



UNIVERSIDAD DE SONORA

**POSGRADO EN CIENCIAS (FÍSICA) DIVISIÓN DE CIENCIAS
EXACTAS Y NATURALES
DEPARTAMENTO DE INVESTIGACIÓN EN FÍSICA**

**Síntesis y caracterización de nanopartículas y polvos de CdTe a partir de soluciones
estables de iones telurio**

Tesis que para obtener el grado de Doctor en Ciencias (Física)

Presenta: Carlos Olvera Félix

Dirigida por:

Dr. Rafael Ramírez Bon

Hermosillo, Sonora México

Diciembre 2020

Universidad de Sonora

Repositorio Institucional UNISON



“El saber de mis hijos
hará mi grandeza”



Excepto si se señala otra cosa, la licencia del ítem se describe como openAccess

Resumen

En este trabajo se desarrolló un proceso para la obtención de los iones telurio estables en solución acuosa, los cuales se tomó como base para sintetizar nanopartículas coloidales y polvos de telururo de cadmio (CdTe). Para la elaboración de las nanopartículas se utilizó síntesis química en tres diferentes concentraciones: C1, C2 y C3. Y para los polvos de CdTe se utilizó síntesis química con una sola concentración. Utilizando los espectros de absorción óptica en la región ultra violeta-visible (UV-VIS) y con ayuda del método de Taúc, se calcularon las bandas de energía prohibida (E_g) para las diferentes muestras, obteniéndose las siguientes bandas de energía prohibida: a) en nanopartículas $E_g(C1) = 3.071$ eV, $E_g(C2) = 2.899$ eV y $E_g(C3) = 2.741$ eV, b) $E_g(C1) = 3.071$ eV en polvos. Se observa un incremento de las bandas de energía prohibida con respecto al E_g (bulto) el cual presenta un valor de 1.5 eV. Con las micrografías obtenidas del microscopio electrónico de transmisión (TEM) se identificaron los índices de Miller: C1 [1 0 1] [2 0 0] [2 0 1], C2 [1 1 3] [0 1 3] [1 0 6] y C3 [0 0 1] [1 0 0] [1 0 3]. Todas las muestras presentan una estructura hexagonal. El tamaño promedio de nanopartícula medido con la micrografía del TEM son: C1 = 3.23 nm, C2 = 6.46 nm y C3 = 7.73 nm. Con la técnica espectroscopia de fotoelectrones emitidos por rayos X (XPS) se identifican los estados químicos del CdTe. Con espectroscopia Raman se muestran las dispersiones inelásticas del TeO (117-122 cm^{-1}), y las dispersiones ópticas transversal y longitudinal del CdTe, las cuales son: (136 - 138 cm^{-1}) y (162-169 cm^{-1}) respectivamente. Por último, con la técnica de fotoluminiscencia (PL) obtenemos las longitudes de ondas de las bandas emitidas por nuestros materiales al ser excitados con longitud de onda de 370 nm: $\lambda(C1) = 448$ nm, $\lambda(C2) = 488$ nm y $\lambda(C3) = 513$ nm.

AGRADECIMIENTOS

A mis papas por su esfuerzo por tratar de hacer bien las cosas. A mi papá porque siempre tuvimos que comer en casa y a mi mamá por enseñarme que todo es posible.

A todos mis maestros, por prestarme su tiempo, compartir sus conocimientos y esfuerzo que hacen por ayudarme. Al Dr. Jesús Santos Castillo, Dr. Ramón Ochoa Landín, Dr. Rafael Ramírez Bon, Dr. Mario Flores Acosta, Dr. Raúl Pérez Salas, Dr. Martín Yáñez Limón, Dr. Raúl Aceves Torres, Dr. Tom Píters, Dr. Susana Álvarez García, Dr. Roberto Mora Monroy, Dr. Roberto Carlos Carrillo Torres, Dr. Alain Pérez Rodríguez, Dr. Felipe Ramos Mendieta, Dr. Horacio Pineda Antolín, M. C. Sayra Ruvalcaba Manzo y un sinnúmero de maestros que hacen este trabajo posible, gracias.

Gracias Universidad de Sonora y Gracias CONACYT.

Índice

Capítulo 1. Introducción	10
1.1 Fundamentos	10
1.2 Planteamiento del problema	11
1.3 Objetivo general	11
1.4 Objetivos específicos.....	11
1.5 Justificación.....	12
Capítulo 2. Antecedentes.....	17
2.1 Clasificación de los materiales	17
2.2 Banda prohibida de conductores, semiconductores y aislantes.....	20
2.3 Clasificación de las nanoestructuras 0D, 1D, 2D y 3D	21
2.3.1 Punto cuántico (0D)	22
2.3.2 Hilo cuántico (1D).....	23
2.3.3 Pozo cuántico (2D).....	24
2.4 Ecuación de Brus.....	25
2.5 Síntesis química.....	26
Capítulo 3. Técnicas de caracterización	28
3.1 Espectroscopia en el espectro ultravioleta-visible (UV-VIS)	28
3.1.1 Teoría de la espectroscopia UV-VIS.....	30
3.2 Espectroscopia de fotoluminiscencia	30
3.3 Espectroscopía Raman	31
3.4 Microscopía electrónica de transmisión (TEM).....	33
3.5 Espectroscopia de fotoelectrones por rayos X (XPS).....	34
3.5.1 Partes de un sistema de XPS	35
3.6 Espectroscopia de energía dispersada (EDS)	36
Capítulo 4. Materiales y métodos	38
4.1 Elaboración de iones Te^{2-}	38
4.2 Elaboración de iones Cd^{2+}	41
4.3 Elaboración de nanopartículas de CdTe.....	41

4.4	Mecanismo de reacción	44
4.5	Elaboración de CdTe en bulto	45
4.6	Obtención de una película delgada de CdTe por serigrafía.....	46
4.7	Aplicación de las películas de CdTe por serigrafía: celda solar heteroestructurada. 47	
Capítulo 5. Resultados.....		49
5.1	Caracterización fundamental de nanopartículas de CdTe	49
5.1.1	Espectroscopia UV-Vis.....	49
5.1.2	Microscopia electrónica de transmisión TEM	53
5.1.3	Tamaño de nanopartícula de CdTe	56
5.1.4	Caracterización por EDS.....	59
5.1.5	Análisis de XPS	63
5.1.6	RAMAN.....	67
5.1.7	Fotoluminiscencia	69
5.2	Caracterización fundamental de película delgada de CdS y CdTe en bulto y la respuesta fotovoltaica de la celda solar de CdS/CdTe.	70
5.2.1	Respuesta de absorción óptica y cálculo de banda prohibida para una película de CdS 70	
5.2.2	SEM para películas de CdTe por serigrafía	72
5.2.3	Difracción de rayos x de las películas de CdTe por serigrafía.....	73
5.2.4	Curvas de comportamiento I-V, P-V para una celda solar tipo vidrio/ITO/CdS/CdTe/Ag	74
Capítulo 6. Conclusiones y perspectivas.....		78
ANEXOS 80		
6.1	1. Otras micrografías C1	80
6.2	2. Otras micrografías C2.	81
6.3	3. Otras micrografías C3.	83

Lista de tablas

Tabla 1 Compuestos para la elaboración de iones telurio Te^{-2} .	40
Tabla 2 Compuestos para la elaboración de iones cadmios Cd^{+2}	41
Tabla 3 Nanopartículas C1 C2 C3 de CdTe.	42
Tabla 4 Compuestos para elaborar CdTe en bulto	45
Tabla 5 Compuestos para elaborar películas de CdTe por medio de la técnica de serigrafía.	47
Tabla 6 Distancias FFT y los índices de Miller para C1.	54
Tabla 7 Distancias FFT y los índices de Miller para C2.	55
Tabla 8 Distancias FFT y los índices de Miller para C3.	56
Tabla 9 Calculo de radio y diámetro con la ecuación de Brus comparado con el diámetro obtenido con las micrografías del TEM.	59
Tabla 10 Elementos presentes en muestra C1 preparada para TEM-EDS.	60
Tabla 11 Elementos presentes en muestra C2 preparada para TEM-EDS.	61
Tabla 12 Elementos presentes en muestra C3 preparada para TEM-EDS.	62
Tabla 13 Porcentajes en peso de cadmio y de telurio, medidos por a EDS relacionados con la formación de las nanopartículas para las tres distintas concentraciones C1, C2 y C3.	63
Tabla 14 Potencia máxima celda solar vidrio/ITO/CdS/CdTe/ Te^{-2} /Ag bulto con tratamiento térmico 350°C y iones telurio.	76
Tabla 15 Potencia máxima de Celda solar vidrio/ITO/CdS/CdTe/ Te^{-2} /Ag en bulto con tratamiento térmico 450°C y iones telurio.	77
Tabla 16 Distancias FFT de segunda micrografía C1	80
Tabla 17 Distancias FFT de tercera micrografía C1.	81
Tabla 18 Distancias FFT de segunda micrografía C2	82
Tabla 19 Distancia FFT de tercera micrografía C2.	83
Tabla 20 Distancias FFT de segunda micrografía C3.	84

Lista de figuras

Figura 1 Resistividad en conductores, semiconductores y aislantes [17].	18
Figura 2 Resistividad eléctrica en función de la temperatura en los metales [17].	18
Figura 3 Resistividad eléctrica en función de la temperatura en semiconductores [17].	19
Figura 4 a) Semiconductor intrínseco, b) semiconductor extrínseco tipo p y c) semiconductor extrínseco tipo n.	20
Figura 5 Semiconductor extrínseco: tipo n (a) y tipo p (b).	20
Figura 6 Banda prohibida de un conductor (a), semiconductor (b) y aislante (c).	21
Figura 7 Clasificación de los materiales nano estructurados: 0D, 1D, 2D y 3D.	22
Figura 8 Puntos cuánticos de CdTe.	23
Figura 9 Nanotubos de CdTe 1D.	24
Figura 10 Nano películas de CdTe 2D.	25
Figura 11 Espectro electromagnético de menor a mayor longitud de onda.	30
Figura 12 Elementos de la espectroscopia Raman.	33
Figura 13 Elementos del TEM.	34
Figura 14 Elementos de la espectroscopia de XPS.	36
Figura 15 Principio del EDS.	37
Figura 16 Diagrama de proceso de elaboración de iones telurio.	39
Figura 17 Iones Telurio Te^{-2} .	40
Figura 18 Nanopartículas de CdTe C1, C2 y C3.	42
Figura 19 Diagrama de flujo de elaboración de nanopartículas de CdTe.	43
Figura 20 Elaboración de CdTe en bulto.	45
Figura 21 CdTe en bulto puesto a seca en caja Petri.	46
Figura 22 CdTe aplicado con la técnica de serigrafía.	47
Figura 23 Esquema de celda solar tipo vidrio/ITO/CdS/CdTe/Ag.	48
Figura 24 Celda solar vidrio/ITO/CdS/CdTe/Ag a) ITO/CdS, b) ITO/CdS/CdTe, c) ITO/CdS/CdTe/Ag y d) vista frontal de la celda.	48
Figura 25 Bandas de absorción del CdTe en C1, C2 y C3.	49
Figura 26 Banda prohibida de la muestra CdTe C1.	50
Figura 27 Banda prohibida de la muestra CdTe para C2.	51
Figura 28 Banda prohibida de la muestra CdTe para C3.	51
Figura 29 Banda prohibida del CdTe en C1, C2 y C3.	52
Figura 30 Micrografía CdTe a) escala de 100nm, b) escala 10 nm y c)FFT de C1.	53
Figura 31 Micrografía CdTe d) escala de 20 nm, e) escala de 10 nm y f)FFT de C2.	54
Figura 32 Micrografía CdTe g) escala de 20 nm, h) escala de 10 nm y i)FFT de C3.	55
Figura 33 Micrografía C1 tamaño de nanopartículas.	56
Figura 34 Micrografía C2 tamaño de nanopartículas.	57
Figura 35 Micrografía C3 tamaño de nanopartículas.	57
Figura 36 Histograma de tamaño de nanopartículas para las muestras de CdTe C1, C2 y C3.	58

Figura 37 EDS, elementos presentes en C1.	60
Figura 38 EDS, elementos presentes en C2.	61
Figura 39 EDS, elementos presentes en C3.	62
Figura 40 XPS general de nanopartículas CdTe para C1, C2 y C3.	64
Figura 41 HR-XPS y deconvolución de nanopartículas C1 para a) Cd 3d y b) Te 3d.....	65
Figura 42 HR-XPS y deconvolución de nanopartículas C2 para a) Cd 3d y b)Te 3d.....	66
Figura 43 HR-XPS y deconvolución de nanopartículas C3 para a) Cd 3d y b) Te 3d.....	67
Figura 44 Espectroscopia Raman para C1, C2 y C3.....	68
Figura 45 PL de NPs de CdTe para C1, C2 y C3.....	70
Figura 46 a) absorción y b) cálculo dla banda prohibida del CdS película delgada en sustrato de vidrio.	71
Figura 47 a) absorción y b) cálculo de la banda prohibida del CdTe película delgada en sustrato de vidrio.	71
Figura 48 CdTe elaborado por serigrafía con tratamiento térmico a 300°C.	72
Figura 49 CdTe elaborado por serigrafía con tratamiento térmico 300°C y iones telurio y tratamiento térmico 100°C.	72
Figura 50 CdTe serigrafía con tratamiento térmico 300°C y iones telurio y tratamiento térmico 300°C.....	73
Figura 51 Difracción de rayos x de polvo de CdTe elaborado en laboratorio.	74
Figura 52 Gráfica I-V de la celda solar vidrio/ITO/CdS/CdTe/Ag en bulto tratamiento térmico 350 °C y iones telurio.....	75
Figura 53 P-V gráfica de la celda solar vidrio/ITO/CdS/CdTe/Ag en bulto con tratamiento térmico 350 °C y iones telurio.....	75
Figura 54 I-V gráfica de la celda solar vidrio/ITO/CdS/CdTe/Ag en bulto con tratamiento térmico 450 °C y iones telurio.	76
Figura 55P-V celda solar vidrio/ITO/CdS/CdTe/Te ⁻² /Ag en bulto con tratamiento térmico 450 °C.....	77
Figura 56 Segunda micrografíaa y FFT para C1.....	80
Figura 57 Terceras micrografías y FFT para C1.....	81
Figura 58 Segunda micrografia y FFT para C2.	82
Figura 59 Tercera micrografia y FFT para C2.....	83
Figura 60 Segunda micrografía y FFT para C3.	84

Capítulo 1. Introducción

Este trabajo de tesis está formado por 6 capítulos que describen los antecedentes del CdTe en bulto y nanopartículas, las síntesis de fabricación para el material en bulto y el material de tamaño nanométrico a partir de los iones de telurio estables, las diferentes técnicas de caracterización utilizadas, resultados y conclusiones del trabajo. En el primer capítulo se presenta un breve resumen del trabajo de tesis, en el capítulo II se presentan los antecedentes de las nanopartículas del CdTe, y una revisión bibliográfica sobre el estado actual. En el capítulo 3 se mencionan las técnicas de caracterización utilizadas para analizar las propiedades de los materiales obtenidos. El capítulo 4 corresponde a los materiales y métodos utilizados para la elaboración del CdTe. En el capítulo 5 se detallan y discuten los resultados obtenidos por cada una de las técnicas de caracterización utilizadas. Por último, en el capítulo 6 se presentan las conclusiones inferidas de los resultados.

1.1 Fundamentos

El cadmio es un elemento metálico de la tabla periódica con número atómico de 48. Su característica física es de color blanco, es un material sumamente tóxico. Tiene dos estados de oxidación de +2 y +1. Su punto de fusión es de 321 °C, el de ebullición es de 768 °C y radio de Bohr de 161 pm. En la naturaleza se encuentra siempre mezclado con otros elementos como zinc, plomo y cobre. El telurio es un elemento metaloide, es decir comparte propiedades de un metal y un no metal. Su punto de fusión es de 450 °C, su punto de ebullición de 988 °C y tiene un radio de Bohr de 123 pm. Al combinarse los dos elementos forman un enlace ionico-covalente en el compuesto de CdTe. El punto de fusión es de 1092 °C, punto de ebullición de 1130 °C y radio del excitón de Bohr de 6.8 nm [1] .

El CdTe se usa como semiconductor tipo p para la elaboración de celdas solares como capa absorbente de radiación electromagnética. Hay celdas solares que utilizan al CdS como el semiconductor tipo ventana o tipo n y el semiconductor tipo absorbente o tipo p se utiliza el CdTe. El CdTe pertenece a la familia de los calcogenuros , y está formado por el anión de la

familia de los anfígenos (O, S, Se, Te, Po, Lv) y un elemento metálico. Los calcogenuros se clasifican en: metales alcalinos, metales alcalinotérreos y metales en transición (CdTe). El tipo de enlace es iónico-covalente, es decir los electrones de su última capa electrónica forman en conjunto el octeto, compartiendo los electrones del último nivel, del Cd 2 y del Te 6 [1].

1.2 Planteamiento del problema

Elaborar telururo de cadmio de tamaño de grano nanométrico y en bulto a partir de la fuente de telurio, los iones telurio. Para el desarrollo de nanopartículas de telururo de cadmio (CdTe) se modifica a tres diferentes concentraciones de reactivos, logrando controlar el tamaño de la nanopartícula y sintonizar la banda prohibida del material con el tamaño de la nanopartícula por medio de síntesis química en solución acuosa. Si bien es sabido es una técnica de bajo costo y sencilla. Actualmente se sintetizan nanopartículas con diferentes técnicas como lo son: ablación láser, evaporación térmica, sputtering, entre otras. Como complemento se modificará la formulación para realizar CdTe en bulto, así como llevar a cabo el depósito de una película delgada de CdTe.

1.3 Objetivo general

Elaborar por medio de síntesis química en solución acuosa una fuente de iones telurio, estables y fáciles de obtener, para utilizarlos como fuente de telurio para sintetizar CdTe de tamaño de grano nanométrico y tamaño de grano en bulto.

1.4 Objetivos específicos.

Obtener solución de iones telurio estables (Te^{2-}).

Sintetizar nanopartículas de CdTe mediante un método químico al agregar los iones telurio en tres diferentes concentraciones de soluciones acuosas ricas en iones cadmio.

Caracterizar nanopartículas de CdTe (C1, C2 y C3) con las técnicas: espectroscopia UV-VIS, TEM, Raman, XPS y Fotoluminiscencia.

Ensayar reacciones únicamente con los precursores extremos correspondientes a iones cadmio y iones telurio, para obtener CdTe en bulto.

