

**ESTIMACIÓN DE LA DOSIS Y PROFUNDIDAD DE IONES IMPLANTADOS  
EN LA SUPERFICIE DEL ACERO AL CARBONO**

**ANDREA CAROLINA PABÓN BELTRÁN**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER  
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICOQUÍMICAS  
ESCUELA DE INGENIERÍA METALÚRGICA Y CIENCIA DE MATERIALES  
GRUPO DE INVESTIGACIÓN EN CORROSIÓN  
BUCARAMANGA**

**2014**

**ESTIMACIÓN DE LA DOSIS Y PROFUNDIDAD DE IONES IMPLANTADOS  
EN LA SUPERFICIE DEL ACERO AL CARBONO**

**ANDREA CAROLINA PABÓN BELTRÁN**

**Trabajo de Grado para optar al título de Ingeniera Metalúrgica**

**Director**

**ELY DANNIER V. NIÑO**

**MSc. Físico**

**Co-director**

**CUSTODIO VÁSQUEZ QUINTERO**

**MSc. Ingeniero Metalúrgico**

**UNIVERSIDAD INDUSTRIAL DE SANTANDER  
FACULTAD DE INGENIERÍAS FÍSICOQUÍMICAS  
ESCUELA DE INGENIERÍA METALÚRGICA Y CIENCIA DE MATERIALES  
GRUPO DE INVESTIGACIÓN EN CORROSIÓN  
BUCARAMANGA**

**2014**

*A Dios el primero y único para todo, mi fuente de agua viva;*

*A mis padres Reimir Pabón Porras y María Teresa Beltrán Navas,*  
*Les debo la vida, gracias a ustedes soy la mujer que soy;*

*A mi hermana Katherin Pabón Beltrán, por ser mi amiga y confidente;*

*Al Dr. Sergio Andrés Rodríguez Cruz, por llegar como rayo de luz en la*  
*mañana, cambiando mi mundo, mostrándome que existe algo más allá y*  
*enseñarme que todo puede ser posible, siempre estarás en lo más*  
*profundo de mi corazón hasta la eternidad;*  
*Gracias por ser mi único y gran amor.*

## **AGRADECIMIENTOS**

Mis más sinceros agradecimientos a:

Físico, Ely Dannier V. Niño; por brindarme la orientación en este trabajo de investigación.

Profesor Custodio Vásquez Quintero, quien con su motivación, experiencia y formación integral siempre me guió por el mejor camino.

Doctor Darío Yesid Peña Ballesteros, por ser guía y maestro en mi crecimiento profesional y personal.

María Alcira Navas Cuadros, por ser como mi segunda madre, quien siempre me motivo, me alentó y por cada palabra de aliento que me ayudó a seguir adelante pese a las dificultades.

Los profesores Iván Uribe, Elcy Córdoba, Sandra García, Arnaldo Alonso, Ana Emilse Coy, Luz Amparo Quintero, Afranio Cardona, Luis Orlando Aguirre, Ángel Meléndez, Miltón Manrique y todos los profesores de la Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales gracias por todo el apoyo ofrecido, la orientación, la formación académica proporcionada y sobre todo por la confianza que cada uno deposito en mí.

Mis grandes amigos Harold Navarro y Marly Blanco, por la compañía, por su amistad sincera y sin medida, gracias porque siempre estuvieron ahí cuando más lo necesite.

Harrison Sierra, muchas gracias por todo su apoyo, porque sin usted esto no hubiese sido posible.

Todos mis demás compañeros de clases y de estudios, gracias por cada enseñanza brindada, acompañamiento y paciencia en cada momento.

A todos que los Dios los bendiga y gracias por haber sido parte de esta etapa de mi vida.

## TABLA DE CONTENIDO

Pág.

<b>INTRODUCCIÓN</b> .....	<b>13</b>
<b>1. OBJETIVOS DEL PROYECTO</b> .....	<b>15</b>
1.1 OBJETIVO GENERAL .....	15
1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS .....	15
<b>2. FUNDAMENTOS TEÓRICOS</b> .....	<b>16</b>
2.1 PLASMA EN EL DESARROLLO DE MATERIALES .....	16
2.1.1 <i>Plasma como recurso para la implantación de iones.</i> .....	16
2.1.2 <i>Procesos por plasma para la implantación de iones.</i> .....	17
2.1.3 <i>Implantación iónica tridimensional (3DII).</i> .....	17
2.1.4 <i>Procesos que ocurren durante el bombardeo con iones.</i> .....	18
2.2 MODIFICACIÓN SUPERFICIAL POR IMPLANTACIÓN IÓNICA .....	18
2.2.1 <i>Implantación iónica</i> .....	19
2.2.2 <i>Procedimiento de implantación iónica.</i> .....	19
2.2.3 <i>Propiedades obtenidas por implantación iónica.</i> .....	20
2.2.4 <i>Ventajas y desventajas de la implantación iónica.</i> .....	20
2.3 INTERACCIÓN ION-SÓLIDO .....	21
2.3.1 <i>Frenado del ion</i> .....	21
2.3.2 <i>Frenado electrónico.</i> .....	22
2.3.3 <i>Pérdida-captura electrónica.</i> .....	22
2.3.4 <i>Frenado nuclear.</i> .....	23
2.4 SIMULACIÓN COMPUTACIONAL.....	23
2.4.1 <i>Simulación en el desarrollo de materiales modificados por implantación iónica</i> .....	23
2.4.2 <i>Modelos empleados en los simuladores de implantación iónica.</i> .....	25
2.4.3 <i>Diferencia entre los modelos aproximación de colisiones binarias (ACB) y dinámica molecular (DM).</i> .....	27
2.4.4 <i>Trayectorias</i> .....	27
2.4.5 <i>Simulación computacional usando el código TRIM.</i> .....	28
<b>3. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL</b> .....	<b>30</b>
3.1 REVISIÓN Y ANÁLISIS BIBLIOGRÁFICO .....	31
3.2 PREPARACIÓN METALOGRAFICA E IMPLANTACIÓN IÓNICA DE LAS MUESTRAS DE ACERO 1020.....	31
3.3 DETERMINACIÓN DE LA DOSIS DE IMPLANTACIÓN .....	32
3.4 SIMULACIÓN PERFILES DE PROFUNDIDAD DE IMPLANTACIÓN.....	33
3.5 CARACTERIZACIÓN SUPERFICIAL DE LOS SUSSTRATOS AISI SAE 1020 IMPLANTADOS .....	33
3.6 ANÁLISIS DE RESULTADOS.....	34
<b>4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS</b> .....	<b>35</b>
4.1 IMPLANTACIÓN DE IONES Ti E IONES DE Ti+N EN EL ACERO AISI SAE 1020 .....	35

4.2 SIMULACIÓN DE LA INTERACCIÓN DE LOS IONES DE Ti Y Ti+N CON LOS ATOMOS DEL ACERO AISI SAE 1020 .....	35
4.3 DOSIS DE IMPLANTACIÓN.....	36
4.4 PARÁMETROS PARA ESTIMAR LA DOSIS DE IMPLANTACIÓN .....	36
4.5 CÁLCULO DE LA DOSIS DE IMPLANTACIÓN .....	38
4.5.1 Dosis en sustratos implantados con iones de Ti.....	38
4.5.2 Dosis en sustratos implantados con iones de Ti+N. En la implantación con iones de Ti+N, el valor de l.....	40
4.6 SIMULACIÓN EN EL PROGRAMA SRIM-TRIM DE LA IMPLANTACIÓN DE IONES DE Ti Y Ti+N EN EL ACERO AISI SAE 1020 .....	41
4.6.1 Simulación en el programa SRIM-TRIM para la implantación de iones de Ti.....	42
4.6.2 Simulación en el programa SRIM-TRIM para la implantación de iones de Ti+N.....	43
4.7 CARACTERIZACIÓN SUPERFICIAL DEL ACERO AISI SAE 1020 IMPLANTADO CON IONES DE Ti Y Ti+N .....	45
4.7.1 Superficie de los sustratos de acero AISI SAE 1020 implantado con iones de Ti.....	45
4.7.2 Superficie de los sustratos de acero AISI SAE 1020 implantado con iones Ti+N.....	48
<b>5. CONCLUSIONES .....</b>	<b>50</b>
<b>6. RECOMENDACIONES .....</b>	<b>51</b>
<b>REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS .....</b>	<b>52</b>

## LISTA DE TABLAS

<b>Tabla 1.</b> Parámetros experimentales para la implantación de iones de Ti. ....	41
<b>Tabla 2.</b> Parámetros experimentales para la implantación de iones de Ti+N.....	39

## LISTA DE FIGURAS

<b>Figura 1.</b> Procesos que ocurren al bombardear con iones un blanco a) deposición de películas, b) remoción de átomos del blanco ( <i>Sputtering</i> ) y c) implantación iónica.....	18
<b>Figura 2.</b> Tipo de frenado del ion en función de su energía.....	20
<b>Figura 3.</b> Gráfico de trayectoria del proyectil en el sólido simulado usando el modelo a) dinámica molecular (DM) y b) aproximación de colisión binaria (ACB).....	28
<b>Figura 4.</b> Desarrollo experimental.....	30
<b>Figura 5.</b> Cupón de acero AISI SAE 1020.....	31
<b>Figura 6.</b> Equipamiento a) Reactor MOSMET y b) cámara de implantación.....	32
<b>Figura 7.</b> Osciloscopio.....	33
<b>Figura 8.</b> Muestras de acero 1020 implantado. a) iones de Ti y b) iones de Ti+N.....	35
<b>Figura 9.</b> Pulso de corriente y voltaje obtenido de la descarga eléctrica generada durante la implantación a) <i>sputtering</i> b) <i>implantación</i> .....	38
<b>Figura 10.</b> Pulso de corriente y voltaje obtenido de la descarga eléctrica generada durante la implantación con iones de Ti+N. a) <i>sputtering</i> b) <i>implantación</i> .....	40
<b>Figura 11.</b> Trayectoria de los iones de Ti.....	42
<b>Figura 12.</b> Distribución de los iones Ti implantados en el acero AISI SAE 1020.....	43
<b>Figura 13.</b> Trayectoria de los iones de Ti+N. a) iones de Ti b) iones de N. ....	44
<b>Figura 14.</b> Distribución de los iones de Ti+N implantados en acero AISI SAE 1020. a) Ti b) N.....	44
<b>Figura 15.</b> Fotomicrografía superficial del acero AISI SAE 1020 implantados con iones de Ti.....	46
<b>Figura 16.</b> Mediciones de composición elemental en la superficie de los sustratos de acero AISI SAE 1020 implantado con iones de Ti. a) región 1 b) región 2.....	46
<b>Figura 17.</b> Fotomicrografía en rección transversal del sustrato de acero AISI SAE 1020 implantado con iones de Ti. a) región 1 b) región 2.....	47
<b>Figura 18.</b> Sección transversal del acero AISI SAE 1020 implantado con iones de Ti. a) fotomicrografía b) porcentajes de composición elemental.....	47
<b>Figura 19.</b> Fotomicrografía superficial del acero AISI SAE 1020 implantados con iones de Ti+N.....	48
<b>Figura 20.</b> Mediciones de composición elemental en la superficie de los sustratos de acero AISI SAE 1020 implantado con iones de Ti+N. a) región 1 b) región 2. ....	49

## RESUMEN

**TÍTULO: ESTIMACIÓN DE LA DOSIS Y PROFUNDIDAD DE IONES IMPLANTADOS EN LA SUPERFICIE DEL ACERO AL CARBONO\***

**AUTOR:** PABÓN BELTRÁN, Andrea Carolina \*\*

**PALABRAS CLAVES:** Acero AISI - SAE 1020; implantación iónica; dosis de implantación; profundidad de implantación; simulación SRIM-TRIM.

### **DESCRIPCIÓN:**

La concentración por profundidad alcanzada por los iones de titanio (Ti) y titanio y nitrógeno (Ti+N) implantados superficialmente en sustratos de acero AISI SAE 1020 mediante descargas híbridas pulsadas de alto voltaje y arco eléctrico a bajas presiones, fue estudiada mediante simulaciones usando el paquete computacional SRIM-TRIM (Stopping and Ranges of Ions in Matter- TRansport of Ions in Matter), a partir de la dosis de implantación obtenida de los parámetros establecidos en el experimento.

