a todos los posibles valores de  $T$ :

$$\langle dE \rangle = \int T \frac{dP(E)}{dT} dT = N \int_{T_{min}}^{T_M} T \frac{d\sigma(E)}{dT} dT dx \quad 2.2.3.2$$

Para un elemento infinitesimal  $dx$ , omitiendo el símbolo promedio en  $dE$ , tenemos que el poder de frenado nuclear es:

$$\left( \frac{dE}{dx} \right)_n = N \int_{T_{min}}^{T_M} T \frac{d\sigma(E)}{dT} dT \quad 2.2.3.3$$

El límite inferior de la integración  $T_{min}$  es la mínima energía transferida, la energía necesaria para desplazar un átomo de su sitio en la red cristalina. El

límite superior es la máxima energía transferida dada por la siguiente expresión:

$$T_M = \frac{4M_1M_2}{(M_1 + M_2)^2} E \quad 2.2.3.4$$

donde  $M_1$ , es la masa de la partícula incidente y  $M_2$  es la masa del blanco.

La sección nuclear de frenado para una partícula de energía  $E$  está dada por:

$$S_n(E) = \frac{1}{N} \frac{dE}{dx} \Big|_n = \int_{T_{\min}}^{T_M} T \frac{d\sigma(E)}{dT} dT \quad 2.2.3.5$$

## 2.2.4 Frenado electrónico.

Como ya se había mencionado existen dos procesos de interacción con la materia en los cuales, la partícula incidente pierde energía. En este apartado trataremos el frenado electrónico o pérdida de energía inelástica en el que la partícula incidente transfiere energía a los electrones del blanco. La importancia relativa de los diversos procesos de interacción entre la partícula y el blanco depende esencialmente de la velocidad y carga de la partícula incidente y los átomos del blanco.

Para describir el proceso complejo de frenado electrónico se identifican cuatro regiones, que dependen de la energía del proyectil. En cada una de estas regiones se emplean diferentes modelos para explicar el frenado. En términos

generales: en la región I, corresponde a una partícula con baja velocidad, donde se observa que el poder de frenado electrónico crece aproximadamente lineal con la velocidad del proyectil. En la región III, la velocidad de la partícula es mucho mayor que la velocidad orbital de los electrones en el material. El poder de frenado muestra un comportamiento  $1/v^2$ , donde  $v$  es la velocidad de la partícula incidente. En la región IV la velocidad del proyectil es tan grande que se requiere un tratamiento relativista para describir el aumento gradual del poder de frenado con la energía. La región II, es la interfase entre la región I y la región III [5]. (ver figura 2.2.4.1)

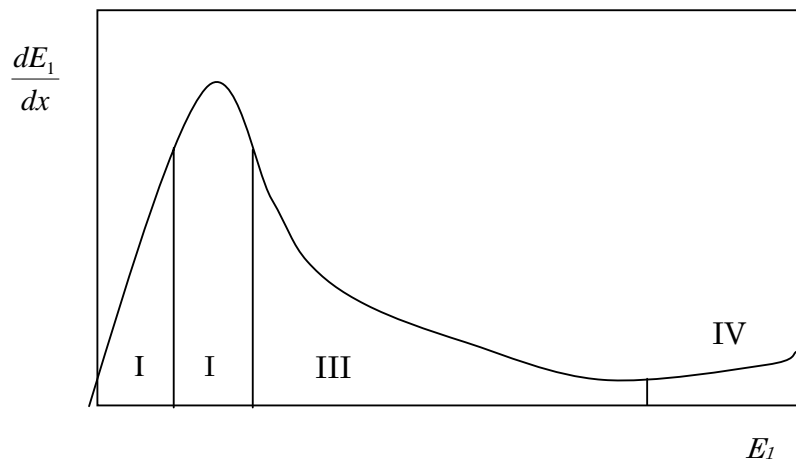


Figura 2.2.4.1. Las regiones de frenado electrónico.

En la región III, se supone que la velocidad del ion es suficiente para considerarlo ionizado. Asimismo su velocidad alta permite considerar que inicialmente los electrones del material se encuentran en reposo.

Un proyectil con energía inicial  $E_1$  cruza una capa delgada del material con espesor  $\Delta x$ , perdiendo en el proceso la cantidad de energía  $\Delta E_1$ . Llamemos  $v$  al número de colisiones con un electrón cuando el proyectil recorre  $\Delta x$ . Si el camino libre medio entre choques consecutivos es  $\Lambda$ , entonces  $\Delta x = v\Lambda$ . Por otro lado,  $\Delta E_1 = v\langle T \rangle$ , siendo  $\langle T \rangle$  el promedio, sobre todo el intervalo  $\Delta x$ , de la energía transferida a un electrón. El poder de frenado es:

$$-\frac{dE_1}{dx} = \frac{\langle T \rangle}{\Lambda} \quad 2.2.4.1$$

Por definición

$$\langle T \rangle = \frac{\int T\sigma(T;E_1)dT}{\int \sigma(T;E_1)dT} = \frac{1}{\sigma(E_1)} \int T\sigma(T;E_1)dT, \quad 2.2.4.2$$

donde  $\sigma(E_1)$  es la sección total de transferencia de energía,  $\sigma_{tot}$ , para colisiones ion – electrón y  $\sigma(T;E_1)$  es la sección de transferencia de energía, es la probabilidad de transferir una cierta energía  $T$  al blanco si la energía de bombardeo es  $E_1$ . Por otro lado,  $\Lambda = 1/n\sigma(E_1)$ , donde  $n$  es la densidad electrónica del material. Combinando las ecuaciones 2.2.4.1 y 2.2.4.2, tenemos que

$$-\frac{dE_1}{dx} = n \int T\sigma(T;E_1)dT. \quad 2.2.4.3$$

Consideramos el caso sencillo de un proyectil puntual, ionizado (carga  $Z_1$ ), que transfiere energía a un electrón. El potencial es Coulombiano, y el blanco tiene carga  $-e$ , por lo que la sección de transferencia de energía esta dada por

$$\sigma(T;E_1) = \frac{2\pi Z_1^2 e^4}{m_e v_1^2} \frac{1}{T^2}, \quad 2.2.4.4$$

siendo  $m_e$  la masa del electrón.

Introduciendo la ecuación 2.2.4.4 en 2.2.4.3 y puesto que  $n=Z_2 n_2$  donde  $n_2$  es la densidad atómica, el poder de frenado electrónico es

$$\left(-\frac{dE_1}{dx}\right)_e = \frac{2\pi Z_1^2 e^4}{m_e v_1^2} Z_2 n_2 \int \frac{dT}{T} \quad 2.2.4.5$$

Los límites de integración se toman desde el valor mínimo  $T_{min}$  que puede tener hasta su valor máximo posible  $T_{max}$ , obteniéndose

$$\left(-\frac{dE_1}{dx}\right)_e = \frac{2\pi Z_1^2 e^4}{m_e v_1^2} Z_2 n_2 \ln\left(\frac{T_{min}}{T_{max}}\right). \quad 2.2.4.6$$

La energía mínima que un ion pesado le puede transferir a un electrón considerando sólo ionización, desde el punto de vista semiclásico, es la energía de amarre del electrón en el átomo; tomamos el promedio la energía de ionización del átomo blanco  $\langle I \rangle$ . Por otro lado, la máxima energía que se puede transferir al electrón es  $\alpha E_1$ , que si  $m_1 \gg m_2$  se reduce a  $2m_e v_1^2$ . Entonces podemos escribir

$$\left(-\frac{dE_1}{dx}\right)_e = \frac{4\pi Z_1^2 e^4}{m_e v_1^2} n_2 B, \quad 2.2.4.7$$

donde  $B$  se define como el número de frenado:

$$B = \frac{1}{2} Z_2 \ln\left(\frac{2m_e v_1^2}{\langle I \rangle}\right) \quad 2.2.4.8$$

La relación 2.2.4.7 nos muestra algunas dependencias del frenado electrónico en la región III. Son: la dependencia en  $Z_1^2$ ,  $Z_2$  y  $n_2$ ; el comportamiento  $1/v_1^2$  y por consiguiente  $1/E_1$ ; también la dependencia en  $\langle I \rangle$  dentro del término logarítmico.



El tratamiento cuántico de frenado conduce a la llamada fórmula de Bethe, la cual considera que la energía perdida por el proyectil se debe a todas las posibles transiciones electrónicas inducidas en el átomo blanco. El resultado obtenido contiene el mismo término principal, pero ahora el número de frenado es

$$B = Z_2 \ln \left( \frac{2m_e v_1^2}{\langle I \rangle} \right) \quad 2.2.4.9$$

### 2.3 Daños producidos por la implantación de iones en un material.

Durante la implantación de partículas, éstas se hacen incidir sobre un sólido. Su alta energía hace que penetre cierta distancia en él, quedando inmóviles a una profundidad determinada, constituyendo una imperfección en el material y en consecuencia se produce daño en la red cristalina, pues los átomos incrustados pueden arrojar a los átomos originales de sus lugares [1].

El daño permanente es causado por las colisiones de las partículas incidentes con los átomos de la red. Los átomos desplazados de su posición son denominados PKA (*Primary Knock-on Atom*). Los PKA a su vez, dependiendo de la energía recibida, pueden desplazar otros átomos del material, dando origen a una cascada de desplazamientos [6]. Esta evoluciona hasta disipar toda la energía entregada por la colisión inicial, dejando detrás: defectos puntuales o de dimensión cero; defectos lineales o de una dimensión, también llamados dislocaciones; y efectos de dos dimensiones o superficiales, que evolucionan y/o se aniquilan hasta formar una estructura estable de defectos [7].

#### 2.3.1 Defectos puntuales.

Los defectos puntuales son alteraciones o discontinuidades puntuales de la red cristalina provocadas por uno o varios átomos; se originan por el movimiento de átomos. Algunos de los procesos por los que se originan son: el calentamiento o el procesado del material, implantación de átomos, o por aleación. Los defectos puntuales son [8]:

### 1.- Vacancia.

Constituye el defecto puntual más simple. Es un hueco creado por la pérdida de un átomo que se encontraba en esa posición de la red cristalina. Pueden producirse reordenamientos atómicos en el cristal ya formado como consecuencia de la movilidad de los átomos. (ver figura 2.3.1.1)

Son las imperfecciones más comunes en los cristales. Se dan hasta una por cada 10000 átomos. Las vacancias pueden trasladarse cambiando su posición con sus vecinos. Este proceso constituye la migración o difusión de los átomos en el estado sólido, sobre todo a altas temperaturas donde la movilidad de los átomos es mayor. Las vacancias tienen tendencia a agruparse formando agregados divacantes o trivacantes.

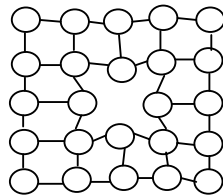


Figura 2.3.1.1. Vacancias.

### 2.- Defectos intersticiales.

Algunas veces, un átomo extra se inserta dentro de la estructura de la red cristalina en una posición que normalmente no está ocupada formando un defecto llamado defecto intersticial.

Generalmente este tipo de defecto introduce relativamente grandes distorsiones en los alrededores, puesto que normalmente el átomo es

sustancialmente más grande que la posición intersticial en la que se sitúa. Este tipo de defecto se pueden introducir en una estructura cristalina por radiación. (ver figura 2.3.1.2)

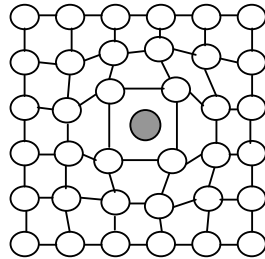


Figura 2.3.1.2. Defecto intersticial.

### 3.- Defecto sustitucional o impurezas en sólidos.

Este defecto se introduce cuando un átomo es reemplazado por un átomo diferente. El átomo sustituyente puede ser más grande que el átomo original y en ese caso los átomos normales del derredor están en compresión, la red se comprime. Puede ser más pequeño que el átomo original y en este caso los átomos circundantes estarán en tensión; la red se expande. Este defecto puede generarse como una impureza o como una adición deliberada en una aleación. (ver figura 2.3.1.3)

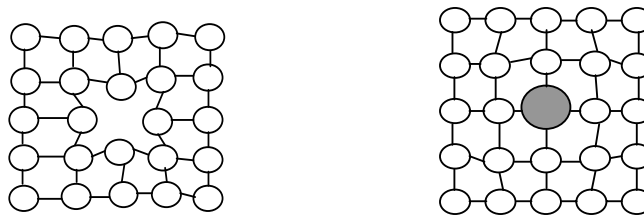


Figura 2.3.1.3. Defecto sustitucional.



#### 4.- Defecto Frenkel.

Es una imperfección combinada vacancia – defecto intersticial. Ocurre cuando un ion salta de su sitio normal dentro de la red a un sitio intersticial, dejando entonces una vacancia. (ver figura 2.3.1.4)

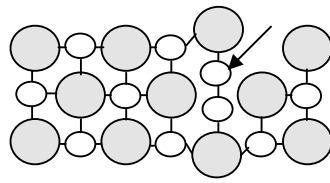


Figura 2.3.1.4. Defecto Frenkel.

#### 5.- Defecto Schottky.

Es un par de defectos de vacancias en un material con enlaces iónicos. Para mantener la neutralidad, debe de faltar en la red cristalina tanto un catión como un anión. (ver figura 2.3.1.5)

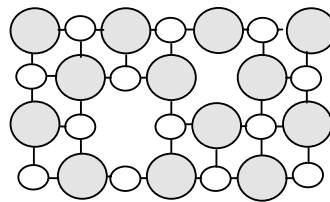


Figura 2.3.1.5. Defecto Schottky.

### 2.3.2.- Defectos lineales.

Los defectos lineales o dislocaciones son aquéllos que dan lugar a una irregularidad o imperfección de la red centrada en torno a una línea. Se crean durante la solidificación de los materiales cristalinos, por deformación plástica o por condensación de vacancias [7,8].

Hay dos tipos de dislocaciones, las de borde, también llamadas de cuña o arista, y las helicoidales, también llamadas de tornillo. También puede darse una combinación de ambas, denominada dislocación mixta.

La dislocación de borde se crea por inserción de un plano adicional de átomos dentro de la red. Los átomos de ambos lados del semiplano insertado se encuentran distorsionados. Los átomos por encima de la línea de dislocación, que se encuentra perpendicular al plano de la página, en el punto donde termina el semiplano insertado, se encuentran comprimidos, y los que están por debajo se encuentran expandidos. Esto se refleja en la leve curvatura de los planos verticales de los átomos mas cercanos del plano extra. La magnitud de esta distorsión decrece con la distancia al plano insertado.

La distancia de desplazamiento de los átomos en torno a una dislocación se llama deslizamiento o vector de Burgers y es perpendicular a la línea de dislocación de borde. (ver figura 2.3.2.1)

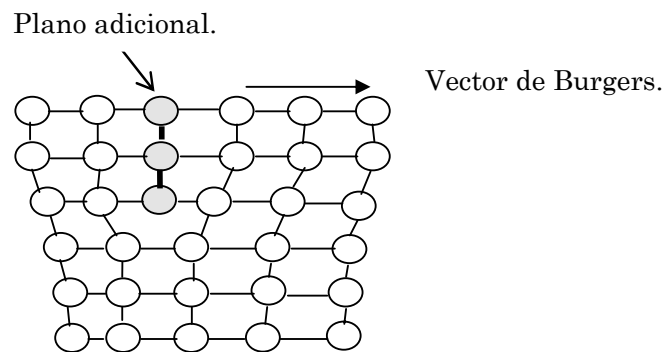


Figura 2.3.2.1. Dislocación de borde.

La dislocación de tornillo se forma cuando partes contiguas en un material sufren esfuerzos cortantes paralelos, pero en sentidos contrarios

(cizalladura). Se crea una distorsión de la red, formando un escalón según la línea de dislocación.

Aquí el vector de Burgers o de desplazamiento es paralelo a la línea de dislocación. (ver figura 2.3.2.2)

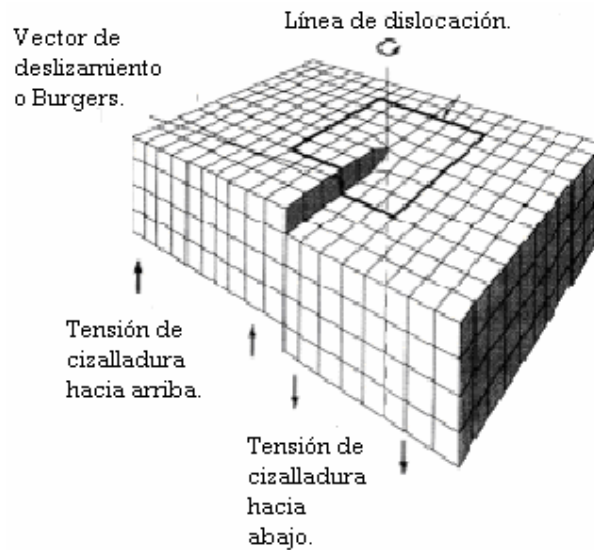


Figura 2.3.2.2. Dislocación de tornillo.

Con frecuencia los materiales exhiben mezcla de las dislocaciones anteriores. Su vector de Burgers no es ni perpendicular ni paralelo a la línea de dislocación, pero mantiene una orientación fija en el espacio. La estructura atómica local en torno a la dislocación mixta es difícil de visualizar, pero el vector de Burgers proporciona una descripción conveniente y sencilla. (ver figura 2.3.2.3)

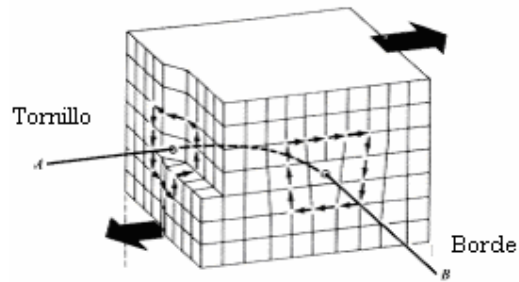


Figura 2.3.2.3. Dislocación mixta.