Realizar un dispositivo basado en un diodo fotovoltaico, a partir de películas delgadas de CdS y CdTe.

1.5 Justificación

El depósito por baño química (DBQ) es una técnica en solución para el crecimiento de películas delgadas semiconductoras. Un número de semiconductores compuestos pueden ser depositados a baja temperatura y mediante la técnica de baño químico. La mayoría de ellos son sulfuros y seleniuros, debido a la disponibilidad de compuestos químicos como tiourea como fuentes de iones S [2]. En cuanto a la deposición química de telurio metálicos, como CdTe, se ha limitado principalmente por la falta de disponibilidad de los compuestos químicos correspondientes como fuente de iones Te estables. Las condiciones oxidantes de las soluciones típicas que contienen iones Te, son inestables y causa que se precipiten el telurio, formando iones Te inestables.

Entre los pocos informes sobre películas de CdTe depositadas químicamente, [3]Patil et al (2001) emplearon sulfato de cadmio como fuente de iones S, trietanolamina como agente complejante y la fuente de iones de Te se obtuvo por reducción de telurio metálico en un proceso de reflujo con sulfato de sodio en agua destilada a 100 ° C durante 24 horas. No hay referencia a la estabilidad de dicha fuente de iones de Te en el documento. Otro enfoque para el crecimiento en la solución de películas CdTe ha sido desarrollado en nuestro grupo Sotelo-Lerma et al, [4]; es un proceso de dos pasos siendo el primero la deposición química de películas de hidróxido de óxido de cadmio y la segunda la conversión de estas películas a las de CdTe después de la inmersión en una solución acuosa que contiene iones Te. En nuestro caso la fuente de iones de Te se obtiene también por reducción de telurio en polvo en un proceso de reflujo con hidróxido de sodio y ácido hidroximetanosulfínico (rongalita) en agua destilada a 100 ° C por 45 min. Para evitar que los iones Te precipiten en Te elemental, el proceso se realizó en atmósfera de nitrógeno y la solución obtenida se encerró en un recipiente y se mantuvo a 5 °C hasta que se usó para el proceso de intercambio. En un artículo más reciente de Ochoa-Landín et al, 2009[5], se empleó esta solución con iones Te para depositar Te sobre el CdTe para mejorar el contacto eléctrico posterior en la capa absorbente.

Se encontró que existen diferentes técnicas para la elaboración de las nanopartículas de CdTe. Dentro de las más sencillas se encuentran las técnicas de síntesis químicas en solución acuosa, baño químico, sol-gel, entre otras. A continuación, se mencionan los trabajos previos de síntesis y las diversas técnicas que hay para la fabricación de nanoestructuras. Con la síntesis de proceso mecánico de molienda de bolas por G. L. Tan et al [6] obtuvieron CdTe nanométrico con resultados de borde de absorción de entre 500 a 700 nm y un banda prohibida de 1.475 a 4.71 eV con un tamaño de nanopartícula de hasta 1.7 nm. Por otra parte, por el método de síntesis de deposición química de vapor (CVD) de L. Huang et al [7] se elaboraron nanoalambres con diámetros entre 50 y 200 nm, con longitudes entre 5 y 20 μm y una estructura tipo zincblenda del CdTe. Con la síntesis de depósito por pulverización catódica (sputtering) con magnetrón, I. P. Soshnikov et al [8] reportaron nanoalambres la banda prohibida de 1.4 a 1.7 eV de nanoalambres, con un tamaño de 50 a 500 nm. Por otra parte N. G. Semaltianos et al [9] sintetizaron CdTe por el método de síntesis de ablación láser, el tamaño de nanopartícula promedio de 7.1 nm, con una estructura tipo zincblenda, la fotoluminiscencia emite en el rojo de 652 nm excitado en 514 nm. Otra técnica de síntesis de evaporación por haz de electrones fue aplicada por S. L. Himanshu et al [10] para obtener el tamaño de nanopartícula obtenida es de 36.11 y 45.64 nm con banda de energía prohibida 1.74 y 2.11 eV respectivamente. Por último con la síntesis solvotermal de A. K. Tiwari et al [11] el tamaño de los nanoalambres de CdTe con diámetro entre de 1.125 nm y 0.15 μm , con un largo de 5 μm .

Existe la necesidad de elaboración de nanopartículas utilizando reactivos menos tóxicos y empleando una síntesis química sencilla para producir diferentes tamaños de nanopartículas, que sintonicen la banda prohibida del material y así obtener diferentes propiedades del material para cada uno de los tamaños de nanopartículas.

Entre las técnicas de síntesis química hay trabajos previos de síntesis química en solución acuosa para las nanopartículas de CdTe. Entre los trabajos están: Kloper et al [12], elaboraron nanopartículas de CdTe de forma esférica en solución coloidal, con ácido oleico (OA) y estabilizadores de trioctilfosfina (TOPO). Con síntesis de solución coloidal con ácido oleico y trioctilfosfina, se sintetizaron puntos cuánticos de nanocristales coloidales de CdTe, con

banda prohibida de 2.31 a 1.98 eV y un tamaño de nanopartículas de 3.1 a 3.9 nm. En este método de síntesis, primero se elaboran nanopartículas de Cd, el cual induce la formación del CdTe. El ácido oleico y la trioctilfosfina se usan como estabilizantes de enlace. El primer paso de la síntesis es la elaboración del precursor cadmio el cual se prepara mezclando CdO 0.0256 gr con un complejo oleante de cadmio Cd(OA)₂ con ácido oleico y octadeceno (ODE), que al calentarse a 310 °C, para elaborar las nanopartículas de Cd. Para la elaboración del precursor Te es: 0.0128 gr Te (0.1 mmol = 0.0001 M) en 0.25 ml de trioctilfosfina (TOPO) después la solución es disuelta en 2.5 ml de octadeceno (ODE). Enseguida se calienta la solución Cd a 100 °C por 30 min en el vacío, en matraz de tres bocas, removiendo el agua y obteniendo una mezcla rojiza homogénea, después la solución es lavada con gas argón a una temperatura de 300 °C formando una solución transparente y la generación de (Cd(OA)₂). La solución es calentada a 310 °C por 30 minutos, la cual produce una capa gris precipitada en el matraz, la cual se identifican las nanopartículas de Cd. El siguiente paso es agregar la solución telurio 30 segundos después de formar las nanopartículas de Cd. Iniciando la nucleación del CdTe, identificado con un cambio de color amarillo a un color rojizo, con un cambio de temperatura a 260 °C dentro del periodo de tiempo entre 1 y 5 minutos. Por último, el material es centrifugado para hacer precipitar las nanopartículas de Cd, para separar al CdTe.

Una segunda síntesis química para la elaboración de las nanopartículas es la desarrollada por I. Ban et al [13], por síntesis sonoquímica en una solución acuosa. Se obtuvieron nanopartículas de 8 a 13 nm. Se prepararon con dos métodos diferentes. En el primer método de preparación, se disolvieron 0.077 gr (0.6 mmol) de telurio elemental en 27 ml de 5M NaOH, durante 3.5 horas en ultrasonido. Enseguida se prepara el material precursor Cd, con 0.154 gr CdSO₄ / 3H₂O en 10 ml a 0.05 M de ácido etilendiaminotetraacético (EDTA), durante 45 minutos. Después las dos soluciones son mezcladas y puestas en ultrasonido durante 45 minutos, después el precipitado se centrifugó por 5 minutos a 5000 rpm, se lavaron dos veces con agua destilada y una con etanol y finalmente el producto es secado durante 24 horas a 70°C. Con el segundo método de preparación consiste en mezclar 0.077 gr (0.6 mmol) Te en 27 ml a 10M de NaOH durante 2 horas en baño ultrasónico. Para obtener el precursor

de Cd se mezcla 0.11 gr (0.6 mmol) de CdCl_2 en 9 ml a 0.05M de EDTA, y finalmente ambas soluciones son mezcladas y puestas en ultrasonido, centrifugadas y puestas a secar como el primer método. Con los dos métodos de preparación de sonificación se obtuvieron nanopartículas de CdTe con estructura cúbica y de tamaño de 8 y 13 nm.

Una tercera síntesis química para obtener nanopartículas de CdTe es por medio de irradiación ultrasónica para la reducción del telurio en solución acuosa, como lo propone F. D. Meneses et al [14]. Para la formación de las nanopartículas se requieren dos procesos. El primer proceso es la reducción del telurio, se agregan 4 ml agua desionizada al telurio (0.2 mmol) en un recipiente de vidrio. Después la mezcla es irradiada con ultrasonido con una amplitud del 50% por 5 minutos. Enseguida, a la mezcla se le agrega borohidruro de sodio NaBH_4 (0.4 mmol) y se aplicó irradiación ultrasónica por 10 minutos. Aquí se obtiene una solución morada trasparente Na_2Te_2 , en una atmosfera de N_2 . Para el precursor de Cd, se tomó 40 ml de 0.02 M de percloruro de cadmio $\text{Cd}(\text{ClO}_4)_2$ (0.8 mmol) que fue diluido en 150 ml de agua desionizada y 1.6 mmol de ácido tioglicólico (TGA, $\text{HSCH}_2\text{CO}_2\text{H}$), en agitación, con ajuste del pH de 10.5 con el hidróxido de sodio NaOH . Una vez finalizado el Na_2Te_2 se agrega rápidamente la solución Cd/TGA, formando una solución naranja y obteniendo puntos cuánticos de CdTe de tamaño 5 nm y band gap de 2.3 eV.

Existen diferentes técnicas de síntesis química utilizadas para obtener nanopartículas de CdTe, las cuales utilizan reactivos tóxicos y cancerígenos como la tioctilosfina (TOPO, $(\text{C}_8\text{H}_{17})_3\text{PO}$), óxido de cadmio (CdO), sulfato de cadmio hidratado ($\text{CdSO}_4/3\text{H}_2\text{O}$), cloruro de cadmio (CdCl_2), borohidruro de sodio (NaBH_4) y perclorato de cadmio ($\text{Cd}(\text{ClO}_4)$). Entre los reactivos menos tóxicos para el humano y ambiente se encuentran el telurio (Te), hidróxido de sodio (NaOH), ácido etilendiaminotetraacético (EDTA, $\text{C}_{10}\text{H}_{16}\text{N}_2\text{O}_8$), ácido tioglicólico (TGA, $\text{C}_2\text{H}_4\text{O}_2\text{S}$), rongalita (sodium hydroxymethanesulfinate dihydrate, $\text{CH}_3\text{NaO}_3\text{S} \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) y la polietilenimina (PEI, $(\text{C}_2\text{H}_5\text{N})_n$). Entre los reactivos propuestos para nuestro trabajo de investigación más del 80% de reactivos son menos tóxicos y no cancerígenos para el humano y ambiente. Se busca que los reactivos que se utilicen sean la menor cantidad posible para la síntesis de nanopartículas de CdTe. No se requieren elevadas temperaturas superiores a los 90 °C como en los otros trabajos de síntesis. Las nanopartículas

de CdTe se obtienen a partir de la síntesis química de la elaboración de los iones telurio, las cuales fueron desarrollados a partir de la investigación como la propone M. Sotelo-Lerma et al[4] y L. Tschugaeff [15], una modificación al proceso de obtención de los iones telurio estos se obtienen a través de un proceso simple. El proceso consiste en colocar en un matraz aforado 10 ml de H₂O desionizada, 40 mg de telurio en polvo (pureza del 99.999%), 8 ml de rongalita a 1 M y 8 ml de NaOH a 2 M, los cuales son puestos a calentar en un baño María durante un periodo de 30 minutos y la cual durante el periodo de calentamiento ocurrirá el cambio de color de un color transparente a un color morado fuerte, que indica la formación de los iones telurio. Los iones telurio elaborados en este trabajo se caracterizan por ser estables por un largo periodo de tiempo, sin ser expuestos a la intemperie. Una vez terminado el proceso de obtención de los iones telurio, el siguiente paso es mezclar los iones telurio con la fuente de iones cadmio para obtener así el CdTe.

La síntesis química en solución acuosa para la elaboración de nanopartículas, es un método sencillo que no requiere control de altas temperaturas, no requiere altas concentraciones de reactivos, los reactivos se encuentran diluidos en el agua y no se requiere equipos costosos de laboratorio para su elaboración, por lo tanto, son fáciles de producir a gran escala y reproducibles.

En el presente trabajo se obtiene el CdTe en bulto y nanométrico utilizando como fuente de telurio, los iones telurio descritos previamente.

Los resultados obtenidos de la síntesis de nanopartículas y material en bulto del CdTe se encuentran dentro de los parámetros que obtuvieron otros grupos de investigación que sintetizaron CdTe tanto técnicas en estado sólido y en solución acuosa.

Capítulo 2. Antecedentes

2.1 Clasificación de los materiales

Los materiales según su comportamiento eléctrico se clasifican en: conductores, aislantes y semiconductores. Los conductores se caracterizan por tener un gran número de portadores de carga libre como los electrones, tienen la libertad de moverse por todo el material conductor. El flujo de electrones se presenta con la aplicación de un mínimo campo eléctrico. Los aislantes, no poseen portadores de carga libre ya que todos los electrones están fuertemente unidos a los átomos de la estructura del material, con la presencia de un campo eléctrico los electrones se mueven en sus límites de sus moléculas, sin flujo de electrones por el material. El tercer tipo de materiales son los semiconductores que se encuentran entre los conductores y los aislantes, ya que se comportan como conductores o aislantes dependiendo de las condiciones de exposición de temperatura, campo eléctrico, campo magnético o la presión.[16]

La clasificación de los materiales de acuerdo a su resistividad eléctrica es el siguiente (figura 1): para los conductores su resistividad eléctrica se encuentra entre 10^{-6} a 10^{-4} ohmios cm. Para los materiales con resistividad entre 10^{-4} a 10^{10} ohmios cm pertenecen los semiconductores y los materiales con una resistividad mayor a 10^{10} corresponden a los materiales aislantes o dieléctricos[17].

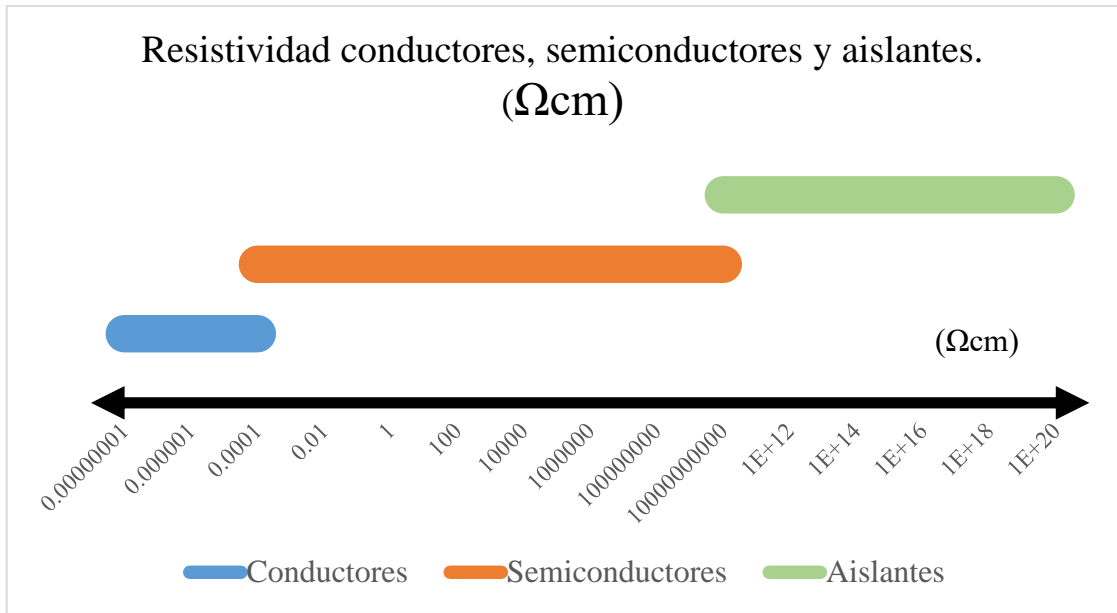


Figura 1 Resistividad en conductores, semiconductores y aislantes[17].

Al clasificar los materiales de acuerdo a la resistividad es difícil determinar si se trata de un conductor o un semiconductor. Para diferenciar un conductor y un semiconductor se puede estudiar el comportamiento de su resistividad eléctrica en función de la temperatura. En los conductores al disminuir la temperatura, disminuye su resistividad eléctrica, ver figura 2. Mientras que en un semiconductor si se disminuye su temperatura, aumenta su resistividad como se puede observar en la figura 3.

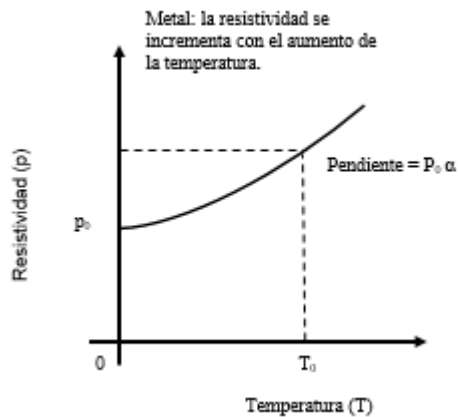


Figura 2 Resistividad eléctrica en función de la temperatura en los metales [17].

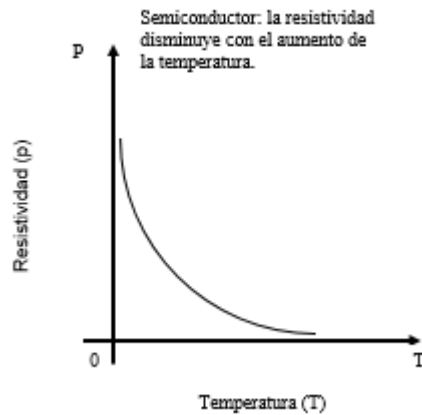


Figura 3 Resistividad eléctrica en función de la temperatura en semiconductores[17].

Para cambiar las propiedades eléctricas de los semiconductores se realiza la impurificación o dopaje de los semiconductores, los cuales son añadidos a la red del semiconductor, a este tipo de semiconductor se le denomina semiconductor extrínseco. Por el contrario a los que se les conoce como semiconductor natural o intrínseco es el semiconductor puro (figura 4a) sin la presencia de contaminantes o dopantes en la red del semiconductor.

Dentro de la clasificación de los semiconductores extrínsecos están: semiconductor tipo n y semiconductor tipo p.

El semiconductor tipo n (figura 4b y figura 5a) se caracteriza por que en su banda de conducción predomina el número de electrones, resultado de la impurificación del semiconductor. Es más fácil que con la interacción térmica del electrón.