La investigación se centró en conocer el rango de profundidad alcanzado por los iones implantados al interior del sustrato. Las probetas modificadas superficialmente con iones de Ti y Ti+N fueron caracterizadas por medio de microscopía electrónica de barrido (MEB) y espectroscopía de energía dispersa (EED). Las simulaciones de las concentraciones por profundidad para las implantaciones correspondientes a cada tipo de ion, establecieron que la profundidad alcanzada por el ion de Ti implantado fue de ~300 Angstrom y de ~400 Angstrom para el ion de N. De las mediciones de MEB se encontró que en la implantación de Ti se produce microgrotas sobre la superficie del. Por su parte las mediciones de EED corroboraron la ocurrencia de la implantación iónica de especies metálicas y no metálicas en la superficie de los sustratos de acero AISI SAE 1020.

---

\*Proyecto de grado

\*\*Facultad de Ingenierías Físico-Químicas. Escuela de Ingeniería Metalúrgica y Ciencia de Materiales. Director: V. NIÑO, Ely Dannier, MSc. Física; Codirector. MSc. VÁSQUEZ QUINTERO, Custodio, MSc. Ingeniero Metalúrgico.

## ABSTRACT

**TITLE: ESTIMATE OF DOSAGE AND DEPTH OF IONS IMPLANTED IN THE SURFACE CARBON STEEL\***

**AUTHOR:** PABÓN BELTRÁN, Andrea Carolina \*\*

**KEY WORDS:** AISI - SAE 1020 steel; ion implantation; implantation dose; implantation depth; Simulation SRIM-TRIM.

### **OUTLINE:**

The depth reached by the ions titanium (Ti) and titanium and nitrogen ions (Ti + N) in steel AISI SAE 1020 by ion implantation 3DII, was studied by simulating the penetration of ions in the material. The research is focused on understanding the range of depth reached by these ions into the steel.

The research is focused on understanding the range of concentration and depth reached by the ions implanted into the substrate. Furthermore the surface and composition were characterized then implanting ions in the SAE AISI 1020 steel using scanning electron microscopy (SEM) and energy dispersive spectroscopy (EDS), respectively. This simulations were performed using the software package TRIM-SRIM (Stopping and Ranges of Ions in Matter- Transport of Ions in Matter), including the implantation dose calculated from experimental data. Simulations and implementation profiles for each type of ion, it was established that the depth reached for the implementation of Ti was ~ 300 Angstrom and the Ti + N implantation was ~ 550 Angstrom. While the SEM measurements it was found that the introduction of Ti occurs microdrop on the surface and the implantation of Ti + N results in the generation of surface films on AISI 1020 steel SAE. Meanwhile SEM measurements corroborate the occurrence of the ion implantation.

---

\*Work Degree.

\*\* Physicochemical Faculty of Engineering. School of Metallurgical Engineering and Materials Science. Directed: V. NIÑO, Ely Dannier, MSc. Physics; Codirector. MSc. VÁSQUEZ QUINTERO, Custodio, MSc. Metallurgical Engineer.

## INTRODUCCIÓN

La modificación superficial realizada mediante tecnología plasma es una propuesta alternativa para mejorar las propiedades de materiales metálicos, la cual consiste en el bombardeo de iones en un blanco para generar películas superficiales o la modificación de la red cristalina. La implantación de iones a través de un haz (implantación iónica por bombardeo de iones, PBII) o de un baño de plasma (implantación iónica por inmersión en plasma PIII) son algunos de los procesos que son utilizados<sup>1</sup>.

De los procesos que emplean la tecnología de plasma para modificar los materiales, la implantación iónica es uno de ellos, la cual se utiliza para mejorar las propiedades superficiales de piezas metálicas, tales como: aumento de la dureza superficial, resistencia al desgaste, resistencia a la corrosión, entre otras. Este proceso en particular permite introducir iones en cierta cantidad de capas del material, conservando las propiedades internas<sup>2</sup>.

El aumento de las propiedades físicas y químicas en los materiales metálicos, se deben a los avances en los procesos, procedimientos, equipos, y a todos aquellos factores que intervienen en el desarrollo del material. Teniendo en cuenta lo anterior, es de gran importancia dedicar una mayor atención al desarrollo de la simulación computacional, dado que se ha convertido en una herramienta indispensable para el estudio de los materiales, específicamente cuando se estudia la colisión del ion con los átomos que conforman un sólido metálico, siendo este el problema propuesto en la presente investigación.

De los diferentes programas existentes en el mercado, el paquete computacional SRIM-TRIM (Stopping and Ranges of Ions in Matter - TRansport of Ions in Matter), se ha convertido en una opción atractiva, para el estudio de

---

<sup>1</sup>Hector Jaime Dulce. Implantación iónica tridimensional mediante descargas de alto voltaje a bajas presiones del dispositivo JUPITER. Tesis Universidad Industrial de Santander (2002).

<sup>2</sup>Y. Pauleau. Materials surface processing by directed energy techniques. Elsevier (2006).

la distribución de iones en sólidos, en donde es posible conocer la profundidad y la distribución de los iones en blancos<sup>1</sup>. Por lo tanto, el propósito de la presente investigación es utilizar este programa de simulación, para estudiar la concentración por profundidad de los iones titanio (Ti) y nitrógeno mas titanio (Ti+N) en el acero AISI SAE 1020, a partir de los parámetros establecidos en el proceso experimental.

---

<sup>1</sup>Burcham W.E. Elements of nuclear physics. Longman, London, p.76, (1979).

## **1. OBJETIVOS DEL PROYECTO**

### **1.1 OBJETIVO GENERAL**

Estimar la dosis y profundidad de iones implantados en la superficie del acero AISI SAE 1020.

### **1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS**

1. Calcular la dosis de iones titanio (Ti) y nitruro de titanio (Ti+N) implantados en la superficie del acero AISI SAE 1020.
2. Estimar la profundidad de los iones implantados con Ti y Ti+N mediante el software SRIM-TRIM.
3. Evaluar la composición elemental del acero AISI SAE 1020 implantado con iones de titanio y nitruro de titanio mediante microscopía electrónica de barrido.

## 2. FUNDAMENTOS TEÓRICOS

Una breve descripción de los temas abordados en la presente investigación, son descritos a continuación.

### 2.1 PLASMA EN EL DESARROLLO DE MATERIALES

A continuación se describen los procesos que usan tecnología plasma para modificar superficialmente los materiales metálicos. Además de la clasificación según el método usado para introducir iones en el metal.

**2.1.1 Plasma como recurso para la implantación de iones.** El uso de plasma como fuente de obtención de iones para la modificación superficial de materiales ha sido uno de las principales técnicas desarrolladas en las últimas décadas. Melvin Wilner y Oak Ridge la estudiaron en 1960, y luego por Richard Adler en 1980. Sin embargo John Conrad y colaboradores introdujeron el concepto de implantación iónica por inmersión en plasma en 1986.

Del proceso implantación iónica por inmersión en plasma y deposición (PIII&D) propuesto por J. Conrad se derivan una variedad de técnicas actuales entre las que se encuentran: implantación iónica usando fuente plasma (PSII), implantación iónica por inmersión en plasma (PIII o PI<sup>3</sup>™), implantación iónica por plasma (PII o PI), implantación iónica por plasma y deposición (PIIID), IonClad™, dopado por plasma (PLAD™), procesado por plasma en inmersión de iones (PIIP), entre otros<sup>1</sup>.

---

<sup>1</sup>André Anders. Handbook of plasma immersion ion implantation and deposition. Wiley-Interscience. John Wiley and Sons (2002).

**2.1.2 Procesos por plasma para la implantación de iones.** En general los procesos por plasma para implantar iones se pueden dividir en dos grupos, uno en el que se usan haces plasmicos (BII) que realizan un barrido de la superficie y otro en el que se usa una cámara al vacío (PII), en donde hay una fuente de plasma para realizar la inmersión del blanco. La descripción de cada uno de los procesos se presentan a continuación.

**2.1.2.1 Implantación iónica por haces plasmicos.** Los haces plasmicos son obtenidos desde una fuente de haz de iones, extrayendo iones desde el plasma y acelerándolos usando un campo eléctrico a través de una rejilla de apertura simple o múltiple. Procesos como la implantación por mezcla de haces iónicos (IBM) e implantación iónica por haces plasmicos (PBII) hacen parte de este grupo<sup>1</sup>.

**2.1.2.2 Implantación iónica por inmersión en plasma (PIII).** Es una técnica donde el blanco está inmerso en un plasma previamente generado y un pulso negativo es aplicado para formar una interface blanco-plasma espacialmente cargada (*Sheath*). La importancia del proceso según André A.<sup>2</sup>, radica en que se elimina la extracción, focalización, transporte y la dispersión del haz de iones.

**2.1.3 Implantación iónica tridimensional (3DII).** Técnica desarrollada por V. I. Khvesyuk y P. A. Tsygankov, que se fundamenta en una descarga pulsada de alto voltaje a bajas presiones, encendida en la rama izquierda de la curva de Paschen. Una característica muy particular y relevante que presenta la técnica 3DII, es la alta mono-energicidad e incidencia normal (ángulo de cero grados respecto al área transversal del blanco) sobre la superficie que presenta el flujo

---

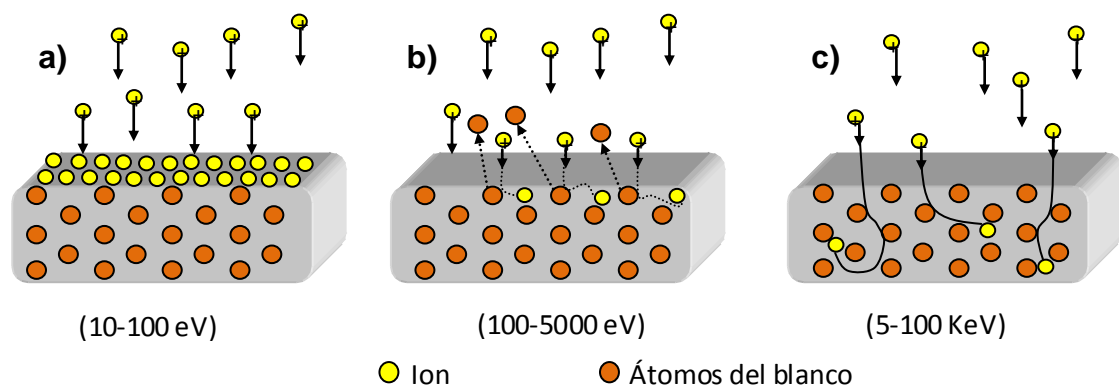
<sup>1</sup>Gary S. Ion beam modification of metals: composition and microstructural changes. Progress in surface Science, Vol 32, pp. 211-332.

<sup>2</sup>André Anders. Handbook of plasma immersion ion implantation and deposition. Wiley-Interscience. John Wiley and Sons (2002).

de iones durante la descarga eléctrica, aún para blancos con geometría compleja<sup>1</sup>.

**2.1.4 Procesos que ocurren durante el bombardeo con iones.** Cuando la superficie de un blanco es bombardeada con iones (átomos cargados eléctricamente), ocurren diferentes procesos dependiendo de la energía con que se realiza la operación (ver figura 1). Si la energía empleada en la implantación es hasta 100 eV, películas serán depositadas en el blanco; al aumentar la energía desde los 100 eV hasta los 5000 eV, ocurrirá la remoción de átomos de la red cristalina del blanco, proceso conocido como *sputtering*. Mientras que a más altas energías, en el orden de 5 KeV/uma hasta 1 MeV/uma, el ion penetra varias capas del blanco, ocurriendo la implantación iónica<sup>2</sup>.

**Figura 1. Procesos que ocurren al bombardear con iones un blanco: a) deposición de películas, b) remoción de átomos del blanco (*Sputtering*) y c) implantación iónica.**



## 2.2 MODIFICACIÓN SUPERFICIAL POR IMPLANTACIÓN IÓNICA

A continuación se describen los fundamentos, las características y propiedades de la técnica de implantación iónica.

<sup>1</sup>Edmanuel E. Torres. Simulación de implantación de nitrógeno en hierro policristalino por el método de dinámica molecular. Tesis de maestría Universidad Industrial de Santander (2005).

<sup>2</sup>Ely Dannier V. Niño. Caracterización del acero AISI 4140 implantado con iones nitrógeno. Tesis de pregrado Universidad Industrial de Santander (2007).