### 2.3.3 .- Defectos superficiales.

Los defectos superficiales o de dos dimensiones son las fronteras superficiales, interfases o planos que dividen un material en regiones, cada una de las cuales tiene la misma estructura cristalina pero diferente orientación. Algunos ejemplos son [8,9]:

#### 1.- La superficie externa.

Las fronteras del material representan superficies en las cuales existe una discontinuidad abrupta de la estructura de la red cristalina. Los átomos de la superficie no están enlazados al número máximo de vecinos que deberían tener, y por lo tanto esos átomos tienen mayor estado energético que los átomos de las posiciones internas. Los enlaces de esos átomos superficiales que no están satisfechos dan lugar a una energía superficial. Además la superficie del material es rugosa, puede contener pequeñas irregularidades adicionales, y puede ser mucho más reactiva que el resto del material.

#### 2.-Frontera de grano.

Se puede definir como la superficie que separa los granos individuales de diferentes orientaciones cristalográficas en materiales policristalinos. Un grano es una porción del material que contiene átomos con una disposición atómica idéntica.

La frontera de grano es una zona estrecha, donde existe desorden estructural, en la cual los átomos no están uniformemente separados, o sea que hay átomos que están muy juntos causando una compresión, mientras que otros están separados causando tensión. De cualquier forma los límites de grano son áreas de alta energía y hace que esta región sea más favorable para la nucleación y el crecimiento de precipitados. (ver figura 2.3.3.1)

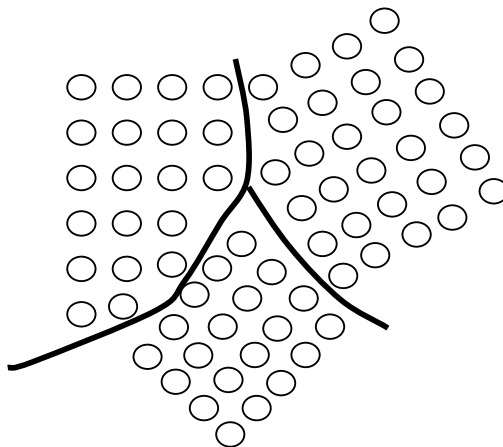


Figura 2.3.3.1. Frontera de grano.

### 3.- Fronteras de grano de ángulo pequeño.

Son la distribución de dislocaciones que producen pequeñas desviaciones en la orientación cristalográfica de las redes adyacentes. Esta presenta una distorsión menor que en las fronteras de grano.



Produce defectos (irregularidades) de apilamiento: interrupción o alteración en la secuencia de apilamiento de los planos cristalinos del material.

#### 4.- Maclas.

Una macla es un tipo especial de límite de grano. Corresponde a una pequeña diferencia en la orientación cristalográfica de dos partes del interior de un grano. Dentro de éste la aplicación de un esfuerzo cortante puede desplazar levemente los átomos, obteniéndose que los átomos de un lado del límite estén localizados en una posición que da como resultado la imagen especular de dos redes respecto al plano de la macla. (ver figura 2.3.3.2)

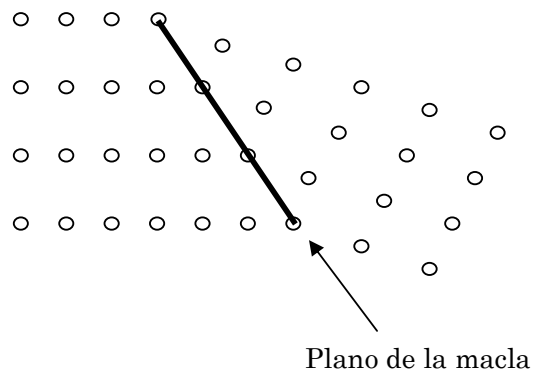


Figura 2.3.3.2. Macla.

## 2.4 Espurreo (Sputtering).

Durante la implantación de iones en un blanco (en nuestro caso acero 316L) los iones son depositados cerca de la superficie de un sólido, pero si la energía depositada por el elemento implantado es muy grande, los átomos del blanco pueden ser expulsados de ésta, de tal manera que al proceder la implantación, el sólido se va erosionando. Este fenómeno es llamado espurreo (sputtering) [5].

En el proceso de espurreo los iones implantados transfieren su energía a los átomos del sólido por medio de colisiones. Algunos de éstos pueden adquirir la energía necesaria para escapar de la superficie del sólido. Los iones secundarios son los principales causantes del fenómeno de espurreo (ver figura 2.4.1).

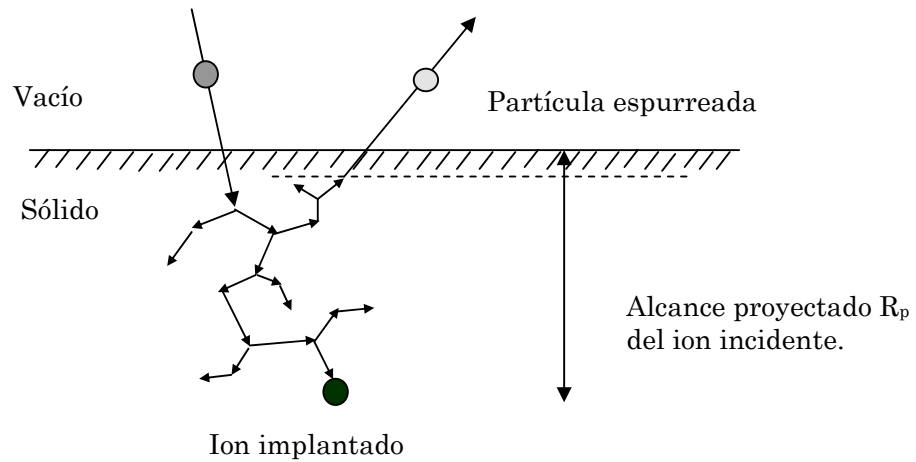


Figura 2.4.1. Fenómeno de espurreo (sputtering).

La cantidad de espurreo ocasionada por la implantación de iones sobre una muestra, se describe por la intensidad de espurreo  $Y$ , que es el número de átomos expulsados por cada ion incidente [4] [5]:

$$Y = \left( \frac{N_s}{N_i} \right) \quad 2.4.1$$

donde  $N_s$  es el número de átomos expulsados en un experimento y  $N_i$  es el número de iones incidentes.

El proceso depende de las masas del proyectil y el blanco, de la energía de bombardeo, del ángulo de observación respecto al plano del blanco, de la

estructura cristalina del blanco y de la temperatura, así como de las condiciones de la superficie del blanco.

La intensidad de espurreo  $Y$  se puede medir experimentalmente, por medio de la diferencia de peso entre la muestra original y la muestra después de que ha sido sometida al proceso de implantación de iones, o recolectando y cuantificando el material expulsado.

### 2.4.1 Modelo de Sigmund.

En 1969 Sigmund trató el fenómeno de espurreo considerando la energía transferida de un ion primario a los átomos de un sólido. Él propuso un modelo para el cálculo de la intensidad de espurreo basado en la pérdida de energía por colisiones nucleares y la distribución de energía entre el número de átomos que conforman una cascada. Dicho modelo es aplicable a blancos amorfos y policristalinos constituidos por un solo elemento [10].

El fenómeno de cascada se lleva a cabo cuando un ion energético penetra en un material ocasionando colisiones con los átomos del blanco. Es decir, cada uno de los átomos golpeados por el ion incidente adquiere energía y se convierte en un proyectil, que vuelve a chocar con más átomos formándose así una cascada de átomos dentro del material. Existe la posibilidad de que los átomos que están cerca de la superficie del material sean expulsados, para esto tienen que superar la energía de sublimación, la energía necesaria para evaporar un átomo de la superficie. Este es un proceso que depende del mecanismo de dispersión elástica ion-átomo y la sección de frenado nuclear.

En este modelo la intensidad de espurreo se puede calcular de la siguiente expresión [5];

$$Y(E) = \frac{0.0420 \hat{\alpha} S_n(E)}{U_o} \quad 2.4.1.1$$

donde 0.0420 es una constante para describir la dispersión elástica de los átomos,  $\hat{\alpha}$  depende de la relación de masas  $A = m_2/m_1$  y representa la fracción de energía que escapa del blanco,  $S_n(E)$  es la sección de frenado nuclear dado en [eV A<sup>2</sup>], y  $U_o$  es la energía de sublimación del blanco en [eV].

### 2.4.2.- Fórmula empírica de Matsunami.

Como ya se mencionó, el modelo de espurreo de Sigmund es aplicable al caso de masas intermedias y energías de keV; el espurreo para proyectiles ligeros requiere de una modificación al modelo, pues en estos casos el frenado electrónico puede ser mucho mayor que el frenado nuclear [5].

Matsunami, Yamamura e Itoh desarrollaron una fórmula semiempírica para la producción de espurreo en blancos monoelementales, considerando los casos de iones ligeros y pesados, esta dada por [5,11]:

$$Y = \frac{0.42}{U_o} \frac{\alpha S_n(E)}{1 + 0.35 U_o S_e(\varepsilon)} \left[ 1 - \left( \frac{E_{th}}{E} \right)^{\frac{1}{2}} \right]^{2.8} \quad 2.4.2.1$$

donde  $Y$  es la producción de espurreo para iones con energía  $E$  que inciden perpendicularmente a la superficie,  $\alpha$  es un parámetro empírico determinado a partir de datos experimentales. También se introduce un término que contiene la sección reducida de frenado electrónico  $S_n(E)$  y una energía umbral  $E_{th}$  que se obtienen por un ajuste a una colección de datos experimentales. Ahora  $S_n(E)$  está dada en unidades [eV cm<sup>2</sup> / 10<sup>15</sup> átomos].

## 2.5 Simulación con el programa SRIM.

El programa SRIM 2003, fue desarrollado para obtener la distribución final de los iones implantados sobre el blanco, en forma “pictórica” y rápida, así como una buena estimación del alcance obtenido por cualquier tipo de ion incidente, sobre cualquier blanco a cualquier energía. Dicho programa también, nos puede calcular la cantidad de espurreo [12].

El programa SRIM cuenta con diversos tipos de cálculo; en una primera estimación podemos utilizar el cálculo rápido de daño, y para obtener mayor información sobre el proceso se utiliza el cálculo detallado de daño con cascadas completas.

El primero, usa una aproximación para estimar los desplazamientos de los átomos del blanco.

El segundo calcula el daño producido por cada una de las colisiones entre iones y átomos del blanco. También nos permite seguir la trayectoria de cada uno de los iones desplazados de su lugar original hasta que se detienen.

### REFERENCIAS:

- 1.- J. Rickards, *Las radiaciones: reto y realidades*, Fondo de Cultura Económica, 2001.
- 2.- R. González, *Interacción de partículas con la materia*, 2000.
- 3.- M Alonso, *Física Vol 1: Mecánica*, Addison-Wesley Iberoamericana, 1986.
- 4.- M. Nastasi, J. W. Mayer y J.K. Hirvonen, *Ion-Solid Interactions: Fundamental and Applications*, Cambridge University Press, 1996.
- 5.- J. Rickards, *La Física de las Radiaciones en Materia*, UNAM, 2001.

- 6.- C. Lehmann, *Interaction of Radiation with Solids and Elementary Defect Production*, North-Holland Publishing Company, USA, 1977.
- 7.- J. D. Verhoeven, *Fundamentos de Metalurgia Física*, Limusa, México, 1987.
- 8.- M Mallo, *Conformación de metales*, IPN, 1997.
- 9.- J. Shackelford, *Introduction to Material Science and Engineers*, Prentice – Hall, USA, 2000.
- 10.- P. D. Townsend, *Ion Implantation Sputtering and their Applications*, Academic Press, London, 1976.
- 11.- N. Matsunami, Y. Yamamura, Y. Itikawa, N. Itoh, Y Kazumata, S. Miyagawa, K. Morita, R. Schimizu, y H. Tawara, *Atomic Data and Nuclear Data Tables*, 31 (1984), 1 - 80.
- 12.- J. F. Ziegler, *SRIM & TRIM*, 2003.

## **CAPÍTULO 3.**

### **TÉCNICAS DE ANÁLISIS.**

Para el estudio y caracterización de las muestras nos basamos en técnicas de análisis como lo son: Microscopio óptico, Microscopio electrónico de barrido (SEM), Microscopio de fuerza atómica (AFM) y pruebas de dureza, descritas a continuación.

#### **3.1 Microscopía óptica y electrónica de barrido.**

En el estudio de las muestras se utilizó un microscopio óptico marca OLYMPUS, modelo B071 que es un microscopio de reflexión, el cual cuenta con la particularidad de que la platina se puede mover en sentido horizontal y vertical, respecto al plano donde se sitúa la muestra. Las ampliaciones utilizadas fueron : 50X, 100X, 200X, 500X y 1000X [1].

En el análisis de las muestras también se utilizó el microscopio: electrónicos de barrido JEOL JSM5200.

El microscopio electrónico de barrido SEM (Scanning Electrón Microscope) es un instrumento diseñado para estudiar, en alta resolución (aproximaciones de 50 Å), la superficie de los sólidos. Otro atributo importante del SEM es la tridimensionalidad con la que se obtiene la imagen. Por lo tanto, es extraordinariamente útil para estudiar las características morfológicas y topográficas de las muestras.

Los componentes básicos de un microscopio electrónico de barrido son: la fuente de iluminación (cañón de electrones), las lentes condensadoras, y un par de lentes objetivas. El cañón electrónico es la única lente electrostática con

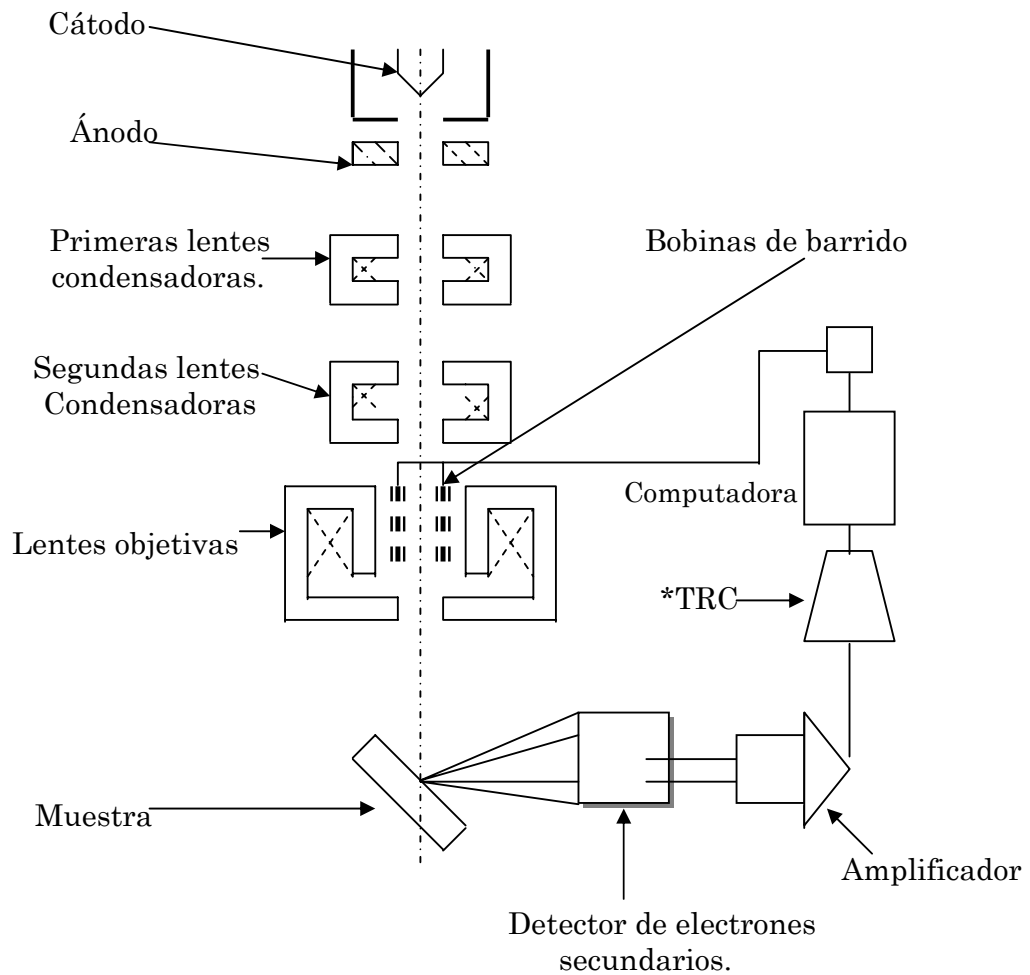
la que cuenta el microscopio, pues las demás son lentes electromagnéticas.(ver figura 3.2.1).

El cañón de electrones produce un haz de electrones, que es usualmente obtenido por emisión termiónica de un filamento de tungsteno (cátodo), que es mantenido a un voltaje negativo (1 – 50 KV) con una temperatura típica de operación de 2700 K durante el ejercicio. Una vez que los electrones son desprendidos del filamento, éstos son acelerados a un ánodo por una diferencia de potencial de 1000 a 50,000 V entre el cátodo y el ánodo, obteniéndose así el haz de electrones.

Posteriormente el haz de electrones es pasado a través de un sistema de lentes condensadoras. Este es compuesto por uno o más pares de lentes, que determinan el tamaño del haz que incide sobre la muestra. Por último el haz es pasado por las llamadas lentes objetivas que enfocan y determinan el grosor final del haz de electrones que incidirá sobre la muestra, además de producir el barrido [2,3].

Una vez que el haz de electrones incide sobre la muestra, ésta emite electrones secundarios ( entre otros productos ) que son colectados por un detector, en nuestro caso el detector Everhart-Thomley; la señal pasa a un amplificador, y finalmente a un tubo de rayos catódicos que muestra la imagen. De esta manera se establece una correspondencia uno a uno entre la cantidad de electrones detectada y la intensidad del punto correspondiente en la pantalla del tubo. Si se repite el mecanismo varias veces y se comienza a barrer la muestra, se formará una imagen punto a punto que representará las características topográficas de la superficie de la muestra, y por último esta señal pasará a la computadora donde es guardada la información, obteniéndose así las imágenes de las muestras analizadas [3].





\*TRC- Tubo de rayos catódicos.

Figura 3.2.1. Componentes básicos del microscopio electrónico de barrido.

Mientras sucede la interacción se producen diversos productos como son; electrones retrodispersados, secundarios, absorbidos, transmitidos, Auger, rayos X y fotones.