El semiconductor tipo p (figura 4c y figura 5b) se caracteriza por que en su banda de valencia el hueco de electrón libre resultado de la impureza del semiconductor. A este hueco se le denomina hueco aceptor en la banda de valencia y en la banda de conducción en menor proporción portadores de carga[17].

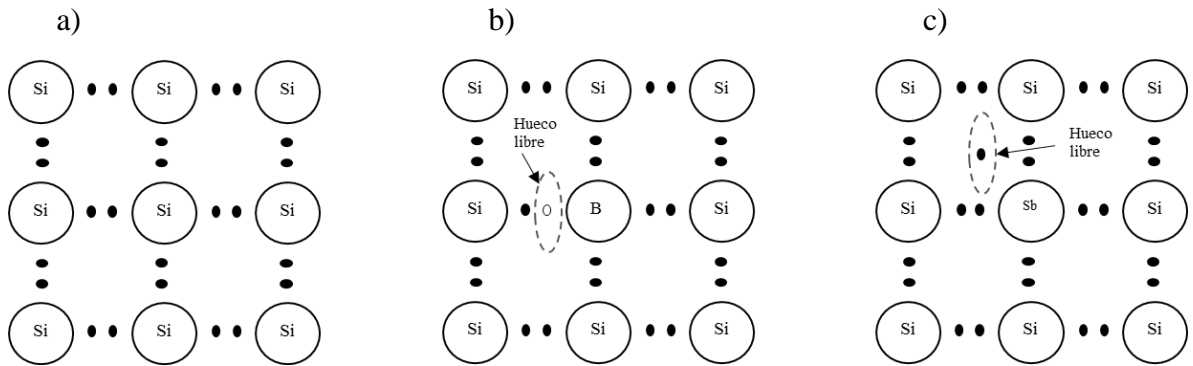


Figura 4 a) Semiconductor intrínseco, b) semiconductor extrínseco tipo p y c) semiconductor extrínseco tipo n.

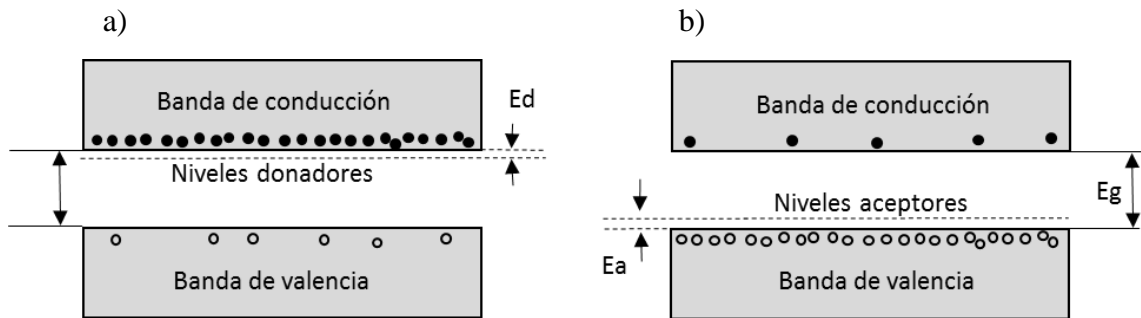


Figura 5 Semiconductor extrínseco: tipo n (a) y tipo p (b).

2.2 Banda prohibida de conductores, semiconductores y aislantes.

La banda prohibida es la energía requerida para pasar un electrón de un material de la banda de valencia a la banda de conducción. Por lo general identificamos a los conductores (figura 6a) con una banda prohibida cercana a cero, casi empalmado la banda de valencia a la banda de conducción, ejemplo: oro, plata, aluminio, entre otros. La banda prohibida para los semiconductores (figura 6b) es más grande que el de los conductores y menor al de los aislantes. En este encontramos a los semiconductores intrínsecos como el silicio (Si) 1.1 eV y germanio (Ge) 0.6 eV que son los más usados y los semiconductores extrínsecos que son aquellos materiales que se dopan con pequeñas cantidades de otro material de diferente configuración electrónica. Las diferentes cantidades del material dopado hacen que varíen

las propiedades eléctricas del material, en su caso la banda prohibida. Para el caso de los aislantes (figura 6c) la banda prohibida entre ellos es más alta que el de los semiconductores, ejemplos de ellos son: diamante con 6 eV.

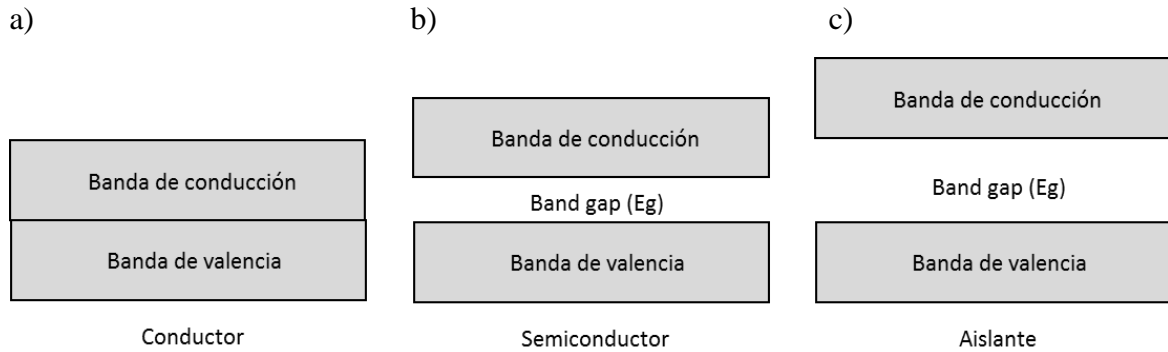


Figura 6 Banda prohibida de un conductor (a), semiconductor (b) y aislante (c).

2.3 Clasificación de las nanoestructuras 0D, 1D, 2D y 3D

Nanopartículas son aquellos materiales que, de acuerdo a su tamaño del cristal, el confinamiento cuántico afecta las propiedades ópticas, eléctricas, magnéticas, de un material. Nanopartícula se considera cuando el tamaño de grano del cristal es menor o igual que el radio del excitón de Bohr del material.

Semiconductores nano estructurados son aquellos en el cual el tamaño del semiconductor es afectado por el confinamiento cuántico, es decir entre más pequeño sea el cristal mayor es la brecha de separación entre la banda de valencia y la banda de conducción, conocido como banda prohibida. En la escala nanométrica las propiedades de los semiconductores cambian de acuerdo al tamaño de cristal es menor o igual al radio de Bohr del material, estos presentan confinamiento cuántico. Los materiales nano estructurados de acuerdo a su estructura se clasifican [18] en (ver figura 7): 0D (puntos cuánticos), 1D (hilo cuántico), 2D (pozo cuántico) y 3D (policristales).

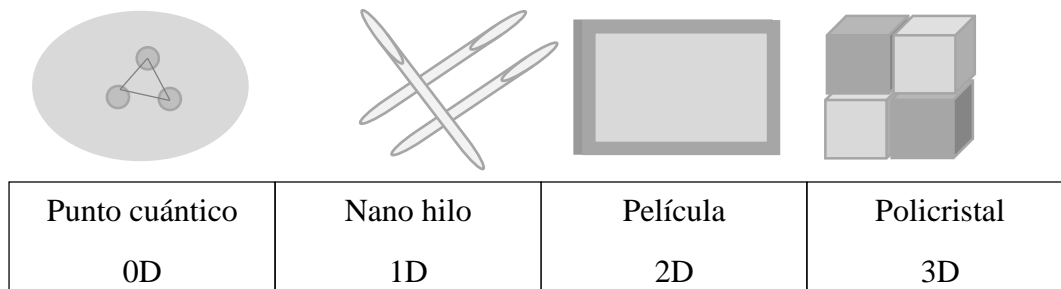


Figura 7 Clasificación de los materiales nano estructurados: 0D, 1D, 2D y 3D.

2.3.1 Punto cuántico (0D)

Son nanocristales con propiedades de fluorescentes, el radio del cristal de las nanopartículas está en el orden del radio del excitón de Bohr del material [19]. Para el CdTe el radio del excitón de Bohr es 6.8 nm. Es decir, que a partir de nanopartículas con radio de menor o igual de 6.8 nm presentan un confinamiento cuántico. Con esto se pueden observar cambios de propiedades del material en volumen del CdTe, comparadas con las de tamaño nanométrico. Algunas aplicaciones de los puntos cuánticos entre ellas son utilizadas como filtro en los circuitos eléctricos para que solo pase a la vez un electrón en el circuito. Otra es como marcadores biológicos con el uso de puntos cuánticos de CdTe y CdSe son usados por lo general ya que presentan efecto de fluorescencia, en un tiempo prolongado, se puede controlar el tamaño del punto cuántico y la banda de emisión es estrecha e intensa. En la figura 8 se visualizan nanopartículas 0D de CdTe[20].

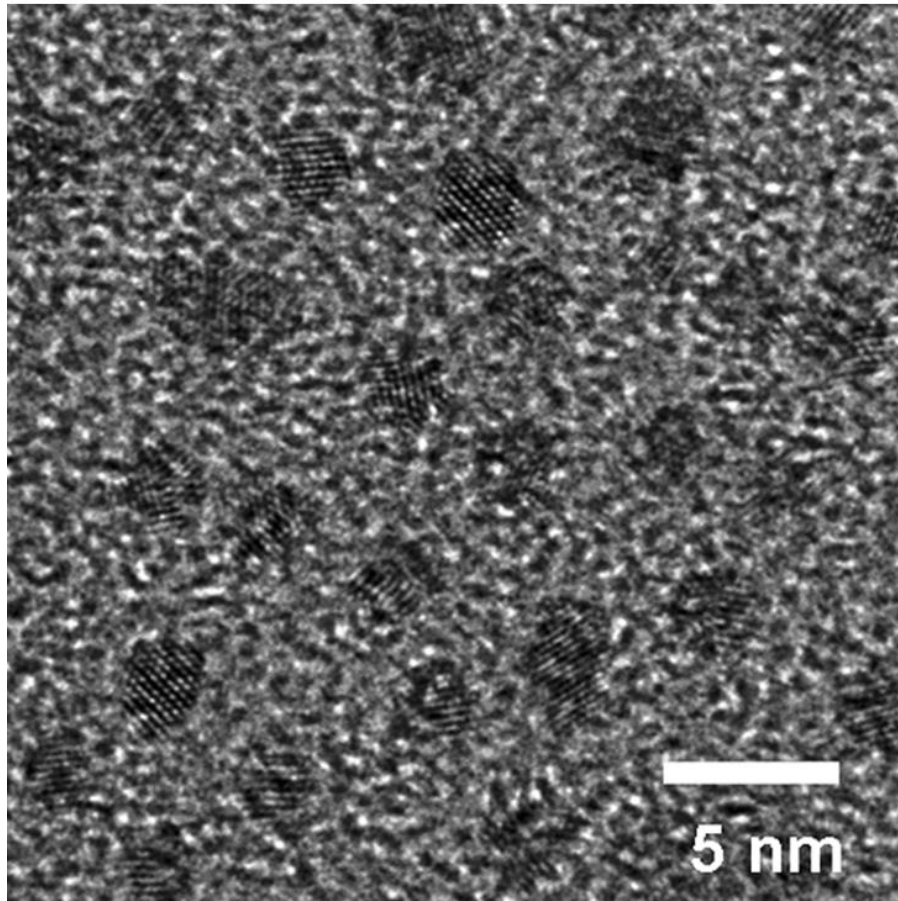


Figura 8 Puntos cuánticos de CdTe.

2.3.2 Hilo cuántico (1D)

Como su nombre lo indica tienen una forma de alambre, pero en pequeñas dimensiones. Se presenta cuando en nuestro material nano estructurado está restringido a crecer en una dirección, es un tipo de material 1D. Se caracteriza ya que el radio de la región transversal del hilo cuántico es menor o igual que el radio del excitón de Bohr del material, y lo largo del hilo es mayor que el radio del excitón de Bohr del material. Ejemplo de aplicaciones de hilos cuánticos son los nano transistores y nano diodos. En la figura 9 [21] se observan hilos cuánticos de CdTe.

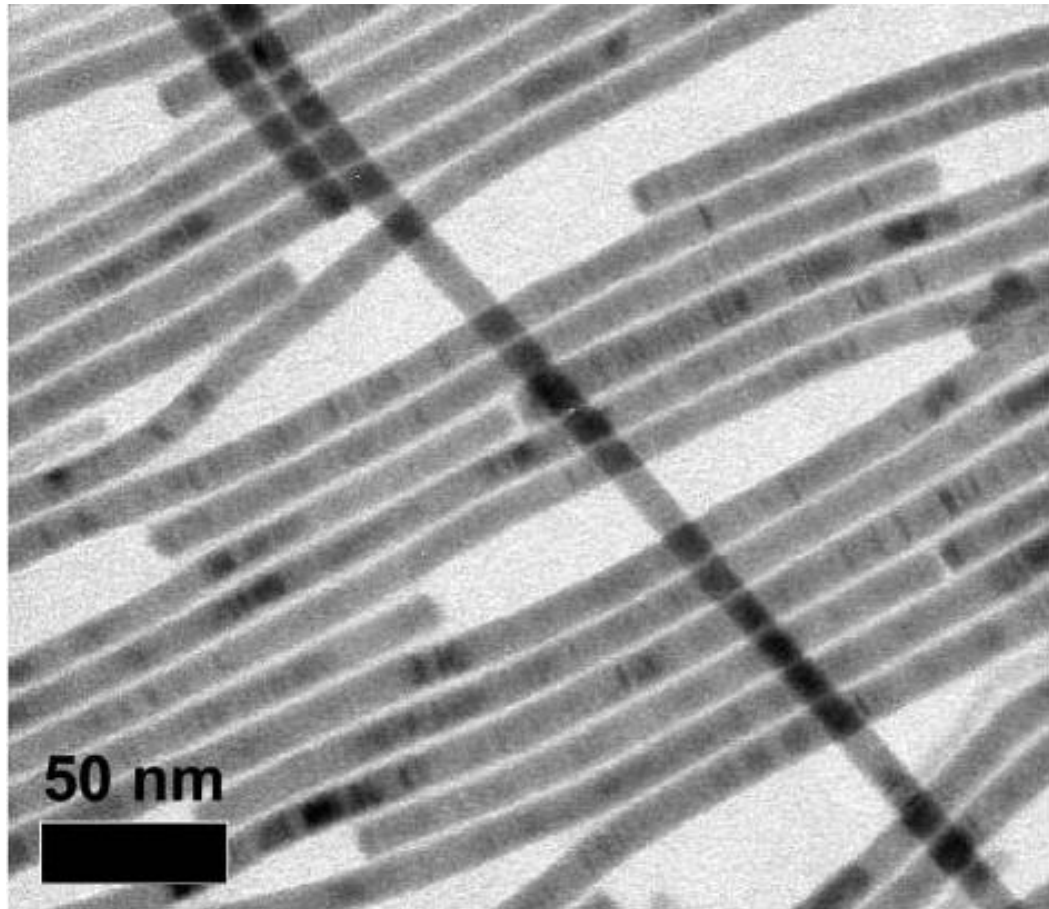


Figura 9 Nanotubos de CdTe 1D.

2.3.3 Pozo cuántico (2D)

Estos son nanoestructuras 2D, en las cuales los electrones pueden moverse en el plano x-y. Está compuesto por películas delgadas. El estado electrónico paralelo al semiconductor es continuo y el estado electrónico perpendicular al semiconductor es discreto. En el estado electrónico paralelo se tiene un comportamiento semi-clásico. Y el comportamiento electrónico perpendicular, se comporta de una manera discreta. El pozo cuántico lo han logrado con semiconductores y metales muy delgados en forma de películas delgadas con grosores en el orden del radio del excitón de Bohr del material. En la figura 10 se visualiza una nanopelícula de CdTe [22].

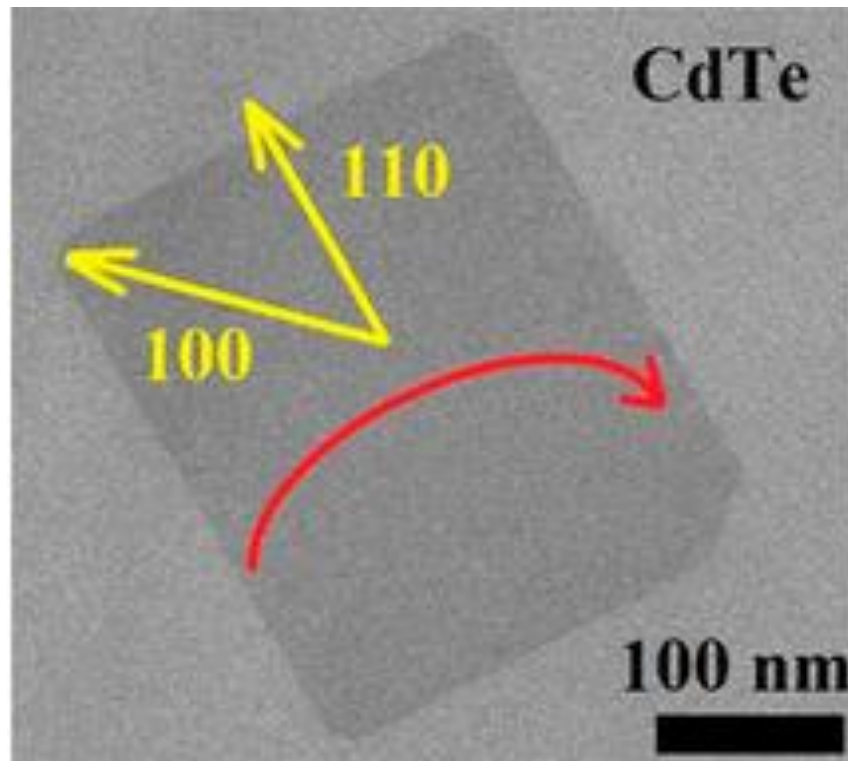


Figura 10 Nano películas de CdTe 2D.

