

# Análisis del ensanchamiento de las líneas de difracción de Bragg de la fase cúbica fcc del oro

Jorge H. Quintero  
Jhon A. Peñafiel  
Hernando Leyton

Recibido 16 de agosto de 2011, Aprobado 8 de noviembre de 2011

## Resumen

Un nuevo campo de Investigación se ha encontrado con el estudio de la familia de Nitruros Metálicos de Transición; desde la aparición en el 2002 por la primera película delgada de AuN, diferentes grupos han comenzado con la sintetización de este nuevo material. En el presente artículo se muestra como el crecimiento de películas delgadas de oro en un ambiente de nitrógeno por medio de un sistema de Deposición Física en Fase Vapor Asistido por Plasma (PAPVD) en arco pulsado, hace que las Líneas de Difracción de Bragg de la fase cubica fcc del oro sean ensanchadas, indicativo posiblemente a la inclusión de átomos de nitrógeno dentro de la red cúbica fcc del oro.

## Palabras Claves

Nitruros Metálicos de Transición, AuN, Ensanchamientos, PAPVD, Películas.

## Abstract

A new research area it has found with the new family of transition metal nitrides. Since the publication SS2002 where it reported the first AuN binding energies, different group research has started with sintetization of this material. In this work it is showed how the growth of Au thin films in a nitrogen environment through to Plasma Assited Physics Vapor Deposition (PAPVD) in arc pulsed, makes the Bragg Difraccction Lines of the Au fcc Cubic Phase are broadened, suggesting the inclusion of nitrogen atoms in the Au fcc Cubic Phase.

## Keywords

Transition Metallic Nitrides, AuN, Widenings, PAPVD, Coatings.

## I. Introducción

En la última década se ha hecho gran énfasis, tanto teórico como experimental sobre la formación del AuN. Este material podría ofrecer una buena alternativa para reemplazar películas delgadas de oro, debido a las propiedades que potencialmente pueden ofrecer para una aplicación práctica; por ejemplo, se encontró que películas delgadas de Au con incorporación (o trazas) de AuN hace que las películas sean 50% más duras que una película de Au, además de no perder el estado conductivo del Au [1]. Hoy en día la caracterización de este recubrimiento, se basa en un análisis químico por XPS (Espectroscopia Foto electrónica de Rayos X), en cual se muestra la energía de enlace de 396,6 eV por Siller en SS2002 [2], como la primera directamente vista para este material; es así como la obtención por medio de Sistemas Asistidos por Plasma como el Plasma Etching y Arco pulsado (Krishnamurthy PRB2004, y Devia MC2008 respectivamente) se obtuvieron de energías de enlace de 397,7 eV y 398,1 eV y asignadas a nuevas especies de AuN [3, 4]. Para las aplicaciones funcionales de este nitruro, se hace importante en la comunidad científica conocer en qué fase estructural crece esta película, Alves JAP2008 muestra como la introducción de átomos de nitrógeno dentro de la red cubica fcc del oro, hace que las curvas rocking de difracción de rayos X sean ensanchadas tan solo el 0.1% [5]. Es importante tener en consideración que uno de los campos de investigación relevantes en el ámbito mundial, es el de los recubrimientos, ya que estos cambian sustancialmente las propiedades superficiales de los materiales. En Colombia, el estudio en este campo comenzó a principios de 1990, con el objetivo principal de llevarlos a la industria colombiana, hoy en día diferentes grupos de investigación han logrado introducir este tema en algunas empresas, y es por ello que es necesario que los estudiantes de ingeniería tengan conocimiento sobre este campo de investigación.

En este trabajo se crecen películas delgadas de oro en un ambiente de nitrógeno por medio de un Sistema de Deposición Física de Vapor Asistida por Plasma en Arco Pulsado para observar cambios en las Líneas de Difracción de Bragg.

## II. Experimental

Se empleó un sistema de Deposición Física en Fase Vapor Asistido por Plasma con Arco Pulsado para el crecimiento de películas delgadas de Au en un ambiente de Nitrógeno, para obtener películas delgadas con diferentes concentraciones de nitrógeno. Este sistema está compuesto por un reactor en el que se encuentran dos electrodos enfrentados, el cátodo (blanco de oro) y el ánodo (acero inoxidable 304), la descarga fue generada por un circuito eléctrico RLC ( $R=0.46$  mW,  $L=2.3$  mH,  $C=0.54$  mF); el banco de capacitores fue cargado con un voltaje inicial mediante un sistema de potencia DC [6]. Se obtuvieron 5 muestras variando la presión de nitrógeno en el momento de la descarga, los datos utilizados para la obtención de cada una de las muestras se muestran en la tabla 1.