Los electrones retrodispersados y secundarios nos dan información sobre la superficie de la muestra, permitiéndonos de este modo obtener una imagen

topográfica de ella. Estos electrones son la fuente de información para la microscopía electrónica de barrido. Los electrones absorbidos, nos dan información sobre la resistividad de la muestra. Los electrones Auger y los rayos X característicos nos dan la composición química de la muestra, permitiéndonos hacer, un análisis químico de ella [4]. Así, el análisis de cada uno de los productos derivados de la interacción haz - muestra nos permite hacer una caracterización completa de la muestra, lo cual convierte al microscopio electrónico en un poderoso instrumento de análisis.

Los tipos de aplicaciones del microscopio electrónico de barrido en la ciencia de materiales incluyen el estudio de las superficies de las muestras, composición química, dispositivos electrónicos y experimentos dinámicos.

### **3.1.1 Microscopio Electrónico de Barrido de bajo vacío.**

También se utilizó el microscopio electrónico de barrido JOEL JSM-5600LV de bajo vacío (SEM-LV), el cual cumple con el mismo funcionamiento que el microscopio descrito en la sección anterior, la única diferencia es que trabaja a mayores presiones [5].



3.2.1.1. Microscopio electrónico de bajo vacío.

### 3.1.1.1.- Espectroscopia por dispersión de energía (EDS).

Cuando el haz de electrones del microscopio incide sobre una muestra, éste arranca electrones de las capas de los átomos, ionizándolos. Subsecuentemente ocurre una desexcitación, donde las vacantes producidas se rellenan con electrones de las capas exteriores.

Si un electrón de la capa interna de un átomo en una muestra es expulsado por un electrón de alta energía (proveniente del haz primario de electrones), el átomo puede regresar a su estado base o a algún otro estado de menor energía de dos maneras. En cada caso un electrón de la capa más externa cae hacia la vacancia de la capa interna y se libera energía. La liberación de energía es llevada a cabo en un caso por la emisión de un fotón y en el otro por la emisión de otro electrón de alguna capa externa. La diferencia de energía del electrón cayendo hacia un nivel más bajo es compensada por la emisión de un fotón de frecuencia  $\nu$  apropiada. La emisión del fotón nos da como resultado un espectro de rayos X característicos, mientras que la emisión del electrón es conocida como efecto Auger [6].

Estos efectos son importantes para el análisis microestructural, ya que las energías de los electrones o fotones que son emitidos son características de los elementos de los cuales provienen. Con la medición de éstas energías obtenemos análisis químicos cualitativos y la medida de las intensidades de emisión da un análisis cuantitativo.

La contribución relativa de cada uno de los procesos se caracteriza por el llamado rendimiento de fluorescencia, que es la probabilidad de que se emita un fotón cuando se llena una vacante. La fracción de fluorescencia es cercano a la unidad para elementos pesados y es una fracción muy pequeña para los elementos ligeros [6].

Los rayos X característicos pueden ser utilizados para determinar la composición química de un material. Los rayos X característicos de las líneas  $K_{\alpha}$ ,  $K_{\beta}$ ,  $L_{\alpha}$ , etc, son producidas cuando el haz electrónico expulsa electrones de las capas atómicas K, L etc., de los elementos que componen la muestra y esos niveles son llenados por electrones de una capa atómica de mayor energía. La transición de un electrón hasta la capa K se denomina  $K_{\alpha}$  cuando provienen de la capa L y  $K_{\beta}$  cuando provienen de la capa M, las transiciones hasta la capa L se denotan como  $L_{\alpha}$ ,  $L_{\beta}$ , etc.

Este estudio se puede llevar a cabo con este tipo de microscopio. Los análisis químicos de muestras por medio de espectroscopia por dispersión de energía son llamados EDS ( Energy Dispersive X-rays Spectroscopy ) [5].

En este tipo de análisis se mide el intervalo completo de longitudes de onda y es desplegado simultáneamente como un espectro de intensidad contra energía. Esto se consigue por medio del uso de un detector de estado sólido, que produce por cada fotón incidente un pulso de voltaje proporcional a su energía. Estos pulsos son clasificados, medidos y contados por medio de un sistema electrónico y un software integrado a la computadora del microscopio, cuya señal de salida nos da como resultado un espectro final [3].

En el análisis químico utilizando rayos X, existe dificultad técnica para la detección de elementos ligeros, cuya radiación se caracteriza por tener longitud de onda larga; esto es debido a que los rayos X son fácilmente absorbidos, además de encontrarse fuera del rango de percepción de algunos detectores de estado sólido.

### 3.2 Microscopía de Fuerza Atómica (AFM).

El microscopio de fuerza atómica (AFM) fue inventado en 1986. Su concepción deriva de su antecesor inmediato, el microscopio de tunelaje, inventado en 1982. Estos dos tipos de microscopio abrieron un nuevo campo en la investigación sobre la estructura de la materia, al posibilitar el análisis en resoluciones del orden de los nanómetros o angstroms trabajando a presión ambiental. Este tiene la ventaja de poder ser utilizado para observar muestras no conductoras, como las biológicas.

Los componentes principales de éste microscopio son: un porta puntas muy sensible con una punta en forma piramidal, cónica o bien una punta más un nanotubo de carbón o tungsteno, un láser, un cristal piezo-eléctrico y un fotodetector. (ver figura 3.3.1)

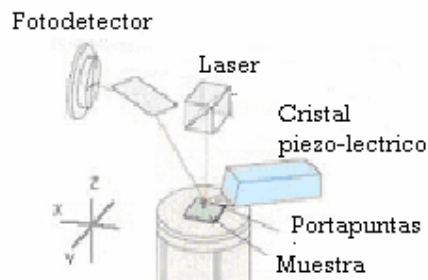


Figura 3.3.1. Esquema básico de los componentes del Microscopio de Fuerza Atómica.

La punta está colocada a distancias muy próximas a la superficie de la muestra en las que la fuerza de interacción atómica es la predominante. Conforme la punta se acerca a la superficie de la muestra el porta puntas sufre

ligeros desplazamientos, que son rápidamente corregidos por un cristal piezo - eléctrico para mantener la interacción entre la punta y la muestra constante. El haz de luz que proviene del láser, es reflejado en la parte superior del porta puntas. El haz reflejado es captado por un fotodetector que registra cualquier desplazamiento del porta puntas. La señal se pasa a una computadora, obteniéndose la topografía de la muestra.

Existen al menos dos modos de trabajo en el AFM. En el primero la punta se mantiene en contacto directo con la muestra. Siendo la muestra la que se desplaza para efectuar el barrido. Este modo de trabajo es recomendable para muestras que resistan la unión permanente con la punta. Este es el *modo de contacto* y el más sencillo de todos. (ver figura 3.3.2).

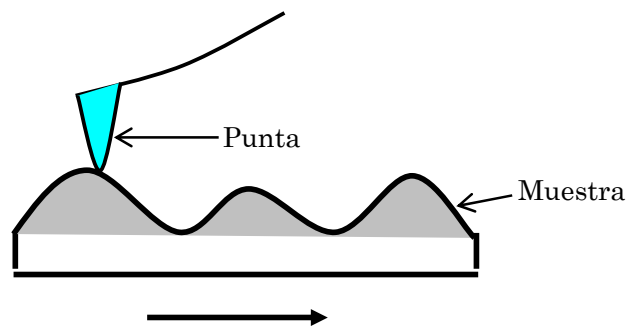


Figura 3.3.2. Interacción entre la punta y la muestra en el modo de contacto.

En el otro método la punta oscila a su frecuencia de resonancia, ésta se coloca sobre la muestra, de manera que la muestra es tocada una fracción de tiempo muy pequeña. De manera que no existe el contacto continuo con la muestra. Estos modos son conocidos como de *tapping*, modo dinámico o contacto intermitente. (ver figura 3.3.3)

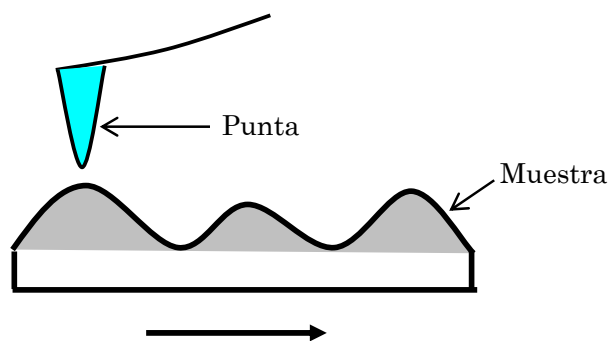


Figura 3.3.3. Interacción entre la punta y la muestra en el modo tapping.

Los resultados que es posible obtener con este método son mapas de la topografía o la forma de la superficie de un determinado material, y mapas de las fuerzas de fricción en cada punto de la superficie. Un microscopio de fuerza atómica en general funciona expuesto al ambiente; sin embargo también puede ser utilizado inmerso en líquidos o al vacío sin grandes diferencias en su funcionamiento general.

Para nuestro caso particular se utilizó el microscopio de fuerza atómica JEOL JSPM-4210, con el fin de conocer la topografía de la muestra. Se utilizó una punta triangular de silicio marca MiKroMash, con una fuerza típica de 2 N/m, en el modo de tapping, donde la punta se mantuvo en constante contacto con la superficie de la muestra.

### 3.3 Pruebas de dureza.

La dureza superficial es la resistencia de un material a ser marcado por otro. Se prefiere el uso de materiales duros como indentadores, pues éstos deben resistir el roce con otros elementos. Este tipo de prueba se lleva a cabo realizando indentaciones con objetos en forma de esferas, pirámides o conos sobre la muestra a estudiar.

Estos objetos se ponen en contacto con la superficie del material y se penetra dejando una indentación. Posteriormente se procede a medir el tamaño de la huella que dejan. Esta es una prueba fácil y puede realizarse en cualquier sitio del material. Los valores entregados pueden usarse para hacer una estimación de la resistencia que opone un material a ser marcado o deformado [7].

La clasificación y los métodos varían con cada material, dando origen a los números de dureza:

- **HBN** (Hardness **B**rinell Number)
- **HRA**, **HRB**, **HRC**, ... (Hardness **R**ockwell series A, B, C, ...)
- **HVN** (Hardness **V**ickers Number)

entre otros.

En nuestro caso se utilizó la prueba Vickers, en el cual se usa una pirámide de diamante de base cuadrada como indentador, con un ángulo de  $136^\circ$  entre sus caras opuestas (ver figura 3.4.1).

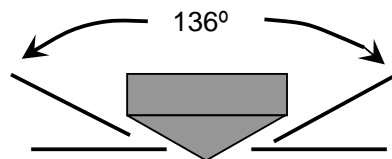


Figura 3.4.1. Indentador de la prueba Vickers.

Una vez hecha la indentación se procede a medir las diagonales producidas en el material (ver figura 3.4.2). Éstos valores se introducen en la ecuación 3.2 para obtener la dureza del material en estudio [8]



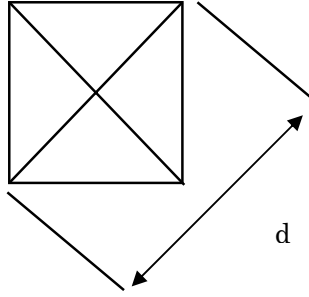


Figura 3.4.2. Vista superior producida por la indentación en un material.

$$HV = \frac{F}{A} = \frac{2F \operatorname{sen}\left(\frac{\theta}{2}\right)}{d^2} \quad 3.1$$

Donde:

$HV$ : Dureza Vickers.

$F$ : Fuerza aplicada al indentador. [gr]

$A$ : Área de indentación. [ $\mu\text{m}^2$ ]

$d$ : promedio de las diagonales de la indentación. [ $\mu\text{m}$ ]

$\theta$ : ángulo entre las caras opuestas del indentador.

Como se conoce éste último, la ecuación se reduce a:

$$HV = 1854 \frac{F}{d^2} \quad 3.2$$

Este caso se llama prueba de microdureza, debido a que los pesos con el que se trabajan son muy pequeños, y nos dan como resultado una indentación muy pequeña del orden de  $\mu\text{m}$ , por lo que es necesario utilizar un microscopio para medir las diagonales producidas por la indentación.

## REFERENCIAS:

- 1.- *Introduction and Maintenance Manual for Optic Microscope*, Matzusawa Seiki, Tokio, Japan.
- 2.- J. I. Goldstein, D.E. Newbury, P Chelín, D.C.Joy, C, Fiori, y E.Lifshin, *Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis*, Plenum Press New York and London,1981.
- 3.- S. L. Flegler, J. W. Heckman, y K. L. Klomprens, *Scanning and Transmission Electron Microscopy An Introduction*, Oxford University Press, 1993.
- 4.- M.J. Yacamán, y J.Reyes. *Microscopía electrónica*, Fondo de Cultura Económica, 1995.
- 5.- J. Cañetas, presentación en PP “*Microscopio electrónico de barrido*”
- 6.- Johansson, S. A. E. y J. L. Campbell, *PIXE: A Novel Technique for Elemental Analysis*, Jonh Willey & Sons LTD, 1988.
- 7.- H. Silman, *Ciencias de Los Materiales*, José Montesó, España,1991.
- 8.- *Introduction and Maintenance Manual for Micro Hardness Tester Model MHT-2*, Matzusawa Sieki, Japan.

## **CAPÍTULO 4.**

### **DESARROLLO EXPERIMENTAL.**

En el presente capítulo se especificará el mecanismo seguido en la preparación de las muestras para su posterior implante. Así también se definirán las características de los iones implantados y se dará una breve explicación de los estudios realizados después del implante de iones de Si en el acero 316L.

#### **4.1 Preparación de muestras.**

Para dicho estudio se utilizaron varias muestras de acero 316L comercial obtenidas de una varilla de 9.5 mm de diámetro aproximadamente.

El modo de preparación de dichas muestras se llevó a cabo de la manera siguiente: como primer paso se cortaron de la varilla pequeños cilindros de aproximadamente 10 mm de altura. Posteriormente se continuó con la etapa de pulido, en la cual se comenzó por desbastar las muestras con diversas lijas de agua de los números 400, 500, 600, 1200 y 4000, colocadas sobre una superficie plana, en este caso un vidrio, usando agua como lubricante. Se pasaba de una lija a otra cuando se observaba la muestra perfectamente plana, con rayas muy finas sobre toda la superficie, producidas en un solo sentido.

El siguiente paso consistió en lijar la muestra con un paño Microcloth de Buehler LTD, colocado sobre una pulidora mecánica, la cual consta de un platillo giratorio. Se utilizó alúmina de tamaño de grano de 1.5  $\mu\text{m}$  con agua como lubricante. Al principio, la muestra se sostiene en una posición sobre el platillo, sin hacerla girar, hasta que se hayan eliminado la mayoría de las rayas

anteriores. Luego puede hacerse girar con lentitud en sentido contrario al de rotación de la rueda, hasta que sólo puedan verse las marcas de alúmina.

Este paso fue el más tardado debido a que la muestra se consideró apta para implantar cuando la observábamos en el microscopio óptico y no percibíamos ninguna línea. Este proceso se denominó “pulido a espejo”.

## **4.2 Acelerador Pelletron.**

El acelerador Pelletron 9SDH-2 de tipo Tandem para investigación fabricado por la empresa norteamericana Nacional Electrostatic Cooperation (NEC), consta de un generador de 3 millones de voltios y equipo asociado, con el que se extiende considerablemente el intervalo de energías disponibles, hasta 20 MeV variable [1]. Dicho acelerador es capaz de acelerar casi cualquier elemento de la tabla periódica, constituyéndolo hasta la fecha, probablemente en uno de los aceleradores más versátiles de Latinoamérica [2].

En este tipo de aceleradores electrostáticos, una o dos cadenas formada alternadamente por componentes aislantes y conductores, tipo cápsulas (pellets), transfiere carga hasta una terminal, la cual aumenta progresivamente su voltaje. Con dicho acelerador se puede obtener un voltaje máximo de tres millones de voltios (3 MV), manteniendo una estabilidad del orden de 150 voltios [3].

En el exterior del tanque del acelerador se encuentran emplazadas dos fuentes de iones, también de NEC localizadas a  $+30^\circ$  y  $-30^\circ$  [4]. La fuente Alphasross es una fuente que genera iones de helio a partir de gases en una descarga de radiofrecuencias y un intercambiador de carga de rubidio.

La fuente SNICS II es una fuente que genera iones a partir de una descarga de gas de cesio, los iones de este gas se impactan con el cátodo (elemento a implantar), produciendo partículas espurreadas que al salir toman electrones, del gas de cesio, emitiendo un haz de iones negativos.

Los iones negativos así creados por las fuentes se aceleran desde un potencial nulo hasta la terminal, donde son despojados de su carga negativa mediante el paso por una zona que contiene un gas de  $N_2$  a baja presión (stripper). De esta manera se forman iones positivos, los cuales se aceleran de nuevo en la misma dirección a través de un segundo tubo para obtener una energía final de  $(n+1)V$  eV, donde  $V$  es el voltaje del terminal y  $n$  es el estado de carga positiva del ión tras su paso por el stripper.

Una vez que los iones son extraídos del acelerador, un imán analizador permite separar la especie iónica y el estado de carga deseado del resto del haz. De esta manera se obtienen iones monoenergéticos, de gran utilidad para el análisis y modificación de materiales.

Después del imán selector el haz puede pasar directamente a una de las cuatro líneas disponibles de las cuales se ocupó la línea de implantación. (ver figura 4.2.1)



Figura 4.2.1. Acelerador Pelletron 9SDH-2 de tipo Tandem.

Una serie de elementos como tazas de Faraday, monitores de perfil de haz, colimadores y cuadrupolos magnéticos permiten un buen control de la intensidad, forma y tamaño del haz a lo largo de la línea hasta las cámaras de análisis ó implantación [5].

Es esencial que las instalaciones con aceleradores posean un blindaje adecuado para proteger al personal de la radiación producida y que se satisfagan todas las regulaciones de las autoridades pertinentes.

#### **4.2.1 Cámara de implantación.**

La cámara donde se hizo la implantación se encuentra ubicada a  $+15^\circ$  respecto a la dirección del haz; en esta cámara se hace incidir un haz de iones previamente seleccionado sobre la muestra.

Dicha cámara cuenta con un portamuestras, el cual mantiene fijas las muestras durante el proceso de implante. El portamuestras es conectado a un integrador de corriente que nos permite medir la afluencia de los iones implantados a partir del estado de carga y el área a implantar.