**2.2.1 Implantación iónica.** Proceso que ocurre cuando un ion energético al pasar a través de un sustrato, produce una interacción con los átomos de la superficie de un material sólido perdiendo energía cinética hasta frenar<sup>1</sup>. La energía del ion se encuentra en el rango entre los KeV/uma y unos cuantos MeV/uma dependiendo de la profundidad de implantación deseada. El ion energético penetra la superficie y crea cambios significativos<sup>2</sup>, alcanzando una profundidad de algunos nanómetros, quedando la modificación del material confinada en una región cerca de la superficie, en donde sólo las propiedades superficiales son alteradas y las propiedades internas del blanco se conservan<sup>3</sup>.

El uso de la implantación iónica se ha generalizado a diferentes áreas, que abarcan desde la producción microelectrónica industrial, síntesis de nuevos materiales, industria automotriz, hidrocarburos, metalúrgica, alimentos, medicina, para seguir con las investigaciones académicas de interacción ion-sólido<sup>4</sup>.

**2.2.2 Procedimiento de implantación iónica.** El proceso de implantación iónica se realiza en una cámara al vacío, en donde los electrones del átomo de la especie a implantar son despojados para formar el ion, mediante una descarga eléctrica generada por una diferencia de potencial entre la cámara y el sustrato, que determina la carga del ion a implantar<sup>5, 6</sup>.

---

<sup>1</sup>G. Dearnaley, J.H. Freeman. Ion implantation. Amsterdam: North Holland (1973). Chapter 2.

<sup>2</sup>Tapash R, Narayanan Kim. Ion implantation of titanium based biomaterials progress in materials science (2011).

<sup>3</sup>Piran Sioshansi, Eric Tobin. Surface treatment of biomaterials by ion beam processes. Surface and coatings technology (1993).

<sup>4</sup>P. Mazzoldi, G. Mattei. Potentialities of ion implantation for the synthesis and modification of metal nanoclusters.

<sup>5</sup>Tapash R, Narayanan Kim. Ion implantation of titanium based biomaterials progress in materials science (2011).

<sup>6</sup>Piran Sioshansi, Eric Tobin. Surface treatment of biomaterials by ion beam processes. Surface and coatings technology (1993).

**2.2.3 Propiedades obtenidas por implantación iónica.** Es conocido que la modificación superficial por implantación iónica de superficies, puede ser usada para mejorar las propiedades físicas y químicas, a partir de energías y flujos (distribución de iones) apropiados, permitiendo predecir la composición, profundidad y forma espacial de la región modificada<sup>1</sup>.

Las propiedades mecánicas que se pueden mejorar son: resistencia al desgaste, fricción, dureza y abrasión. La incrustación de iones y esfuerzos asociados pueden inhibir el movimiento de dislocaciones e incrementar la densidad de empaquetamiento del cristal, incrementando la dureza y la resistencia a la fractura.

**2.2.4 Ventajas y desventajas de la implantación iónica.** Las ventajas propuestas por Gary W<sup>2</sup> al emplear implantación iónica en comparación con otras técnicas de modificación superficial alternativas son:

- Este tipo de modificación superficial no presenta descohesión de sus componentes por esfuerzo mecánico o corrosión.
- Los iones implantados son dispersos a un nivel microscópico produciendo efectos benéficos sobre la adherencia.
- Se producen esfuerzos de compresión superficiales que compensan a los de tensión durante el servicio de la pieza, mejorando las propiedades mecánicas frente a la falla por fatiga del material.
- El proceso es inherente a bajas temperaturas y la distorsión de las componentes no es un problema.

Mientras que las desventajas se deben al costo para desarrollar el proceso, la profundidad de implantación para aplicaciones de alto desgaste, entre otras.

---

<sup>1</sup>P. Mazzoldi, G. Mattei. Potentialities of ion implantation for the synthesis and modification of metal nanoclusters.

<sup>2</sup>Gary S. Ion beam modification of metals: compositional and microstructural changes. Progress in surface Science, Vol 32, pp. 211-232.

Aunque los avances tecnológicos han permitido disminuir los costos e implantar a mayores profundidades<sup>1</sup>.

## 2.3 INTERACCIÓN ION-SÓLIDO

En interacción ion-sólido se describen las colisiones presentes entre el ion y los átomos del blanco, así como el tipo de frenado.

**2.3.1 Frenado del ion.** Es importante conocer cómo interactúan los iones con la materia y cómo cambia su energía durante el proceso. Los iones pierden parte de su energía cinética debido a las interacciones con los átomos y electrones libres del blanco. El proceso de pérdida de energía se conoce como frenado, en donde parte de la energía del ion es cedida en forma de calor, mientras que la otra parte va produciendo defectos en la estructura del material<sup>2</sup>.

Existen dos tipos de mecanismos por los cuales los iones pierden energía conforme se adentran en la estructura. Uno corresponde a las colisiones de los iones con los núcleos de los átomos de la red (colisiones elásticas), conocido como frenado nuclear, produciéndose pérdidas bruscas de energía. Y el otro es conocido como frenado electrónico, donde el ion colisiona con la nube de electrones del material (colisiones inelásticas), produciéndose pérdida gradual de energía, eventualmente el ion se detiene a una determinada profundidad al interior del material<sup>3</sup>.

En la figura 2 se distingue el aporte de cada tipo de frenado, el cual depende del rango de energía. Para baja energía (<100 KeV/uma), la pérdida de energía de los iones se debe al frenado electrónico y nuclear; Mientras que para altas

---

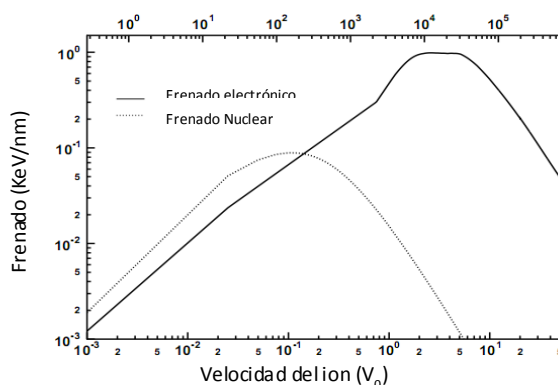
<sup>1</sup>Piran Sioshansi, Eric Tobin. Surface treatment of biomaterials by ion beam processes. Surface and coatings technology (1993).

<sup>2</sup>Edmanuel E. Torres. Simulación de implantación de nitrógeno en hierro policristalino por el método de dinámica molecular. Tesis de maestría Universidad Industrial de Santander (2005).

<sup>3</sup>Javier Olea A. Procesos de implantación iónica para semiconductores de banda intermedia. Tesis de doctorado Universidad Complutense de Madrid (2010).

energías ( $>100\text{KeV/uma}$ ), la pérdida de energía se debe al frenado electrónico<sup>1</sup>.

**Figura 2. Tipo de frenado del ion en función de su energía.**



Fuente: Jussi Sillanpää<sup>2</sup>.

**2.3.2 Frenado electrónico.** El frenado electrónico puede ser dividido a bajas y altas energías, dependiendo de la energía cinética del ion. Para altas energías ( $>100\text{ KeV/uma}$ ) el frenado electrónico se establece a partir de lo propuesto por Bethe-Bloch<sup>3</sup>, mientras que para bajas energías ( $<100\text{KeV/uma}$ ) se estudia el frenado electrónico a partir de lo propuesto por Brandt y Kitawa<sup>4</sup>, quienes lo establecieron en función de la carga efectiva.

**2.3.3 Pérdida-captura electrónica.** Se puede definir como un efecto electrónico en donde el proyectil (ion) captura electrones del medio (blanco), para después soltarlos de nuevo. Dada la ocurrencia en los mismos resultados para diferentes materiales, se pensó en un principio que la pérdida y captura de electrones se producía en la superficie. Sin embargo, luego se encontró que se presentan durante todo el recorrido del ion en el blanco<sup>5</sup>.

<sup>1</sup>Edmanuel E. Torres. Simulación de implantación de nitrógeno en hierro policristalino por el método de dinámica molecular. Tesis de maestría Universidad Industrial de Santander (2005).

<sup>2</sup>Jussi Sillanpää. Phenomenological model for electronic stopping of low-velocity ions in crystalline solids. Thesis of doctoral University of Helsinki (2000).

<sup>3</sup>Burcham W. E. Elements of nuclear physics. Longman, London, p.76, (1979).

<sup>4</sup>Brandt W, Kitagawa M. Effect stopping-power charges of swift ion in condensed mater. Phys. Rev. B 25 (1982).

<sup>5</sup>Manuel Barriga. Simulación del tránsito de iones  $\text{Hn}^+$  a través de láminas delgadas. Tesis de doctorado Universidad de Catilla-La mancha (2007).

**2.3.4 Frenado nuclear.** El frenado nuclear puede ser definido como la transferencia de energía entre el ion y los átomos del material, debido a colisiones coulombianas entre los núcleos atómicos del blanco, el cual ocurre a energías menores de 100 KeV/uma<sup>1</sup>. Este tipo de interacción es la causante del cambio en la dirección del ión y pérdida de energía, siendo menor la pérdida de energía en comparación a la energía perdida por el frenado electrónico<sup>2</sup>.

## **2.4 SIMULACIÓN COMPUTACIONAL**

El uso de la simulación como herramienta para conocer la trayectoria del ion y las interacciones ion-sólido al interior de la material, se describen a continuación.

**2.4.1 Simulación en el desarrollo de materiales modificados por implantación iónica.** La simulación es una herramienta usada para entender el movimiento de los átomos en los sólidos y permite predecir cuantitativamente la profundidad alcanzada por el ion al interior del material, teniendo en cuenta aspectos de implantación tales como el tipo de estructura (amorfa o cristalina), dosis de implantación, ángulo de implantación, energía de implantación, entre otras<sup>3</sup>.

En un proceso de implantación iónica, la simulación ha permitido determinar cómo son las interacciones entre los iones y la materia permitiendo hacer una estimación de las características y propiedades que se logran en el material una vez finalizado todos los eventos que intervienen.

---

<sup>1</sup>P. Mazzoldi, G. Mattei. Potentialities of ion implantation for the synthesis and modification of metal nanoclusters.

<sup>2</sup>Manuel Barriga. Simulación del tránsito de iones  $Hn^+$  a través de láminas delgadas. Tesis de doctorado Universidad de Castilla-La Mancha (2007).

<sup>3</sup>Wolfgang Eckstein. Computer simulation of ion-solid interactions. Springer-Verlag Berlin Heidelberg (1991).

Townsend y colaboradores<sup>1</sup> propusieron que la predicción de la profundidad de implantación (rango del ion) y del daño (distribución del daño) son esenciales para conocer las características de la implantación iónica. Un problema inherente es obtener una simulación realista que tenga en cuenta todos los eventos que ocurren durante el movimiento del ion energético al interior del blanco. Lo anterior requiere del conocimiento de todos los tipos de interacción existente entre el ion, los electrones y los átomos del blanco.

En general hay dos clases de enfoques cuando se emplea simulación, uno es referente a la simulación de la trayectoria de los iones y desplazamiento de los iones en la red, y el otro es usado para encontrar expresiones analíticas para explicar las propiedades de transporte.

La simulación de la trayectoria es conceptualmente sencilla dado que especifica la dirección espacial de un ion con energía dada, definiendo las posibles interacciones y resultados de las colisiones de los iones primarios con la de los átomos desplazados. Lo anteriormente descrito, es válido sólo para una simple colisión binaria de un par de iones aislados, mientras que en un proceso de implantación iónica existen más de un par de colisiones presentes en el blanco sólido, lo que dificulta las mediciones.

Los problemas relacionados al seguimiento de la trayectoria de los iones en el material por simulación computacional, son menores para blancos amorfos (sin ordenamiento atómico periódico) en comparación con los blancos cristalinos (ordenamiento atómico periódico), por lo que en estos últimos la trayectoria del ion no es solo por los planos o canales de la red, sino que las vacancias e intersticios de la red son sensibles a las velocidades de difusión a lo largo de las direcciones cristalinas. Consecuentemente todos los algoritmos

---

<sup>1</sup>Townsend P.D. Chandler P.J., Zhang L. Optical effects of ion implantation Cambridge University press (1994).

computacionales tienen una aceptable predicción de la trayectoria del ion en el material<sup>1</sup>.

