

Ciencias de la ingeniería Mecatrónica (CIMT)

Caracterización de películas delgadas y nanopartículas de CdS aplicando el Espectrofotómetro Cary UV-Vis 60

Characterization of CdS thin films and nanoparticles using the Cary UV-Vis 60 Spectrophotometer

Eduardo Chávez-Mendiola ^{a, b*}, Jorge Oswaldo Rivera-Nieblas ^{a, b}, Rogelio Acedo-Ruiz ^{a, b}, Juan Carlos Grijalva-Acuña ^{a, b}, Santos Jesús Castillo ^c, Temístocles Mendivil Reynoso ^d

^a Departamento de Ingeniería Eléctrica y Electrónica, Carreras de Ingeniería Biomédica, Semiconductores y Electrónica, Tecnológico Nacional de México, Instituto Tecnológico de Hermosillo, Ave. Tecnológico 115, Col. Sahuaro, C.P. 83170 Hermosillo, Sonora, México.

^b Departamento de Metal-Mecánica, Carrera de Ingeniería Mecatrónica y Mecánica, Tecnológico Nacional de México, Instituto Tecnológico de Hermosillo, Ave. Tecnológico 115, Col. Sahuaro, C.P. 83170 Hermosillo, Sonora, México.

^c Departamento de Investigación en Física, Universidad de Sonora, Blvd. Luis Encinas y Rosales S/N, Hermosillo, Sonora 83000, México.

^d Departamento de Física, Universidad de Sonora, Apdo. Postal 5-88, 83190 Hermosillo, Sonora, México.

Correo electrónico: eduardo.chavezm@hermosillo.tecnm.mx

(Recibido: 22 de febrero 2024; Aceptado: 10 de abril 2024; Publicado: 01 de mayo 2024)

Resumen

En este artículo se presenta la forma de caracterizar películas delgadas, líquidos y soluciones mediante el espectrofotómetro Cary UV-vis 60® marca Agilent Technologies®, se describen los pasos para el arranque, configuración del software y uso del equipo. Como ejemplo, se presentan los pasos a seguir para caracterización UV-Vis de películas y nanopartículas de sulfuro de cadmio (CdS), se obtuvieron las gráficas de absorción y transmitancia para estas dos presentaciones del material. La finalidad del artículo es proporcionar una guía a los investigadores sobre el uso de este equipo para las caracterizaciones ópticas de materiales.

Palabras claves: Espectrofotómetro, UV-Vis, Cary UV-vis 60, CdS, Películas delgadas, Origin®

Abstract

This article presents the way to characterize thin films, liquids and solutions using the Cary UV-vis 60® Spectrophotometer brand Agilent Technologies®, describing the steps for starting up, software configuration and use of the equipment. As an example, the steps to follow to characterize the UV-vis of Cadmium Sulfide (CdS) in the form of films and nanoparticles are presented, and the Absorption and Transmittance graphs were obtained for these two presentations of the material. The purpose of the article is to provide a guide to researchers on the use of this equipment for optical characterizations of materials.

Keywords: Spectrophotometer, UV-vis, Cary UV-vis 60, CdS, Thin films, Origin®

1. Introducción

La espectroscopia ultravioleta visible permite cuantificar las transiciones electrónicas, debido a que las moléculas absorben dicha radiación dependiendo del tipo de material que se utiliza.

La espectroscopia ultravioleta-visible involucra la absorción de radiación ultravioleta-visible por una molécula, causando la transición de un electrón de un estado basal a un estado excitado, liberándose el exceso de energía en forma de radiación. [1] [2] La longitud de onda λ comprende entre los 200 y 800 nm.

El presente artículo describe la operación y aplicación del equipo Cary UV-Vis 60® de Agilent Technologies®, como ejemplo se realiza la caracterización del sulfuro de cadmio (CdS) en forma de películas delgadas y nanopartículas. [3] Este equipo de Laboratorio es un elemento fundamental en las investigaciones de materiales.