### 4.3. Implantación de Si en acero 316L.

Una vez que la muestra está en óptimas condiciones después del pulido, se procedió a implantar iones de Si sobre éstas, con ayuda del acelerador Pelletron.

El silicio (Si) es un elemento semimetálico, el segundo elemento más común en la Tierra después del oxígeno. Su número atómico es 14 y pertenece al grupo IVA de la tabla periódica. Fue identificado por primera vez por Antoine Lavoisier en 1787, poco después identificado como compuesto por Humphry Davy en 1800, y posteriormente aislado por primera vez de sus compuestos en 1823 por el químico sueco Jöns Jakob barón de Berzelius [6] [7].

Se utiliza en aleaciones, en la preparación de los silicones, y en la industria de la cerámica técnica. Debido a sus propiedades especiales tiene un interés particular en la industria electrónica y microelectrónica como material básico para la creación de obleas o chips, pilas solares y una gran variedad de circuitos electrónicos.

También se utiliza en la industria del acero como componente de las aleaciones de silicio-acero. Para fabricar el acero, se desoxida el acero fundido añadiéndole pequeñas cantidades de silicio [8].

Se decidió implantar tres diferentes muestras variando los siguientes parámetros: fluencia, área de implantación y energía, los cuales se especifican en la tabla 1. El área de implante se obtuvo usando un colimador para el haz de 2.5 mm de diámetro.

Tabla1. Parámetros de iones implantados

Muestra	Afluencia (iones/cm <sup>2</sup> )	Área de implante (cm <sup>2</sup> )	Energía (MeV)
R <sub>6</sub>	~1x10 <sup>18</sup>	0.0452	1
R <sub>7</sub>	~1x10 <sup>18</sup>	0.0452	5
R <sub>8</sub>	~1x10 <sup>18</sup>	0.0452	9

Una vez terminado el implante, se dejó enfriar la muestra dentro de la cámara de implantación con el fin de que tuviera un enfriado lento para que las muestras no sufrieran oxidación al contacto con el aire. Se dejaron enfriar aproximadamente 20 horas.

El paso siguiente fue hacerle estudios a las muestras implantadas. Dichos estudios se describen a continuación brevemente.

- *Microscopía Óptica.* Es útil para observar en una primera revisión si surgió algún cambio (como la microestructura) a simple vista en las muestras, debido al implante.
- *Microscopía Electrónica de Barrido.* Es útil para observar con mayor profundidad si la muestra sufrió algún cambio sobre la superficie, que se pueda apreciar con ayuda de grandes aumentos. También nos es útil para corroborar si la composición química cambió después del implante utilizando la técnica de EDS.
- *Microscopía de Fuerza Atómica.* Es útil pues nos ayuda en el estudio de la topografía de la superficie en la muestra implantada.



- *Pruebas de dureza.* Este estudio se lleva a cabo con el fin de corroborar si las propiedades mecánicas del material se modificaron, es decir, si cambio la dureza en la superficie.

## REFERENCIAS:

- 1.- <http://fisica2005.unam.mx/fisica2005/JorgeRickardsCampell>
- 2.- E. Adem, *Una ventana hacia la investigación en física*, Ediciones Científicas Universitarias, México, 2000.
- 3.- R. Herb, *Nuclear and Particle Physics Source Book*, S.P. Parker, MacGraw-Hill, 1987.
- 4.- A. Oliver, *Application of Accelerators in Research and Industry*, 1997.
- 5.- National Electrostatic Corporation, *Instruction Manual for Operation and Service of 9SDH-2 Pelletron Acelerator*, USA.
- 6.- H. E. Boyer y T. L. Gall, *Metals Handbook*, American Society for Metals, USA, 1985.
- 7.- C. D. Hodgman, *Handbook of Chemistry and Physics*, Chemical Rubber Publishing, Cleveland, 1942.
- 8.- K. G. Bundinski, *Enginners Materials; Properties and Selection*, Prentice Hall, USA, 1999.

## **CAPÍTULO 5.**

### **RESULTADOS EXPERIMENTALES.**

En este capítulo se presentan los resultados experimentales obtenidos durante el desarrollo del trabajo, comenzando con la caracterización de la muestra y cada uno de los resultados conseguidos por las diversas técnicas de análisis utilizadas.

#### **5.1 .- Caracterización de muestras.**

Durante el desarrollo del trabajo se utilizaron diversas muestras de acero 316L obtenidas de una varilla de dicho material, las cuales se identificaron por medio de una letra y un número, por ejemplo R<sub>3</sub>, R<sub>4</sub>, etc. El procedimiento de preparación para su estudio se describió en la sección [4.1] del presente trabajo. Las muestras se consideraron listas para el trabajo cuando, estaban pulidas a espejo y lavadas con ultrasonido, para eliminar cualquier residuo.

Para caracterizar nuestro material se realizó un estudio metalográfico del acero 316L por medio de un ataque químico para revelar su estructura.

##### **5.1.1.-Metalografía de acero 316L.**

La metalografía nos permite revelar la estructura del metal o aleación. Existen diversos métodos de ataque pero el más utilizado es el ataque químico, que puede hacerse sumergiendo la muestra con cara pulida hacia arriba en un reactivo adecuado, o pasar sobre la cara pulida un algodón embebido en dicho reactivo.

En algunos metales los límites de grano están sujetos a ataques selectivos, puesto que representan zonas de imperfección cristalina e impurezas que aceleran el ataque local. Además, los granos con orientaciones distintas son atacados con diferente intensidad, dado que esta diferencia en la orientación provoca velocidades de ataque diferentes. Se debe evitar el sobreataque, dado que la superficie se puede manchar y en consecuencia cubrir la estructura o producirse manchas de corrosión.

Un reactivo común utilizado para atacar hierros y aceros en general es el Nital al 5%, que consiste en 5% de ácido nítrico concentrado en alcohol etílico (en 95 cm<sup>3</sup> de alcohol etílico, agregamos 5 cm<sup>3</sup> de ácido nítrico concentrado). En nuestro acero no produjo ningún resultado a pesar de que se utilizaron diferentes intervalos de tiempo para la muestra sumergida, desde unos pocos segundos hasta 25 minutos.

El estudio metalográfico del acero 316L, que sí dio resultado, consistió en sumergir las muestras durante 10 o 20 segundos en un reactivo más poderoso llamado Marble's el cual consiste 10 gr de CuSO<sub>4</sub>, 50 ml de HCl y 50 ml de H<sub>2</sub>O destilada. Inmediatamente después la muestra se lava al chorro de agua, después con alcohol, y se seca con aire caliente, proveniente de una secadora industrial.

Posteriormente la estructura del material se observó por medio del microscopio óptico y el microscopio electrónico de barrido (SEM).

Las imágenes que se presentan a continuación nos muestran la superficie de una muestra de acero 316L sin implantar, es decir, la muestra testigo. En la figura 5.1.1.1, que es observada mediante microscopía óptica, observamos el acero tipo 316L austenítico. En ella tenemos granos bien definidos con presencia de maclas (del inglés cristal twinned); también se logra apreciar la frontera de grano, a una amplificación de 50x.



Figura 5.1.1.1. Fotografía de muestra testigo de acero 316L. Obtenida por microscopio óptico con amplificación de 50x, se logra apreciar con facilidad los granos y sus fronteras de grano.

En la figura 5.1.1.2, a una amplificación de 100x logramos apreciar granos de diferentes tamaños muy bien definidos; también observamos la presencia de maclas.



Figura 5.1.1.2. Fotografía de muestra testigo de acero 316L. Obtenida por microscopio óptico con amplificación de 100x, observamos granos semejantes y fronteras de grano bien delimitadas.

Las imágenes obtenidas mediante la microscopía electrónica de barrido (SEM), para la muestra testigo de acero 316L muestran que existen granos que presentan formas geométricas bien definidas, y también vemos que algunos granos cuentan con rayas internas paralelas entre sí, que también se interpretan como maclas, asimismo se logra apreciar que la muestra presenta hoyos en la superficie.

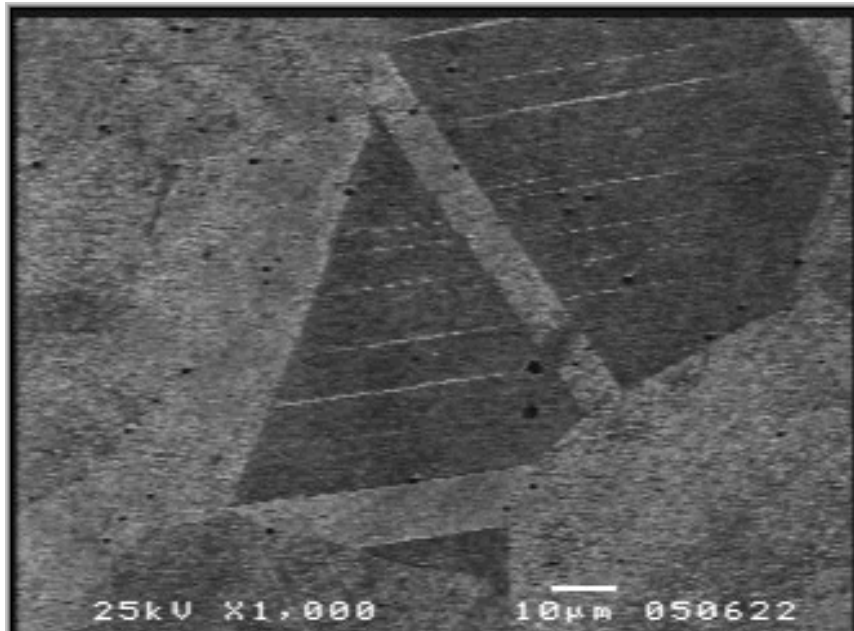


Figura 5.1.1.3. Imagen obtenida por SEM.  
Mostrando rayas paralelas dentro de los granos,  
algunos de éstos con forma geométrica bien definida  
y presencia de hoyos en la superficie.

En la figura 5.1.1.4 se observa un espectro de EDS, con su respectiva tabla 5.1.1.1, de una muestra testigo de acero 316L, donde se observa que la muestra está constituida en mayor proporción de hierro, cromo, níquel, y en menores proporciones de manganeso, molibdeno, silicio y oxígeno.

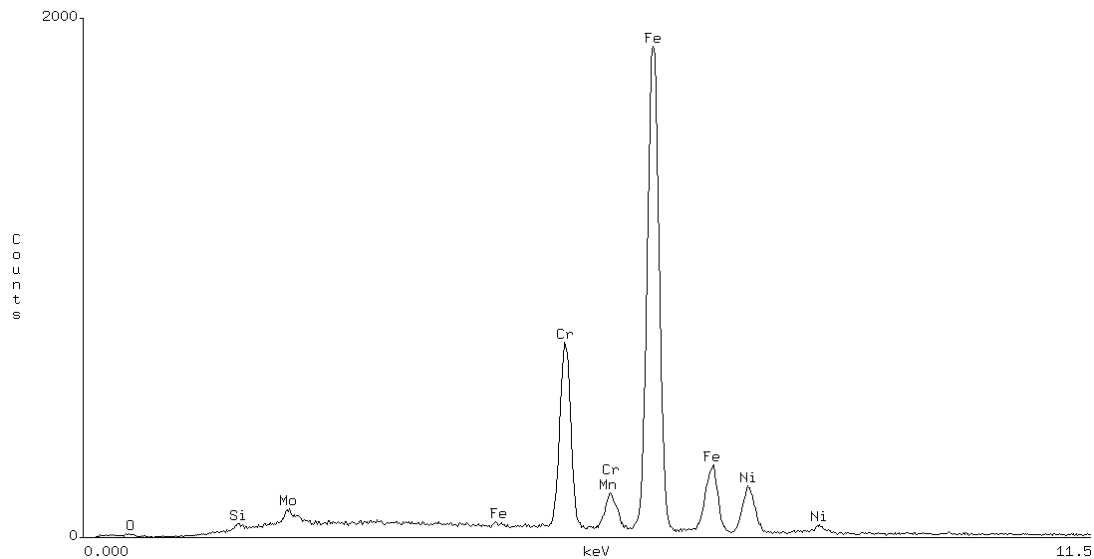


Figura 5.1.1.4. Espectro EDS correspondiente al acero 316L de la muestra testigo.

Tabla 5.1.1.1. Razón de porcentaje atómico de los elementos presentes en la muestra testigo.

Element	Atom %
O -K	0.91
Si-K	0.49
Mo-L	0.61
Cr-K	17.20
Fe-K	69.72
Ni-K	9.56
Mn-K	1.51
Total	100.00

## 5.2.- Resultados del Microscopio Electrónico de Barrido.

Una vez implantadas las muestras, éstas fueron observadas por microscopio óptico y microscopio electrónico de barrido. Podemos decir que a simple vista se puede apreciar un pequeño cambio, pues para las muestras implantadas con iones de 1 y 9 MeV el aspecto de la superficie se tornó un poco opaca, y en la muestra implantada con iones de 5 MeV la superficie se observa más oscura e inhomogénea.

Para la muestra implantada con iones de Si de 1 MeV la microscopía electrónica de barrido nos muestra el área correspondiente a la implantación a una amplificación de 35x, donde apreciamos tres zonas con lo que se corrobora que la implantación de iones no fue homogénea. Pues como el colimador fue grande no se logró homogeneidad del haz, por lo que suponemos que hay zonas con afluencias mayores que  $1 \times 10^{18}$  iones/cm<sup>2</sup> y menores que  $1 \times 10^{18}$  iones/cm<sup>2</sup>. Llamaremos región A el área no implantada, región B el área de mayor afluencia de iones y región C el área de menor afluencia de iones (ver figura 5.2.1).

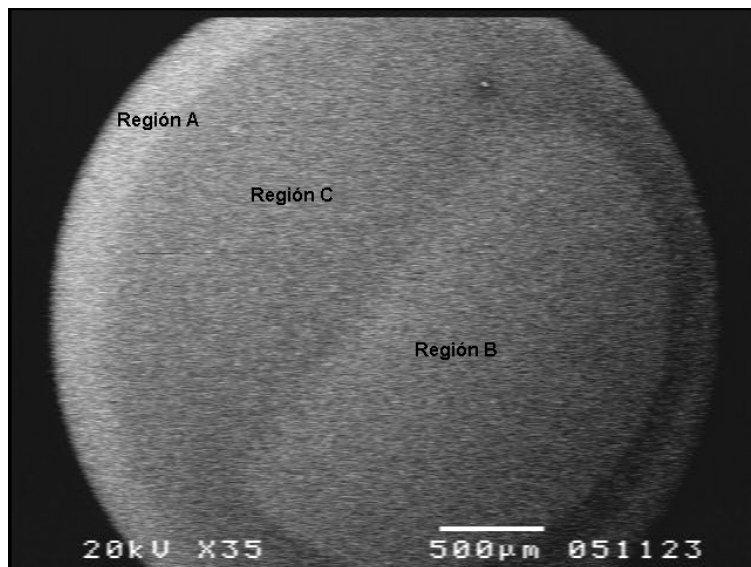


Figura 5.2.1. Imagen obtenida por SEM de acero 316L implantado con iones de Si de 1 MeV, donde se logran apreciar diferentes regiones en la superficie.

En las tres zonas se observa que la textura de la superficie no cambió, pues no se logra apreciar cambio a pequeñas (1000x) ni a grandes (50,000x) amplificaciones, como se muestra en la figura 5.2.2.

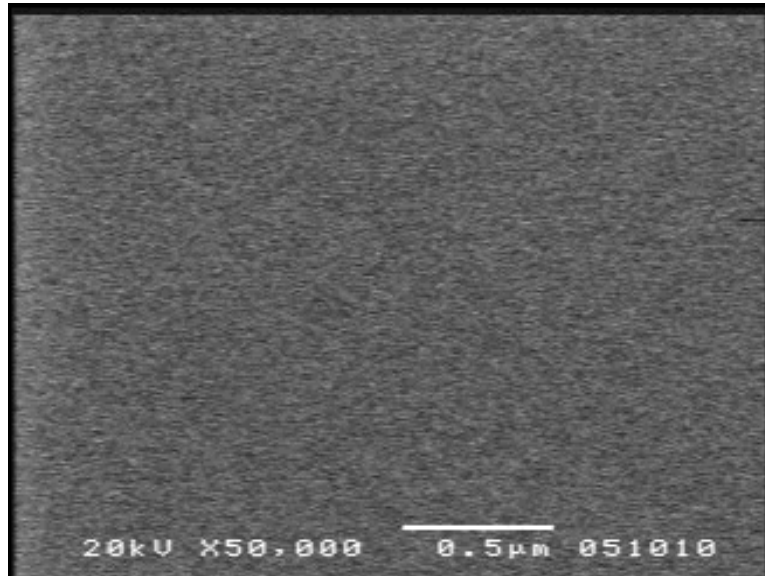


Figura 5.2.2. Imagen obtenida por SEM. Muestra implantada con iones de 1 MeV; observamos superficie lisa y homogénea sin cambio alguno.

La figura 5.2.3 corresponde a la muestra implantada con iones de Si de 5 MeV, en la cual el implante no fue homogéneo y logramos apreciar la presencia de las regiones que se mencionaron respecto de la figura 5.2.2.

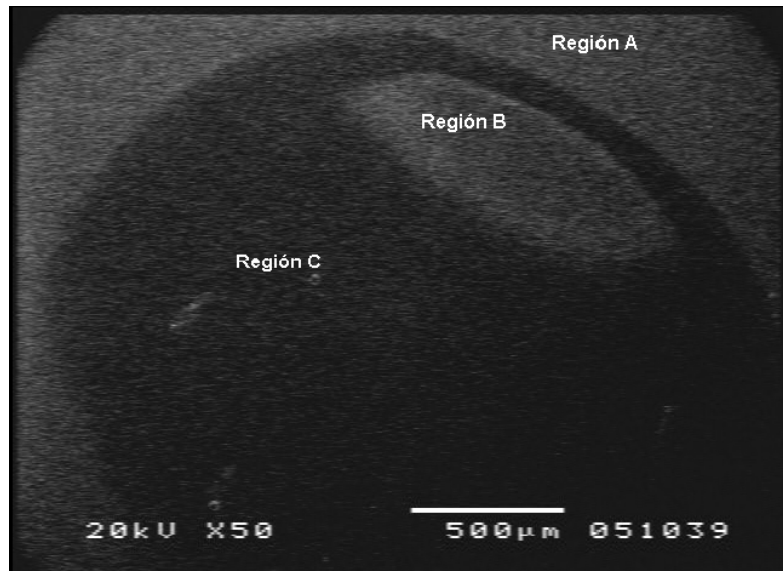


Figura 5.2.3. Imagen obtenida por SEM. Muestra implantada con iones de 5 MeV; se logran apreciar tres diferentes regiones.