**2.4.2 Modelos empleados en los simuladores de implantación iónica.** El movimiento de los átomos energéticos en un sólido es un tema atractivo no solo para la física, sino también para la ingeniería de materiales porque el proceso de colisión puede proveer información sobre el método de control de la composición y la estructura del material<sup>2</sup>.

Los tres principales modelos que se emplean en la simulación computacional para describir como es la interacción entre el ion energético y el blanco, son presentados a continuación:

**2.4.2.1 Ecuación de transporte de Boltzman.** Para eventos individuales uno puede usar métodos analíticos. El más común es la ecuación de transporte de Boltzman, en la cual la energía, la transferencia de energía y la profundidad en el sólido están relacionadas con una ecuación sencilla usando una sección transversal diferencial para la transferencia de energía. Algunos de los programas que usan este modelo son: PRAL (Projected Range Algoritm), SUSPRE (Surrey University Sputter Profile from Energy deposition<sup>3</sup> y SUPREM IV<sup>4</sup>.

**2.4.2.2 Aproximación de colisiones binarias (ACB).** La aproximación de colisiones binarias (ACB) es representada por la teoría de Lindhard y Sigmund, la cual consiste en seguir la trayectoria del ion o de cualquier átomo puesto en movimiento, considerando que colisiona solo con el átomo más cercano. En

---

<sup>1</sup>Towsend P.D. Chandler P.J., Zhang L. Optical effects of ion implantation Cambridge University press (1994).

<sup>2</sup>Jussi Sillanpää. Phenomenological model for electronic stopping of low-velocity ions in crystalline solids. Thesis of doctoral University of Helsinki (2000).

<sup>3</sup>Towsend P.D. Chandler P.J., Zhang L. Optical effects of ion implantation Cambridge University press (1994).

<sup>4</sup>Jesús Mangas. Simulación de la implantación iónica en semiconductores. Tesis de doctorado Universidad de Valladolid (2000).

este tipo de modelo, la colisión ocurre solo entre dos partículas donde su dominio se ve restringido para energías mayores a 1 KeV.

La energía cinética del ion disminuirá debido a las colisiones elásticas (frenado nuclear) y las colisiones inelásticas (frenado electrónico) que tienen lugar en el proceso. Cuando la energía cinética del ion sea inferior a una energía umbral dada ( $E_T$ ), se considera que el ion se ha frenado completamente<sup>1</sup>.

El modelo de ACB y el método numérico Monte Carlo, conforman el modelo ACB-MC, el cual fue estudiado inicialmente por Bredov y colaboradores<sup>2</sup>, siendo este implementado en el código TRIM (TRansport of Ions in Matter), en donde la simulación se fundamenta en las colisiones entre el ion y los átomos de blancos amorfos o cristalinos<sup>3</sup>.

Algunos de los programas basados en la teoría de aproximación de colisiones binarias son: RITA (Recoil Implantation Through Amorphous), IMTC (Ion Transport in Materials and Compounds), TRIM 8<sup>4</sup>, MARLOWE, UT-MARLOWE<sup>5</sup>, entre otros.

Las dificultades que presenta la simulación por aproximación de colisiones binarias, corresponde a la dificultad en la separación en el aporte del frenado nuclear y del frenado electrónico<sup>6</sup>.

**2.4.2.3 Dinámica Molecular (DM).** El modelo de dinámica molecular fue propuesto por Alder y Wainwright en 1957, y en 1959 ellos encontraron el mecanismo de transición de fase de partículas en forma de esferas duras. Sin

---

<sup>1</sup>Jesús Mangas. Simulación de la implantación iónica en semiconductores. Tesis de doctorado Universidad de Valladolid (2000).

<sup>2</sup>M.M. Bredov, I.G. Lang, N.M. Okuneva. Tekh. Fiz 28, 252 (1958), Soy. Phys-Tech. Phys. 3, 228.

<sup>3</sup>Y. Pauleau. Materials surface processing by directed energy techniques. Elsevier, 2006).

<sup>4</sup>Wolfgang Eckstein. Computer simulation of ion-solid interactions. Springer-Verlag Berlin Heidelberg (1991).

<sup>5</sup>Jesús Mangas. Simulación de la implantación iónica en semiconductores. Tesis de doctorado Universidad de Valladolid (2000).

<sup>6</sup>Jussi Sillanpää. Phenomenological model for electronic stopping of low-velocity ions in crystalline solids. Thesis of doctoral University of Helsinki (2000).

embargo, Harrison<sup>1</sup> fue el pionero en este tipo de simulación, en donde se asume la red cristalina de forma regular.

La simulación usando el modelo de DM es el más adecuado, pero es también el que más tiempo consume en el cálculo de distribución de los iones. En el modelo DM las colisiones son tratadas lo más real posible y el resultado es más preciso para bajas energías. El efecto de frenado electrónico y frenado nuclear en el proceso de colisión es fácil de separar, lo cual le permite ser el más usado<sup>2</sup>.

Algunos de los programas basados en la teoría de dinámica molecular son QRAD, RAPIDK<sup>3</sup>, REED (Rade Event Enhanced Domain), MDRANGE<sup>4</sup>, entre otros.

**2.4.3 Diferencia entre los modelos aproximación de colisiones binarias (ACB) y dinámica molecular (DM).** El modelo de dinámica molecular y aproximación de colisiones binarias difieren en el tratamiento de frenado nuclear. Además ACB es usado por programas como TRIM y Marlowe, en donde se tratan las interacciones como colisiones binarias y se calcula la trayectoria de una colisión a la vez, mientras la dinámica molecular trata de las colisiones como interacciones simultáneas entre todos los átomos vecinos<sup>5</sup>.

**2.4.4 Trayectorias.** Los programas computacionales son usados para obtener gráficos de las trayectorias, en donde se obtiene una predicción de la trayectoria de los iones y de su movimiento al interior del material. El primer gráfico de trayectorias fue publicado por Gibson y colaboradores, con un programa

---

<sup>1</sup>Harrison Jr. D.E. Crit. Rev. Solid state Mater.Sci. 14 (1998).

<sup>2</sup>Jussi Sillanpää. Phenomenological model for electronic stopping of low-velocity ions in crystalline solids. Thesis of doctoral University of Helsinki (2000).

<sup>3</sup>Wolfgang Eckstein. Computer simulation of ion-solid interactions. Springer-Verlag Berlin Heidelberg (1991).

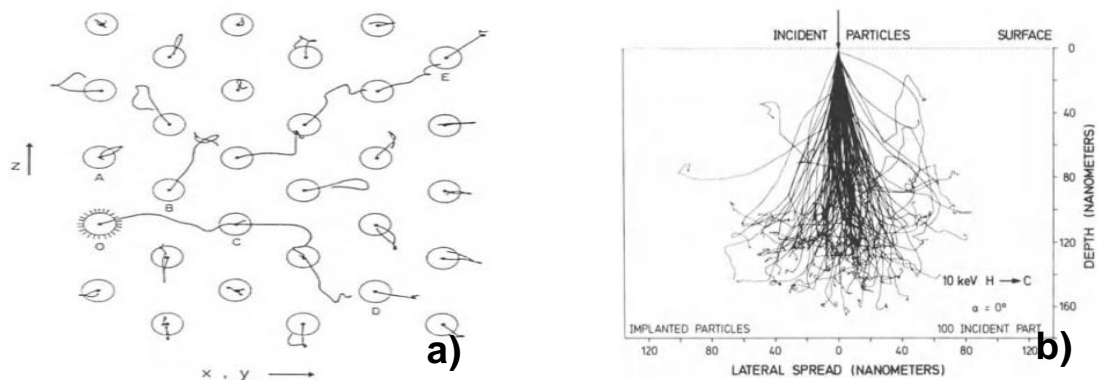
<sup>4</sup>Jesús Mangas. Simulación de la implantación iónica en semiconductores. Tesis de doctorado Universidad de Valladolid (2000).

<sup>5</sup>Jussi Sillanpää. Phenomenological model for electronic stopping of low-velocity ions in crystalline solids. Thesis of doctoral University of Helsinki (2000).

basado en DM. Yurasova y colaboradores, también usaron la simulación con DM para crear trayectorias. Algunos autores como Shimizu, Tearapiperis e Ishitani, mostraron que las trayectorias pueden ser distintas dependiendo del ángulo con el cual penetra el ion en el material<sup>1</sup>.

En la figura 3 se presenta la trayectoria del proceso de interacción ión-sólido usando un modelo de aproximación de colisión binaria (ACB) y de dinámica molecular (DM).

**Figura 3. Gráficos obtenidos de la simulación de la trayectoria del ión en el sólido usando el modelo a) DM y b) ACB.**



Fuente: Wolfgang Eckstein<sup>2</sup>.

**2.4.5 Simulación computacional usando el código TRIM.** Como se ha especificado anteriormente son varios programas que pueden ser empleados para conocer los fenómenos que ocurren al bombardear con iones la superficie de un blanco. Programas basados en el código TRIM son extensamente usados para bajas dosis de iones, incluyendo un potencial de interacción que se encuentra en una base de datos experimentales, que ofrece predicciones seguras de las distribuciones de los iones en el material.

<sup>1</sup>Wolfgang Eckstein. Computer simulation of ion-solid interactions. Springer-Verlag Berlin Heidelberg (1991).

<sup>2</sup>Wolfgang Eckstein. Computer simulation of ion-solid interactions. Springer-Verlag Berlin Heidelberg (1991).

El código TRIM sigue la trayectoria de un amplio número de iones individuales en un blanco. Cada trayectoria iniciara con una posición dada, dirección y energía para el ion seguido de una secuencia de colisiones con los átomos del blanco, asumiendo trayectorias de camino libre rectas entre colisiones. La energía de las partículas es reducida debido al frenado electrónico, y después al frenado nuclear, el cual es el resultado de la transferencia de momento a los átomos del blanco en cada colisión<sup>1</sup>.

El programa SRIM (Stopping and Ranges of Ions in Matter) es un paquete de software que permite simular la detección y rango de iones en la materia. Este paquete computacional usa el código TRIM y desde su introducción en 1985 se ha venido mejorando, encontrándose en más de 700 citas científicas por año. El SRIM fue mejorado en 2010 en donde se han incluido 2800 datos experimentales nuevos para el frenado, incrementándose en 28000 los valores para modelar compuestos. Un catálogo completo de gráficos para el frenado puede ser descargado desde la página web [www.SRIM.org](http://www.SRIM.org)<sup>2</sup>.