No (M)	GAS	ARCOS	PRESIÓN (mbar)	VOLTAJE (Volts)	TEMPERATURA (°C)
2	Nitrógeno	3	2.0	200	140
3	Nitrógeno	3	3.5	200	140
4	Nitrógeno	3	4.0	200	140
11	Nitrógeno	3	7.5	200	140
60	Nitrógeno	3	2.0	200	140

Tabla 1. Datos del crecimiento de las películas. Los autores, 2011

Los Patrones de Difracción fueron obtenidos por medio de un difractor Bruker AXS (D8 Advanced) geometría con óptica de haces paralelos, empleando una radiación de 40 kV y 30 mA e incidencia rasante a un ángulo de  $2^\circ$ .

## III. Análisis y resultados

En la figura 1, se muestran patrones de difracción de 5 muestras (M2, M3, M4, M11, M60) y una muestra patrón que es el blanco, para observar como están variando las Líneas de Difracción de Bragg.

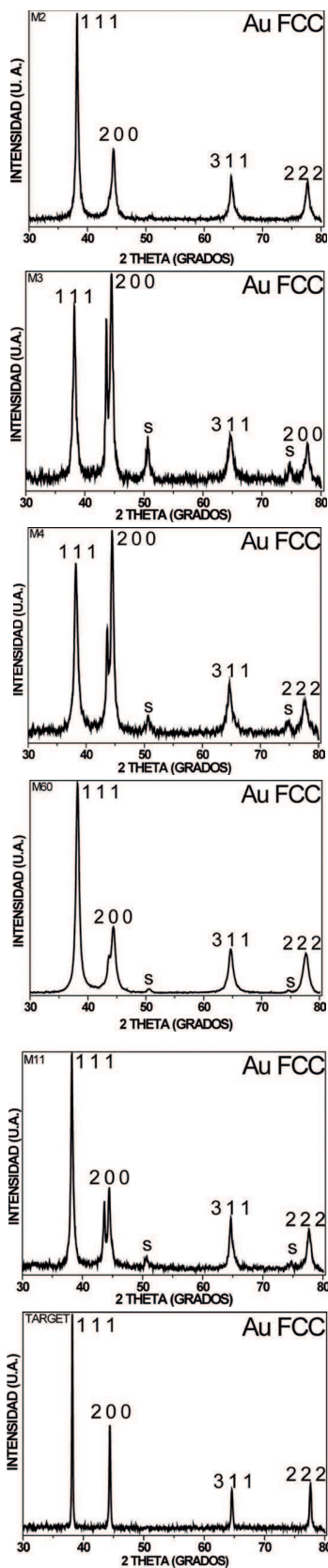


Figura 1. Patrones de Difracción para las muestras M2, M3, M4, M60 (que contienen AuN), M11 (bajo contenido de nitrógeno) y el blanco (Au 99,99 %). Los autores, 2011

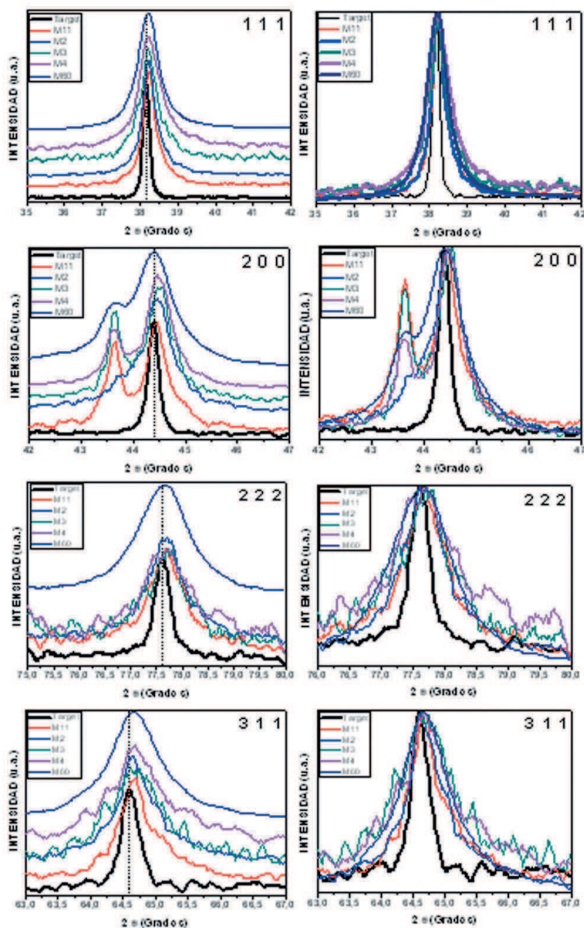
Por medio del análisis de Difracción de Rayos X se determinó una estructura fcc del oro, para todas las muestras, pero se observan pequeños ensanchamientos (asimetría de las curvas) para las muestras crecidas en comparación con el patrón de oro; los datos obtenidos son mostrados en la Tabla 2