En la región A y C no se logra apreciar cambio alguno, y en la región B a 1500x se logra apreciar que el implante funcionó para revelar la microestructura sin necesidad de atacar químicamente la superficie (ver figura 5.2.4). En la región B para ampliaciones mayores (50,000x) logramos ver que la textura de la superficie cambió completamente pues apreciamos rugosidades, presentando una estructura de coalescencia de partículas con dimensiones del orden de 100 nm. También vemos hoyos sobre la superficie y las partículas están más definidas cerca de éstos (ver figura 5.2.5 y 5.2.6). En cuanto a la interfase entre la región B y C se observan rayas que son formadas por partículas del orden de 100 nm perfectamente alineadas (ver figura 5.2.7).

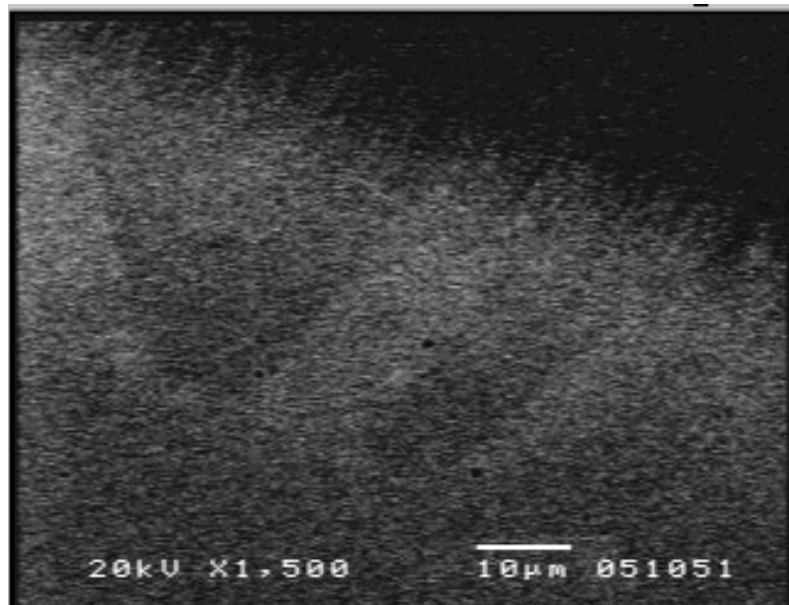


Figura 5.2.4. Imagen obtenida por SEM.  
Muestra implantada con iones  
de 5 MeV; se logra apreciar la  
microestructura del material.

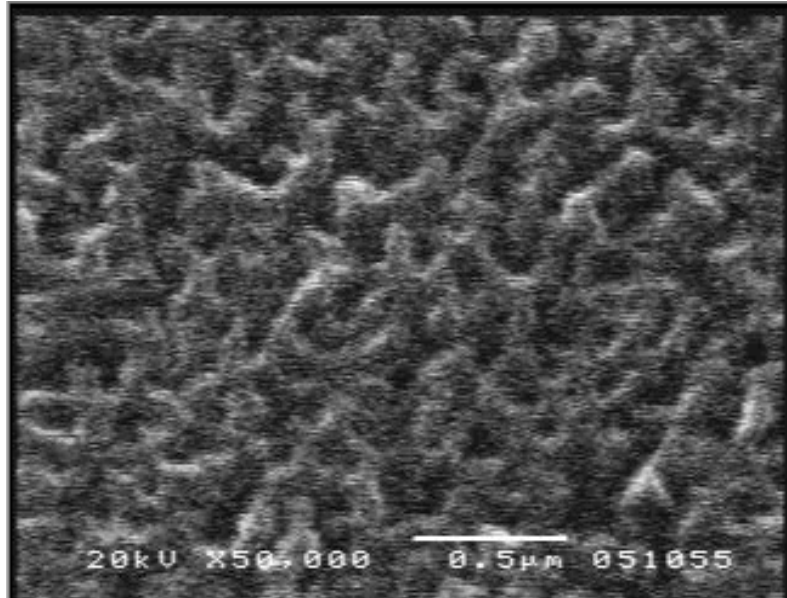


Figura 5.2.5. Imagen obtenida por SEM.  
Muestra implantada con iones  
de 5 MeV mostrando coalescencia  
de partículas sobre la superficie implantada.

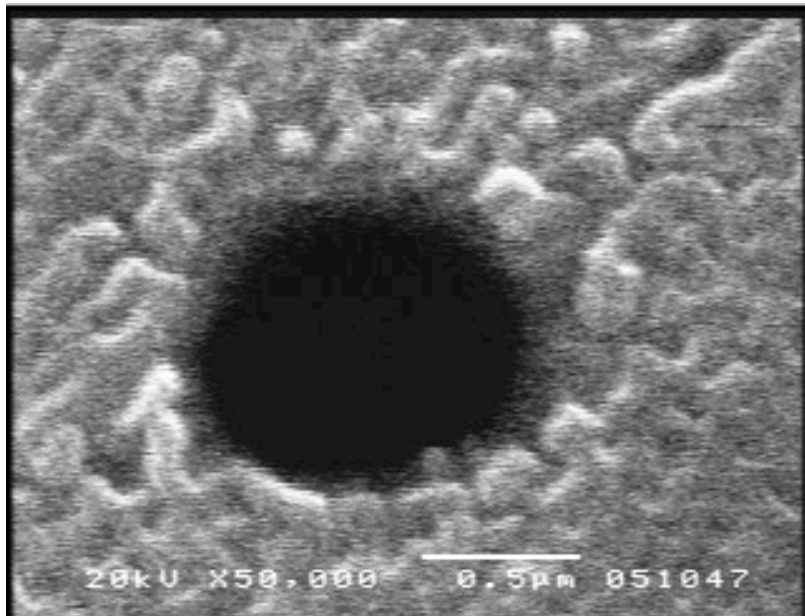


Figura 5.2.6. Imagen obtenida por SEM.  
Muestra implantada con iones de 5 MeV;  
observamos que las partículas se definen más  
cerca de los hoyos que presenta la superficie.

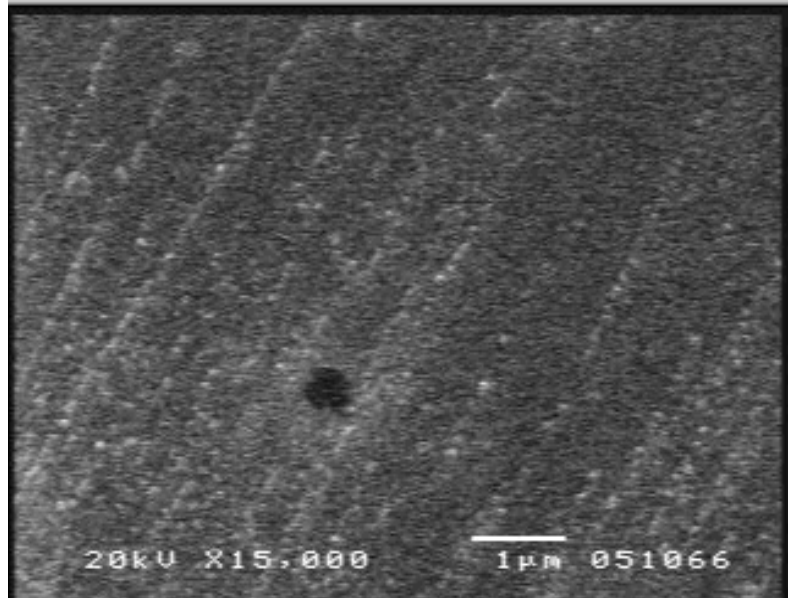


Figura 5.2.7. Imagen obtenida por SEM.  
Muestra implantada con iones de 5 MeV mostrando partículas alineadas en la interfase de la región B y C

Los resultados obtenidos para la muestra implantada con Si de 9 MeV muestran, igual que en los casos anteriores, la presencia de tres regiones que referiremos de igual manera que en la figura 5.2.2. (ver figura 5.2.8).

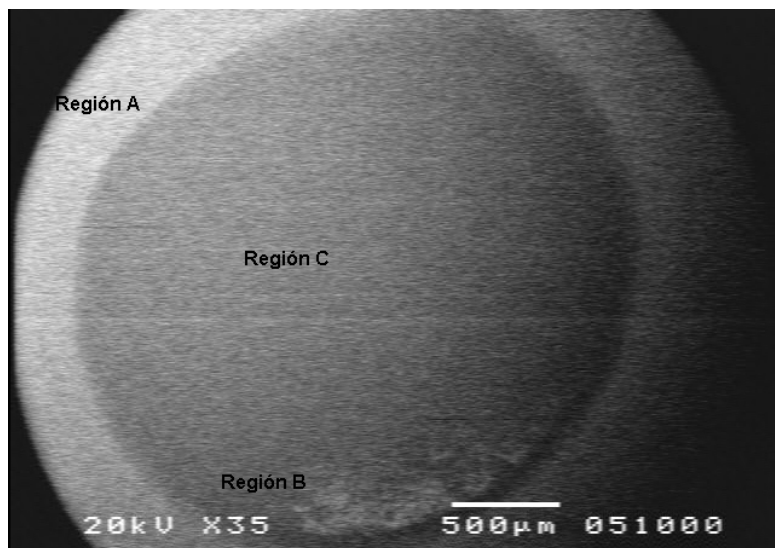


Figura 5.2.8. Imagen obtenida por SEM.  
Muestra implantada con iones de Si de 9 MeV mostrando tres diferentes regiones.

En las regiones A y C no se logra apreciar algún cambio sobre la superficie a ampliaciones de 50,000x, para la región B con ampliaciones de 500x observamos claramente la microestructura del material sin necesidad de efectuar la metalografía, así como rayas blancas que suponemos son de pulido (ver figura 5.2.9). Para ampliaciones mayores (50,000x) apreciamos que las rayas son partículas acomodadas en forma de líneas (figura 5.2.10). Por último en la figura 5.2.11 se muestran partículas de diversas formas, pues no son completamente esféricas. Estas presentan diferentes tamaños del orden de 100 nm; que es la dimensión típica de las nanopartículas.

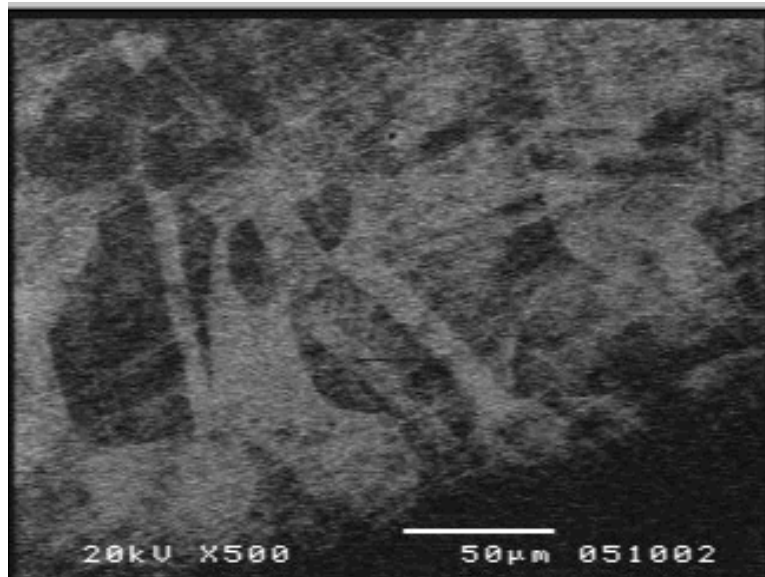


Figura 5.2.9. Imagen obtenida por SEM. Muestra implantada con iones de Si de 9 MeV mostrando claramente la microestructura.

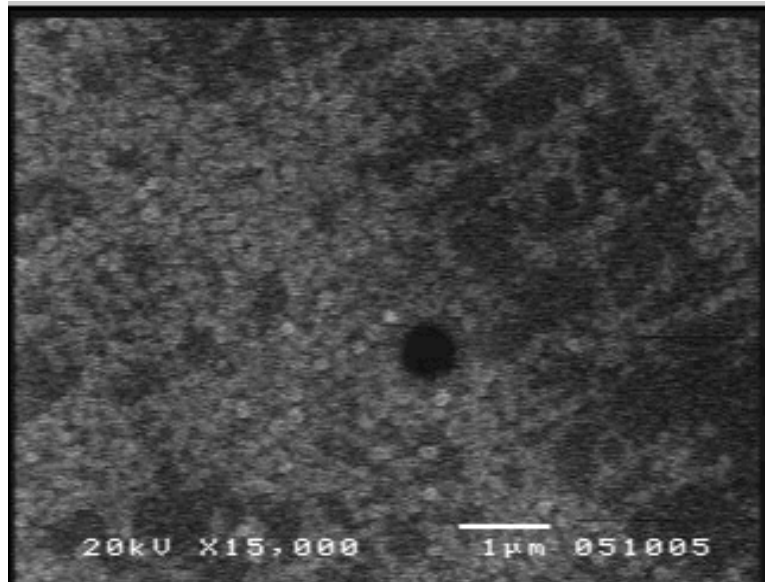


Figura 5.2.10. Imagen obtenida por SEM.  
Muestra implantada con iones  
de 9 MeV mostrando partículas en la  
superficie de la muestra.

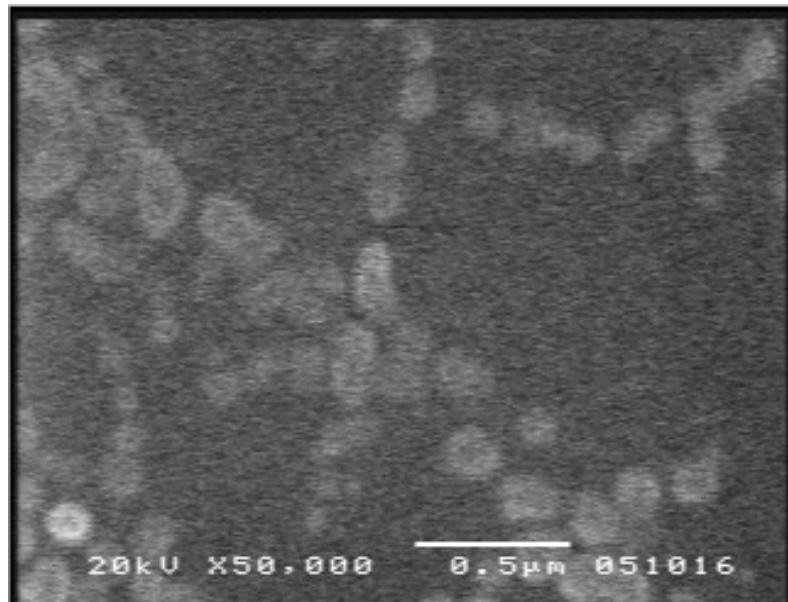


Figura 5.2.11. Imagen obtenida por SEM.  
Muestra implantada con iones de 9 MeV;  
logramos observar nanopartículas.

### 5.2.1.- Resultados del Microscopio Electrónico de Bajo Vacío.

Una vez que se conocieron los resultados de los estudios de microscopía electrónica de barrido se prosiguió al análisis de la superficie de las muestras por medio del estudio EDS. Dicho análisis se llevó a cabo en las zonas donde había cambiado la superficie a causa del implante, con el fin de corroborar cuáles eran los elementos de los que se componen las nanopartículas y las diferentes estructuras creadas. El análisis químico por EDS se llevó a cabo a un voltaje de aceleración de electrones de 20 kV, pues fue el voltaje óptimo para obtener buenos resultados. A continuación se muestran las imágenes obtenidas y los resultados del análisis químico para las diversas muestras implantadas a diferentes energías.

En los resultados obtenidos mediante el microscopio electrónico de bajo vacío, para la muestra implantada con iones de 1 MeV tenemos que se pudo observar la microestructura en la interfase de la región B y C, así como rayas de pulido, como se muestra en la figura 5.2.1.1.

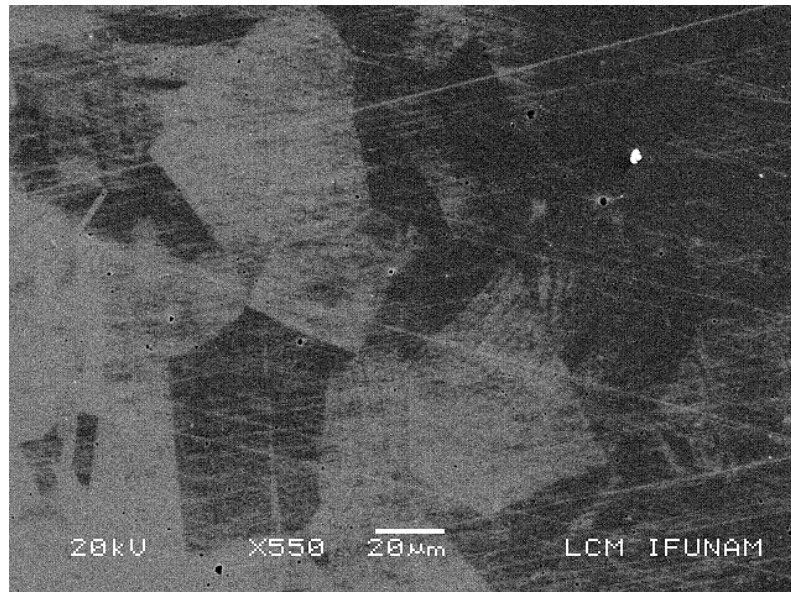


Figura 5.2.1.1. Imagen obtenida por SEM – LV.  
Muestra implantada con iones de 1 MeV;  
observamos microestructura en la  
interfase de las regiones B y C.