---

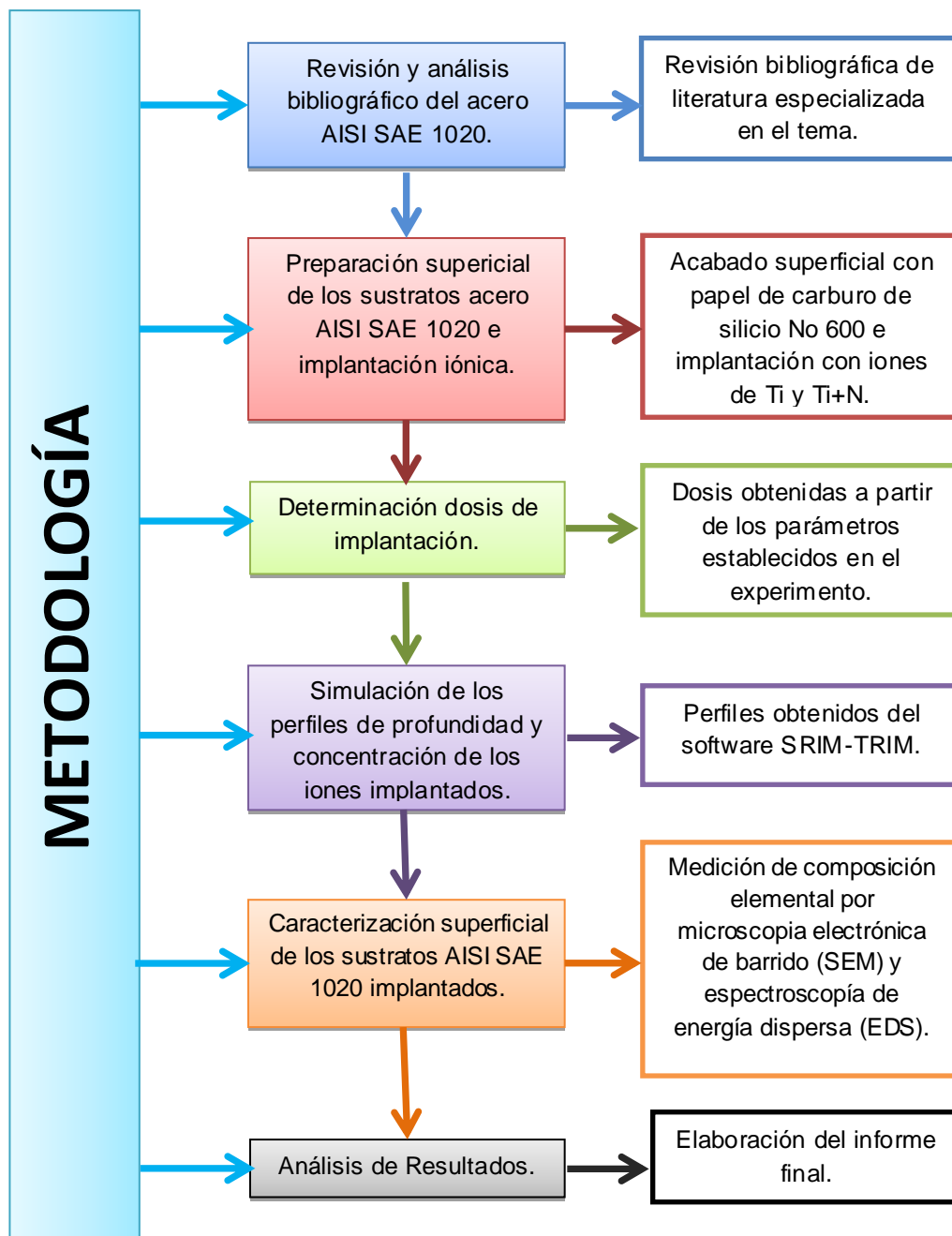
<sup>1</sup>Townsend P.D. Chandler P.J., Zhang L. Optical effects of ion implantation Cambridge University press (1994).

<sup>2</sup>James F. Ziegler, M.D. Ziegler, J.P. Biersack. SRIM-The stopping and range of ions in matter. Nuclear instruments and methods in physics Research (2010).

### 3. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

La metodología experimental del presente trabajo de investigación se resume en la figura 4, la cual se compone de 6 etapas principales, que son descritas a continuación:

Figura 4. Desarrollo experimental.



### 3.1 REVISIÓN Y ANÁLISIS BIBLIOGRÁFICO

Esta etapa se extendió durante todo el desarrollo la investigación. Se realizó una búsqueda, selección y a su vez un análisis de la información encontrada en artículos de investigación, proyectos de grado, libros, base de datos e información de internet, referente a las generalidades de la implantación iónica, cálculo de dosis de implantación y simulación usando el software SRIM-TRIM.

### 3.2 PREPARACIÓN METALGRÁFICA E IMPLANTACIÓN IÓNICA DE LAS MUESTRAS DE ACERO 1020

Los sustratos implantados son de acero AISI SAE 1020 con geometría de disco (diámetro de 2.538 cm y 0.458 cm de espesor). Las probetas fueron sometidas a un acabado superficial hasta papel de carburo de silicio número 600 (ver figura 5). Posteriormente los sustratos fueron colocados en la cámara de descargas del reactor para Modificación Superficial de Metales (MOSMET) para ser sometidas al proceso de limpieza superficial por *sputtering*.

**Figura 5. Sustrato de acero AISI SAE 1020.**



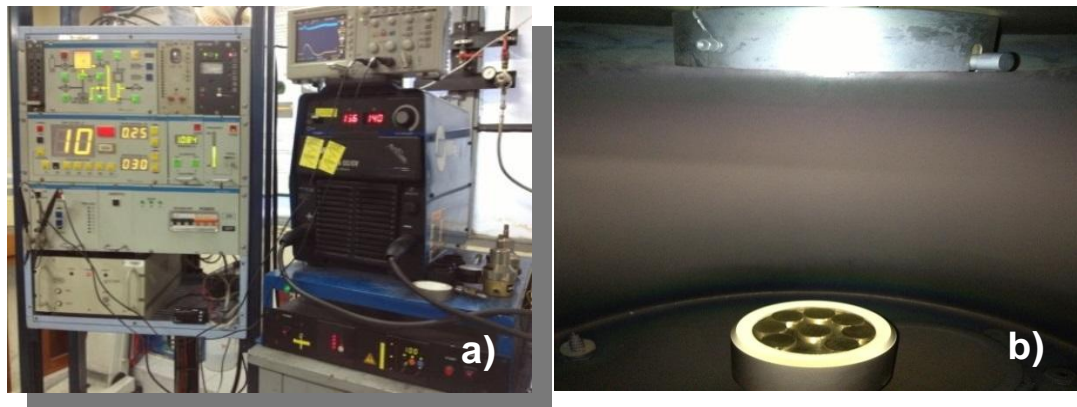
La implantación iónica se realizó siguiendo el protocolo propuesto por Jaime Dulce<sup>1</sup> para el uso del dispositivo JUPITER (Joint Universal of Plasma and Ión Technologies Experimental Reactor) (ver figura 6 (a)) y trabajos anteriores sobre

---

<sup>1</sup>Hector Jaime Dulce. Implantación iónica tridimensional mediante descargas de alto voltaje a bajas presiones del dispositivo Júpiter. Tesis de doctorado Universidad Industrial de Santander (2002).

implantación iónica realizados por Fredy Parada<sup>1</sup> y Ely Dannier V. Niño<sup>2</sup>. Los sustratos de acero AISI SAE 1020 son colocadas en el cátodo al interior de la cámara de descarga del dispositivo MOSMET (ver figura 6(b)), una vez sellada la cámara se genera el vacío. Cuando el sistema se encuentra en condiciones óptimas de operación, se enciende la descarga de arco eléctrico, la cual permite evaporar un cátodo de Ti y simultáneamente la descarga de alto voltaje para ionizar la atmosfera del gas de Ti, donde los iones obtenidos son implantados en el sustrato metálico. Para el caso de la Implantación de Ti+N, se realiza el mismo procedimiento anterior con la diferencia que al mismo tiempo que se está evaporando el Ti, se inyecta nitrógeno en estado gaseoso, generando así la atmosfera de Ti+N.

**Figura 6. Equipamiento a) Reactor MOSMET y b) cámara de descarga.**



### 3.3 DETERMINACIÓN DE LA DOSIS DE IMPLANTACIÓN

Durante el proceso de implantación iónica generada por descargas híbridas pulsadas de alto voltaje y arco eléctrico a bajas presiones se registra el pulso de voltaje y de la corriente de la descarga híbrida usando un osciloscopio *Tektronix TDS 20028* (ver figura 7). El pulso de la corriente es empelado para determinar corriente total, la cual corresponde a la suma de la corriente iónica y la corriente electrónica, a partir del valor de corriente iónica y los datos

<sup>1</sup>Fredy B. Parada. Análisis espectral de una descarga híbrida y modificación superficial en aceros 1010, 1020 y 1045. Tesis de maestría Universidad Industrial de Santander (2013).

<sup>2</sup>Ely Dannier V. Niño. Caracterización del acero AISI 4140 implantado con iones nitrógeno. Tesis de pregrado Universidad Industrial de Santander (2007).

establecidos durante el experimento, tales como: duración del pulso, frecuencia de repetición y tiempo de descarga, se determinará la dosis de implantación, la cual es necesaria para desarrollar la simulación de la implantación iónica de Ti y Ti+N en el acero AISI SAE 1020.

**Figura 7. Osciloscopio.**



### **3.4 SIMULACIÓN PERFILES DE PROFUNDIDAD DE IMPLANTACIÓN**

Obtenida la dosis de implantación, se procede al desarrollo de la simulación con el software SRIM-TRIM para la obtención de los perfiles de concentración por profundidad de los iones implantados en la superficie del acero AISI SAE 1020. Para realizar la simulación, el programa requiere de los siguientes datos: tipo de ion, dosis de implantación, espesor y composición del blanco. Finalmente, son obtenidos los gráficos que describen la profundidad alcanzada por el ion y la región de mayor concentración de iones.

### **3.5 CARACTERIZACIÓN SUPERFICIAL DE LOS SUSTRATOS AISI SAE 1020 IMPLANTADOS**

Los sustratos implantados con iones de Ti y Ti+N son caracterizados mediante la técnica microscopía electrónica de barrido y espectroscopia dispersa, la cual permite obtener un análisis elemental de la superficie del acero AISI SAE 1020.

### **3.6 ANÁLISIS DE RESULTADOS**

Todos los resultados obtenidos de las pruebas mencionadas anteriormente, fueron analizados e interpretados. Esta investigación culmina con la redacción de presente informe, donde se encuentran consignados los resultados obtenidos, su respectivo análisis, conclusiones y recomendaciones derivadas del proceso de implantación iónica, cálculo de la dosis de implantación y de la simulación realizada con el programa SRIM-TRIM.

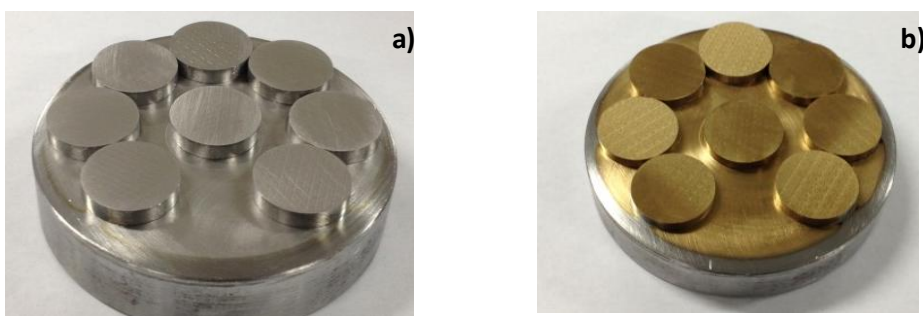
#### 4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS

A continuación se presentan los resultados y los análisis obtenidos durante la investigación.

##### 4.1 IMPLANTACIÓN DE IONES Ti E IONES DE Ti+N EN EL ACERO AISI SAE 1020

En la figura 8 (a) se presentan los sustratos de acero AISI SAE 1020 implantados con iones de Ti y en la figura 8 (b) los implantados con iones de Ti+N.

**Figura 8. Sustratos de acero AISI SAE 1020 implantados con: a) iones de Ti y b) iones de Ti+N.**



##### 4.2 SIMULACIÓN DE LA INTERACCIÓN DE LOS IONES DE Ti Y Ti+N CON LOS ATOMOS DEL ACERO AISI SAE 1020

La simulación de la trayectoria de los iones titanio y nitrógeno al interior del acero AISI SAE 1020 fue realizada empleándose el código TRIM en el paquete computacional SRIM (Stopping and Ranges of Ions in Matter). Los dos parámetros de interés para desarrollar la simulación son la dosis de implantación y la composición del blanco, por esta razón describiremos a continuación de forma detallada los cálculos empleados para determinar a

partir de los parámetros establecidos en el experimento la dosis de iones implantados en la superficie de los sustratos de acero AISI SAE 1020.

### 4.3 DOSIS DE IMPLANTACIÓN

La concentración de iones implantados en sólidos metálicos involucra una serie de requerimientos, entre los cuales, obtener una dosis óptima para una determinada aplicación. Según la literatura, este valor de dosis se encuentra  $1 \times 10^{15}$  a  $1 \times 10^{17}$  (iones/cm<sup>2</sup>)<sup>1</sup>.

### 4.4 PARÁMETROS PARA ESTIMAR LA DOSIS DE IMPLANTACIÓN

El cálculo de la concentración de los iones implantados en la superficie de los sustratos del acero AISI SAE 1020, se ha realizado teniendo en cuenta lo propuesto por Ely Dannier V. Niño<sup>2</sup>, en donde se hace necesario conocer el valor de la corriente iónica. Este valor se obtiene a partir de la ecuación (1) como sigue:

$$I_T = I_e + I_i \quad (1)$$

En donde  $I_i$  es la corriente iónica,  $I_T$  es la corriente total obtenida de la integral del pulso de corriente obtenido de la descarga eléctrica durante la implantación, e  $I_e$  es la corriente electrónica, que puede ser obtenida de la ecuación (2) como sigue:

$$I_e = \gamma I_i \quad (2)$$

En donde  $\gamma$  es el coeficiente ion-electrón.