2. Desarrollo

El espectrofotómetro Cary 60 UV-Vis® (ver figura 1) es un equipo de laboratorio con mucha flexibilidad y precisión, con la posibilidad de realizar muestreos a distancia y de bajo costo, el cual permite realizar las caracterizaciones de películas delgadas, soluciones y suspensiones coloidales en el rango UV-Vis (200-800 nm). [4] [5] [6]



Fig. 1 Cary UV-vis 60 Agilent Technologies®.

El *software* requerido para manejar el equipo es el Cary Win UV Scan Application®, el cual permite obtener las gráficas y los datos generados del muestreo, con distintos formatos, los cuales pueden procesarse en diferentes programas, como Excel®, Origin®, etc.

Los modos de operación del equipo son el de absorción, transmitancia y reflectancia; que nos da la posibilidad de obtener datos de los diferentes experimentos que requieren la caracterización de UV-Vis.

Se caracterizó como primera aplicación de prueba, una película de CdS, como ejemplo se analizó un vidrio o sustrato, donde se depositó la película, posteriormente se caracterizó una solución con nanopartículas de CdS para considerar soluciones; con el objetivo de comprobar el procedimiento y obtención de datos, estableciéndose los análisis de absorción y transmitancia. Se consideraron los valores de referencia de un vidrio para sustraerlos, de la muestra a analizar y el de la misma forma, se restaron los datos de una cubeta con agua para la solución con nanopartículas. El resultado fue la obtención de valores esperado para este tipo de película y solución.

3. Metodología

Un método para realizar el Análisis UV-Vis es cumplir los siguientes pasos:

- 1) Preparación de la muestra.
- 2) Calibración del espectrofotómetro.
- 3) Medición de la muestra.
- 4) Análisis de datos.

En el trabajo se propone realizar el siguiente método, considerando los pasos que se presentan a continuación:

- 1) Preparación de la muestra.
- 2) Encendido de equipo.
- 3) Abrir *software* Cary WinUV®.
- 4) Calibración del espectrofotómetro.
- 5) Obtención de una línea base.
- 6) Colocación de muestra en el equipo
- 7) Medición de la muestra. (Absorción o Transmitancia)
- 8) Obtención de archivos CSV.
- 9) Análisis de datos en Excel® u Origin®.

3.1 Encendido y preparación del equipo

Como primera etapa de esta investigación, se procedió a encontrar un procedimiento de arranque del equipo de caracterización, además de una serie de pasos para configurar y manipular el *software* Cary Win UV®. Se identificó que, para encender el equipo, se necesita un proceso de verificación y encendido del equipo. A continuación, se indica el procedimiento y

el manejo del *software* para realizar la caracterización, el cual se describe a continuación:

- 1) En el panel frontal del equipo, se encuentra el botón de encendido, al activarlo, el botón cuenta con una luz que empieza parpadeando, indicando que la lámpara del equipo se está calentando; además de iniciar con un proceso de ajuste. Una vez que está listo el precalentado, se empezarán a realizar pruebas, la luz del botón permanece encendida de forma constante.
- 2) Se arranca la computadora que está conectada al equipo de medición, para posteriormente ejecutar la aplicación *Scan* que se encarga de comunicar a la computadora con el equipo de caracterización. En la figura 2 aparece la ventana de arranque del *software*.



Fig. 2 Software Cary WinUV Agilent Technologies®.

- 3) Una vez que abierta la aplicación *Scan*, se efectúa la alineación de la lámpara, para ello en el software se accede al menú Comandos y luego a la opción Alinear. En la figura 3 se muestra la ventana del *software* en este paso. Cabe aclarar que el equipo debe de estar conectado a la computadora y listo.