Se realizaron estudios de EDS puntuales, en las tres regiones existentes de la muestra, obteniéndose los mismos resultados, por lo cual a continuación se presenta el espectro característico de dicha muestra (ver figura 5.2.1.2). En el cual se observa que la mayor contribución está dada por el Fe, posteriormente el Cr, y en menores cantidades Ni, Mn, Mo, Si y una pequeña porción de O. También logramos apreciar que para algunos elementos como el Fe, Cr y Ni tenemos los picos  $K_{\alpha}$  y  $K_{\beta}$ . En la tabla 5.2.1.1 se muestra la razón del porcentaje atómico (% at) de cada uno de los elementos presentes en la muestra implantada con iones de 1 MeV.

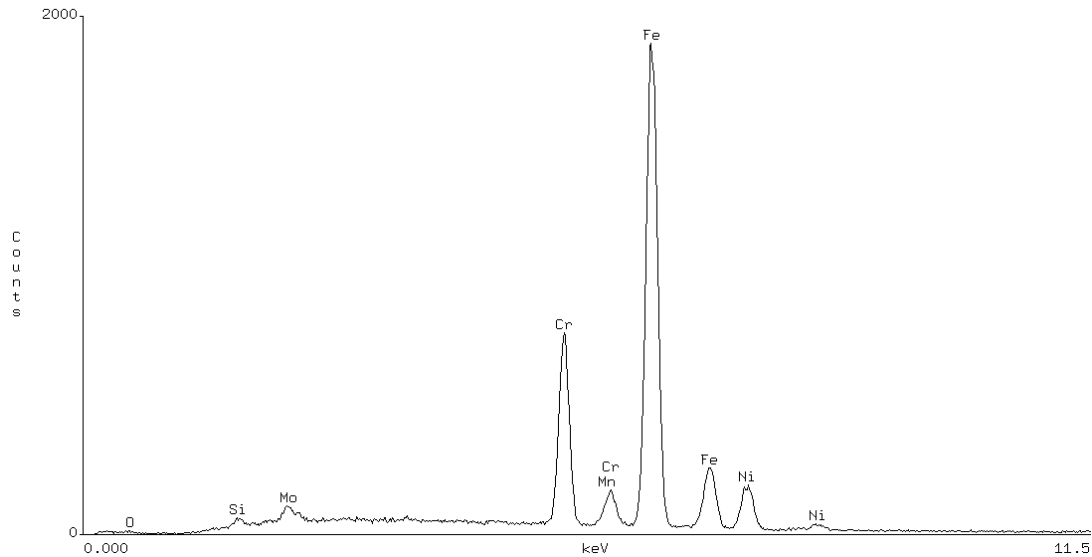


Figura 5.2.1.2. Espectro EDS correspondiente a la muestra implantada con iones de 1 MeV.

Tabla 5.2.1.1. Razón de porcentaje atómico de los elementos presentes en la muestra implantada con Si de 1 MeV.

Element	Atom %
O -K	0.57
Si-K	0.75
Mo-L	0.79
Cr-K	17.56
Fe-K	69.73
Ni-K	9.08
Mn-K	1.52
Total	100.00

Los resultados obtenidos para la muestra implantada con iones de 5 MeV, muestran tres regiones al igual que en el SEM, pero ahora podemos detectar una zona más correspondiente a una franja de dendritas existente en la región C (ver figuras 5.2.1.3 y 5.2.1.4). También podemos observar con mayor nitidez que las partículas coalescentes de la región B se definen más cuando están cerca de algún hoyo (ver figura 5.2.1.5), mostramos también que las partículas son del orden de 100 a 200 nm (ver figura 5.2.1.6).

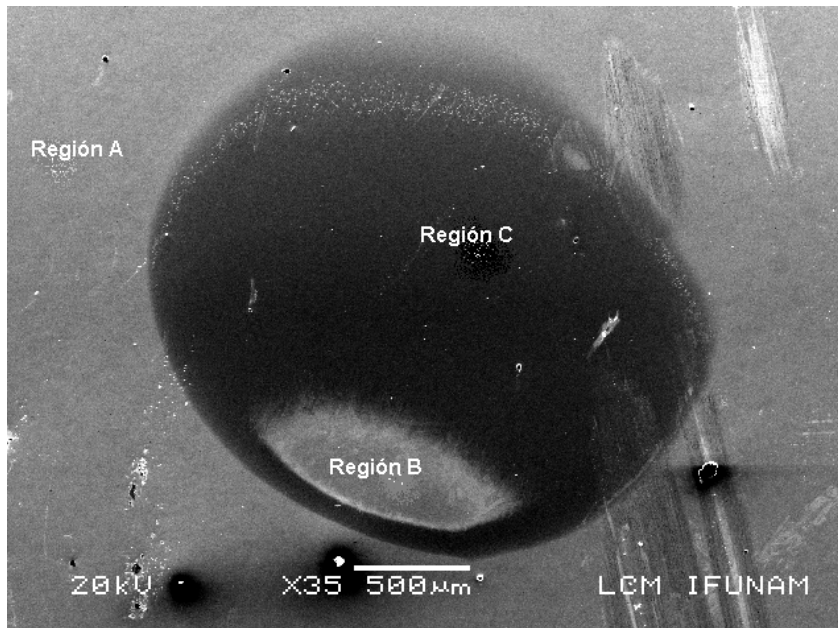


Figura 5.2.1.3. Imagen obtenida por SEM – LV. Muestra implantada con iones de 5 MeV; observamos una franja de dendritas dentro de la región A.



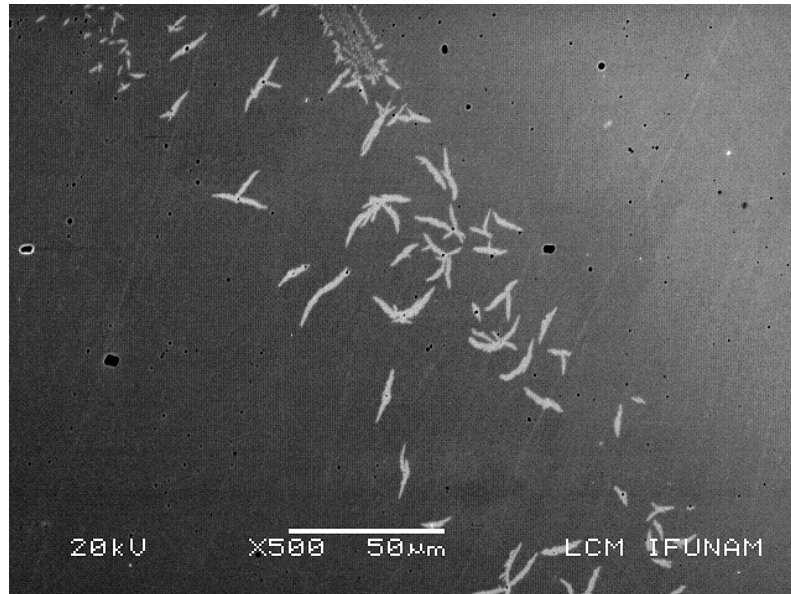


Figura 5.2.1.4. Imagen obtenida por SEM – LV .  
Muestra implantada con iones de 5 MeV;  
observamos una franja de dendritas.

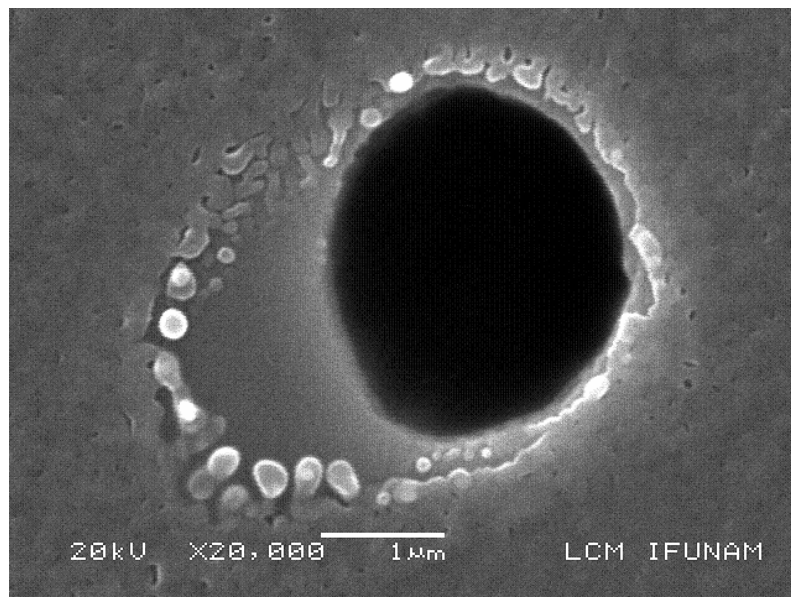


Figura 5.2.1.5. Imagen obtenida por SEM-LV. Muestra  
implantada con iones de 5 MeV; observamos  
que las partículas se definen más cuando  
son ubicadas cerca de un hoyo.

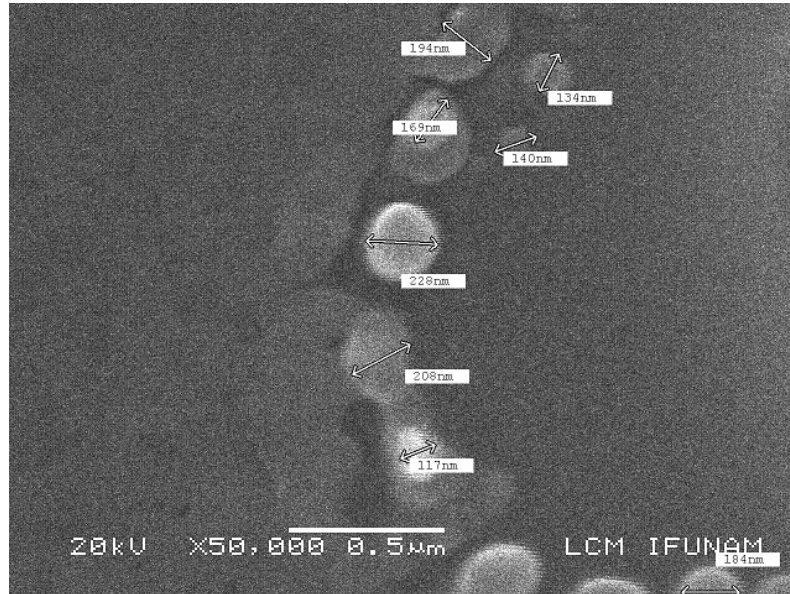


Figura 5.2.1.6. Imagen obtenida por SEM- LV. Muestra implantada con iones de 5 MeV; observamos tamaños aproximados de las nanopartículas.

Los estudios de EDS realizados en las cuatro regiones de nuestra muestra indican que para las regiones A, B y C la composición de elementos es la misma que los de la muestra anterior y si las proporciones no son idénticas, la variación de los elementos constituyentes es muy pequeña, excepto en el O que registra un pequeño aumento. Por lo cual en la figura 5.2.1.7. se muestra en espectro característico de dichas regiones; también se presenta en la tabla 5.2.1.2, las proporciones atómicas de cada elemento.

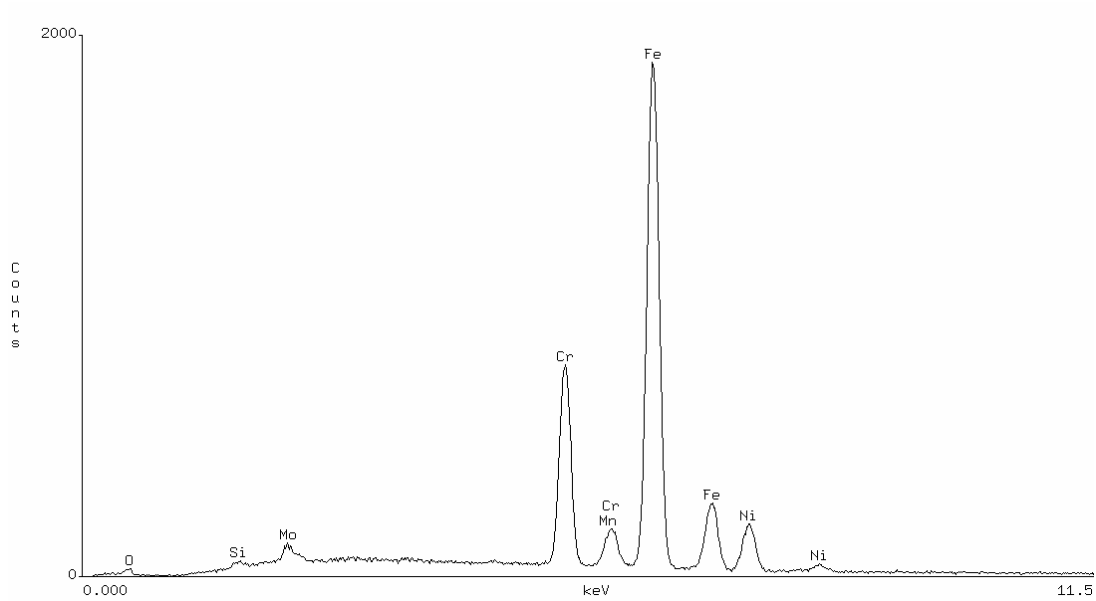


Figura 5.2.1.7. Espectro EDS correspondiente a la muestra implantada con iones de 5 MeV.

Tabla 5.2.1.2. Razón de porcentaje atómico de los elementos presentes en la muestra implantada con Si de 5 MeV.

Element	Atom %
O -K	2.13
Si-K	0.59
Mo-L	0.83
Cr-K	17.53
Fe-K	67.95
Ni-K	9.30
Mn-K	1.67
Total	100.00

En la figura 5.2.1.8 se observa un espectro de EDS de una dendrita ubicada en la región C, en la cual se observa que los picos correspondientes al manganeso y molibdeno aumentaron en tamaño respecto de las otras regiones; en la tabla 5.2.1.3 se muestran los porcentajes atómicos correspondientes.

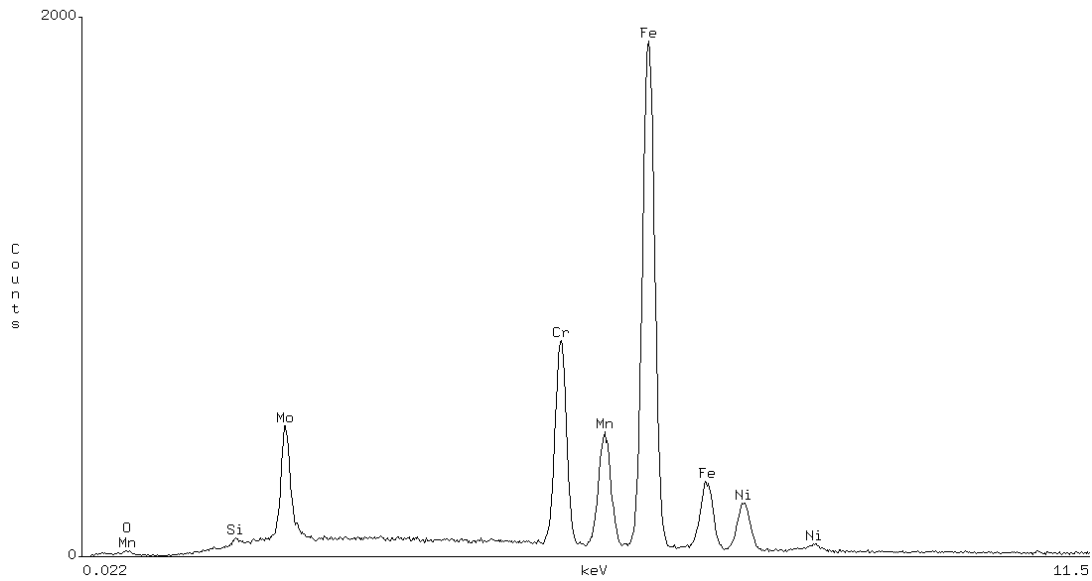


Figura 5.2.1.8. Espectro EDS de una dendrita en la muestra implantada con iones de 5 MeV .

Tabla 5.2.1.3. Razón de porcentaje atómico de los elementos en la región de dendritas.

Element	Atom %
Si-K	0.33
Mo-L	5.16
Cr-K	16.05
Mn-K	9.49
Fe-K	59.33
Ni-K	8.08
O -K	1.56
Total	100.00

Para la muestra implantada con iones de 9 MeV se observan las tres regiones encontradas en el SEM, pero se logran apreciar con mayor nitidez las nanopartículas existentes en la región B (ver figura 5.2.1.9).

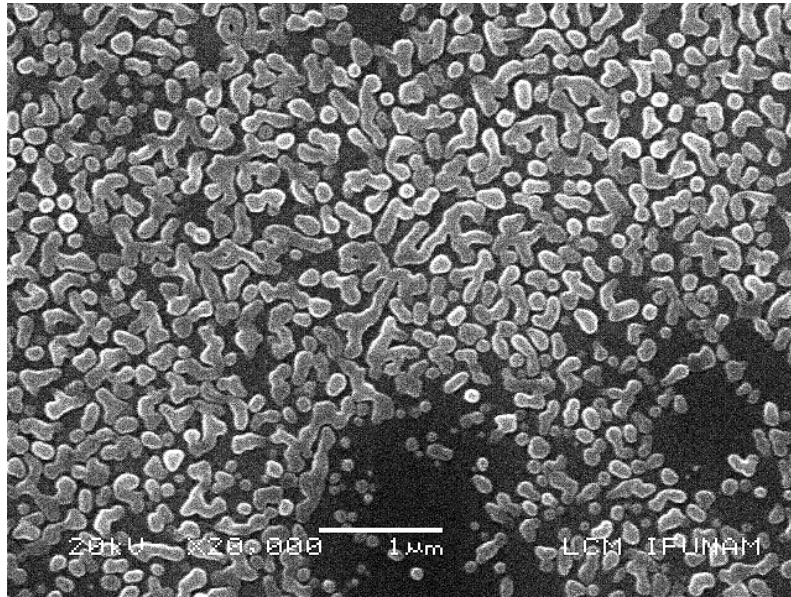


Figura 5.2.1.9. Imagen obtenida por SEM – LV.  
Muestra implantada con iones de 9 MeV  
observamos con gran definición las nanopartículas.