Muestras	FWHM	Posición	Parámetro de red	
Target	1 1 1	0,0462191	38,18241	4,078 ± 0,007
	2 0 0	0,1026228	44,39208	
	3 1 1	0,1861814	64,57725	
	2 2 2	0,2414780	77,56316	
M11	1 1 1	0,391255	38,21142	4,076 ± 0,011
	2 0 0	0,3111033	44,38071	
	3 1 1	0,462671	64,59182	
	2 2 2	0,6959843	77,60775	
M2	1 1 1	0,429725	38,08718	4,076 ± 0,025
	2 0 0	0,4486662	44,31986	
	3 1 1	0,3346303	64,49334	
	2 2 2	0,733644	77,49674	
M3	1 1 1	0,5327412	38,20897	4,078 ± 0,024
	2 0 0	0,3878571	44,48476	
	3 1 1	0,7578447	64,68121	
	2 2 2	0,874961	77,61955	
M4	1 1 1	0,6429246	38,17781	4,075 ± 0,018
	2 0 0	0,4614384	44,5132	
	3 1 1	0,4517179	64,57518	
	2 2 2	1,053717	77,59406	
M60	1 1 1	0,5925911	38,17394	4,077 ± 0,015
	2 0 0	0,7331124	44,40768	
	3 1 1	0,9063205	64,62034	
	2 2 2	1,15300	77,5727	

Tabla 2. Datos XRD. Los autores, 2011

Al comparar los Patrones de Difracción de las muestras crecidas con el Patrón de Difracción del blanco se observan pequeños cambios en el FWHM (Anchura Total a Mitad de Altura), en la posición de los picos de difracción y en los parámetros de red. En la figura 2, se muestra una superposición de cada una de las direcciones (111), (200), (222) y (311) de la fase cúbica fcc del Au; notándose una asimetría de las curvas (ensanchamientos) que pueden ser por: a) Corrimientos a altos o bajos ángulos de Bragg, que son muy comunes en películas delgadas crecidas por sistemas asistidos por plasma. Cuando los picos de difracción son corridos a ángulos más altos, se habla de stress compresivo, mientras que si son corridos a más bajos ángulos se denomina stress ténsil "Tensile". En este trabajo no se calcularon por la imposibilidad de determinar con precisión los corrimientos de los picos de difracción de rayos X a consecuencia de las tensiones generadas en el material; y b) A la existencia de una nueva fase. En tal caso se debe tener un corrimiento debido a que

los planos han sido desubicados por la presencia de una nueva fase [5]. Este análisis muestra la posible inclusión de átomos de nitrógeno dentro de la red cúbica fcc del oro.



**Figura 2.** Patrones de difracción superpuestos para todas las direcciones presentes en las muestras. Las figuras de la izquierda presentan el corrimiento del pico principal, y las figuras de la derecha muestran el ensanchamiento de dichos picos. Los autores, 2011

De otra parte, distintos autores han encontrado también deformaciones de las curvas rocking (Líneas de Difracción de Bragg más puntuales); por ejemplo: en recubrimientos de GaN, fueron realizadas deconvoluciones de las curvas rocking para explicar cómo los adátomos de Ga son incorporados en una manera no uniforme dentro de la red del GaN (curvas muy similares a las obtenidas para M3 y M4) [7], en implantaciones de Fe<sup>+</sup> sobre películas delgadas de ZnO, las curvas rocking sufren un ensanchamiento, debido a la implantación de estos átomos en sitios intersticiales de la fase ZnO [8]; también, el incremento del FWHM en curvas rocking ha sido atribuido a la desorientación del eje c de las estructuras correspondientes a ZnO [9]. En consecuencia, la deformación de estas Líneas

de Difracción se podría atribuir esencialmente a la inclusión de átomos de nitrógeno en la estructura fcc del oro.

## IV. Conclusiones

Se obtuvo una estructura fcc del oro para todas las muestras y un ensanchamiento (asimetría de las curvas) de las Líneas de Difracción de Bragg respecto al patrón de difracción del oro, indicativo posiblemente a la inclusión de átomos de nitrógeno en la red cubica del oro.

## V. Agradecimientos

Al Instituto Colombiano para el Desarrollo de la Ciencia y la Tecnología (Colciencias) en su programa doctorados nacionales en la "II Convocatoria de Apoyo a Programas de Posgrado 2006". A la Universidad Nacional de Colombia y al Laboratorio de Física del Plasma, por sus instalaciones para producir estos recubrimientos.