2.4 Ecuación de Brus

Los puntos cuánticos son semiconductores que presentan confinamiento cuántico en las tres dimensiones espaciales [23]. En el tipo de semiconductor cero dimensión (0D) es de tamaño de nanómetros debido a esto se le denomina punto cuántico, debido a esto también se le conoce como átomo artificial debido a sus propiedades cuánticas [24], ya que sus propiedades del punto cuántico se modifican dependiendo de su forma y de su tamaño, generalmente a tamaños menores del punto cuántico le corresponden un mayor valor de banda prohibida y entre mayor sea el tamaño, menor será su banda prohibida, esto aplica hasta llegar al tamaño de material en bulto. A. L. Efros and Al. L. Efros descubrieron que las propiedades físicas de puntos cuánticos cambian de acuerdo al tamaño y forma del punto cuántico, es decir entre más pequeño le corresponde un banda prohibida más alto y un tamaño mayor le corresponde un valor más bajo de banda prohibida [25]. Posteriores aproximaciones siguieron Y. Kayanuma[26], L. E. Brus [27] y J. L. Marín et al [28]. Nos enfocaremos ecuación de Brus. Con la ecuación de Brus [29], ver la ecuación 1

R = radio del punto cuántico.

h = constante de Planck ($6.62607015 \times 10^{-34} \text{ kg m}^2 \text{ s}^{-1}$).

m_e = masa del electrón libre con valor ($9.1 \times 10^{-31} \text{ kg}$).

m_e^* = masa efectiva del electrón excitado (para el CdTe = 0.11)[30]

m_h^* = masa efectiva del hueco excitado (para el CdTe = 0.35)[30]

e = carga del electrón ($-1.6 \times 10^{-19} \text{ C}$).

ϵ_0 = permitividad en el vacío ($8.8541878176 \times 10^{-12} \text{ C}^2 / (\text{N} \cdot \text{m}^2)$).

ϵ_r = permitividad dieléctrica relativa (para el CdTe 10.2)[31].

Eg_b = energía de banda prohibida en bulto del semiconductor (para el CdTe 1.5 eV)[32].

Eg_n = energía de banda prohibida de nanopartículas

$$Eg_n = Eg_b + \frac{h^2}{8R^2} \left[\frac{1}{m_e^*} + \frac{1}{m_h^*} \right] - \left[\frac{1.8e^2}{4\pi\epsilon_0\epsilon_r R} \right]$$

Ecuación 1 Ecuación de Brus.

2.5 Síntesis química

Las técnicas de síntesis química más utilizadas para la obtención de material en bulto y nanopartículas son: spray pirolisis, solvotérmica, recubrimiento por giro, recubrimiento por inmersión, sol gel, intercambio iónico, baño químico, sonoquímico y síntesis química en solución acuosa. Esta técnica consiste en la obtención de materiales a partir del uso de precursores (compuestos químicos). Dentro de nuestro trabajo de investigación para la obtención del material en bulto y nanopartículas de CdTe se utiliza la técnica de síntesis química en solución acuosa. Se caracteriza por ser una técnica donde sus reacciones se llevan a cabo a temperaturas bajas, menores por lo general a 100 °C, los reactivos a utilizar son compatibles con el agua (mezclas homogéneas), tienen baja emisión de vapores tóxicos en sus reacciones, no se requiere de equipo complejo para llevar a cabo las reacciones, el control

de los reactivos y concentraciones son fáciles de controlar los parámetros deseados, dado las características de la técnica el costo de llevar a cabo este tipo de síntesis es bajo, comparado con las síntesis donde se requieren elevadas temperaturas para llevar las reacciones.

En el presente trabajo solo se utilizó síntesis química en solución acuosa para la obtención de CdTe de tamaño de grano en bulto y nanométrico. El equipo de laboratorio utilizado es: vaso de precipitados, placa de calentamiento, baño maría, tubo de ensayos y baño ultrasónico.

En el siguiente capítulo se describen las diferentes técnicas de caracterización que se utilizaron en el presente trabajo.

}

Capítulo 3. Técnicas de caracterización

Las técnicas de caracterización sirven para identificar el material y conocer las propiedades físico-químicas del material. Entre las diferentes propiedades del material que conoceremos son: tamaño, morfología, absorción, fotoluminiscencia, eléctricas, entre otras. En este trabajo de investigación para caracterizar el material en bulto y nanopartículas de CdTe se utilizaron las siguientes técnicas de caracterización:

Espectroscopia en el espectro electromagnético ultravioleta-visible (UV-VIS): Esta técnica se utilizó para calcular la banda de energía prohibida de nuestro material utilizando el método de Tauc [33].

Fotoluminiscencia: Con esta técnica se obtuvo el espectro de emisión de nuestros materiales.

Microscopio electrónico de transmisión (TEM): Con las micrografías del TEM y aplicándoles la transformada rápida de Fourier se obtiene las distancias interplanares las cuales nos permite identificar la estructura cristalina.

Espectroscopia electrónica por rayos x (XPS): Esta técnica nos da un espectro de energía de enlace de cada elemento que constituye nuestro material.

Espectroscopia Raman: Está técnica da como resultado la dispersión inelástica de luz de dos tipos: Stokes y anti Stokes.

3.1 Espectroscopia en el espectro ultravioleta-visible (UV-VIS)

La espectroscopia en la región UV-VIS es la ciencia que se encarga de estudiar la interacción que existe entre las radiaciones electromagnéticas y la materia. Sin embargo hoy en día las espectroscopias electromagnéticas no son las únicas estudiadas, también se incluyen las espectroscopias de electrones, acústicas y de iones [34].

La radiación electromagnética (ver figura 11) es una forma de energía radiante la cual puede ser vista como onda o como partícula.

- a) Como onda, está compuesta por una componente magnética y otra componente eléctrica ambas se encuentran de manera perpendicular entre si y poseen un

movimiento sinusoidal. Están relacionadas con la velocidad de la luz como: $c = \lambda \nu$.

Donde $\nu = c / \lambda$.

c = velocidad de la luz

λ = longitud de onda

ν = frecuencia

La longitud de onda es la distancia recorrida por una perturbación en un ciclo determinado. La frecuencia es la cantidad de ondas que pasan en un determinado punto en la unidad de tiempo, la unidad de medida son los Hertz o 1/segundos, que es un ciclo por segundo.

b) Como partícula, está definida la energía como:

$$E = h \nu$$

Ecuación 2 Energía.

h = constante de Planck

ν = frecuencia

Donde la ecuación de la frecuencia anterior $\nu = c / \lambda$ lo sustituimos en la ecuación de la energía tenemos: $E = h (c / \lambda)$ y teniendo en cuenta que: $\nu = 1 / \lambda = \text{cm}^{-1}$, ahora tenemos que: $E = h c \nu$. Con esta ecuación definimos que entre mayor sea la longitud de onda, menor es la frecuencia y menor es la energía asociada a la onda.

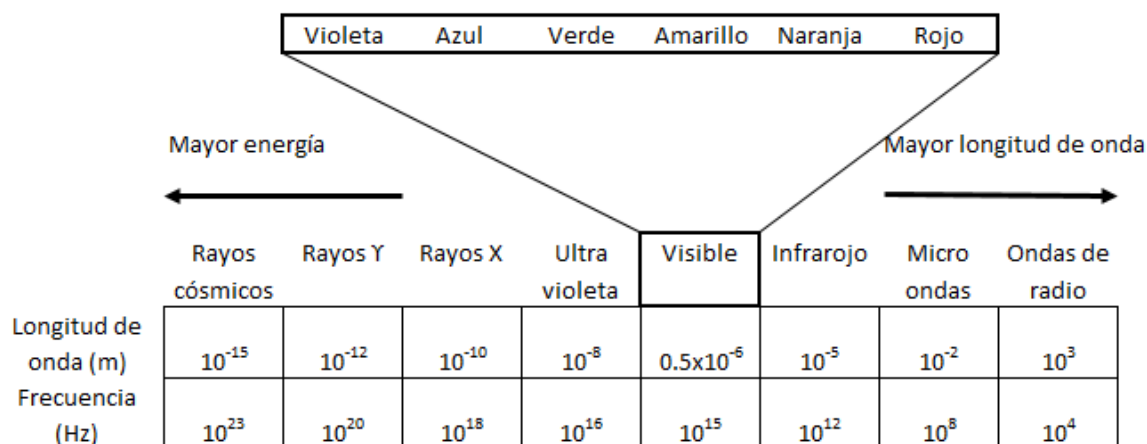


Figura 11 Espectro electromagnético de menor a mayor longitud de onda.

La radiación electromagnética ultra violeta – visible es la longitud de onda en el rango de 10 a 190 nm y de 380 a 750 nm el visible. Esta radiación produce un efecto sobre los electrones de enlace, las energías son del orden de 1 a 25 eV.

3.1.1 Teoría de la espectroscopia UV-VIS

Un material es irradiado con radiación electromagnética, parte de esta energía es absorbida por los electrones del material para ascender de un nivel de energía mínimo ψ_0 a un nivel de energía más alto ψ_1 . Para que se produzca la absorción es necesario que la energía del fotón excitante $h\nu$ sea igual a la diferencia de energía del material en estado mínimo de energía y al estado excitado de energía. Las longitudes de onda para el ultra violeta en el vacío comprenden de 10 a 190 nm y para el ultravioleta lejano de 190 a 380 nm. Las longitudes de onda para el espectro visible comprenden de 380 a 750 nm.

3.2 Espectroscopia de fotoluminiscencia

La fotoluminiscencia es un proceso en el que una molécula absorbe un fotón en la región visible, excita a un electrón a un nivel energético más alto, y después este emite un fotón cuando regresa el electrón a su estado original de energía más bajo [35]. La técnica de fotoluminiscencia es una prueba de no contacto, no destructiva para analizar la estructura electrónica de los materiales.

Dentro de los fenómenos de fotoluminiscencia hay dos clasificaciones de materiales: fluorescentes y fosforescentes. La diferencia entre uno y otro es el tiempo de emisión. En los primeros el tiempo de emisión una vez retirada la fuente de excitación a la muestra este termina de emitir, por lo general el tiempo de duración sin la fuente de excitación es entre 1×10^{-9} a 1×10^{-18} segundos. En contraparte, los materiales fosforescentes el tiempo de duración de emisión es de milisegundos, segundos, horas. [34]

En el año de 1603 se descubrió la fosforescencia por el alquimista italiano Vincenzo Casciarola, al momento de calentar piedras para convertirlas en oro, observó que cambian de color natural a un color rojizo. En el año de 1854 Sir George G. Stokes se le debe el descubrimiento de la fluorescencia utilizada para fines de análisis. En la actualidad sabemos que hay una utilidad para identificar materiales con esta técnica de análisis de los materiales fluorescentes. Sabemos que con la fluorescencia de los materiales se puede estudiar los materiales orgánicos y no orgánicos con una sensibilidad de 1×10^{-19} segundos.

3.3 Espectroscopía Raman

La técnica de caracterización de la espectroscopia Raman, fue descubierta en el año de 1928 por Sir Chandrasekhara Venkata Raman y su colaborador K. S. Krishnan descubrieron la dispersión inelástica de un fotón. La espectroscopia Raman provee información vibracional molecular y la estructura cristalina que puede ser usada para identificar y cuantificar al material. En esta técnica se utiliza una fuente de luz brillante monocromática (láser), para irradiar la muestra. La cual produce un pequeño porcentaje de dispersión inelástica (1×10^{-5} %) y mayor parte de la dispersión es elástica. La dispersión inelástica se identifica como la frecuencia de dispersión es diferente a la de excitación y la dispersión elástica (dispersión de Rayleigh). La dispersión Raman se clasifica en: 1) Dispersión Raman Stokes: es un proceso en el cual el electrón es excitado de un estado fundamental cae a un modo vibratorio, debido a que absorbe energía la molécula. La dispersión de la luz Raman, tiene menos energía (mayor longitud de onda) que la luz incidente. La luz emitida por el material puede regresarse con una energía menor de la que absorbió, la diferencia es dada por los fonones. Los fonones son debido a las vibraciones atómicas del material debido a la temperatura.

2) Anti-Stokes: es un proceso en el cual un electrón es excitado de un estado vibracional a un estado fundamental, involucra una transferencia de energía al fotón disperso. La dispersión Raman Anti-Stokes tiene más energía (menor longitud de onda) que la luz incidente[35]. La luz emitida por el material se regresa con una energía mayor de la que absorbió, la diferencia es dada por los fonones, son debido a las vibraciones atómicas del material debido a la temperatura.

Estudiando el espectro Raman se puede identificar el nivel rotacional y la molécula. Las intensidades específicas de las líneas Raman ayudan a determinar la concentración de las moléculas en las muestras. El radio de las dispersiones elásticas (Stokes) y dispersiones inelásticas (Anti-Stokes) depende de varios estados de la molécula.

A continuación presentamos los componentes de la espectroscopia Raman [34] (ver la figura 12):

- a) Fuente excitadora. La muestra es excitada por un láser.
- b) Iluminación y recolección de la señal dispersada. Consiste en cómo se va iluminar la muestra con el láser y como se va recoger la señal de dispersión, generalmente se recolecta la señal de dispersión a los 90 o 180 grados.
- c) Portamuestras. Consiste en donde se va colocar la muestra y si el porta muestras puede tener la opción de giro para evitar el calentamiento de la muestra con el láser.
- d) Eliminación de la dispersión elástica. Mediante el uso de un filtro se elimina a dispersión elástica. Los filtros pueden ser monocromadores, holográficos, etc.
- e) Espectrómetro.
- f) Detectores. La señal Raman es una señal muy débil, por lo que hay diferentes tipos de detectores para detectar la presencia de la señal.

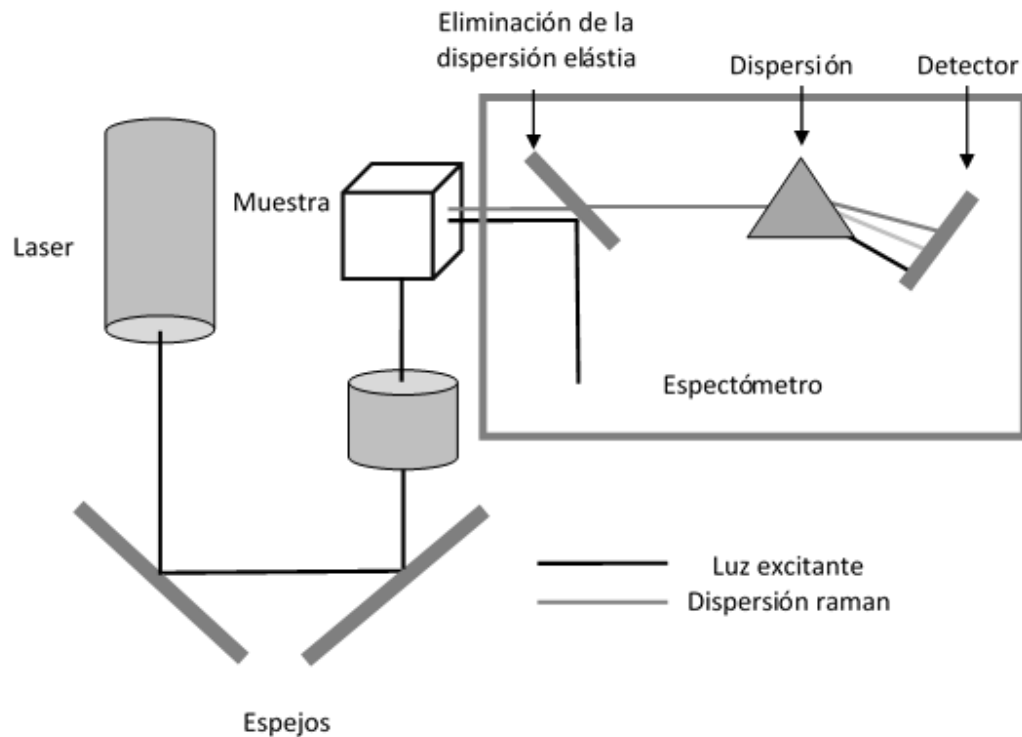


Figura 12 Elementos de la espectroscopia Raman

3.4 Microscopía electrónica de transmisión (TEM)

Es una técnica de caracterización que utiliza electrones energéticos para interactuar con la muestra, los resultados nos proveen información morfológica, cristalográfica y de composición de la muestra. La microscopía electrónica de transmisión (ver figura 13 [36]) consiste en un cañón de electrones por la cual pasa una corriente eléctrica por un filamento o cátodo, después se encuentra una etapa aceleradora de electrones por medio de un voltaje, enseguida se concentran los electrones, y por último los electrones son dirigidos a la muestra que al ser transmitido por la muestra estos difractan la estructura atómica de la muestra. Estos electrones difractados son expuestos en la cámara de placas fotográficas [34].

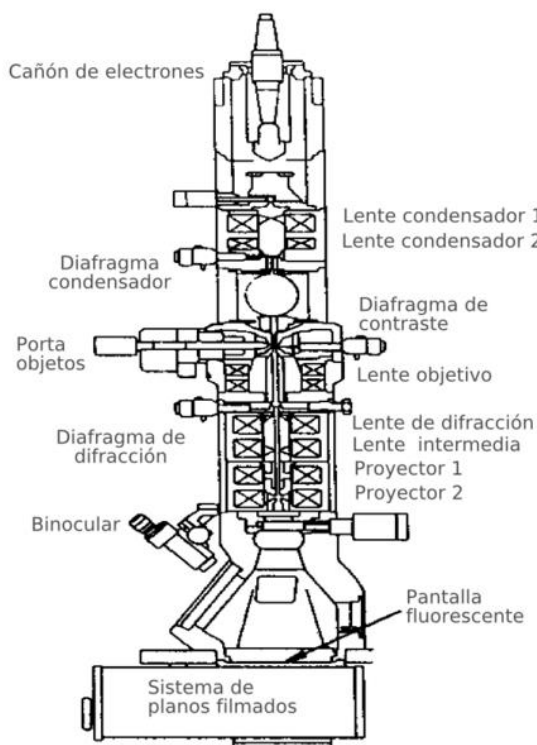


Figura 13 Elementos del TEM.

3.5 Espectroscopia de fotoelectrones por rayos X (XPS)

En el año de 1887 Hertz descubrió el efecto fotoeléctrico. El cual define al momento de incidir fotones sobre los electrones de un material, éstos absorben toda la energía lo que les permite salir del material. Existen tres casos de interacción entre el fotón y los electrones. Primera, que el fotón pase por los electrones del material sin ninguna interacción alguna. Segunda, que el fotón al interactuar con los electrones del material, traslade parte de la energía del fotón al electrón, se le conoce como efecto Compton. Tercera, que el fotón al interactuar con los electrones del material, transmita toda la energía del fotón al electrón, a esto se le conoce como efecto de la fotoemisión. La fotoemisión es la técnica del XPS. La fotoemisión consiste en la irradiación con fotones a los electrones de un material, con una energía superior a la energía de ligadura del electrón en el átomo capaz de sacar el electrón del material. La energía cinética del el electrón que sale con la diferencia de energía entre la

energía del fotón y la energía de ligadura del electrón [34]. La espectroscopia del XPS es la espectroscopia del electrón por medio de un análisis químico, esto incluye la medida de composición elemental, fórmula química, estado químico y un estado electrónico de los elementos con la muestra.