En la figura 5.2.1.10 vemos que las nanopartículas no tienen forma homogénea, pues algunas son partículas independientes del orden de 90 nm, unas de las cuales parecen haber coalescido con sus vecinas tomando formas alargadas del orden de 600 nm.

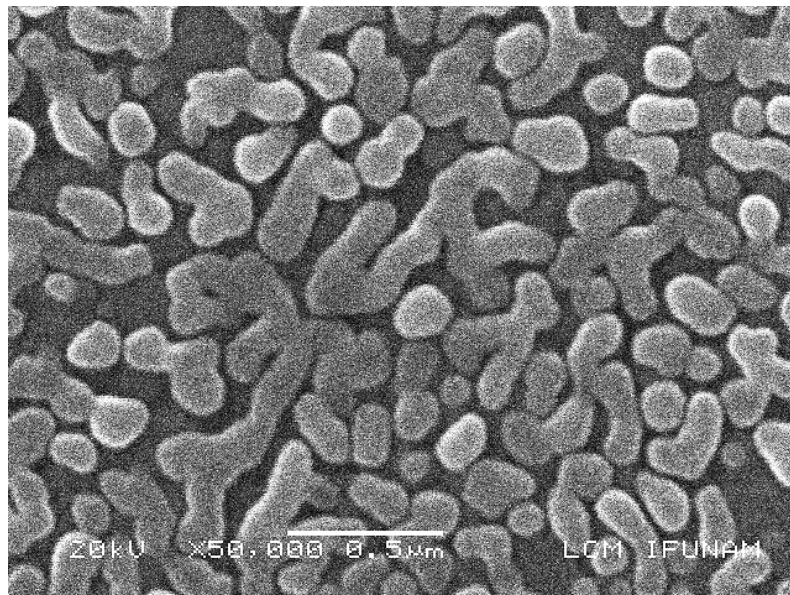


Figura 5.2.1.10. Imagen obtenida por SEM – LV.  
Muestra implantada con iones de 9 MeV  
mostrando formas y tamaños de nanopartículas.

Los estudios de EDS efectuados en las regiones A y C nos muestran que los porcentajes de los elementos son muy parecidos a las muestras anteriores en estas mismas regiones. Se presenta la gráfica correspondiente en la figura 5.2.1.11 con su tabla correspondiente 5.2.1.5.

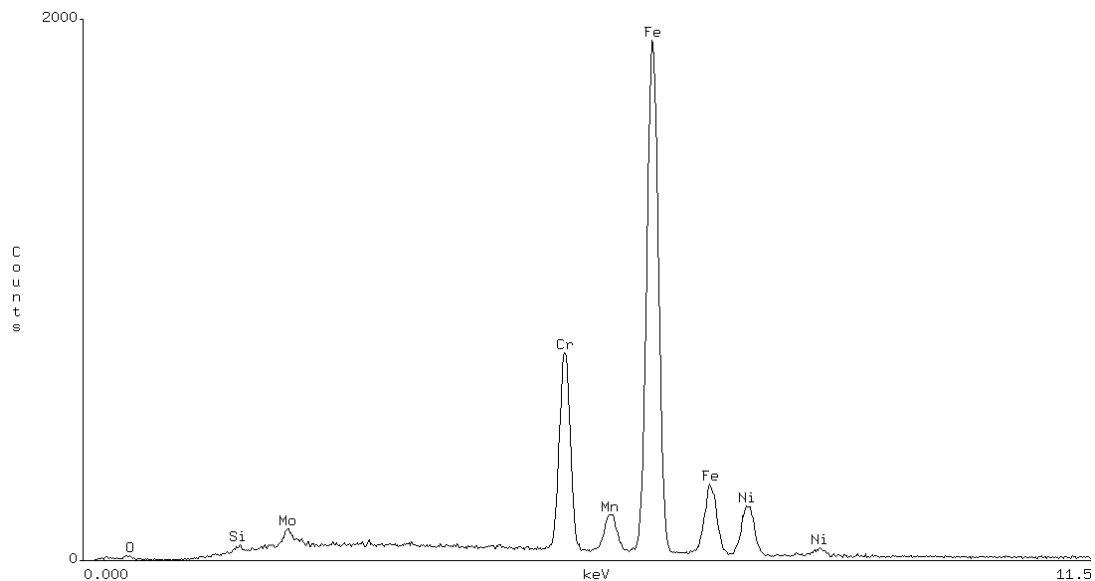


Figura 5.2.1.11. Espectro EDS correspondiente a la muestra implantada con iones de 9 MeV, en la región A y C.

Tabla 5.2.1.5. Razón de porcentaje atómico de los elementos presentes en la muestra implantada con Si de 9 MeV.

Element	Atom %
Si-K	0,44
Mo-L	0,85
Cr-K	17,30
Mn-K	1,39
Fe-K	68,59
Ni-K	10,25
O -K	1,18
Total	100,00

En la figura 5.2.1.12 mostramos un espectro EDS correspondiente a las nanopartículas. En éste vemos que los picos correspondientes al molibdeno y manganeso también aumentaron respecto a las regiones A y C. En la tabla 5.2.1.6 se muestra el porcentaje atómico correspondiente de cada elemento.

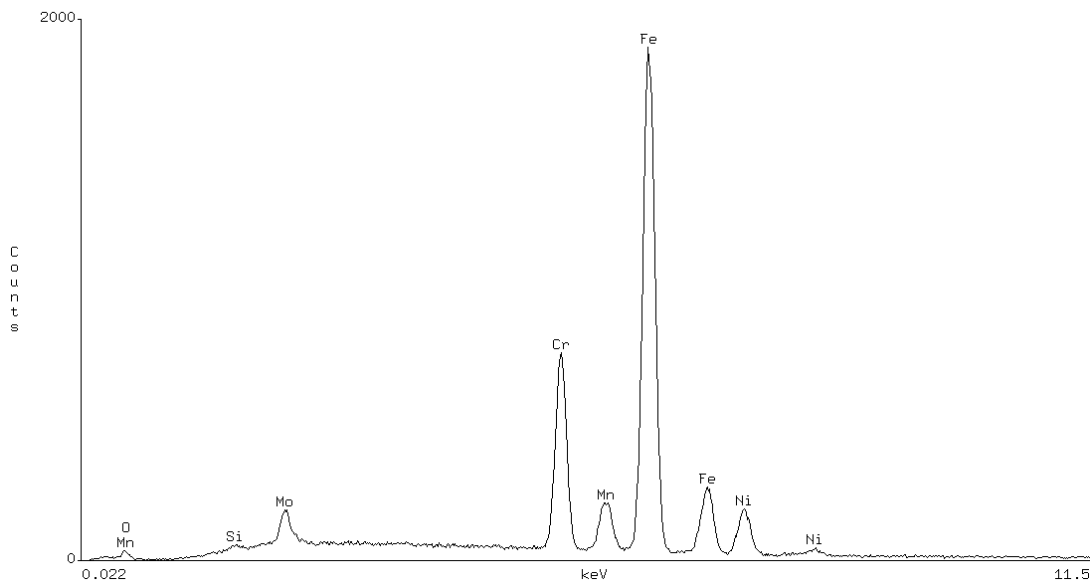


Figura 5.2.1.12. Espectro EDS correspondiente a las nanopartículas bien definidas en la región B

Tabla 5.2.1.6. Razón de porcentaje atómico de elementos presentes en las nanopartículas.

Element	Atom %
Si-K	0.43
Mo-L	1.85
Cr-K	16.81
Mn-K	3.21
Fe-K	66.52
Ni-K	8.43
O -K	2.75
Total	100.00

### 5.3 .- Resultados del Microscopio de Fuerza Atómica.

Los estudios realizados con microscopía de fuerza atómica se llevaron a cabo con la finalidad de conocer la topografía de la muestra en la superficie implantada.

En el caso de la muestra implantada con iones de 1 MeV los resultados corroboran lo obtenido por las dos técnicas anteriores, ya que no existe cambio alguno pues en ésta se observa la superficie lisa, algunas rayas ocasionadas por la técnica de pulido, y basura. (ver figura 5.3.1).

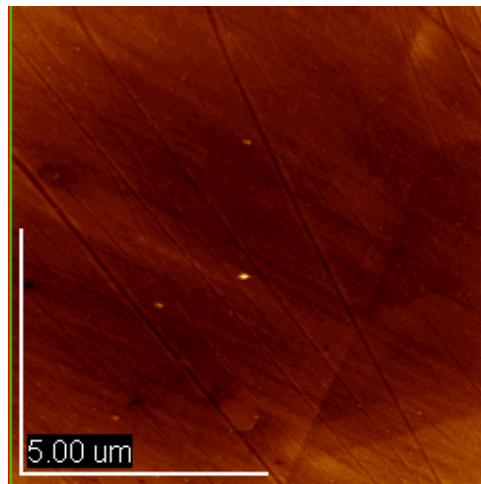


Figura 5.3.1. Obtenida por AFM.  
Muestra implantada con iones de 1 MeV;  
observamos superficie lisa con rayas de pulido.

Para la muestra implantada con iones de 5 MeV el estudio topográfico nos indica que en la región A no se aprecia ningún cambio. En la figura 5.3.2 se observa la imagen de la superficie de la muestra en la región B, donde apreciamos en un área de  $3 \mu\text{m}^2$  que la superficie es corrugada. En la figura 5.3.3 se muestra la imagen tridimensional de la superficie de esta muestra, donde se aprecia que alcanza una altura máxima de 67.1 nm con anchos que varían de 100 a 400 nm.



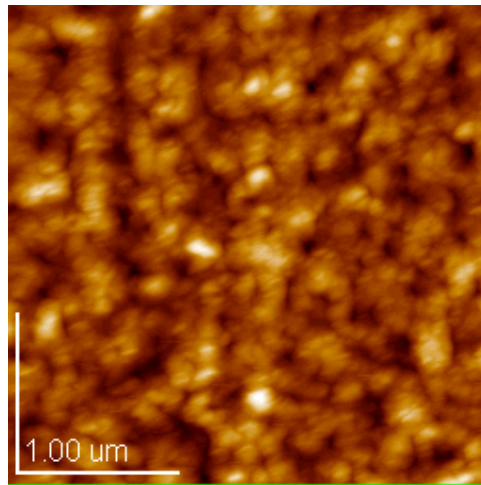


Figura 5.3.2. Imagen obtenida por AFM. Muestra implantada con iones de 5 MeV; observamos cambio en la superficie en la región B.

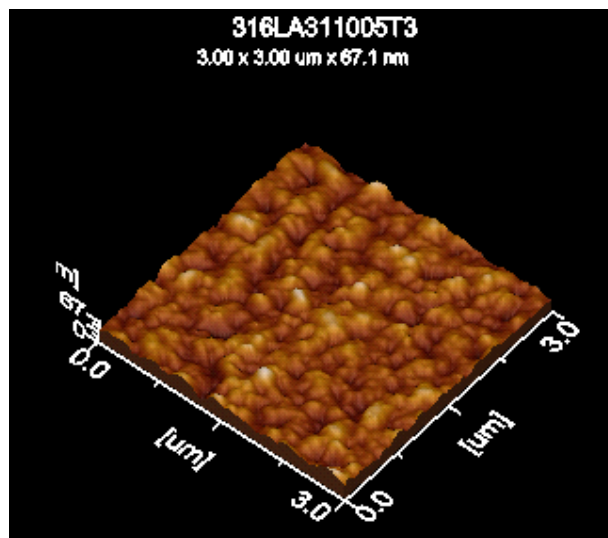


Figura 5.3.3. Imagen obtenida por AFM. Muestra implantada con iones de 5 MeV; observamos imagen tridimensional de la región B.

La superficie de la región C se muestra en la figura 5.3.4 donde se logra apreciar que existen nanopartículas bien definidas ubicadas sobre las rayas ocasionadas por el pulido; dichas nanopartículas cuentan con una altura de 56.5 nm y anchos que varían de 80 a 280 nm aproximadamente. (ver figura 5.3.5).

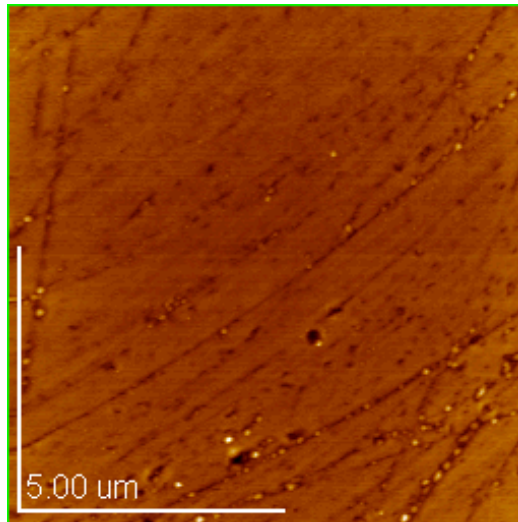


Figura 5.3.4. Imagen obtenida por AFM. Muestra implantada con iones de 5 MeV; observamos nanopartículas sobre las rayas de pulido en la región C.

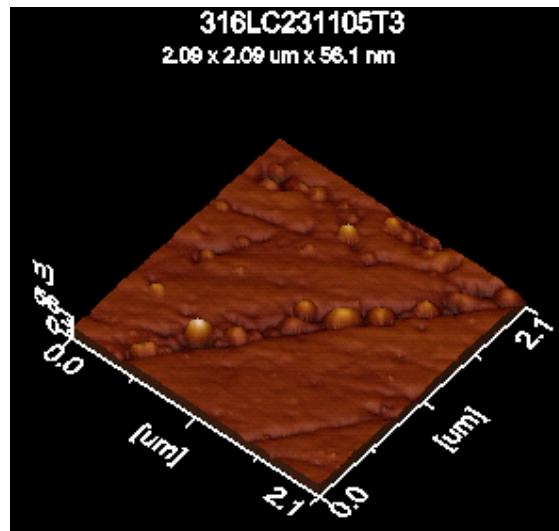


Figura 5.3.5. Imagen obtenida por AFM. Muestra implantada con iones de 5 MeV; observamos imagen tridimensional en la región C.

En la muestra implantada con iones de 9 MeV no se generó ningún cambio en las regiones A y C. Para la región B podemos ver que en la superficie se aprecian nanopartículas, algunas de las cuales parecen estar alineadas (ver figura 5.3.6). Podemos apreciar que dichas nanopartículas están muy bien definidas y toman formas muy particulares (ver figura 5.3.7). En la imagen tridimensional se puede observar que las nanopartículas alcanzan alturas de 130 nm y anchos que oscilan entre 80 y 300 nm (ver figura 5.3.8).

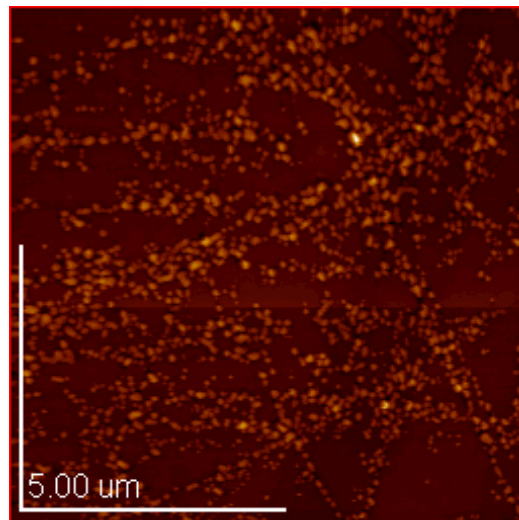


Figura 5.3.6. Imagen obtenida por AFM. Muestra implantada con iones de 9 MeV; observamos nanopartículas alineadas.

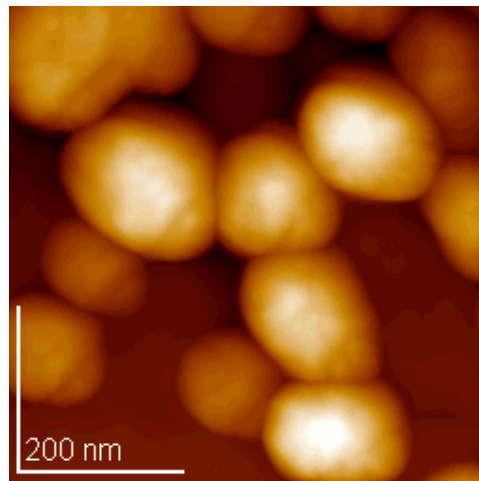


Figura 5.3.7. Imagen obtenida por AFM. Muestra implantada con iones de 9 MeV; observamos nanopartículas con formas muy particulares.

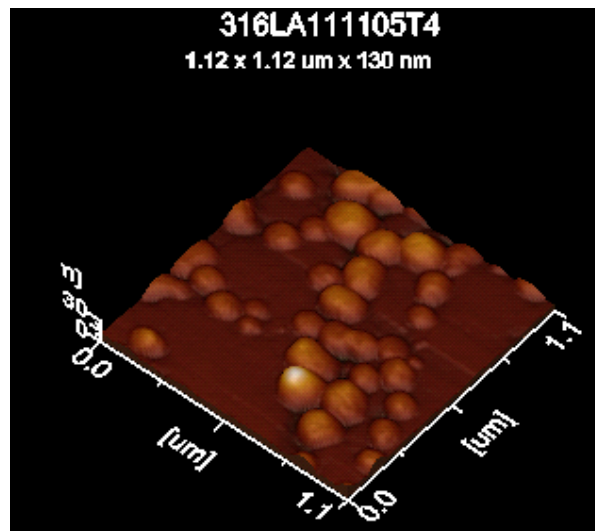


Figura 5.3.8. Imagen obtenida por AFM. Muestra implantada con iones de 9 MeV; observamos imagen tridimensional donde vemos nanopartículas con alturas de 130 nm.

#### 5.4.- Resultados de microdureza.

Los resultados obtenidos para la prueba de microdureza del material testigo se observan en la tabla 5.4.1, la cual nos muestra los valores obtenidos de microdureza Vickers (HV) para los diferentes pesos aplicados al indentador, en un intervalo de tiempo de 20 segundos. La gráfica correspondiente se muestra en la figura 5.4.1.

Tabla 5.4.1. Muestra los valores obtenidos de microdureza para diferentes pesos del indentador.