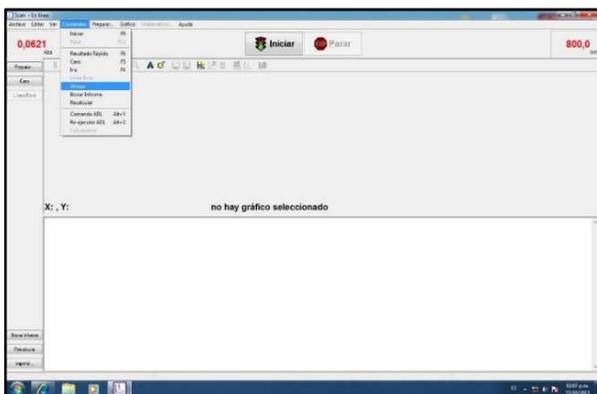


Fig. 3 Ventana para alinear la lámpara.

- 4) A continuación, se debe de obtener una línea base, para realizar el análisis de muestras. Para ello, si se analiza una solución, se debe poner en la celda del equipo, agua, para tomarlo como referencia en el muestreo. Se genera entonces un conjunto de datos, que se restaran del análisis de una solución. En el *software* se debe de indicar cuál es el archivo que contiene estos datos, para que sean considerados en la caracterización de materiales.
- 5) Posteriormente accedemos al menú *Preparar*, luego activar la pestaña *L Base* y después en la opción *Corrección de Línea Base*, seleccionar el archivo con los datos base, que es el agua para solución y vidrio para películas. En la figura 4 se observa la ventana donde se define la línea base.

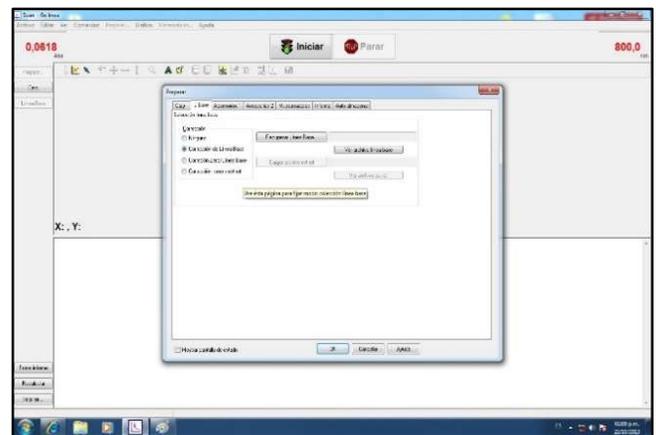


Fig. 4 Ventana para línea base.

- 6) Posteriormente se muestra la gráfica que se obtiene de la línea base, con la celda con agua (H_2O), que permite restar los datos en el análisis de las muestras. La figura 5 se puede ver la gráfica de UV-Vis de absorción del agua (H_2O). Cabe aclarar que el tipo de archivo donde se almacenan estos datos se llama, Método de Lotes. Si se necesitan obtener los datos, ya sea como una tabla o formato de base de datos, el archivo se guarda como hoja ASCII.

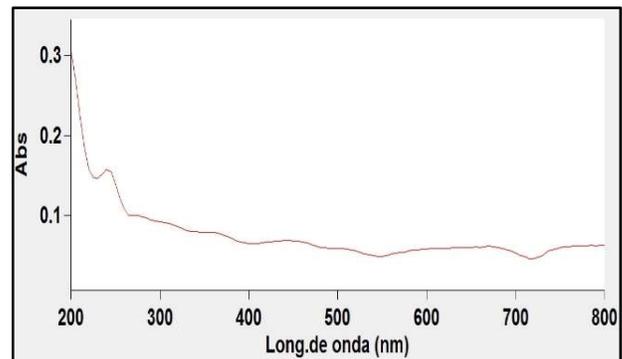


Fig. 5 Gráfica de UV-Vis Absorción del Agua (H_2O).

- 7) Seguimos ahora con la definición de parámetros para el análisis de absorción. Se debe de colocar la muestra dentro del equipo, para analizarla. En el *software* se deben de establecer los parámetros de absorción de 0.05 a 1.0 y la longitud de onda λ de 200 a 800 nm. En el programa se accede al menú *Preparar* y después se elige la pestaña *Cary*, se elige entonces el modo de Absorción (Abs). La figura 6 muestra la ventana donde se establecen estos parámetros.