El funcionamiento del XPS es el siguiente, un haz de rayos x es irradiado a una muestra con superficie sólida, la muestra absorbe el fotón de rayos x, entonces el fotoelectrón es emitido por la muestra. La energía cinética y de unión del electrón depende de la energía irradiada en la muestra. El espectro de fotoelectrón es grabado, contando los electrones expulsados sobre los rangos de energía cinética del electrón. La identificación elemental, estado químico y cantidad son identificados con la medición de energía cinética y la intensidad de los picos del espectro del XPS.

3.5.1 Partes de un sistema de XPS

La partes de las que está constituida la espectroscopia del XPS (ver figura 14 [37]) son:

1. Fuente de radiación.
2. Soporte o contenedor de la muestra.
3. Analizador.
4. Detector.
5. Procesador de señal y lectura.

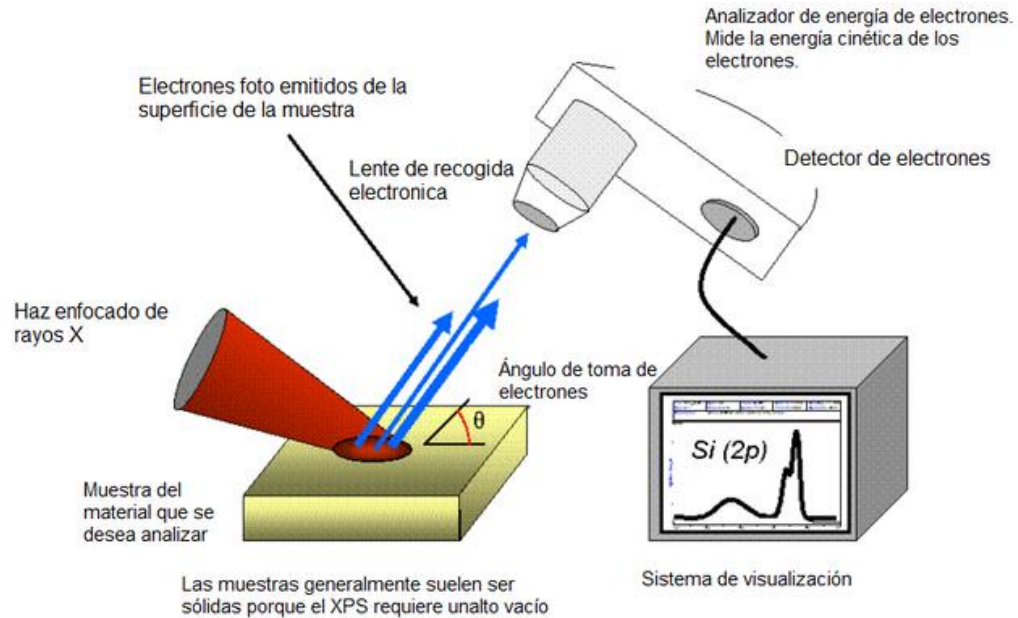


Figura 14 Elementos de la espectroscopia de XPS.

3.6 Espectroscopia de energía dispersada (EDS)

Se basa en la detección de rayos x que emite un material al ser excitado por electrones (ver figura 15 [38]). Los electrones al interactuar con el material estos desprenden electrones de las capas inferiores, al expulsar electrones estos dejan un hueco, que son ocupados posteriormente por electrones por nivel de energía superior. Estos electrones emiten rayos x o luz al cambiar su nivel de energía. Cada elemento tiene diferente intensidad en la cantidad de rayos x que emite el material, debido a esto se puede identificar los elementos de la muestra, ya que cada intensidad de rayos x es característico de cada elemento [34].

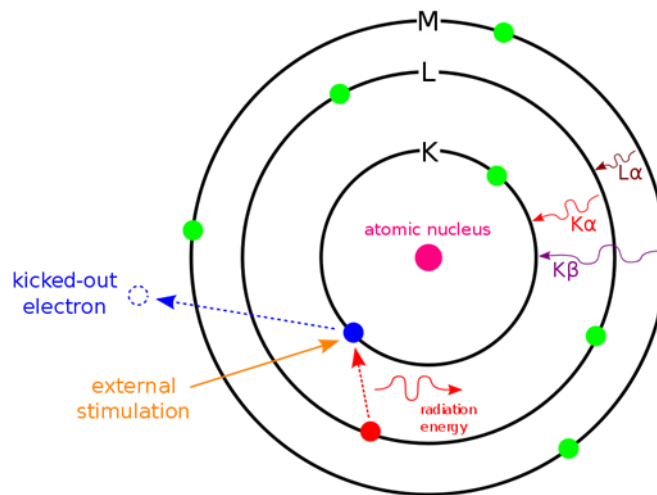


Figura 15 Principio del EDS.

Capítulo 4. Materiales y métodos

Para la síntesis de las nanopartículas de CdTe fue necesario realizar una disolución y una reacción química. Para obtener los iones cadmio fue necesario realizar la disolución de cloruro de cadmio CdCl_2 en agua, mientras que para obtener los iones Te fue necesario realizar una reacción química. Finalmente estas dos partes se mezclaron para obtener las nanopartículas de CdTe. Como fuente de ion cadmio consiste en la obtención del Cd a partir de cloruro de cadmio CdCl_2 y el telurio obtenido a partir de los iones Te^{-2} que se encuentran en un estado de oxidación de -2. Para la obtención de esta reacción, es controlada usando polietilenamina (PEI) como agente acomplejante de los cationes cadmios. Primero se describirá el proceso de elaboración de los iones Te^{-2} en una solución acuosa, y posteriormente describiremos la obtención de los iones Cd^{+2} .

4.1 Elaboración de iones Te^{-2}

En el proceso de obtención de los iones Te^{-2} se sigue un proceso modificado de M. Sotelo-Lerma et al [4] y L. Tschugaeff [15], ver Figura 16. Para esto, se requiere 10ml de H_2O , 40 mg de telurio en polvo (pureza del 99.999%), 8 ml de rongalita a 1 M y 8 ml de NaOH a 2 M son añadidos en un tubo de ensayo en este orden (ver tabla 1). Es importante mantener el tubo de ensayo cerrado. Enseguida, se calienta el tubo en un baño térmico de entre 90-95 °C por 30 minutos, agitando cada 5 minutos la solución, abriendo el tubo para liberar los gases generados en el interior y cerrando de nueva cuenta el tubo de ensayo. Después de preparado los iones Te^{-2} se dejan enfriar con el tubo de ensayo tapado. Conforme va pasando los 30 minutos de preparación se observa el cambio de color de transparente a un color púrpura intenso (ver figura 17). El procedimiento implementado en este estudio tiene las ventajas de no requerir matraz de condensación con reflujo, no requerir control con atmósfera de nitrógeno, no requiere un enfriamiento controlado y se caracteriza por ser iones estables con el tiempo en un lugar cerrado, es decir no se oxidan fácilmente.

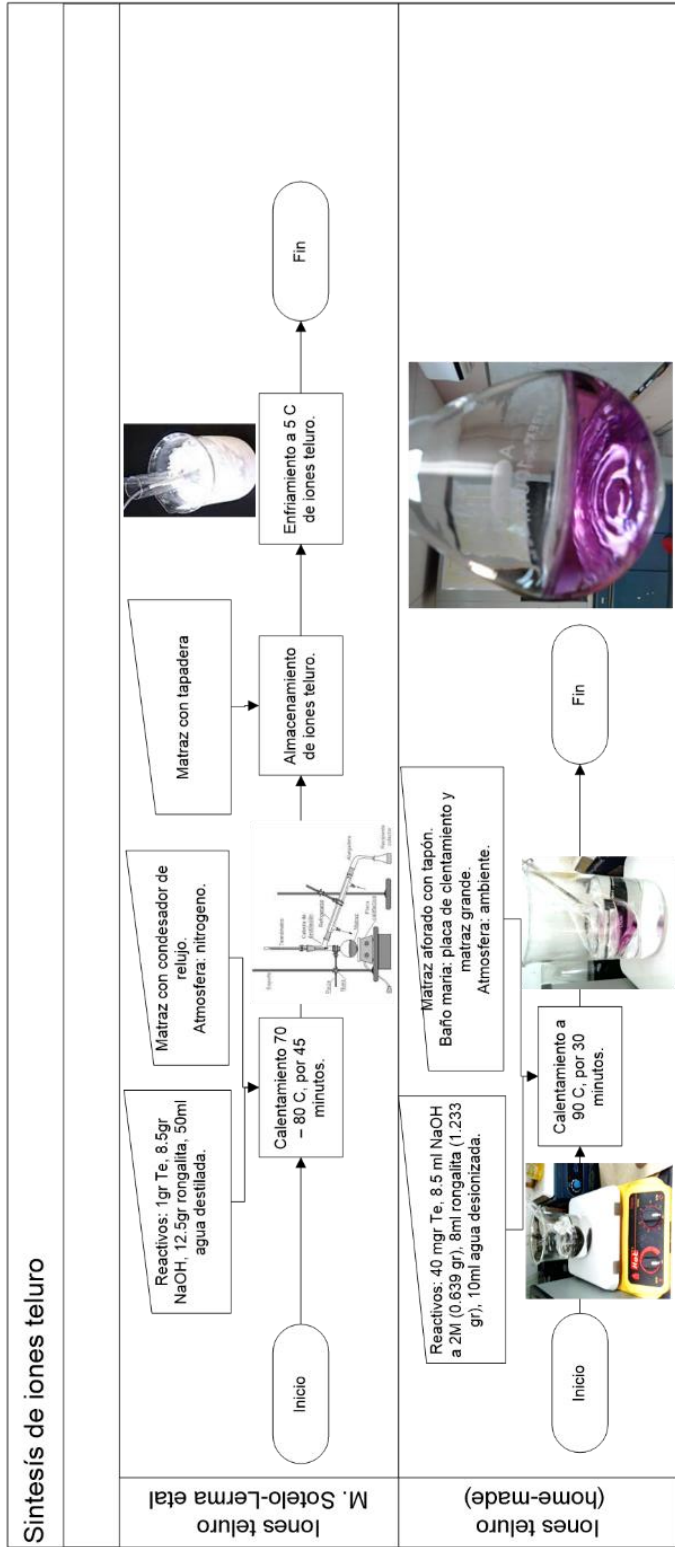


Figura 16 Diagrama de proceso de elaboración de iones telurio.

Tabla 1 Compuestos para la elaboración de iones telurio Te^{2-} .

Compuesto	Concentración	Cantidad
H ₂ O (agua desionizada)		10 ml
Te (Telurio)	99.999 % pureza	40 mg
Na ⁺ HOCH ₂ SO ₂ (Rongalita)	1 M	8 ml
NaOH (Hidróxido de sodio)	2 M	8 ml
	Total	26 ml



Figura 17 Iones Telurio Te^{2-} .

4.2 Elaboración de iones Cd^{2+}

Para el proceso para la obtención de los iones cadmio Cd^{2+} se elaboraron tres diferentes disoluciones C1, C2 y C3 con baja, intermedia y alta concentración de los reactivos respectivamente. El procedimiento es el siguiente, en un tubo de ensayo con capacidad de 50 ml se añaden los reactivos en el orden, molaridad y cantidades siguientes (ver tabla 2): agua desionizada, cloruro de cadmio (CdCl_2) a 0.1 M y polietilenimina (PEI) en concentración de 3.5 ml disueltos en 50 ml de agua desionizada.

Tabla 2 Compuestos para la elaboración de iones cadmio Cd^{2+}

Compuesto	Concentración	C1	C2	C3
H_2O (agua desionizada)		20 ml	18 ml	16 ml
CdCl_2 (cloruro de cadmio)	0.1M	0.5 ml	1.5 ml	2.5 ml
$(\text{C}_2\text{H}_5\text{N})_n$ (polietilenimina PEI)	3.5 ml disueltos en 50ml H_2O	0.25 ml	0.75 ml	1.25 ml
Total Iones Cd^{+2}	Total	20.75 ml	20.25 ml	19.75 ml

4.3 Elaboración de nanopartículas de CdTe

Ahora el paso para elaborar las nanopartículas de CdTe, consiste en agregar los iones telurio Te^{-2} en los iones cadmio Cd^{+2} en el orden y en las cantidades siguientes (ver tabla 3):

Para C1 se agregan 0.25 ml de la solución fuente de iones telurio Te^{-2} en 20.75 ml de la solución fuente de iones cadmio Cd^{+2} . Para C2 se toman 0.75 ml de la solución fuente de iones telurio Te^{-2} y se agregan en 20.25 ml de la solución fuente de iones cadmio Cd^{+2} . Por último, para C3 se agregan 1.25 ml de la solución fuente de iones telurio Te^{-2} en 19.75 ml de iones cadmio Cd^{+2} . Después de esto todas las muestras son cerradas en el tubo de ensayo y son puestas en baño ultrasónico por 10 minutos. La figura 18 muestra las nanopartículas de

CdTe de izquierda a derecha de C1, C2 y C3, donde se ve un cambio de color relacionado con el incremento del tamaño de la nanopartícula y una disminución de la banda prohibida. En la Figura 19 se muestra el diagrama de flujo completo de elaboración de nanopartículas de CdTe.

Tabla 3 Nanopartículas C1 C2 C3 de CdTe.

Compuesto	C1	C2	C3
Total Iones Cd ⁺²	20.75 ml	20.25 ml	19.75 ml
Iones Te ⁻²	0.25 ml	0.75 ml	1.25 ml
Total	21 ml	21 ml	21 ml



Figura 18 Nanopartículas de CdTe C1, C2 y C3.

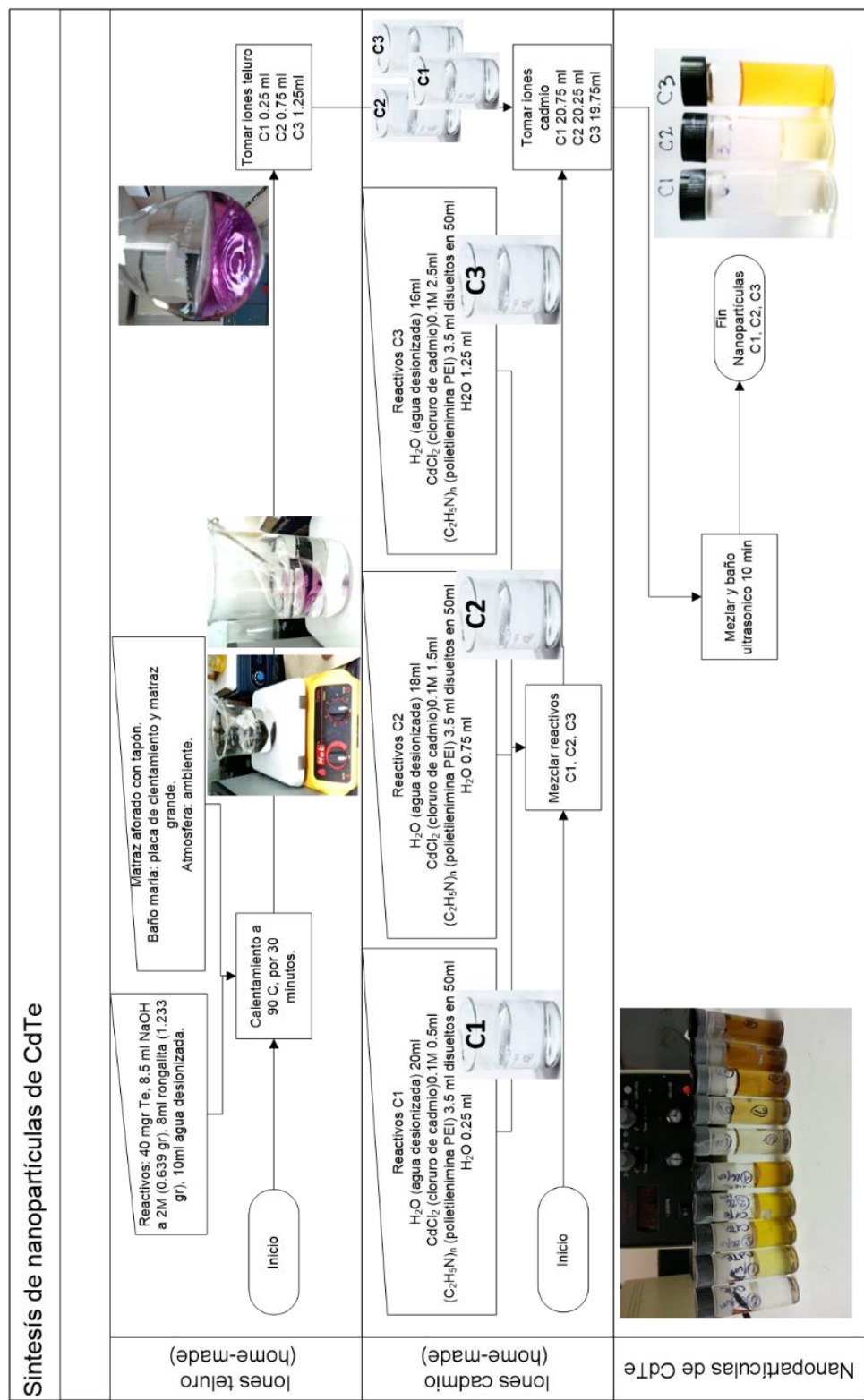
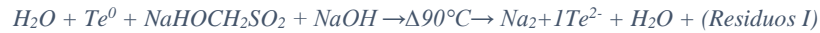


Figura 19 Diagrama de flujo de elaboración de nanopartículas de CdTe.

4.4 Mecanismo de reacción

Se describe el mecanismo de reacción para la obtención de la fuente calcogena, es decir iones telurio con estado de oxidación de 2-.

Reacción 1: Iones Te^{2-}

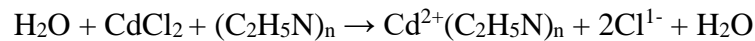


Ecuación 3

Donde ($\text{NaHOCH}_2\text{SO}_2$) rongalita, (NaOH) hidróxido de sodio, (H_2O) agua

En la segunda parte de la reacción el agente acomplejante PEI al Cd formando el ion $\text{Cd}^{2+}(\text{C}_2\text{H}_5\text{N})_n$.