---

<sup>1</sup>G. Dearnaley, J.H. Freeman. Ion implantation. Amsterdam: North Holland (1973). Chapter 2.

<sup>2</sup>Ely Dannier V. Niño. Caracterización del acero AISI 4140 implantado con iones nitrógeno. Tesis de pregrado Universidad Industrial de Santander (2007).

Relacionando las ecuaciones (1) y (2) se conoce el valor de la corriente de implantación ( $I_i$ ) en función de la corriente total de implantación y el coeficiente ion-electrón, como sigue:

$$I_i = \frac{I_T}{(1+\gamma)} \quad (3)$$

El valor de corriente iónica obtenido en (3) se reemplaza en la ecuación (4), con el propósito de conocer la densidad de corriente iónica en función de la corriente total, para ello, se tiene que:

$$J_i = \frac{I_T}{A_T} \quad (4)$$

En donde  $J_i$  es la densidad de corriente iónica y  $A_T$  es el área total expuesta durante la implantación. La densidad de corriente nos permitirá establecer el flujo de iones que impactan en la superficie del sustrato a través de la siguiente ecuación:

$$\Phi = \frac{J_i}{e^-} \quad (5)$$

En donde  $\Phi$  es el flujo de iones y  $e^-$  es la carga del electrón.

Finalmente se establece la ecuación correspondiente a la densidad superficial de los iones implantados; la cual se encuentra en función de los parámetros descritos anteriormente, como sigue:

$$D_i = \Phi * \tau * f * t \quad (6)$$

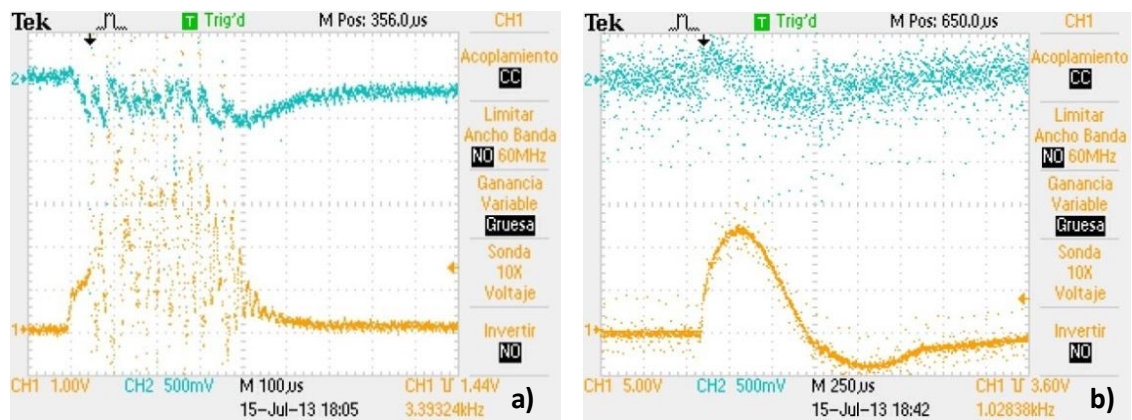
En donde  $D_i$  es la dosis de implantación,  $\Phi$  es el flujo de iones,  $f$  es la frecuencia de repetición y  $t$  es el tiempo de descarga.

## 4.5 CÁLCULO DE LA DOSIS DE IMPLANTACIÓN

A continuación se presenta como se calculó las dosis de implantación para los iones de Ti y Ti+N en los sustratos del acero AISI SAE 1020.

**4.5.1 Dosis en sustratos implantados con iones de Ti.** La corriente iónica fue hallada con la ecuación (3), a partir del valor de la corriente total obtenida del área bajo la curva del pulso de corriente (ver figura 9). Mientras que el coeficiente ion-electrón se obtuvo a partir de lo reportado por J. Conrad y colaboradores<sup>1</sup> para un cátodo de acero AISI 304 y una energía de 10 KeV ( $\gamma=3,0$ ).

**Figura 9. Pulso de corriente (naranja) y voltaje (verde) obtenido de la descarga eléctrica generada durante la implantación con iones de Ti. a) sputtering y b) implantación.**



El valor de la corriente iónica encontrado en la modificación superficial con iones de Ti, se presenta a continuación:

$$I_i = \frac{0.18 [A]}{(3.0+1)} = 0.045 [A] \quad (7)$$

El área superficial total modificada superficialmente, ha sido definida como:

<sup>1</sup>M. Shamin, J. Corad. Appl. Phys., 70 (1991) 47564759.

$$A_T = 85.54 [cm^2] \quad (8)$$

Reemplazando  $I_i$  y  $A_T$  en la ecuación (4) se tiene:

$$J_i = \frac{0.045 [A]}{85.54 [cm^2]} = 5.2606 \times 10^{-4} \left[ \frac{A}{cm^2} \right] \quad (9)$$

Reemplazando la densidad de corriente en la ecuación (5), se obtiene el valor del flujo de iones como se muestra a continuación:

$$\Phi = \frac{5.2606 \times 10^{-4}}{1.6021 \times 10^{-19}} = 3.2835 \times 10^{15} \left[ \frac{ion}{cm^2 s} \right] \quad (10)$$

En la tabla 1 se presentan los datos experimentales establecidos y obtenidos en la descarga eléctrica generada para la implantación con iones de Ti en el acero AISI SAE 1020.

**Tabla 1. Parámetros experimentales de la implantación con iones de Ti.**

VARIABLE	VALOR
Flujo de iones	$3.2835 \times 10^{15}$ [ion/cm <sup>2</sup> s]
Duración del pulso	$2.5 \times 10^{-4}$ [s]
Frecuencia de repetición	30 [Hz]
Tiempo de descarga	600 [s]
Voltaje	10 [kv]

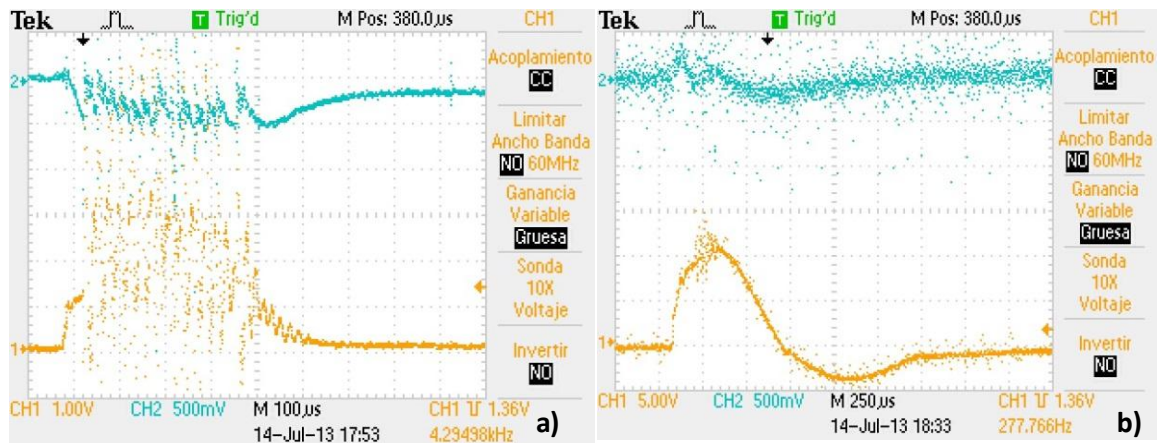
Reemplazando en la ecuación (6) los valores reportados en la tabla de datos 1, se obtiene el valor de la dosis de iones de Ti implantados en la superficie de los sustratos de acero AISI SAE 1020.

$$D_i = (3.2835 \times 10^{15}) * (2.5 \times 10^{-4}) * (30) * (600) \quad (11)$$

$$D_i = 1.4775 \times 10^{16} \left[ \frac{iones}{cm^2} \right] \quad (12)$$

**4.5.2 Dosis en sustratos implantados con iones de Ti+N.** En la implantación con iones de Ti+N, el valor de la corriente iónica se encontró realizando el mismo procedimiento descrito en el apartado anterior, utilizando la ecuación (3) y el pulso de corriente que se muestra en la figura 10. b).

**Figura 10. Pulso de corriente (naranja) y voltaje (verde) obtenido de la descarga eléctrica generada durante la implantación con iones de Ti+N. a) sputtering y b) implantación.**



El valor de la corriente iónica encontrado en la modificación superficial con iones de Ti+N, se presenta a continuación:

$$I_i = \frac{0.135 [A]}{(3.0+1)} = 0.03375 [A] \quad (13)$$

Donde el valor del área total expuesta es de:

$$A_T = 85.54 [cm^2] \quad (14)$$

Reemplazando los valores de  $I_i$  y  $A_T$  en la ecuación (4) se tiene:

$$J_i = \frac{0.03375 [A]}{85.54 [cm^2]} = 3.9455 \times 10^{-4} \left[ \frac{A}{cm^2} \right] \quad (15)$$

Reemplazando el valor de la densidad de corriente en la ecuación (5), se obtiene el flujo de iones como se muestra a continuación:

$$\Phi = \frac{3.9455 \times 10^{-4}}{1.6021 \times 10^{-19}} = 2.4627 \times 10^{15} \left[ \frac{\text{ion}}{\text{cm}^2 \text{s}} \right] \quad (16)$$

En la tabla 2 se presentan los datos experimentales usados en la implantación de iones de Ti+N en la superficie del acero AISI SAE 1020.

**Tabla 2. Parámetros experimentales de la implantación con iones de Ti+N.**

VARIABLE	VALOR
Flujo de iones	$2.4627 \times 10^{15}$ [ion/cm <sup>2</sup> s]
Duración del pulso	$2.5 \times 10^{-4}$ [s]
Frecuencia de repetición	30 [Hz]
Tiempo de descarga	600 [s]
Voltaje	10 [kv]

Reemplazando en la ecuación (6) los valores reportados en la tabla 2 y teniendo en cuenta que el gas de nitrógeno es diatómico<sup>1</sup> (multiplicando por dos la ecuación (6)), se obtiene el valor de la dosis de iones de Ti+N implantados en la superficie de los sustratos de acero AISI SAE 1020.

$$D_i = 2 * (2.4627 \times 10^{15}) * (2.5 \times 10^{-4}) * (30) * (600) \quad (17)$$

$$D_i = 2.127 \times 10^{16} \left[ \frac{\text{iones}}{\text{cm}^2} \right] \quad (18)$$

#### 4.6 SIMULACIÓN EN EL PROGRAMA SRIM-TRIM DE LA IMPLANTACIÓN DE IONES DE Ti Y Ti+N EN EL ACERO AISI SAE 1020

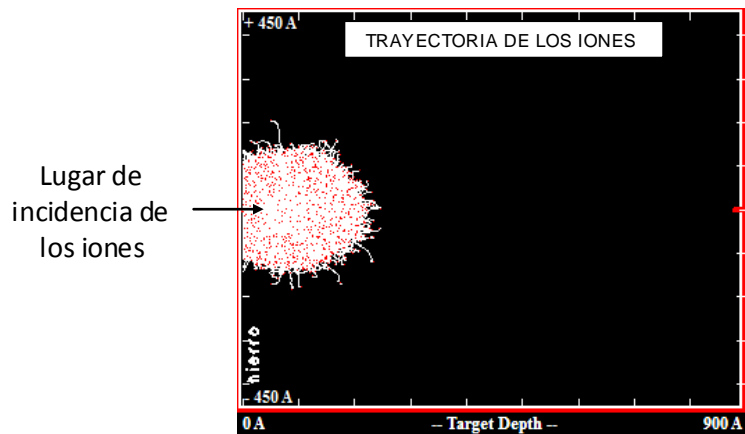
Los perfiles de concentración por profundidad de las especies implantadas en la superficie de los sustratos del acero AISI SAE 1020, fueron obtenidos con el programa SRIM-TRIM como se describe a continuación.

<sup>1</sup>Ely Dannier V. Niño. Caracterización del acero AISI 4140 implantado con iones nitrógeno. Tesis de pregrado Universidad Industrial de Santander (2007).

