

### 3. MATERIALES Y MÉTODOS

Todas las películas obtenidas en este trabajo se sintetizaron por DBQ. El equipo utilizado para el depósito se muestra en la figura 18 y consistió básicamente en un baño de agua digitalizado marca LAUDA el cual mantiene la temperatura controlada, un vaso de precipitado que contiene la solución de reacción y los sustratos sumergidos verticalmente con el apoyo de una rejilla que asegura esa posición durante todo el tiempo de depósito.

#### **3.1. Sustrato**

La preparación del sustrato es una parte integral de cualquier proceso de depósito de películas, esto incluye diferentes puntos, por ejemplo, remover impurezas y residuos que no se desean, proporcionarle cierta temperatura, acondicionar la superficie para promover la adhesión, etc.

Los sustratos utilizados en este trabajo fueron vidrio marca Corning® de 75x25x1 mm<sup>3</sup> fabricados por proceso de flotación, vidrio con recubrimiento de ITO (VITO), láminas de polietilenaftalato (PEN), y láminas de PEN con recubrimiento de ITO (PENITO). La selección de lavado y las técnicas de la preparación de las superficies de los sustratos depende de su naturaleza y del método de depósito. A continuación se describe brevemente el proceso de limpieza para los sustratos utilizados en este trabajo:

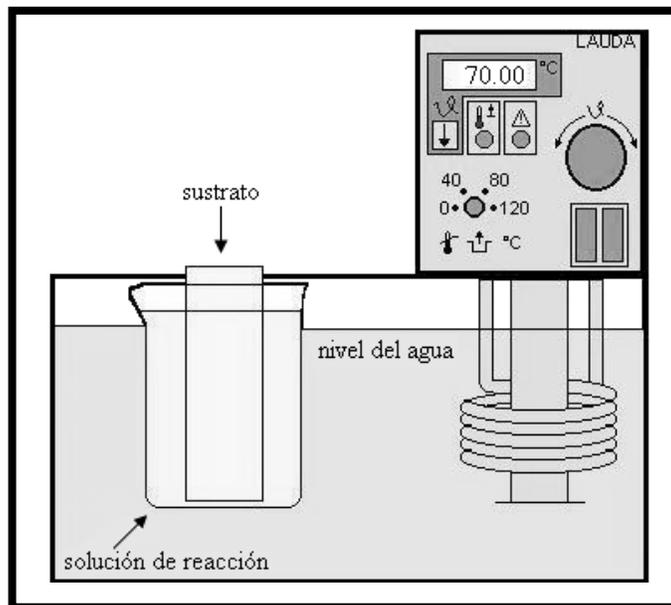


Figura 18. Arreglo experimental del método DBQ utilizado en este trabajo [41].

- ✓ *Sustratos de vidrio*: se lavaron con agua y jabón líquido tallándose con una esponja; después se enjuagaron con agua destilada, y finalmente se secaron con aire caliente eliminando todos los residuos de humedad.
- ✓ *Sustratos de PEN y con recubrimiento de ITO*: inicialmente se sumergieron en isopropanol por 10 min, después 5 min en acetona y por último, 10 min en agua destilada. Al igual que en el caso anterior, para asegurarnos de la eliminación de residuos de humedad se secaron con aire caliente.

### **3.2. Solución de Reacción**

Los reactivos utilizados en el depósito de las películas de CdS fueron: cloruro de cadmio ( $\text{CdCl}_2$ ) marca Spectrum, citrato de sodio ( $\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7$ ) marca Meyer y Fermont, hidróxido de potasio (KOH) marca Meyer y tiourea ( $\text{CS}(\text{NH}_2)_2$ ) marca Monterrey. En la Tabla 3 se muestra la solución de reacción empleada en este trabajo. Por lo mencionado anteriormente (capítulo 1), una de las ventajas que presenta esta solución es la ausencia de amoníaco entre sus reactivos y que se utiliza una pequeña concentración de  $\text{CdCl}_2$ .

Tabla 3. Solución de reacción usada en la síntesis de las películas de CdS.

12 mL de $\text{CdCl}_2$ 0.05 M
20 mL de $\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7$ 0.5 M
5 mL de KOH 0.5 M
10 mL de $\text{CS}(\text{NH}_2)_2$ 0.5 M
53 mL de agua destilada

La temperatura de depósito para la síntesis de las películas fue de 70°C y los tiempos de depósito fueron: 15, 30, 60, 180, 240, 300, 360, 420, 720, 900 s, correspondiéndole una muestra por cada tiempo.

### **3.3. Procedimiento del Depósito**

En un vaso de precipitado de 100 mL se adicionaron secuencialmente y en este orden la fuente de iones  $\text{Cd}^{+2}$  ( $\text{CdCl}_2$ ), el agente acomplejante ( $\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7$ ), la fuente de iones  $\text{S}^{-2}$  ( $\text{CS}(\text{NH}_2)_2$ ), y la fuente de iones  $\text{OH}^-$  ( $\text{KOH}$ ) necesaria para la hidrólisis de tiourea y para mantener un pH entre 11 y 12, finalmente agua destilada suficiente para completar un volumen de 100 mL. Posteriormente, se colocó la rejilla en la parte superior del vaso y se sujetó con Parafilm®. Inmediatamente el vaso que contiene la solución de reacción y los sustratos se introdujo en el baño LAUDA que ya se encontraba a la temperatura de depósito deseada.

Completado el tiempo de depósito, el vaso de reacción se retiró del baño, los sustratos con las películas depositadas fueron removidos y se enjuagaron con agua destilada, en seguida se les pasó un algodón completamente húmedo sobre la superficie con el propósito de eliminar las partículas no adheridas. Por último, las películas se volvieron a enjuagar con agua destilada y se dejaron secar al aire.

### **3.4. Equipos de Caracterización**

A continuación se presentan los detalles de los equipos de caracterización utilizados en este trabajo.

Las propiedades ópticas se analizaron a través de los espectros de R y T realizados en un espectrofotómetro *Film Tek<sup>TM</sup> 3000* en un intervalo de longitud de onda de 240 a 840 nm. Las propiedades estructurales en un difractor de rayos X *Rigaku D/Max-2000* usando radiación  $K_{\alpha}$ -Cu ( $\lambda = 0.15406$  nm). La morfología superficial de las muestras se estudio mediante AFM en modo de contacto, usando un sistema *Digital Instruments Dimension 3100* y el análisis de las imágenes mediante los programas *Nanoscope III* y *WSxM 4.0*. La composición de las películas y su perfil de distribución se determinaron por medio de RBS, medidas realizadas en un acelerador *Pelletron*; las muestras se bombardearon a incidencia normal con iones de  ${}^4\text{He}^{+2}$  de energía de 2.0 MeV y los espectros de retrodispersión se analizaron utilizando el programa *RUMP* (anexo II) [77]. Por otro lado, las medidas de XPS se hicieron en un *VG-ESCALAB Surface Science Instruments* empleando una fuente de rayos X monocromática de Mg ( $h\nu = 1253.6$  eV). Los espectros se obtuvieron a un ángulo de  $45^\circ$  respecto de la normal a la superficie con un paso de energía constante de  $E_0 = 50$  eV. El análisis de deconvolución de los espectros se hizo con el software *SDPv4.1*®.