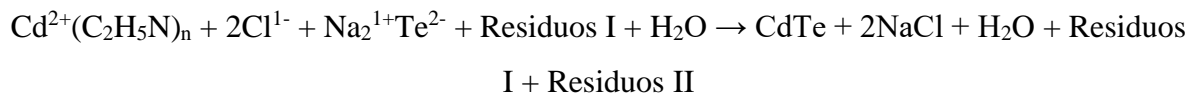
Reacción 2: Iones Cd^{2+}



Ecuación 4

En la tercera parte de la reacción se añade los iones Te^{2-} reaccionan controladamente con el cadmio acomplejado, $\text{Cd}^{2+}(\text{C}_2\text{H}_5\text{N})_n$, para formar el CdTe.

Reacción 3: nanopartículas de CdTe



Ecuación 5

Donde $(\text{C}_2\text{H}_5\text{N})_n$ es polietilenimina (PEI).

4.5 Elaboración de CdTe en bulto

Para la obtención del CdTe en bulto se requiere: obtención de iones telurio, ver en la sección 4.1 donde se obtuvieron 26 ml de iones Te^{2-} como fuente de iones telurio, y también se requiere obtener una disolución de 6.5 ml de CdCl_2 a una concentración de 0.05 M como fuente de iones cadmio, ver la tabla 4 de los compuestos para elaborar el CdTe en bulto. El procedimiento para obtención es: en el matraz que contiene los iones Te^{2-} se agregan los 6.5 ml CdCl_2 como fuente de iones Cd^{2+} . En la figura 20 se ve el proceso de elaboración del CdTe en bulto.

Tabla 4 Compuestos para elaborar CdTe en bulto

Compuesto	Concentración	Cantidad
Iones Te^{2-}		26 ml
CdCl_2 (cloruro de cadmio)	0.05 M	6.5 ml
Total reacción		32.5 ml

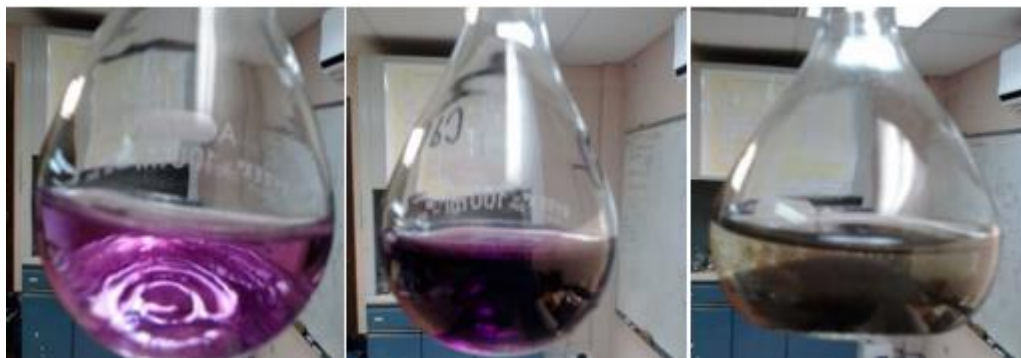


Figura 20 Elaboración de CdTe en bulto

Una vez elaborado el CdTe, el paso siguiente fue que por medio de una pipeta se extrae el CdTe, el cual es el material precipitado del matraz y se pone a secar en caja Petri. En la figura 21 se visualiza del CdTe en bulto puesto a secar en caja Petri. Una vez seco el CdTe se coloca en un mortero y se tritura para obtener el polvo.



Figura 21 CdTe en bulto puesto a seca en caja Petri.

4.6 Obtención de una película delgada de CdTe por serigrafía.

Con el CdTe en polvo que se obtuvo, se preparó una película delgada por medio de la técnica de serigrafía tal como lo reporta Flores Acosta en su tesis[39], sobre un sustrato de vidrio. Los compuestos utilizados para la elaboración de la película delgada de CdTe por medio de la técnica de serigrafía son: CdTe en bulto elaborado, propilen glicol $C_3H_8O_2$, cloruro de zinc $ZnCl_2$, como se puede ver en la Tabla 5. El procedimiento para la elaboración es el siguiente: en un vaso de precipitados se agrega 2.1 gr de CdTe elaborado, 1ml de propilen glicol $C_3H_8O_2$ y 0.5 ml de cloruro de zinc $ZnCl_2$. El material se mezcla hasta alcanzar una mezcla homogénea pastosa. Una vez obtenida la mezcla homogénea esta se esparce mediante la técnica de serigrafía sobre el sustrato de vidrio. Una vez obtenida la película delgada en el sustrato de vidrio se pone a secar con un tratamiento térmico de 15 minutos a una temperatura de 200 °C. Esperamos a que termine el tratamiento térmico y que la película de CdTe alcance la temperatura ambiente para poder sacar la muestra del horno. En la figura 22 se visualiza CdTe aplicado con la técnica de serigrafía sobre un sustrato de vidrio.

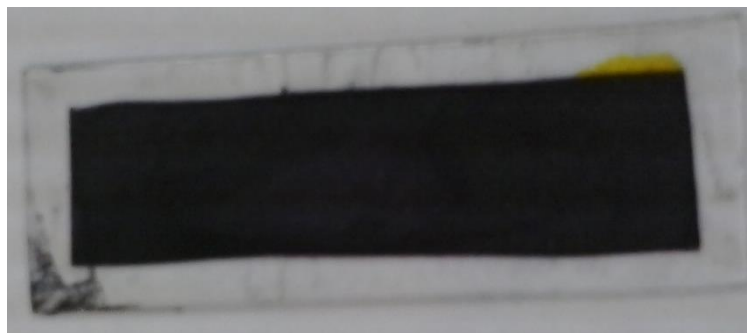


Figura 22 CdTe aplicado con la técnica de serigrafía.

Tabla 5 Compuestos para elaborar películas de CdTe por medio de la técnica de serigrafía.

Compuesto	Concentración	Cantidad
CdTe polvo en bulto elaborados		2.1 gr
Propilen glicol C ₃ H ₈ O ₂		1 ml
Cloruro de zinc ZnCl ₂	0.5 M	0.5 ml
Total		1.5 ml

4.7 Aplicación de las películas de CdTe por serigrafía: celda solar heteroestructurada.

Una aplicación del CdTe sintetizado y depositado en forma de película delgada por medio de la técnica de serigrafía fue el realizar una celda solar heteroestructurada, empleando al CdTe como capa absorbente tipo p y al CdS como capa ventana y semiconductor tipo n. La configuración de la celda es: vidrio/ITO/CdS/CdTe/Ag. En la figura 23, se ve el esquema de la celda solar.

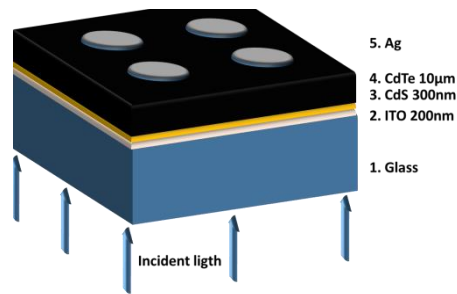


Figura 23 Esquema de celda solar tipo vidrio/ITO/CdS/CdTe/Ag

En la figura 24 se muestran imágenes, de las diferentes etapas de elaboración de la celda solar experimental. En la parte a) se observa el CdS [40] depositado en sustrato de vidrio recubierto con ITO, el cual funciona como electrodo transparente. En la imagen b) se observa la película delgada de CdTe depositada sobre el CdS. En la imagen c) se muestra imágenes del contacto posterior (Ag, de la celda) y finalmente en la imagen d) se observa la imagen donde incide la luz sobre la celda.

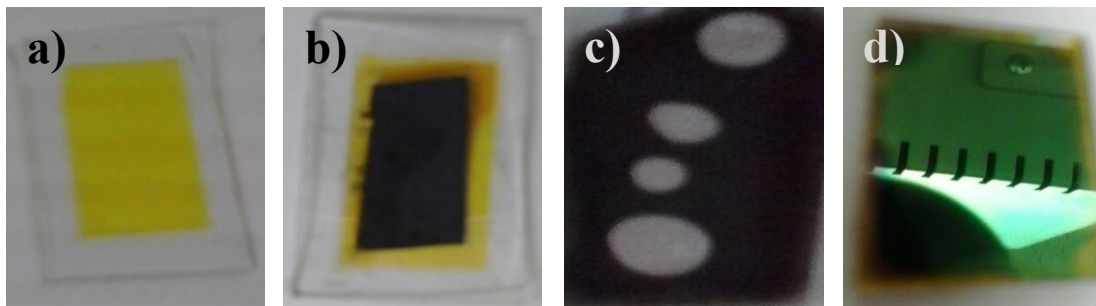


Figura 24 Celda solar vidrio/ITO/CdS/CdTe/Ag a) ITO/CdS, b) ITO/CdS/CdTe, c) ITO/CdS/CdTe/Ag y d) vista frontal de la celda.

Capítulo 5. Resultados

En este capítulo se presentan los resultados obtenidos mediante las diferentes técnicas de caracterización utilizadas para identificar las diferentes propiedades ópticas, morfológicas, estructurales y eléctricas de los materiales que aquí fueron desarrollados.

5.1 Caracterización fundamental de nanopartículas de CdTe

A continuación, se presentan los resultados de caracterización de las nanopartículas de CdTe.

5.1.1 Espectroscopia UV-Vis

Las muestras fueron analizadas por un espectrofotómetro del fabricante Agilent Technologies del modelo Cary 40. En la figura 25 se muestran los bordes de absorción de las nanopartículas C1, C2 y C3 los cuales se encuentra en 404.02 nm, 427.99 nm y 452.66 nm, respectivamente. El borde de absorción muestra las transiciones electrónicas que ocurren en el material de la banda de valencia a la banda de conducción. Para C1 el borde de absorción es $\lambda=404.02$ nm, para C2 el borde de absorción está en $\lambda=427.99$ nm y para C3 el borde de absorción está en $\lambda=452.66$, estos valores determinan un desplazamiento del azul hacia el rojo, el cambio en el espectro se debe a una disminución del tamaño de grano.

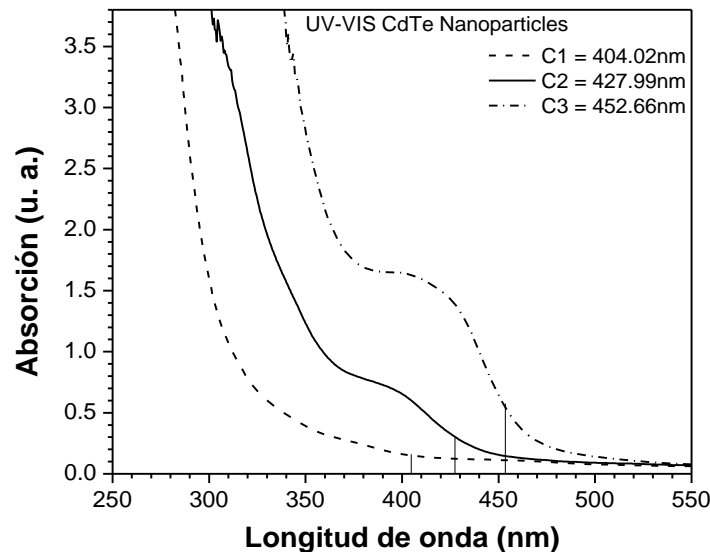


Figura 25 Bandas de absorción del CdTe en C1, C2 y C3.

Existen diferentes métodos para el cálculo de la banda prohibida de un semiconductor, uno de los más interesantes es el método de Tauc[41], el cual se usa para calcular la banda prohibida directa. Las transiciones electrónicas de la banda de conducción a la banda de valencia de las muestras sintetizadas son mostradas en figura 26 (C1), la figura 27 (C2) y figura 28 (C3). En el eje de las abscisas se grafica la energía en unidades de eV, y en el eje de las ordenadas se grafica el cuadrado del producto de cada una de las energías por la absorción con unidades de (eV/cm)². La banda prohibida directa (E_g) se obtiene de la extrapolación a cero de (αhν)², del primer segmento curvilíneo de la gráfica como se muestran en la figura 29.

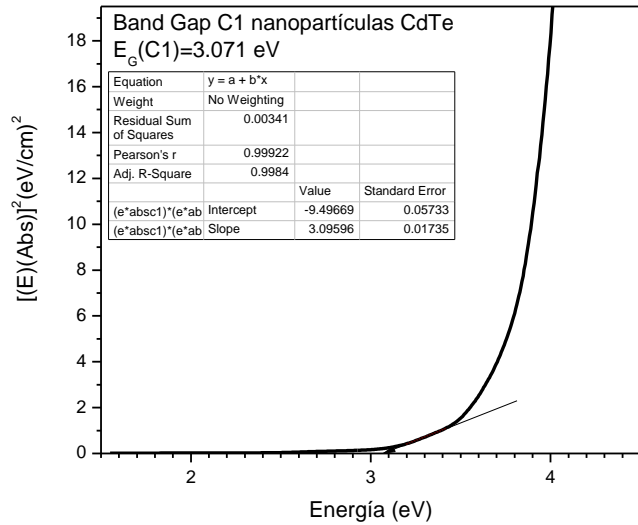


Figura 26 Banda prohibida de la muestra CdTe C1.

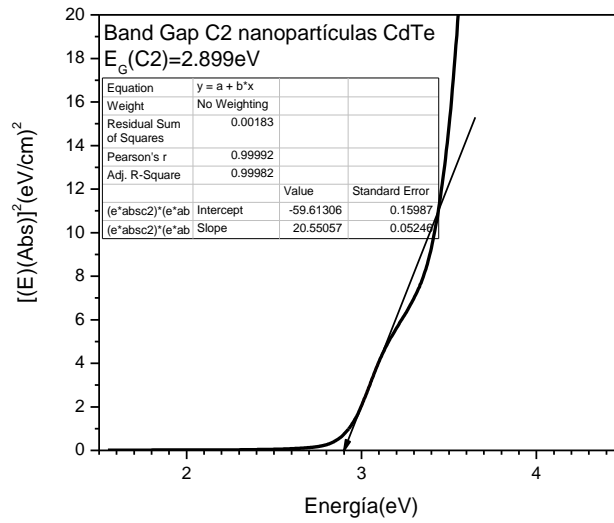


Figura 27 Banda prohibida de la muestra CdTe para C2.

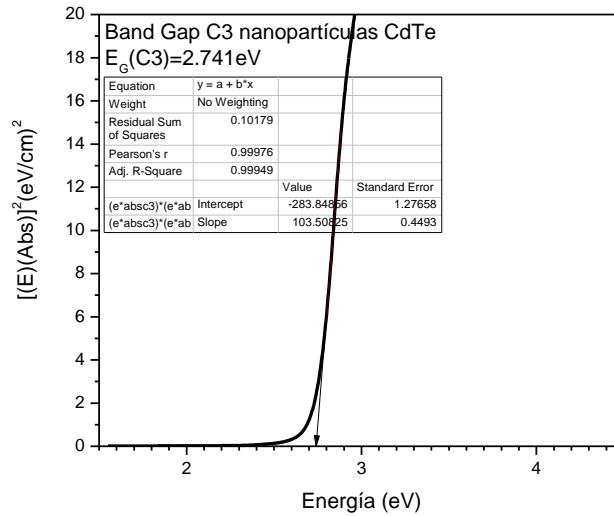


Figura 28 Banda prohibida de la muestra CdTe para C3.

En la figura 29 observamos un comparativo de banda prohibida para C1, C2 y C3. Se observa una mayor banda prohibida para C1, la mayor de todas, para C2 se observa y C3 mostró la menor banda prohibida de las tres muestras.

La banda prohibida directa obtenida de las muestras de menor a mayor concentración de reactivos, C1, C2 y C3 respectivamente, fue: $E_g(C1) = 3.071$ eV, $E_g(C2) = 2.899$ eV y $E_g(C3) = 2.741$ eV. Este incremento de banda prohibida se relaciona a una reducción en el tamaño de la nanopartícula, lo cual implica un corrimiento del espectro de absorción en el espectro del rojo al azul (banda prohibida en bulto 1.5 eV del CdTe [32]). Viki Kloper et al [42] reporta propiedades ópticas de CdTe de puntos cuánticos (QDs) con banda prohibida directa de 2.31 eV a 1.98 eV mientras que G. L. Tan et al [43] reportan cristales de CdTe con banda prohibida directa de 1.47 eV (bulk) a 4.71 eV.

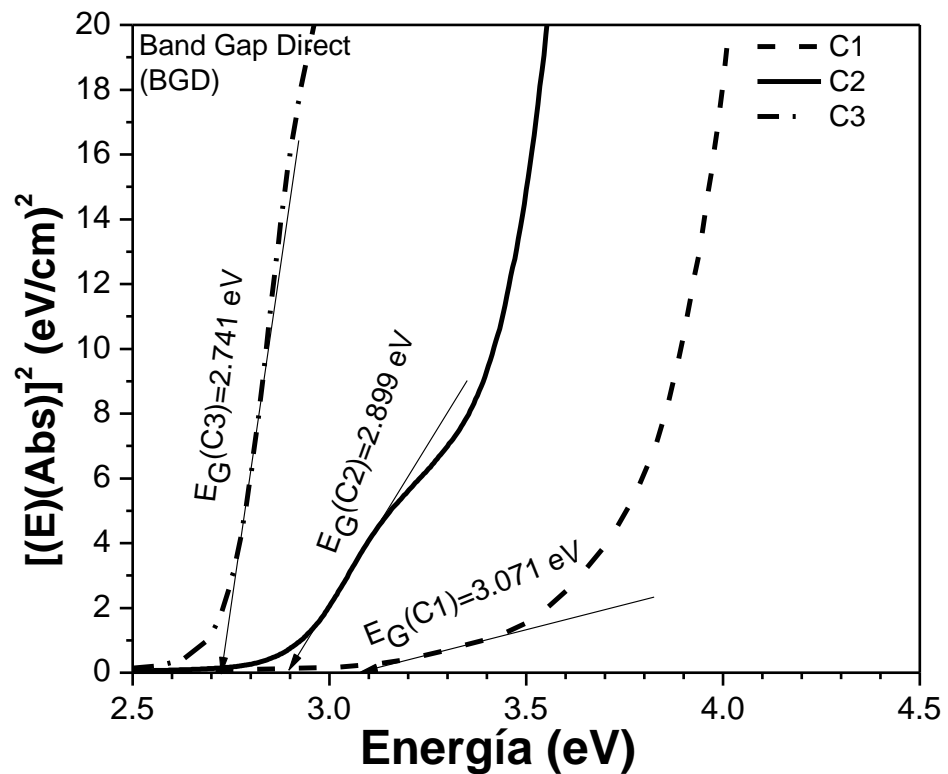


Figura 29 Banda prohibida del CdTe en C1, C2 y C3.