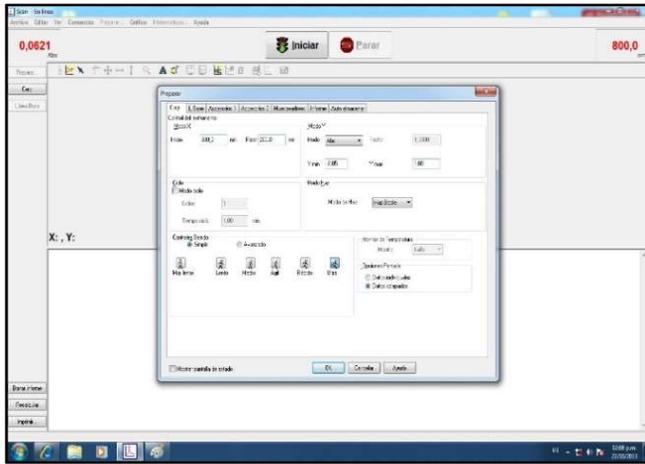


Fig. 6 Ventana para definir los parámetros de la Absorción y la longitud de onda λ .

- 8) El siguiente paso, es el de definir los parámetros para la transmitancia, los cuales se definen nuevamente en el menú *Preparar* y en la pestaña *Cary*, en este paso se elige el modo de transmitancia (%T). Como ya se encuentra instalada la muestra, se prepara un nuevo método para poder obtener los resultados del análisis. Como se inicia con un nuevo *Método de Análisis*, se debe de establecer la línea base, para que los reste de la muestra. En la figura 7 se observa cómo se definen los parámetros de transmitancia.

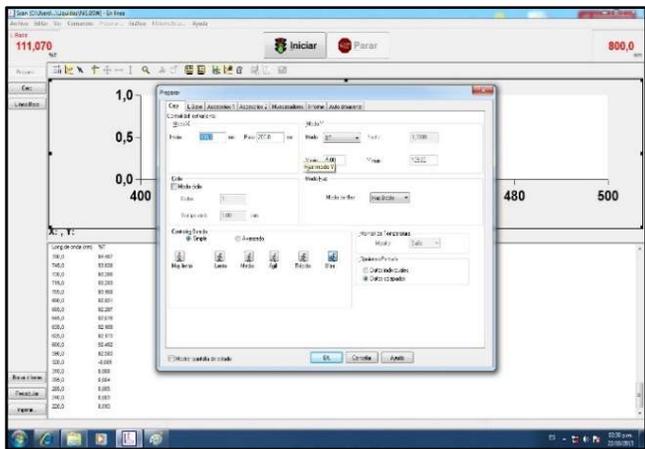


Fig. 7 Ventana para definir los parámetros de la Transmitancia.

3.2 Caracterización del CdS en película delgada y nanopartículas

En la segunda etapa de esta investigación, se obtuvo el análisis de dos diferentes tipos de presentaciones de un material, específicamente el sulfuro de cadmio (CdS) [7] [8], que es un material que se utiliza como semiconductor. [9] La primera presentación que se analizó, fue una solución de nanopartículas de sulfuro de cadmio (CdS), la cuales se prepararon para poder probar el equipo.

Cabe resaltar que el propósito de este artículo es describir la aplicación y uso del equipo Cary UV-Vis 60® y no el de discutir, analizar y justificar los resultados de la caracterización UV-Vis del material, ya que estas se pueden desarrollar en otros trabajos. Así que solo se muestran los datos como referencia. A continuación, en la figura 8 se muestra la gráfica de absorción de la caracterización de UV-vis de las nanopartículas de sulfuro de cadmio (CdS).