## VI. Referencias

- [1] Butenko, Yu.V.; Alves, L.; Brieva, A.C.; Yang, J.; Krishnamurthy, S. & Šiller, L. (2006), "X-ray induced decomposition of gold nitride", In Chemical Physics Letters, vol. 430 (1-3), pp. 89–92.
- [2] Šiller L.; Hunt M. R. C.; Brown J. W.; Coquel J. M. & Rudolf P. (2002), "Nitrogen ion irradiation of Au(110): formation of gold nitride", In Surface Science, vol. 513, núm. 1, pp. 78-82.
- [3] S. Krishnamurthy; Montalti, M.; Wardle, M. G.; Shaw, M. J.; Briddon, P. R. Svensson, K.; Hunt, M. R. C. & Šiller, L. (2004), "Nitrogen ion irradiation of Au (110): Photoemission spectroscopy and possible crystal structures of gold nitride", In Physical Review B, vol. 70, núm. 4, pp. 045414 (1-5).
- [4] Devia, A.; Castillo, H. A.; Benavides, V. J.; Arango, Y. C. & Quintero J. H. (2008), "Growth and Characterization of AuN films through the pulsed arc technique", In Material Characterization, vol. 59, núm. 2, pp. 105–107.
- [5] Alves, L.; Hase, T. P. A.; Hunt, M. R. C.; Brieva, A. C. & Šiller, L (2008), "X-ray diffraction study of gold nitride films: Observation of a solid solution phase", In Journal Of Applied Physics, vol. 104, pp. 113527.
- [6] Restrepo, E.; Arango, P. & Benavides, V. (2010), "XPS structure Analysis Of TiN/TiC Bilayers Produced by Pulsed Vacuum Arc Discharge", In Dyna, vol. 77, núm. 163, pp. 64-74.
- [7] Qian Sun *et al.* (2009), "Effect of NH<sub>3</sub> flow rate on m-plane GaN growth on m-plane SiC by

metalorganic chemical vapor deposition”, Journal of Crystal Growth 311, pp. 3824 – 3829.

[8] Wang, D.; Chen, Z.; Zhou, F.; Lu, W.; Maekawa, M. & Kawasuso, A. (2009), “Ferromagnetism and microstructure in Fe+-implanted ZnO”, In Applied Surface Science vol.. 255, núm. 23, pp. 9371 – 9375.

[9] Thiandoume C.; Barjon, J.; Ka, O.; Lusson, A.; Galtier, P. & Sallet, V. (2009), “Morphology transition of one-dimensional ZnO grown by metal organic vapour phase epitaxy on (0 0 0 1)-ZnO substrate”, In Journal of Crystal Growth, vol.. 311, núm. 18, pp. 4311 – 4316.

**PhD Jorge Hernán Quintero.** Doctor en Ingeniería Ciencia y Tecnología de Materiales, Magíster en Ciencias Físicas e Ingeniero Físico de la Universidad Nacional de Colombia. Guest Member of Staff de Newcastle University (2009-2010), Docente Corporación Universitaria Minuto de Dios (2011) y Universidad Nacional de Colombia (2005 - 2006), Investigador Adjunto Laboratorio de Física del Plasma, Laboratorio de Superconductividad y Nuevos Materiales e INVESTICIENCIAS (Actualmente), pionero a nivel mundial de recubrimientos de Nitruro de oro, ponente en congresos internacionales sobre recubrimientos y aplicaciones del Plasma (Brasil, Venezuela y México), y nacionales sobre Física, artículos en revista indexadas de Elsevier.  
e-mail: joquintero@uniminuto.edu, jhquintero@yahoo.com

**MsC. Jhon Alexander Peñafiel Castro.** Ingeniero electrónico de la Universidad del Quindío. Maestría en Ciencias e Ingeniería de Materiales de la UNAM México. Docente Corporación Universitaria Minuto de Dios (UNIMINUTO). Las áreas de interés involucran materiales semiconductores y nanomateriales, materiales para la conversión de energía y energías alternativas, simulación de sistemas dinámicos, y en general métodos de la ingeniería aplicados a la ciencia.  
e-mail: jpenafiel@uniminuto.edu

**MsC. Hernando Leyton.** Magíster en Matemáticas Aplicadas de la universidad EAFIT, Especialista en Ciencias Físicas e Ingeniero Electricista de la Universidad Nacional de Colombia, Licenciado en Matemáticas y Física de la Universidad del Tolima. Docente Corporación Universitaria Minuto de Dios (UNIMINUTO) orientando cursos de matemáticas y física. Experiencia en el modelamiento y simulación de sistemas físicos utilizados en ingeniería.  
e-mail: hleyton@uniminuto.edu