5.1.2 Microscopía electrónica de transmisión TEM

Las muestras fueron observadas usando un microscopio electrónico de transmisión JEOL JEM 2010F, microscopio electrónico de transmisión, operando con un voltaje de aceleración de 200 kV. Para C1 se observa en la figura 30 a) La microscopía electrónica de transmisión de alta resolución (HR-TEM), la cual muestra la distribución de las nanopartículas, en la figura 30 b) se muestra una imagen de HR-TEM muestra imagen con una escala de trabajo de 10 nm, de la cual se puede determinar un tamaño aproximado de nanopartícula de 6.11 nm. Esta imagen de alta resolución fue usada para la obtención de la figura 30 c) transformada rápida de Fourier (FFT) y con ella se calcularon las distancias recíprocas de los planos atómicos, con la cual se encontraron, con la cual se encontraron los índices de Miller correspondientes a las nanopartículas de CdTe.

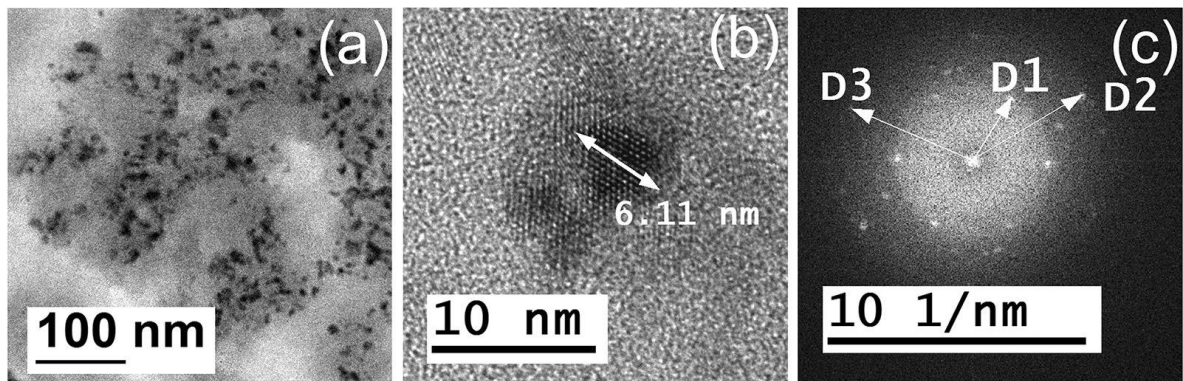


Figura 30 Micrografía CdTe a) escala de 100nm, b) escala 10 nm y c)FFT de C1.

En la tabla 6 se muestra los índices de Miller identificados. Los resultados identifican al CdTe con una estructura hexagonal, identificado con la difracción y caracterización del material (PDF "powder diffraction and structural characterization of material") de PDF#19-0193.

Tabla 6 Distancias FFT y los índices de Miller para C1.

Distancia	Medida (Å)	PDF#19-0193	(h k l)
$d_1=1/D_1$	3.52	3.52	1 0 1
$d_2=1/D_2$	2.02	1.995	2 0 0
$d_3=1/D_3$	1.925	1.919	2 0 1

Para C2 las imágenes de TEM son mostradas en la figura 31 a) la imagen HR-TEM muestra la distribución de las nanopartículas, en la figura 31 b) la imagen HR-TEM con escala de trabajo de 10 nm muestra un tamaño de nanopartícula aproximadamente de 5.63 nm, la cual fue usada para la obtención de figura 31 4c) de transformada rápida de Fourier (FFT) y con ella se calcularon las distancias recíprocas de los planos atómicos con la cual se encontraron los correspondientes índices de Miller de las nanopartículas de CdTe.

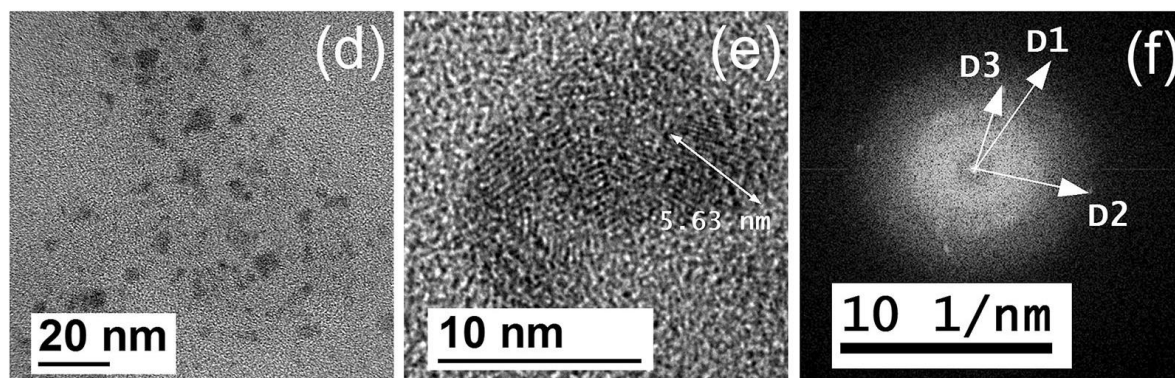


Figura 31 Micrografía CdTe d) escala de 20 nm, e) escala de 10 nm y f)FFT de C2.

En la tabla 6 se muestra los índices de Miller identificados para C2, los resultados identifican al CdTe con una estructura hexagonal identificado con el PDF#82-0474.

Tabla 7 Distancias FFT y los índices de Miller para C2.

Distancia	Medida (Å)	PDF#82-0474	(h k l)
$d_1=1/D_1$	1.813	1.8165	1 1 3
$d_2=1/D_2$	2.496	2.5134	0 1 3
$d_3=1/D_3$	1.596	1.5504	1 0 6

Para la muestra C3 se ve en la figura 32 a) una imagen del TEM con una escala de trabajo de 20 nm que sirve para identificar la distribución de las nanopartículas inmersas en el agente acomplejante PEI en la muestra C3. La figura 32 b) de una micrografía HR-TEM con una escala de trabajo de 5 nm, presenta un tamaño de nanopartícula aproximado de 9.76 nm. Usando la figura 32 b) se calcula la transformada rápida de Fourier y se obtiene la figura 32 c). Con el recíproco de las medidas de la transformada rápida de Fourier se identifican los índices de Miller.

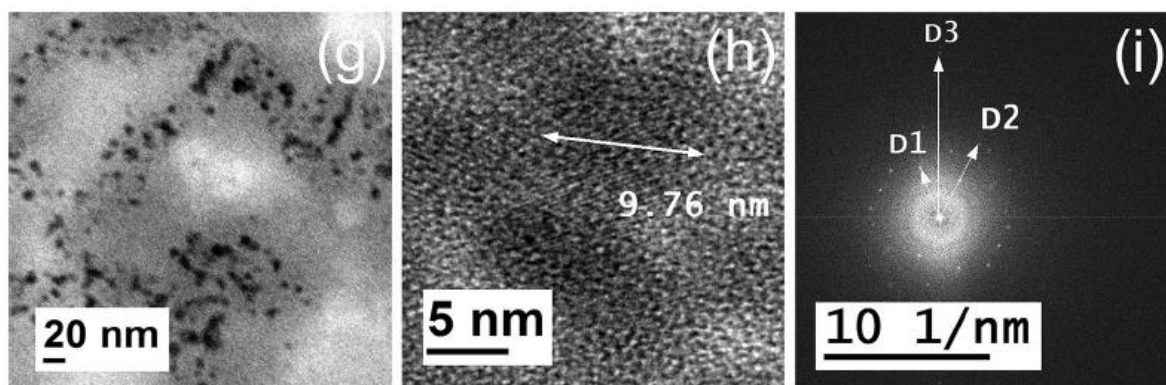


Figura 32 Micrografía CdTe g) escala de 20 nm, h) escala de 10 nm y i)FFT de C3.

La tabla 8 muestra los índices de Miller de C3 y el PDF#65-6662 de CdTe con estructura hexagonal cristalina.

Tabla 8 Distancias FFT y los índices de Miller para C3.

Distance	Measured (Å)	PDF#65-6662	(h k l)
d1=1/D1	3.05	3.032	0 0 1
d2=1/D2	1.93	1.919	1 0 0
d3=1/D3	1.00	1.008	1 0 3

5.1.3 Tamaño de nanopartícula de CdTe

Se calculó el tamaño promedio de nanopartículas para cada muestra C1, C2 y C3. Para el estudio se tomó una micrografía de cada muestra, se midieron 50 nanopartículas de cada muestra y se determinó el tamaño promedio para cada muestra.

Para C1 se tomó la micrografía de la figura 33 donde podemos ver la medición del tamaño de cada una de las nanopartículas.

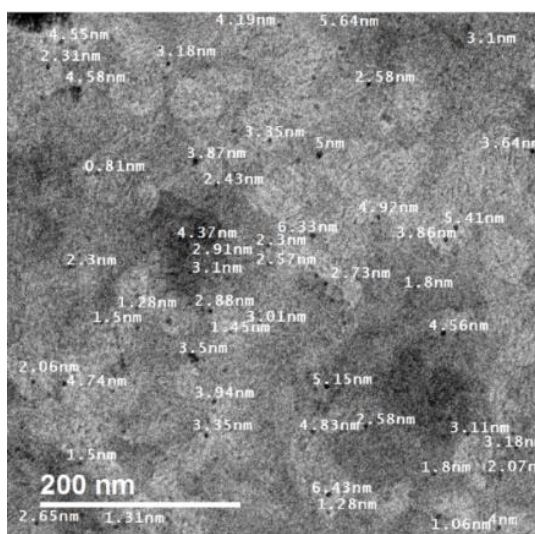


Figura 33 Micrografía C1 tamaño de nanopartículas.

Para C2 se tomó la micrografía de la figura 34, donde podemos ver las nanopartículas y la medición del tamaño correspondiente a cada una de ellas.

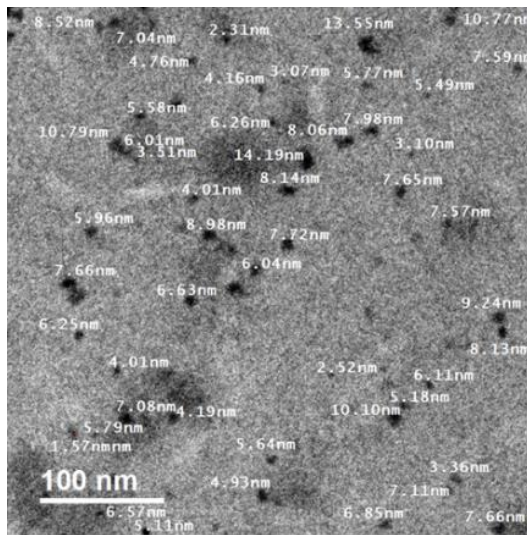


Figura 34 Micrografía C2 tamaño de nanopartículas.

En la figura 35 se visualizan las nanopartículas y el tamaño correspondiente de C3.

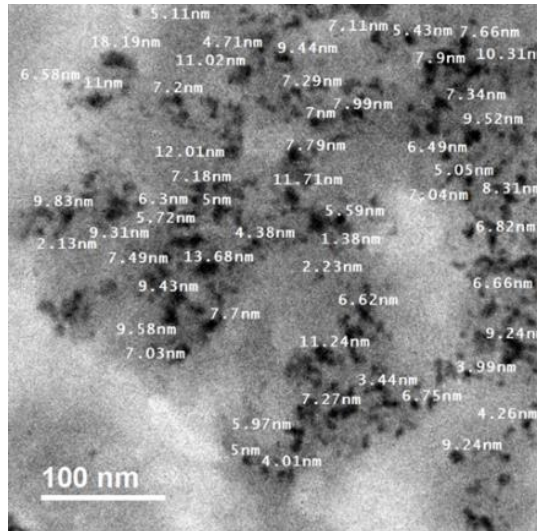


Figura 35 Micrografía C3 tamaño de nanopartículas

En la figura 36 se ve el histograma del tamaño de cristales de C1, C2 y C3. El tamaño promedio para cada muestra es: C1 = 3.23 nm, C2 = 6.46 nm and C3 = 7.73 nm. Para la medición del tamaño de nanopartícula se usaron las micrografías obtenidas del TEM y con

el uso del DigitalMicrograph GATAN software se midieron las 50 nanopartículas y se calculó el tamaño promedio para C1, C2 y C3.

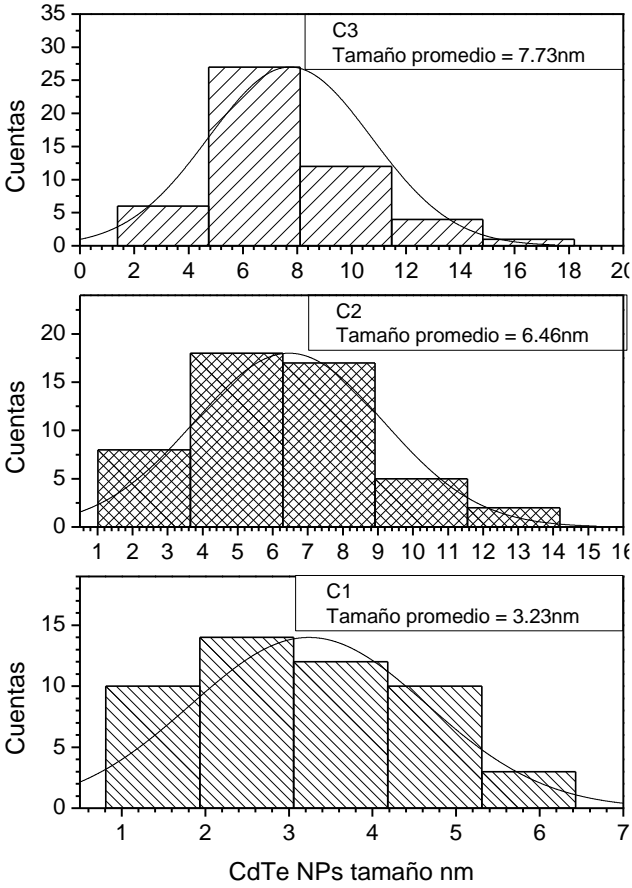


Figura 36 Histograma de tamaño de nanopartículas para las muestras de CdTe C1, C2 y C3.

Con la ecuación de Brus se despejó el radio y se hicieron los cálculos para cada muestra, ver ecuación 6.

$$R = \frac{\frac{-1.8 e^2}{4\pi\epsilon_0\epsilon_r} \pm \sqrt{\left(\frac{1.8 e^2}{4\pi\epsilon_0\epsilon_r}\right)^2 + \frac{h^2(Eg_n - Eg_b)}{2} \left(\frac{1}{m_e} + \frac{1}{m_h}\right)}}{2(Eg_n - Eg_b)}$$

Ecuación 6 ecuación de Brus despejando R.

El resultado para el cálculo del radio con la ecuación de Brus para C1, C2, y C3 se puede ver en la tabla 9, donde podemos ver el radio y diámetro calculado a partir de la ecuación de Brus, y también podemos ver el diámetro obtenido mediante la micrografía del TEM.

Tabla 9 Calculo de radio y diámetro con la ecuación de Brus comparado con el diámetro obtenido con las micrografías del TEM.

Nanopartícula	R Brus	D Brus	D (TEM)
C1	1.691 nm	3.38 nm	3.23 nm
C2	1.791 nm	3.58 nm	6.46 nm
C3	1.902 nm	3.80 nm	7.73 nm

5.1.4 Caracterización por EDS

Para realizar la caracterización de espectroscopía de dispersión de energías, las nanopartículas suspendidas en un medio acuoso fueron depositadas en una rejilla para TEM, de oro recubierta con carbono, los elementos residuales se encuentran justificados en el medio de suspensión de las nanopartículas de CdTe, de acuerdo con los compuestos precursores utilizados en la síntesis. A continuación, se presentan los resultados del EDS para las tres muestras C1, C2 y C3.

5.1.4.1 Para C1

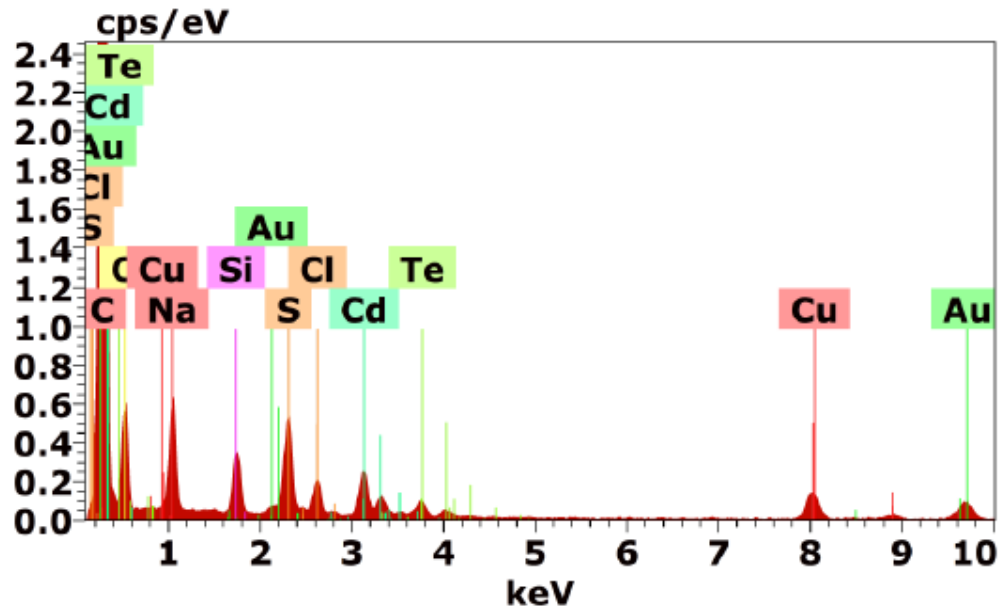


Figura 37 EDS, elementos presentes en C1.

Tabla 10 Elementos presentes en muestra C1 preparada para TEM-EDS.