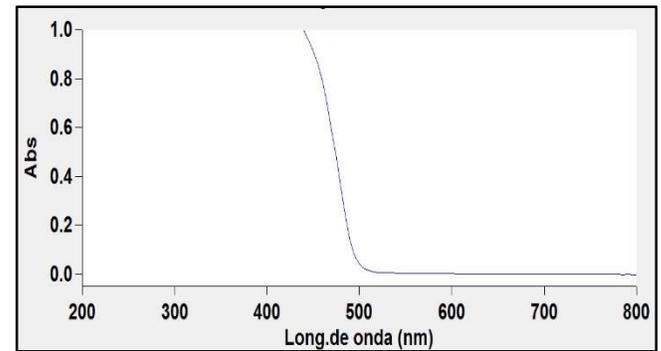


Fig. 8 Gráfica de absorción para la caracterización de UV-Vis de nanopartículas de sulfuro de cadmio (CdS).

Después se creó un nuevo método y se obtuvo la transmitancia, para la caracterización de las nanopartículas de sulfuro de cadmio (CdS). Tanto la gráfica de absorción y transmitancia, arrojaron un conjunto de datos que se pueden tratar en una hoja ASCII, la cual se puede importar en el Excel® o en el Origin®. Con el propósito de graficar y tratar los datos obtenidos de la muestra en programas que permitan analizar y tratar estadísticamente los datos.

En la siguiente figura 9 se muestra la gráfica de transmitancia para la caracterización de UV-Vis de las nanopartículas de sulfuro de cadmio (CdS).

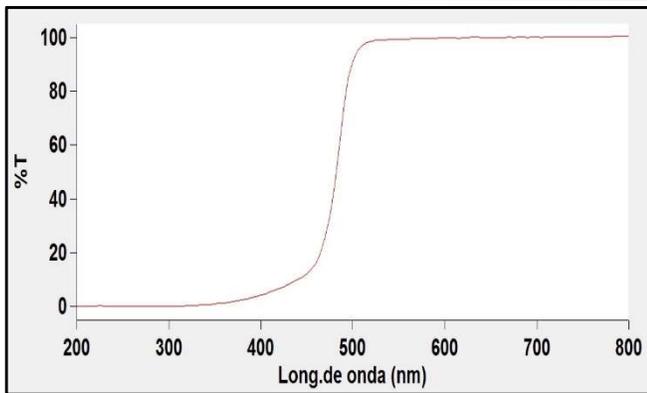


Fig. 9 Gráfica de Transmitancia para la caracterización UV-Vis de nanopartículas de sulfuro de cadmio (CdS).

La última parte de esta segunda etapa, donde se analizan diferentes presentaciones del material, correspondió al de la película. Se caracterizó una película de sulfuro de cadmio (CdS), en un principio aplicando la absorción en la película y finalmente la transmitancia. Al igual que en el caso de la solución; las gráficas obtenidas y los datos fueron los esperados. La figura 10 muestra la gráfica de transmitancia de la película de sulfuro de cadmio (CdS).

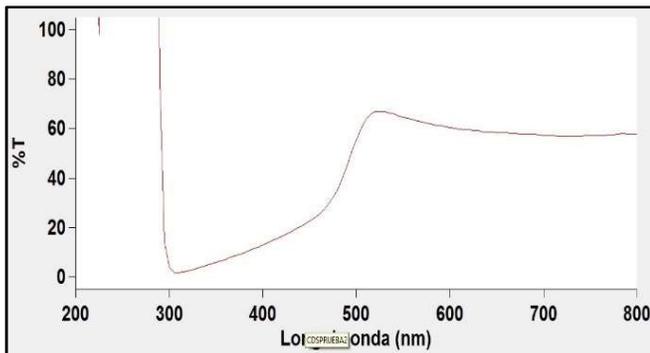


Fig. 10 Gráfica de Transmitancia para la caracterización UV-Vis de película de sulfuro de cadmio (CdS).

4. Resultados

Se obtuvo una metodología para poder usar y manipular tanto el *hardware* como el *software* para el equipo Cary UV-Vis 60®. Se obtuvieron resultados correctos para la caracterización de UV-Vis con diferentes presentaciones, de un material de estudio, en específico, sulfuro de cadmio (CdS).