**4.6.1 Simulación en el programa SRIM-TRIM para la implantación de iones de Ti.** La simulación de trayectoria, perfiles de profundidad y concentración de los iones de Ti implantados en sustratos del acero AISI SAE 1020 se realizó en el programa SRIM-TRIM para un flujo de  $3.2 \times 10^5 \left(\frac{\text{iones}}{\text{cm}^2}\right)$ , valor que corresponde a un porcentaje de la densidad de iones encontrados a partir de los parámetros definidos en el experimento y de resultados preliminares que involucran las características definidas por el programa SRIM-TRIM, para el cual se obtiene el perfil que interpreta la especie implantada por descargas híbridas de alto voltaje y arco eléctrico a bajas presiones.

En la figura 11 se presenta la trayectoria de los iones de Ti implantados en la superficie del acero AISI SAE 1020.

**Figura 11. Trayectoria de los iones de Ti.**



Fuente: Software SRIM-TRIM.

En la figura 12 se presenta la distribución de la concentración de iones de Ti por profundidad implantados en el Acero AISI SAE 1020. Se observa que los iones alcanzan una profundidad de aproximadamente 300 Å y la mayor concentración se encuentra a los 99 Å.



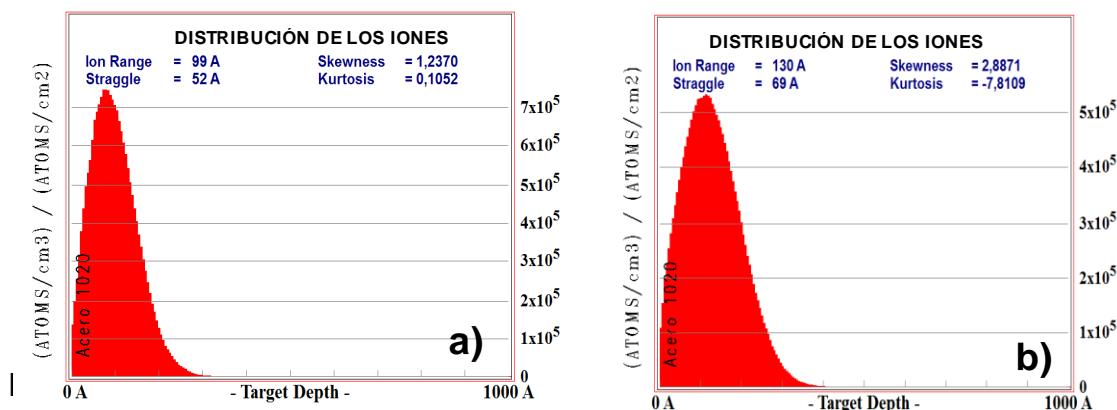
**Figura 13. Trayectoria de los iones de Ti+N. a) iones de Ti y b) iones de N.**



Fuente: Software SRIM-TRIM.

En la figura 14 se presentan la distribución de concentración por profundidad de los iones de Ti+N implantados en el Acero AISI SAE 1020. Se observa que los iones de Ti y N alcanzan una profundidad de aproximadamente 300 Å y 400 Å respectivamente. La mayor concentración se consigue a los 99 Å para iones de Ti y 130 Å para los iones de N.

**Figura 14. Distribución de los iones de Ti+N implantados en el acero AISI SAE 1020. a) Ti y b) N.**



Estudios realizados recientemente en el grupo de investigación en física y tecnología del plasma y corrosión (FITEK), han logrado establecer que la implantación con iones de Ti y N en el acero AISI SAE 1020 mejora la

resistencia a la corrosión del mismo<sup>1-2</sup>. Por tal motivo, el presente estudio predice mediante el programa SRIM-TRIM el comportamiento de los iones implantados, los cuales permiten que la superficie de los aceros incrementen la resistencia a la corrosión. Sin embargo, es de gran importancia realizar diversos experimentos que corroboren e interpreten los resultados a través de la simulación computacional.

#### **4.7 CARACTERIZACIÓN SUPERFICIAL DEL ACERO AISI SAE 1020 IMPLANTADO CON IONES DE Ti Y Ti+N**

A continuación se presentan los resultados obtenidos de la caracterización superficial realizada mediante microscopia electrónica de barrido (MEB) y espectroscopia de energía dispersa (EED) de los sustratos de acero AISI SAE 1020 implantados con iones de Ti y Ti+N.

**4.7.1 Superficie de los sustratos de acero AISI SAE 1020 implantado con iones de Ti.** En la fotomicrografía de la superficie del acero AISI SAE 1020 (ver figura 15), se aprecia un recubrimiento de Ti con múltiples microgotas producto de las especies no ionizadas (clústeres formados durante la evaporización del cátodo de Ti) y de las características de operación del sistema de arco eléctrico implementado para la evaporación de metales. Generalmente la producción de las microgotas es debida a la inestabilidad de la mancha catódica, la cual puede ser controlada a partir de parámetros experimentales tales como la corriente eléctrica, entre otros<sup>3</sup>.

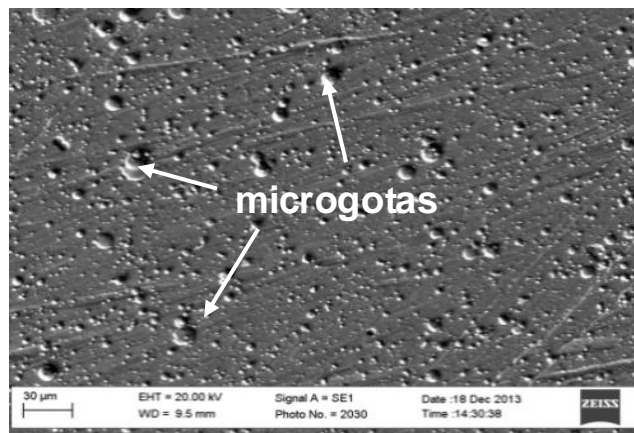
---

<sup>1</sup>Martha Sofía Reyes. Estudio experimental de la resistencia a la corrosión de un acero al carbono AISI SAE 1020 implantado con iones de titanio vía plasma. Tesis de pregrado Universidad industrial de Santander (2011).

<sup>2</sup>Dougar Zhabon, Dannier V. Niño, H. Garnica. Determinación de la velocidad de corrosión en acero AISI SAE 1010, 1020 y 1045 implantados con iones de titanio. Revista Tumbaga (2012).

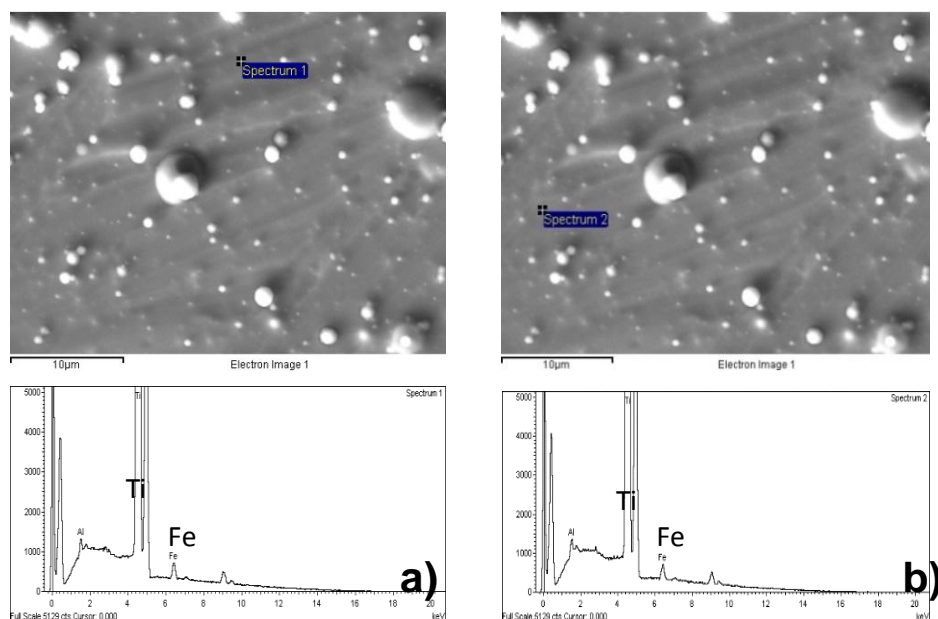
<sup>3</sup>Carlos Javier Jaimes Ochoa, Estudio de las características voltio-ampéricas y peculiaridades de funcionamiento de un vaporizador de arco en vacío. Tesis de posgrado Univerisidad Industrial de Santander (2013).

**Figura 15. Fotomicrografía superficial del acero AISI SAE 1020 implantado con iones Ti.**



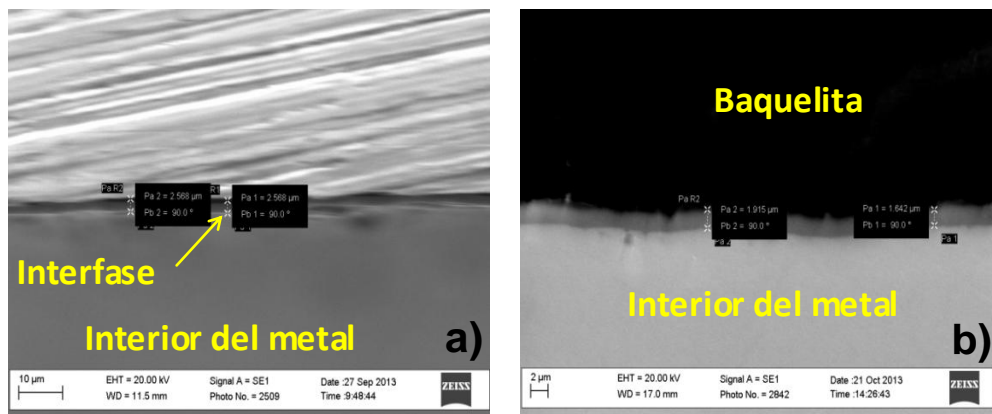
En la figura 16 se presentan las fotomicrografías y los espectros de composición elemental obtenidos a partir de las mediciones de EED realizadas en la superficie de los sustratos de acero AISI SAE 1020 implantado con iones Ti. Los espectros determinan la presencia de alto contenido de Ti y bajo contenido de Fe debido al espesor del recubrimiento procedente de la descarga de arco eléctrico.

**Figura 16. Mediciones de composición elemental en la superficie de los sustratos de acero AISI SAE 1020 implantado con iones Ti. a) región 1 y b) región 2.**



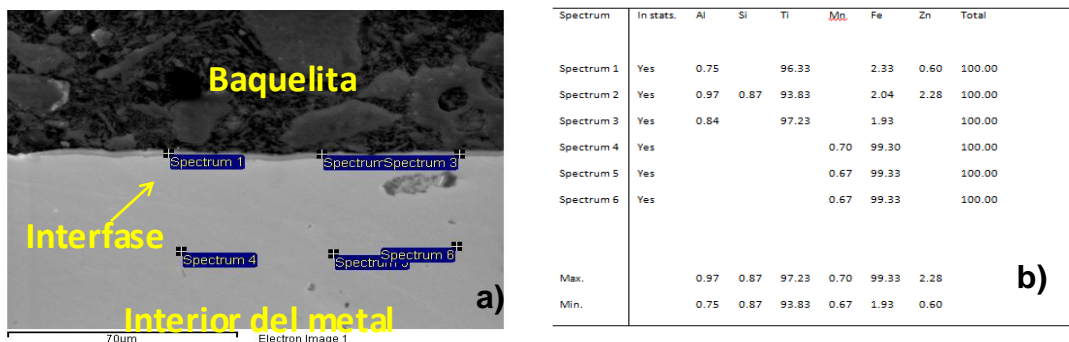
La modificación superficial con iones de Ti en los sustratos de acero AISI SAE 1020 mediante descargas híbridas produce una interfase sustrato recubrimiento. La fotomicrografía de sección transversal de la figura 17, se observa la interfase sustrato-recubrimiento y se determina el espesor del recubrimiento el cual varía entre 1,6 y 2,6 micrómetros.

**Figura 17. Fotomicrografías en sección transversal del sustrato de acero AISI SAE 1020 implantado con iones de Ti. a) región 1 y b) región 2.**



En la figura 18 se presenta el análisis de EED para una sección transversal del acero AISI SAE 1020 implantado con iones Ti. En la interfase sustrato recubrimiento se evidencia una región con alto contenido de Ti (mediciones 1 a 3), mientras que el interior del metal esta principalmente constituido de Fe (mediciones 4 a 6).