Peso (gr)	Microdureza Vickers. (HV $\pm$ $\Delta$ HV)
10	321 $\pm$ 18
25	283 $\pm$ 17
50	271 $\pm$ 15
100	272 $\pm$ 11

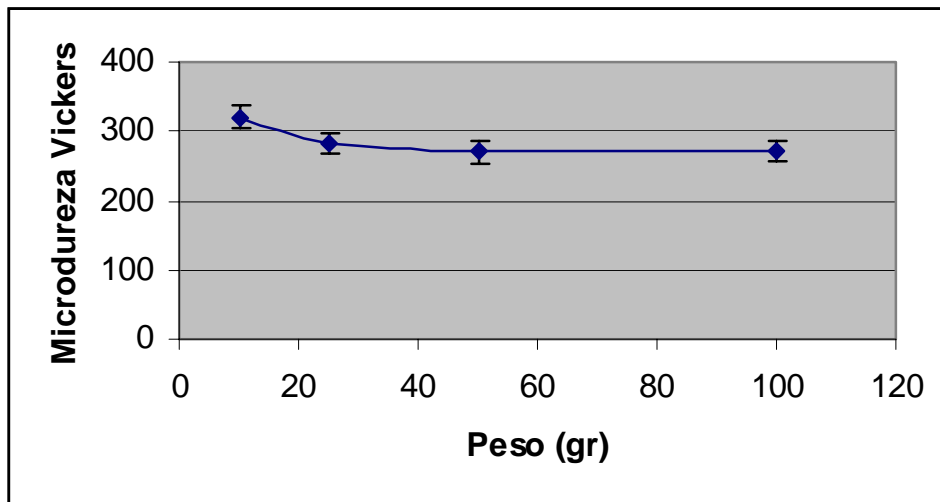


Figura 5.4.1. Microdureza Vickers para diferentes pesos en muestra testigo de acero 316L.

En la gráfica observamos que la microdureza Vickers tiene un comportamiento constante entre pesos de 50 y 100 gr, de lo que podemos concluir que estos son los pesos óptimos para realizar los estudios de microdureza en el acero 316L.

Una vez implantadas las muestras, se llevó a cabo el estudio de microdureza con un peso de 50 gr aplicado al indentador durante un intervalo de 20 segundos. La tabla 5.4.2 muestra los valores de microdureza Vickers para la muestra implantada con iones de 1 MeV en las diferentes regiones, en la tabla 5.4.3 los valores correspondientes a la muestra implantada con iones de 5 MeV, y por último en la tabla 5.4.4 los valores obtenidos para la muestra implantada con iones de 9 MeV.

Tabla 5.4.2. Microdureza Vickers en muestra implantada con iones de 1 MeV.

Región	Microdureza Vickers. (HV $\pm$ $\Delta$ HV)
A	286 $\pm$ 16
B	349 $\pm$ 26
C	325 $\pm$ 15

Tabla 5.4.3. Microdureza Vickers en muestra implantada con iones de 5 MeV.

Región	Microdureza Vickers. (HV $\pm$ $\Delta$ HV)
A	299 $\pm$ 11
B	328 $\pm$ 16
C	310 $\pm$ 11

Tabla 5.4.4. Microdureza Vickers en muestra implantada con iones de 9 MeV.

Región	Microdureza Vickers. (HV ± ΔHV)
A	328 ± 12
B	349 ± 13
C	340 ± 13

### 5.5.- Resultados de la simulación con el programa SRIM.º

La simulación del programa SRIM nos ayudó a tener una imagen descriptiva del proceso de interacción de iones de Si, a diferentes energías, en acero 316L. También se utilizó para obtener el valor promedio del alcance proyectado de los iones incidentes en el blanco.

Para la muestra implantada con iones de 1 MeV, obtuvimos que el alcance fue de 0.502 μm. La simulación de dicho proceso se aprecia en la figura 5.5.1.

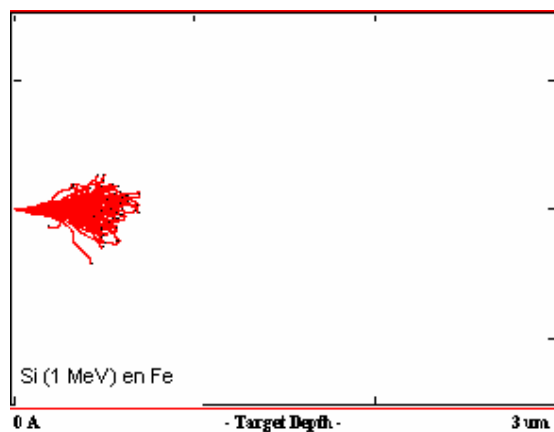


Figura 5.5.1. Simulación en el programa SRIM. Implantación de iones de 1 MeV en Fe.

Los resultados para los iones de 5 MeV nos indican que el alcance sobre la muestra es de 1.50  $\mu\text{m}$  y el proceso se ilustra en la figura 5.5.2.

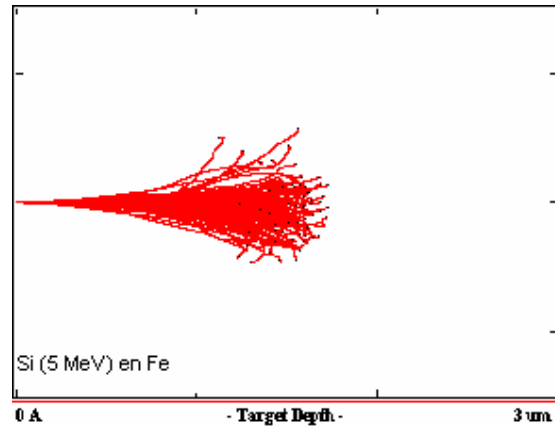


Figura 5.5.2. Simulación en el programa SRIM.  
Implantación de iones de 5 MeV en Fe.

En la figura 5.5.3 se muestra el proceso de interacción de iones de 9 MeV sobre una muestra de Fe, donde se aprecia que el alcance de los iones es de 2.11  $\mu\text{m}$ .

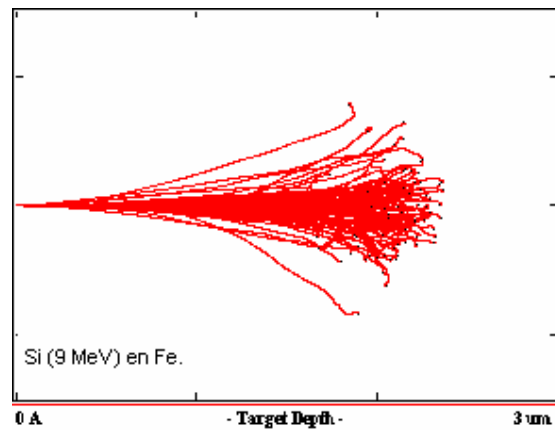


Figura 5.5.3. Simulación en el programa SRIM.  
Implantación de iones de 9 MeV en Fe.



Es importante hacer notar que la simulación en el programa SRIM se efectuó para un blanco de hierro, pero nuestro material está constituido de varios elementos y no solo hierro. Por esto el programa nos da sólo una aproximación del alcance de los iones implantados.

## 5.6.- Cálculo de espurreo.

Los valores de espurreo se obtuvieron de acuerdo a la teoría presentada en la sección 4.2.2., la cual nos describe el modelo de Matsunami.[1] Dichos valores se muestran en la tabla 5.6.1 con su correspondiente gráfica ( ver figura 5.6.1).

Tabla 5.6.1. Valores obtenidos para el espurreo.

Energía de ion incidente. [MeV]	Espurreo
1	0.3754258
2	0.1875192
3	0.1213467
4	0.0881024
5	0.0683251
6	0.0553132
7	0.0461569
8	0.0393950
9	0.0342162
10	0.0301354

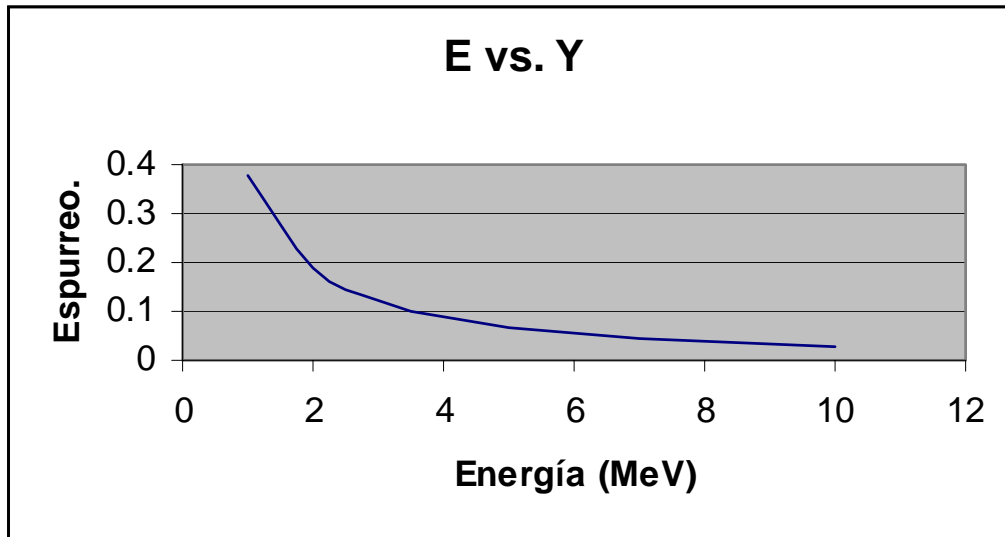


Figura 5.6.1. Gráfica de espurreo en función de la energía del ion incidente.

El cálculo se llevó a cabo por medio del programa llamado “sput” creado en el lenguaje básica por el Dr. Jorge Rickards Campell, de acuerdo con los siguientes parámetros; para el proyectil se utilizó  $Z = 14$ , Masa = 28, para blanco  $Z = 26$ , masa = 55.85,  $U_0 = 4.10$  y  $Q = 1.06$ , en un intervalo de energías de 1 a 10 MeV.

#### REFERENCIAS:

- 1.- N. Matsunami, Y. Yamamura, Y. Itikawa, N. Itoh, Y. Kazumata, S. Miyagawa, K. Morita, R. Schimizu, y H. Tawara, *Atomic Data and Nuclear Data Tables*, 31 (1984), 1 - 80.

## CAPÍTULO 6.

### ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS.

En el presente capítulo se analizarán y discutirán los resultados experimentales, presentados en el capítulo anterior, obtenidos de las diversas técnicas de análisis.

El estudio metalográfico, observado por microscopio óptico, reveló que nuestra muestra consta de granos bien definidos del orden de  $10\mu\text{m}$  a  $100\mu\text{m}$ ; en dicha estructura también se observan maclas cuyos planos típicos se pueden ver dentro de los granos.

Las imágenes obtenidas por SEM para la muestra testigo nos indica que el material cuenta con granos de diferentes tonalidades; esto se debe a la diferente orientación de los granos, debido al proceso aleatorio del enfriamiento. También se observa la presencia de hoyos sobre la superficie; esto es debido al proceso de colado que dejó burbujas de aire, que dieron origen a los hoyos que vemos en las imágenes.

De las imágenes obtenidas por microscopio óptico y SEM en las tres muestra implantadas, a diferentes afluencias, podemos observar que el aspecto del área implantada se modificó adquiriendo diferentes tonalidades que podemos apreciar a simple vista, lo que nos indica que la implantación de iones no fue homogénea.

De estas imágenes también podemos ver que en la región A (no implantada) de las tres muestras no se logran apreciar cambios. En la región B (mayor afluencia), para la muestra de 1 MeV no se aprecian cambios respecto a

la muestra testigo. Pero en las muestras implantadas con iones de 5 MeV y 9 MeV sí logramos observar microestructura a ampliaciones de 1500x y diversas estructuras a ampliaciones de 50,000x de formas variadas del orden de nanómetros. Apreciamos en la muestra implantada con iones de 5 MeV partículas que coalescen; dichas partículas se logran definir más cuando se encuentran ubicadas cercanas a un hoyo. Dicha definición se da por estar sobre un defecto de la superficie. Para la muestra implantada con 9 MeV, vemos que las partículas se definen mucho más, llegándose a observar partículas completamente independientes y la existencia de algunas formas alargadas.

La creación de dichas estructuras se debe al proceso de implantación. Depende de la energía del ion incidente, y suponemos que la temperatura fue un parámetro importante. Experimentos semejantes muestran que la temperatura que logra alcanzar una muestra implantada con iones de 9 MeV llega a ser del 400° C a 500° C, dependiendo de la forma en que esté montada la muestra. La temperatura de la muestra favorece el movimiento de las partículas, por lo cual pueden coalescer o independizarse más fácilmente que en la muestra implantada con iones de 5 MeV, donde observamos menos definición en la estructura.

También se logra observar en la muestra implantada con iones de 5 MeV la existencia de partículas en la interfase de la región B y C, en las cuales se observa muy buena definición y cierta preferencia a alinearse. Esto es consecuencia de que las estructuras tienden hacia los defectos, debido a que las líneas son defectos creados durante pulido.

Una vez que se sabía de la existencia de las diferentes estructuras creadas, se prosiguió a comparar las cantidades de elementos presentes en éstas;

para ello se utilizó el estudio EDS, llevado a cabo en el SEM – LV. El estudio nos mostró nuevos resultados.

Para la muestra implantada con iones de 1 MeV la única técnica de análisis que produjo resultados fue el microscopio electrónico de barrido de bajo vacío. En él se observó la microestructura en la interfase de las regiones B y C, a ampliaciones de 550x. En la muestra implantada con 5 MeV, se descubrió otra región, una franja de dendritas en el área de menor afluencia.

Los estudios de EDS nos muestran que la composición de los elementos presentes en la muestra implantada con iones de 1 MeV no varía en las regiones A, B y C, tampoco cambia para las regiones A y C de la muestra implantada con iones de 9 MeV. Para la muestra implantada con iones de 5 MeV observamos un pequeño aumento en el oxígeno, en las regiones A, B, y C; sin embargo, los EDS practicados a dendritas muestran un aumento importante en los picos correspondientes al manganeso y molibdeno. También se logra apreciar que en el espectro obtenido para las partículas independientes de la muestra implantada con iones de 9 MeV, existe un crecimiento de los picos correspondientes al manganeso y molibdeno, aunque no en la misma proporción que en las dendritas de la muestra de 5 MeV.

Por medio de la microscopia de fuerza atómica se logró conocer los tamaños de las estructuras creadas durante la implantación. Para la muestra implantada con iones de 5 MeV se obtuvo que las estructuras contaban con anchos aproximados de 80 nm a 280 nm y alturas que llegan a alcanzar los 56.5 nm, mientras que para las estructuras correspondientes a la muestra implantada con iones de 9 MeV, estas estructuras logran alcanzar anchos que oscilan entre 80 nm y 300 nm, con alturas de 130 nm. Suponemos que la variación en la altura de estas últimas se debe a que están más definidas, por lo

que se pueden medir mejor, respecto de la superficie, que las creadas en la muestra implantada con iones de 5 MeV.

En las tres muestras, la microdureza aumentó en todas las regiones respecto a la presentada por la muestra testigo. Este cambio se dio por el aumento de temperatura sumado al daño producido al introducir iones en el material y/o el efecto endurecedor que ocasiona el silicio. En las regiones B, para la muestra de 1 MeV, suponemos que la dureza aumentó porque los iones de silicio quedaron cerca de la superficie, ocasionando un efecto endurecedor, quedando ubicados aproximadamente a  $0.502 \mu\text{m}$  (según simulación programa SRIM) de profundidad. En cambio para la de 9 MeV, el aumento de dureza fue creado por el daño producido en la estructura, pues iones con esta energía logran penetrar aproximadamente  $2.11 \mu\text{m}$  (valor obtenido de programa SRIM), y además aumenta la probabilidad de ocasionar daño en la estructura del material. Para la muestra implantada con iones de 5 MeV, obtenemos un valor intermedio; esto es debido a que los iones, al penetrar aproximadamente  $1.50 \mu\text{m}$ , ocasionan menos daños que los de 9 MeV, obteniéndose una menor dureza.

En cuanto a las regiones C, para las tres muestras, éstas presentaron un aumento de dureza pero no en igual proporción que las regiones B. Esto fue debido a que hubo menor afluencia de iones, por lo cual, quedaron menos en la superficie y en consecuencia ocasionaron menor cantidad de daños en la estructura del material.

El aumento de dureza en las regiones A, fue consecuencia de la elevación de temperatura sufrida durante la implantación, ocasionando un reacomodo de átomos en la estructura del material.

## CONCLUSIONES.

En las diferentes muestras se observó que en el proceso de implantación de iones, la microestructura del material no se ve modificada por el hecho de implantarle iones de 1 MeV, 5 MeV y 9 MeV, exhibiendo siempre granos del orden de  $10\mu\text{m}$  a  $100\mu\text{m}$ .

El proceso de implantación en la muestra implantada con iones de 5 MeV causó la aparición de una franja de dendritas, mientras que en la muestra implantada con iones de 9 MeV se observaron nanopartículas con tamaños entre 80 nm y 300 nm. Ambas estructuras son ricas en manganeso y en molibdeno. En las dendritas, se observa un aumento del 680% del molibdeno y para el manganeso tenemos un aumento del 580%. Para las nanopartículas se muestra un aumento del 240% y del 200% en el manganeso. Se logra observar en general que estas últimas aparecen en muchos casos alineadas y mejor definidas cuando hay defectos sobre la superficie, ya sean creados por el pulido o propios de la muestra.

Para ampliaciones de 50,000x, en la figura 5.2.5 correspondiente a la muestra implantada con 5 MeV logramos ver nanopartículas coalescentes del orden de 80 nm a 280 nm, dichas coalescencias presentan un aumento en el oxígeno del 230%.

La temperatura, aunque no se midió en el presente estudio, es un parámetro importante. Por esta razón se logró una mayor definición en las nanopartículas creadas en la muestra implantada con iones de 9 MeV, que en la muestra implantada con iones de 5 MeV.

Con relación a los valores de microdureza, éstos muestran diferencias en las propiedades mecánicas de la muestra testigo y las muestras implantadas, que se reflejan como una mayor dureza en las muestras implantadas.

En el material implantado la microdureza aumentó con la temperatura, y el número de iones implantados en las muestras; el valor máximo se alcanzó en las regiones de mayor afluencia. En las zonas no implantadas, la temperatura desempeñó un papel importante pues fue la única causa del aumento de microdureza.