La metodología detalla cada uno de los pasos a seguir de manera lógica y ordenada, para poder determinar los datos correctos de un estudio, en este tipo de caracterización.

La aportación de la investigación debe permitir, que cualquier otro investigador pueda usar el equipo y obtener la caracterización UV-Vis de materiales, ya sea en solución o película.

Este trabajo también permite divulgar entre la comunidad de investigadores, el uso de esta herramienta y sus beneficios. Los cuales son tangibles, al obtener los datos esperados y los resultados reportados.

5. Conclusiones

El método propuesto justifica la recomendación de implementar un sistema de análisis de muestras y adquisición de datos de carácter continuo y alta fiabilidad, fundamentado en las herramientas técnicas y software especializado previamente descrito.

Para el estudio o análisis de materiales, particularmente los semiconductores con propiedades fotovoltaicas, resulta esencial disponer de instrumentación que permita la determinación precisa del band gap.

Las técnicas espectroscópicas UV-Vis constituyen un recurso de valor significativo para la identificación de las longitudes de onda características de los materiales, permitiendo así la elucidación de su comportamiento físico.

6. Agradecimientos

Se agradece al Tecnológico Nacional de México campus Hermosillo por las facilidades prestadas por el uso del equipo Cary UV-Vis 60® e instalaciones del Laboratorio de Física. Un agradecimiento especial a Pedro Iván Castellanos López por su tiempo y facilidades por el uso del laboratorio y equipo.

7. Referencias

- [1] D. A. Skoog, F. J. Holler y S. R. Crouch, Principios de Análisis Instrumental, Séptima ed., Cengage Learning Editores S.A. de C.V., 2018, p. 959.
- [2] E. Vigueras Santiago y G. Martínez Barrera, Materiales Avanzados y Nanomateriales, OmniaScience, Ed., Barcelona, 2022, p. 279.

- [3] E. Pentia, L. Pintilie, I. Matei, T. Botila y E. Ozbay, «Adv. Mater.» J. Optoelectron. , vol. 3, p. 252, 2001.
- [4] Agilent, «Agilent.com,» 2024. [En línea]. Available:
https://www.agilent.com/en/product/molecular-spectroscopy/uv-vis-uv-vis-nir-spectroscopy/uv-vis-uv-vis-nir-systems/cary-60-uv-vis-spectrophotometer?gad_source=1&gclid=Cj0KCQiAw tu9BhC8ARIsAI9JHakT83hInY2xxoy0xVDzZgfBnNi x4G3rEO7PwVJYVA8n-VvLv4Srx8caAmtSEALw. [Último acceso: 15 03 2024].
- [5] Agilent library, 17 03 2023. [En línea]. Available:
<https://www.agilent.com/cs/library/applications/app-compendium-uv-vis-nir-optical-materials-5994-5621en-agilent.pdf>. [Último acceso: 10 02 2024].
- [6] P. Teragni y P. Scardina, «agilent.com/cs/library,» 10 05 2021. [En línea]. Available:
https://www.agilent.com/cs/library/applications/5991-3783ENE_print.pdf. [Último acceso: 15 02 2024].
- [7] Y.-N. Xu y W. Y. Ching, «Electronic, optical, and structural properties of some wurtzite crystals,» Physical Review B - Condensed Matter, vol. 48, pp. 4335-4351, 15 08 1993.
- [8] A. G. Martínez Morales, «Efecto en las propiedades ópticas y estructurales de películas de Sulfuro de Cadmio con la incorporación de Selenio.,» 2021. [En línea]. Available:
<https://repositorioinstitucional.buap.mx/server/api/core/bitstreams/ab1f9f51-ec62-4bcc-bc8b-87b47cae3950/content>. [Último acceso: 11 02 2024].
- [9] Z. Dai, J. Zhang, J. Bao, X. Huang y X. Mo, «Facile synthesis of high-quality nano-sized CdS,» J. Mater. Chem., vol. 17, p. 1087, 2007.