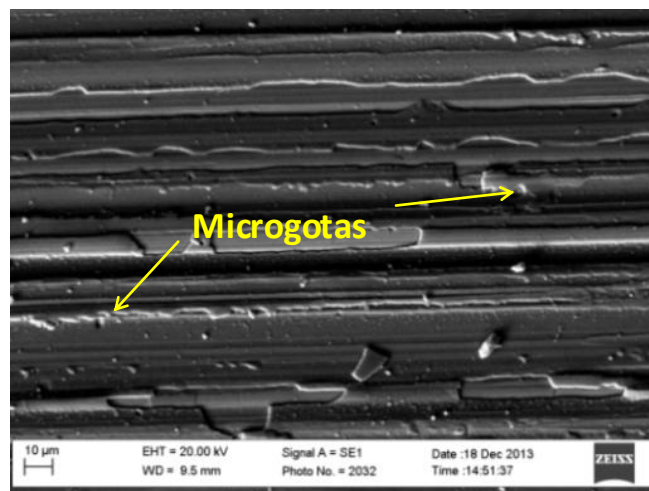
**Figura 18. Sección transversal del acero AISI SAE 1020 implantado con iones de Ti. a) fotomicrografía y b) porcentajes de composición elemental.**



**4.7.2 Superficie de los sustratos de acero AISI SAE 1020 implantado con iones Ti+N.** En la figura 19 se presenta la fotomicrografía de la superficie del sustrato de acero AISI SAE 1020 implantado con iones de Ti+N. La forma laminar del recubrimiento depende del acabado superficial obtenido en la preparación metalográfica de los sustratos (ver figura 5).

La fotomicrografía de la figura 19 muestra una disminución de microgotas en comparación con la presentada en la figura 15 (superficie modificada con iones de Ti). La disminución de las microgotas se debe a la presencia de una atmosfera combinada de especies metálicas (Ti) y no metálicas (N<sub>2</sub>), que durante la ionización de los átomos de Ti y moléculas de N<sub>2</sub>, la cual es producida por el alto flujo de electrones de la descarga eléctrica pulsada de alto voltaje a bajas presiones, se obtiene la reducción de los clústers de Ti formados durante la descarga de arco eléctrico y una mayor cantidad de nitrógeno implantado en la superficie del acero AISI SAE 1020.

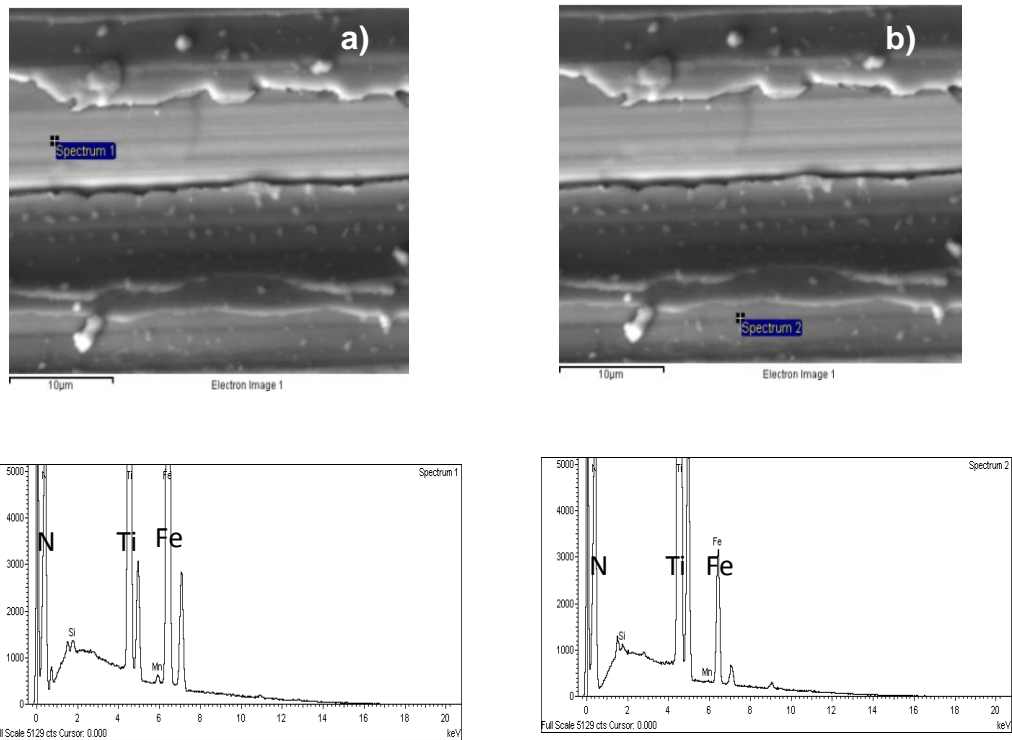
**Figura 19. Fotomicrografía superficial del acero AISI SAE 1020 implantado con iones de Ti+N.**



En la figura 20 se presentan las mediciones de EED realizadas en diferentes regiones de la superficie del sustrato de acero AISI SAE 1020 implantado con iones de Ti+N. Los espectros muestran la presencia de Ti, N y Fe, que son los elementos mas abundantes, donde el Ti y N son los elementos de especie

metálica y no metálica implantados mediante descargas híbridas pulsadas de alto voltaje y de arco eléctrico a bajas presiones en la superficie de los sustratos y el Fe corresponde al elemento que constituye en gran porcentaje al acero.

**Figura 20. Mediciones de composición elemental en la superficie de los sustratos de acero AISI SAE 1020 implantado con iones Ti+N. a) región 1 y b) región 2.**



## 5. CONCLUSIONES

- A partir de los parámetros definidos en el experimento se determina que las dosis de los iones de Ti y Ti+N implantados en los sustratos de acero AISI SAE 1020 corresponden respectivamente a  $1.4775 \times 10^{16}$  y  $2.127 \times 10^{16}$  iones/cm<sup>2</sup>, las cuales se encuentran en el rango óptimo reportado en la literatura para la protección superficial.
- Las simulaciones realizadas a partir de los parámetros definidos en el experimento con el programa SRIM-TRIM, determinan los perfiles de distribución de la concentración por profundidad de los iones de Ti y N implantados en el acero AISI SAE 1020. Las profundidades alcanzadas por los iones de Ti y N son de aproximadamente 300 y 400 Angstrom.
- La caracterización superficial mediante microscopía electrónica de barrido (MEB), determina que la existencia de microgotas formadas en la superficies del acero AISI SAE 1020 implantadas con iones de Ti es mayor respecto a las implantadas con iones de Ti+N.
- Los espectros de composición elemental obtenidos a partir de las mediciones de espectroscopía de energía dispersa (EED), determinaron la presencia de Ti y N en la superficie de los sustratos de acero AISI SAE 1020.

## 6. RECOMENDACIONES

- Para futuras investigaciones, con el propósito de establecer un estudio más completo, se propone emplear las técnicas de espectroscopia de fotoelectrones emitidos por rayos X (XPS) y espectroscopía electrónica AUGER, para estimar experimentalmente la distribución de concentración por profundidad de los iones de especies metálicas y no metálicas implantados en sólidos.
- Se recomienda estudiar la implantación iónica, empleando otros modelos computacionales que involucren la dinámica y los fenómenos colectivos de la interacción ión – sólido al interior del material.
- Realizar la modificación superficial mediante la técnica de implantación iónica de especies metálicas y no metálicas, en elementos fabricados de acero AISI - SAE 1020, para aplicaciones que exijan mayores propiedades mecánicas y de resistencia a la corrosión.

## BIBLIOGRAFÍA

ANDERS, Ándre. Handbook of plasma immersion ion implantation and deposition. Wiley-Interscience. John Wiley & Sons, inc (2002). ISBN 0-471-24698-0.

BARRIGA C., Manuel. Simulación del tránsito de iones  $H_n^+$  a través de láminas delgadas. Tesis Doctoral. Universidad de Castilla-La Mancha. Cuenca (2007).

BREDOV, M.M., LANG I.G., OKUNEVA, N.M. Tekh. Fiz. 28, 252 (1958) [SOy. Phys.-Tech. Phys. 3, 228 (1958)].

DEARNALEY, G., FREEMAN, J. H. Ion implantation. Amsterdam: North Holland; 1973 [Chapter 2].

D.E. Harrison Jr., Crit. Rev. Solid State Mater. Sci., 14 (Suppl. 1), (1988).

DULCE M., Hector Jaime. Implantación iónica tridimensional mediante descargas de alto voltaje a bajas presiones del dispositivo júpiter. Tesis de Doctorado. Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ciencias. Escuela de Física. Bucaramanga (2002).

ECKSTEIN, Wolfgang. Computer Simulation of Ion-Solid Interactions. Springer-Verlag Berlin Heidelberg 1991.

MANGAS, Jesús. Simulación de la implantación iónica en semiconductores. Tesis de Doctorado. Universidad de Valladolid. Departamento de electricidad y electronic. Valladolid (2000).

MAZZOLDI, P., MATTEI, G. Potentialities of ion implantation for the synthesis and modification of metal nanoclusters. DOI 10.1393/ncr/i2006-10005-5.

NASTASI, M., MAYER, J.W. Ion Implantation and Synthesis of Materials. Springer-Verlag Berlin Heidelberg 2006.

OLEA A., Javier. Procesos de implantación iónica para semiconductores Facultad de Ciencias físicas. Departamento de Física Aplicada III (Electricidad y Electrónica). Madrid, 2010.

PARADA B., Fredy F. Análisis espectral de una descarga híbrida y modificación superficial en aceros 1010, 1020 y 1045. Tesis de Maestría. Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ciencias. Escuela de Física. Bucaramanga (2013).

PAULEAU, Y. Materials surface processing by directed energy techniques. Elsevier (2006). ISBN 10: 0-08-044496-2.

P.D, Townsend, P.J, Chandler, L, Zhang. Optical effects of ion implantation. Cambridge University Press 1994.

R, Tapash, KIM, Narayanan. Ion implantation of titanium based biomaterials. Progress in Materials Science 56 (2011) 1137–1177.

REYES, Martha Sofía. Estudio experimental de la resistencia a la corrosión de un acero al carbono AISI - SAE 1020 implantado con iones de titanio vía plasma. Tesis de Pregrado. Universidad Industrial de Santander. Facultad de ingenierías fisicoquímicas. Escuela de Ingeniería Metalúrgica. Bucaramanga (2011).

S, Gary. Was. Ion beam modification of metals: compositional and microstructural changes. Progress in Surface Science, Vol. 32, pp. 211-332.

SHAMIN, M., CONRAD, J. Appl. Phys., 70, (1991), 47564759.

SILLANPÄÄ, Jussi. Phenomenological model for electronic stopping of low-velocity ions in crystalline solids. Thesis Doctoral, Department of Physics (Accelerator Laboratory), University of Helsinki, 2000.

SIOHANSI, Piran, TOBIN, Eric. Surface treatment of biomaterials by ion beam processes. *Surface and Coatings Technology* 83, (1996), 175-182.

TORRES, Edmanuel E. Simulación de implantación de nitrógeno en hierro policristalino por el método de dinámica molecular. Tesis de Maestría. Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ciencias. Escuela de Física. Bucaramanga (2005).

V-NIÑO, Ely Dannier. Caracterización del acero AISI 4140 implantado con iones nitrógeno. Tesis de pregrado. Universidad Industrial de Santander. Facultad de Ciencias. Escuela de Física. Bucaramanga (2007).

W, Brandt, M, Kitagawa. Effective stopping-power charges of swift ion in condensed mater. *Phys. Rev. B* 25, 5631 (1982).

W.E., Burcham. *Elements of nuclear physics*, (Longman, London, p. 76, 1979).

ZIEGLER, James F., ZIEGLER, M.D., BIRSACK, J.P. SRIM – The stopping and range of ions in matter (2010). *Nuclear Instruments and Methods in Physics Research B* 268, (2010), 1818–1823.

ZHABON, V., V-Niño, E.D., GARNICA, H. Determinación de la velocidad de corrosión en aceros AISI SAE 1010, 1020 y 1045 implantados con iones de titanio. *Revista Tumbaga* 2012, 7, 37-45.