

3. MATERIALES Y MÉTODOS

3.1 Deposición de Películas delgadas

Se llevó a cabo mediante DBQ, utilizando un baño de agua marca LAUDA (control de temperatura), dentro de éste se coloca un vaso de precipitado PYREX de 100 mL que contiene la solución de reacción y los sustratos donde se formará la película (figura 21).

3.1.1 Sustrato

Los sustratos que se usaron fueron de PEN con las siguientes dimensiones 75x25mm, con un grosor de 0.13mm, fueron marcados en uno de los extremos con una punta de diamante, se limpiaron con un algodón humedecido con ácido clorhídrico diluido, se enjuagaron con agua destilada y se colocaron en un vaso de precipitado con agua destilada.

3.1.2 Preparación de reactivos

Se preparó una solución de cloruro de indio (InCl_3) 0.1M, marca Alfa Aesar, la cual fue nuestra fuente de iones In^{3+} ; una solución de $(\text{CH}_3\text{CSNH}_3)$ 1M, marca Spectrum, como fuente de iones S^{2-} y ácido acético (CH_3COOH) 0.5M, marca Fermont, que desarrolla dos funciones, mantener un pH de 2-3 y acomplejar los iones In^{3+} [30].

3.1.3 Procedimiento de DBQ

Los pasos fueron los siguientes:

1. Se tomó un vaso de precipitado PYREX de 100 mL y se agregaron los reactivos de la siguiente manera:

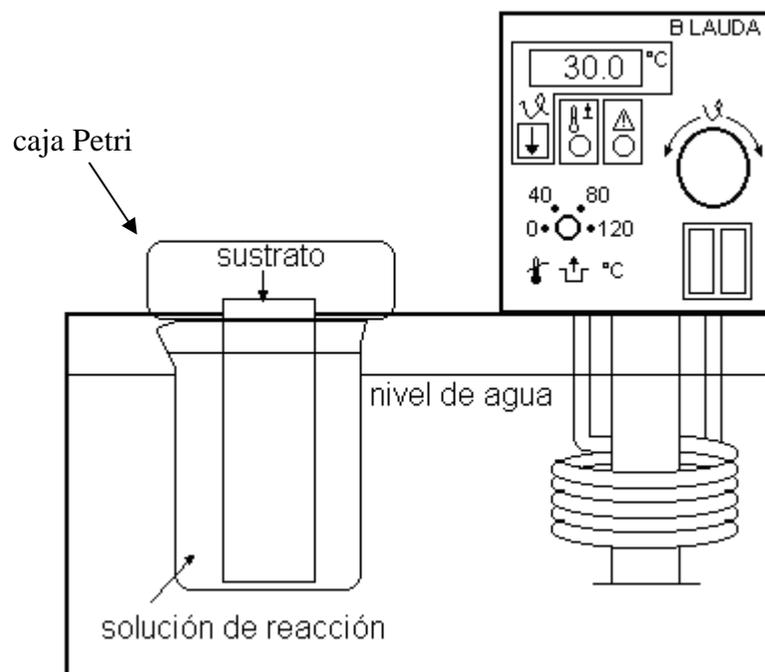


Figura 21. Arreglo experimental del método DBQ utilizado en este trabajo. Fuente: [11]

- a) 10mL de InCl_3 0.1M
 - b) 20mL de CH_3COOH 0.5M
 - c) 20mL de tioacetamida 1M.
 - d) 50mL de agua destilada
-
2. Se colocaron 6 sustratos con ayuda de una disco de plástico el cual presenta una serie de ranuras donde se acomodaron los sustratos, el disco se fijó a la boca del vaso de precipitado con ayuda de Parafilm®.
 3. Se tapó con una caja Petri de un diámetro de 5cm. como se muestra en la figura 20.
 4. Inmediatamente después se colocó el vaso precipitado en el baño de agua LAUDA el cual se estabilizó previamente a 27°C .
 5. A cada sustrato se le asignó un periodo de tiempo en la solución de reacción, los cuales fueron 7, 14, 28, 48 y 72 hrs.
 6. Al cumplir el tiempo de deposición se retiró el sustrato, se lavó con agua destilada y se le pasó un algodón húmedo por ambos lados con el fin de retirar el material no adherido y confirmar que la película presenta una buena adherencia.
 7. Se dejaron secar al medio ambiente 24 horas.

3.2 Caracterización

Para confirmar la obtención de películas delgadas de In_2S_3 , se caracterizaron por las siguientes técnicas.

- 1) Se midieron los espectros de transmisión por espectroscopia de UV-VIS utilizando un espectrofotómetro marca PERKIN ELMER *Lambda* 20. Para determinar tanto la banda de energía prohibida de las películas delgadas de In_2S_3 sobre PEN.
- 2) La caracterización estructural se realizó mediante la técnica de DRX donde se utilizó un ángulo razante (ángulo de incidencia de 0.5°) con el fin de solo ver la zona de interacción película-sustrato, utilizando un difractómetro de rayos X marca Rigaku modelo con fuente de Cu ($\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$).

Estas técnicas confirmaron la obtención de películas delgadas de In_2S_3 .

- 3) Para el estudio del sustrato así como de las interacciones con el semiconductor se utilizó la técnica de espectroscopia de infrarrojo en el intervalo de los 7800 a 400 cm^{-1} mediante un espectrofotómetro marca PERKIN ELMER modelo Spectrum GX FTIR y para las soluciones se utilizó CaF.

Se caracterizaron las distintas soluciones de reacción por espectroscopía de infrarrojo, así como sus combinaciones, con el fin de encontrar modificaciones de las bandas de los reactivos por separado, que indiquen la formación de complejos.

Las cuales fueron las siguientes:

- Soluciones de reacción:

1. Cloruro de indio 0.1 M

2. Ácido acético 0.5 M

3. Tioacetamida 1 M
4. Cloruro de indio 0.1 M y ácido acético 0.5 M
5. Cloruro de indio 0.1 M y tioacetamida 1 M
6. Ácido acético 0.5 M y tioacetamida 1 M
7. Cloruro de indio 0.1 M, ácido acético 0.5 M y tioacetamida 1 M

Se realizó el estudio de las soluciones mediante RMN ^1H , utilizando un equipo Bruker Avance 400 que opera 400 MHz.

Se prepararon soluciones de concentración 0.01M de InCl_3 , 0.05M CH_3COOH y 0.01M de CH_3CSNH_3 de los reactivos solos, utilizando como solvente dimetil sulfóxido (DMSO) y agua deuterada (D_2O).

La solución de reacción fue caracterizada por UV-Vis utilizando el equipo con que se caracterizaron las películas. Esto se llevo acabo con el fin de monitorear la tioacetamida durante el depósito, ya que este compuesto presenta absorbancia a 261 nm. Para lo cual se realizó una dilución 1:250 mL. El intervalo de monitoreo fue de tiempo 0 hasta las 24 horas por cada hora de reacción.