Spectrum: FeNiC 2022

El	AN	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error (1 Sigma) [wt.%]
O	8	K-series	22.54	22.54	42.62	0.76
Na	11	K-series	13.77	13.77	18.12	0.47
S	16	K-series	16.13	16.13	15.22	0.54
Si	14	K-series	9.51	9.51	10.24	0.17
Cd	48	K-series	22.42	22.42	6.03	1.28
Cl	17	K-series	6.60	6.60	5.63	0.26
Te	52	K-series	9.03	9.03	2.14	1.06
C	6	K-series	0.00	0.00	0.00	0.00
Cu	29	K-series	0.00	0.00	0.00	0.00
Au	79	L-series	0.00	0.00	0.00	0.00
Total:			100.00	100.00	100.00	

5.1.4.2 Para C2

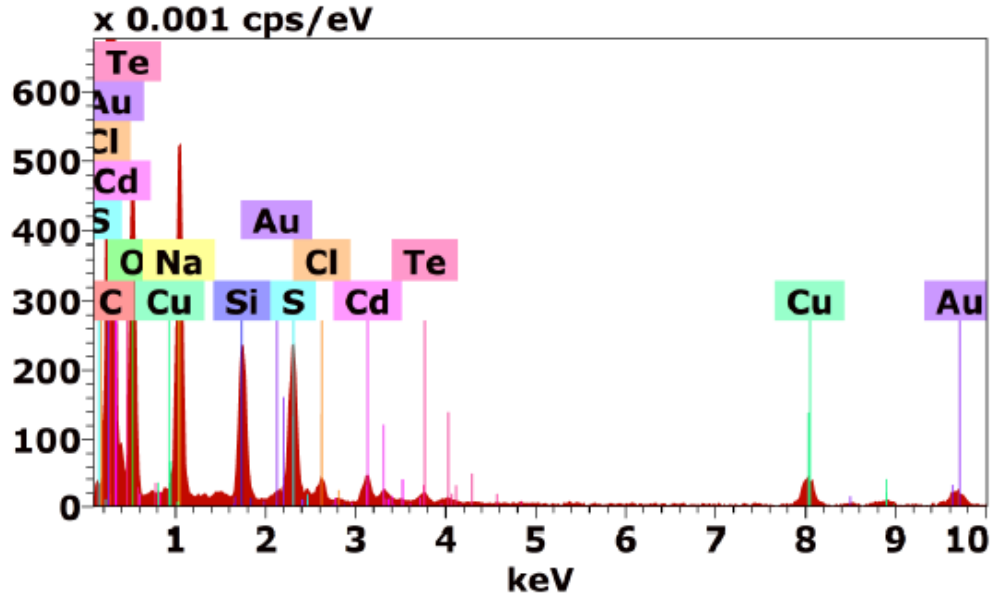


Figura 38 EDS, elementos presentes en C2.

Tabla 11 Elementos presentes en muestra C2 preparada para TEM-EDS.

Spectrum: FeNiC 2003

El	AN	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error (1 Sigma) [wt.%]
O	8	K-series	37.05	37.05	52.82	1.23
Na	11	K-series	23.64	23.64	23.45	0.78
Si	14	K-series	12.78	12.78	10.38	0.23
S	16	K-series	13.84	13.84	9.85	0.49
Cd	48	K-series	7.59	7.59	1.54	0.82
Cl	17	K-series	2.26	2.26	1.46	0.13
Te	52	K-series	2.83	2.83	0.51	0.72
C	6	K-series	0.00	0.00	0.00	0.00
Cu	29	K-series	0.00	0.00	0.00	0.00
Au	79	L-series	0.00	0.00	0.00	0.00
Total:			100.00	100.00	100.00	

5.1.4.3 Para C3

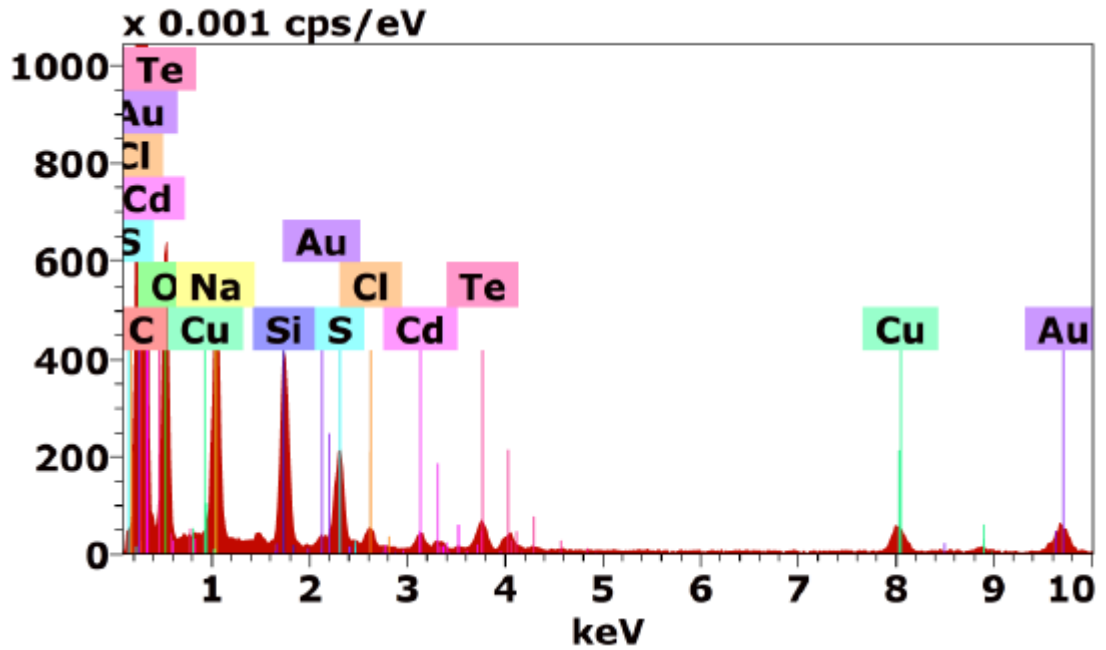


Figura 39 EDS, elementos presentes en C3.

Tabla 12 Elementos presentes en muestra C3 preparada para TEM-EDS.

Spectrum: FeNiC 2004

El	AN	Series	unn. C [wt.%]	norm. C [wt.%]	Atom. C [at.%]	Error (1 Sigma) [wt.%]
O	8	K-series	36.60	36.60	54.36	1.20
Na	11	K-series	19.62	19.62	20.28	0.65
Si	14	K-series	16.60	16.60	14.04	0.23
S	16	K-series	9.23	9.23	6.84	0.34
Te	52	K-series	12.34	12.34	2.30	1.35
Cl	17	K-series	2.15	2.15	1.44	0.12
Cd	48	K-series	3.47	3.47	0.73	0.49
C	6	K-series	0.00	0.00	0.00	0.00
Cu	29	K-series	0.00	0.00	0.00	0.00
Au	79	L-series	0.00	0.00	0.00	0.00
Total:			100.00	100.00	100.00	

Los porcentajes atómicos obtenidos por la caracterización por EDS, se muestran en la tabla 13, de la cual observamos la presencia de Cd y Te en las nanopartículas. La proporción atómica de Cd y Te es diferente en las tres muestras. Se infiere por lo tanto que además de la formación de CdTe, también hay otros compuestos formándose, debido de que el medio de formación es una solución acuosa, con diferentes reactivos.

Tabla 13 Porcentajes en peso de cadmio y de telurio, medidos por a EDS relacionados con la formación de las nanopartículas para las tres distintas concentraciones C1, C2 y C3.

	C1 % peso	C2 % peso	C3 % peso
Cd	22.42	7.59	3.47
Te	9.03	2.83	12.34

5.1.5 Análisis de XPS

La formación de las nanopartículas de CdTe se confirmó mediante un análisis de XPS. En la Figura 40 presenta el XPS general de cada muestra C1, C2 y C3. Los espectros XPS fueron calibrados tomando el pico del C1s en 284.6 eV. La presencia del C1s, O1s es debido a la contaminación atmosférica y a que algunos de los reactivos utilizados en el proceso de síntesis también poseen C y O en sus fórmulas como lo son: PEI (C₂H₅N)_n, rongalita (Na⁺HOCH₂SO₂), hidróxido de sodio (NaOH) y agua desionizada (H₂O). Los picos de N 1s, se debe al agente acomplejante PEI (C₂H₅N)_n, los picos Na 1s, se debe a la rongalita (Na⁺HOCH₂SO₂) y al hidróxido de sodio (NaOH) usada para la obtención de los iones Te²⁻ respectivamente.

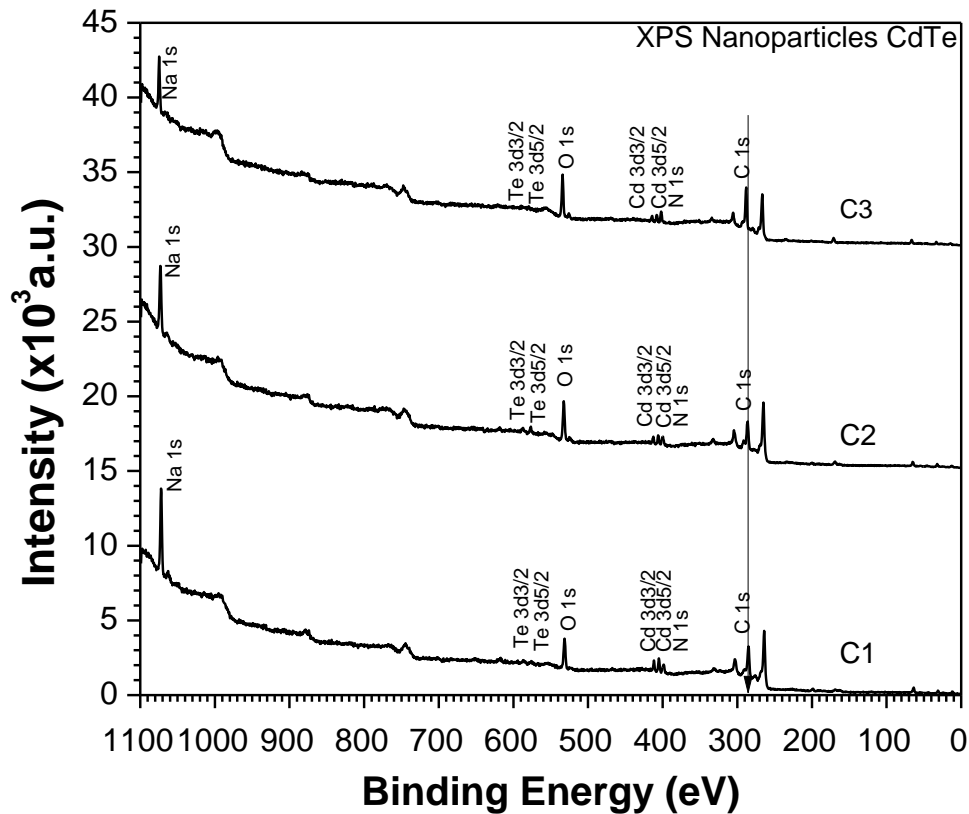


Figura 40 XPS general de nanopartículas CdTe para C1, C2 y C3.

5.1.5.1 XPS para C1

Para la muestra C1 el espectro XPS de alta resolución (HR-XPS) para el Cd 3d y el Te 3d se observa en la Figura 41. En la Figura 41 a) se visualiza el doblete del Cd 3d con Cd 3d_{5/2} y 3d_{3/2}, con las bandas de energía de 404.49 y 411.2 eV respectivamente, con un doblete de separación de $\Delta=6.71$ eV. Con el orbital 3d_{3/2} 404.49 eV se relaciona con el CdTe de acuerdo al Handbook of X-ray photoelectron spectroscopy [44] y al 404.8 eV reportado por Yuanfang Liu et al [45].

En Figura 41 b) se muestran dos dobletes electrónicos del orbital electrónico Te 3d. El primer doblete electrónico con bandas de energía 573.46 eV para Te 3d_{5/2} y 583.33 eV para Te 3d_{3/2} con una separación del doblete de $\Delta=9.87$ eV y los satélites del Te. El segundo set de picos

con las bandas de energía de 575.87 eV para Te 3d_{5/2} y el 586.06 eV para Te 3d_{3/2} con el doblete de separación de $\Delta=10.19$ eV, está relacionado con la parte oxidada del Te metálico, con el pico de energía del 575.87 eV Te 3d_{5/2} se identifica TeO₂ de acuerdo al Handbook of X-ray photoelectron spectroscopy [44].

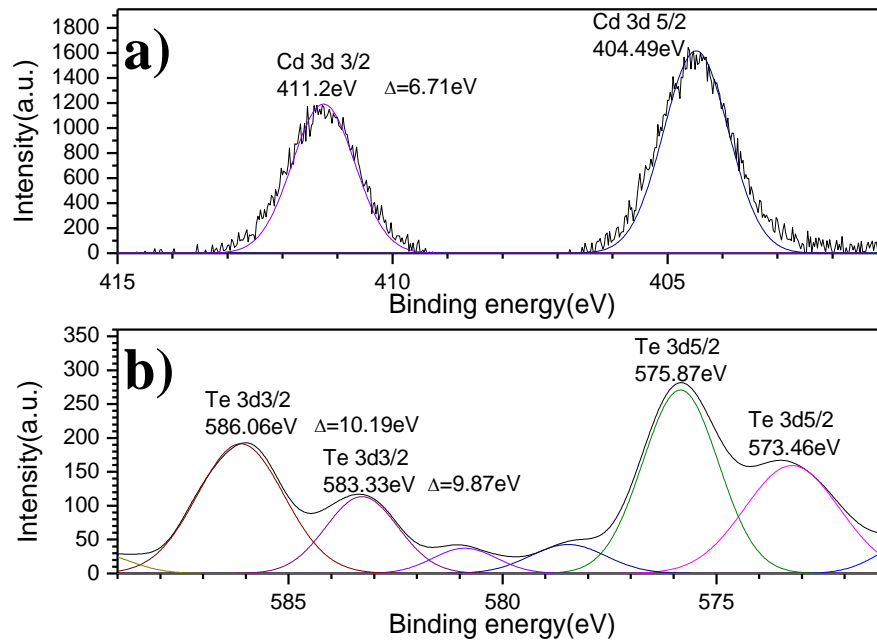


Figura 41 HR-XPS y deconvolución de nanopartículas C1 para a) Cd 3d y b) Te 3d.

5.1.5.2 XPS para C2

En la Figura 42 se muestra el espectro multiplex de Cd 3d y Te 3d de la muestra C2 de las nanopartículas de CdTe. En la Figura 42 a) se visualiza el doblete energético de 404.22 eV y 411.01 eV, para Cd 3d_{5/2} y para 3d_{3/2}, respectivamente, con el doblete de separación de $\Delta=6.79$ eV. Estos resultados se relacionan con el CdTe de acuerdo al Handbook of x-ray photonelectron spectroscopy [44] y a los dobletes reportados por Yuanfang Liu et al [45]. En Figura 42 b) se identifican dos pares de picos y los satélites del Te. El primer doblete está relacionado con la parte no oxidada del Te con picos de energía de 572.72 eV y 583.27 eV respectivamente y con doblete de separación de $\Delta=10.55$ eV, con estos picos de energía se relacionan con el CdTe de acuerdo al Handbook of x-ray photoelectron spectroscopy [44] y

a lo reportado por Yuanfang Liu et al [45]. El segundo doblete Te 3d_{5/2} y Te 3d_{3/2} con bandas de energía de 575.29 eV y 585.74 eV respectivamente y doblete de separación de $\Delta=10.45$, se relaciona con el TeO₂ de acuerdo al Handbook of X-ray photoelectron spectroscopy [44].

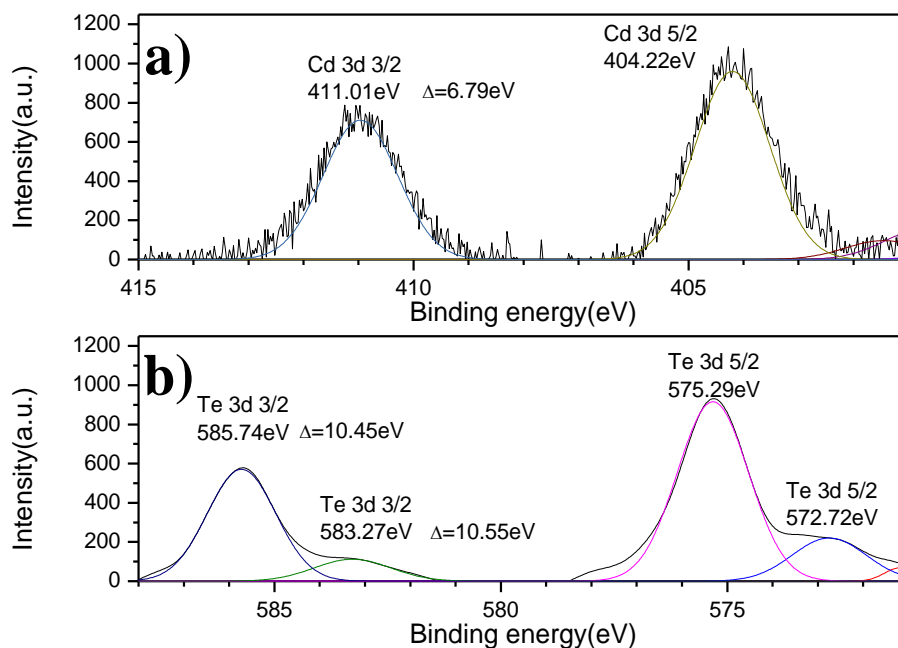


Figura 42 HR-XPS y deconvolución de nanopartículas C2 para a) Cd 3d y b) Te 3d.

5.1.5.3 XPS para C3

El XPS de la muestra C3 de nanopartículas de CdTe del espectro de Cd 3d y Te 3d se muestra en la Figura 43. Primero la Figura 43 a) son del Cd 3d_{5/2} y Cd 3d_{3/2} con picos de energía en 404.13 eV y 410.94 eV respectivamente, con el doblete de separación de $\Delta=6.76$ eV se relacionan al CdTe de acuerdo al Hand Book of x-ray photoelectron spectroscopy [44] y comparado con los dos pares de picos reportados por Yuanfang Liu et al [45]. Finalmente la Figura 43 b) se identifican dos series de dobletes y satélites del Te. El primer par de picos corresponde a la parte sin oxidar del Te con las bandas de energía del Te 3d_{5/2} 571.34 eV y Te 3d_{3/2} 582.0 eV con doblete de separación de $\Delta=10.68$ eV. Con el pico de energía de Te 3d_{5/2} se relaciona con el CdTe de acuerdo al Handbook of x-ray photoelectron spectroscopy

[44]. La segunda serie de picos que corresponde a la parte oxidada del Te metálico con las bandas de energía del Te $3d_{5/2}$ 575.11 eV y $3d_{3/2}$ 585.5 eV con doblete de separación de $\Delta=10.39$ eV, se relaciona con el TeO_2 de acuerdo al Handbook of x-ray photoelectron spectroscopy [44].

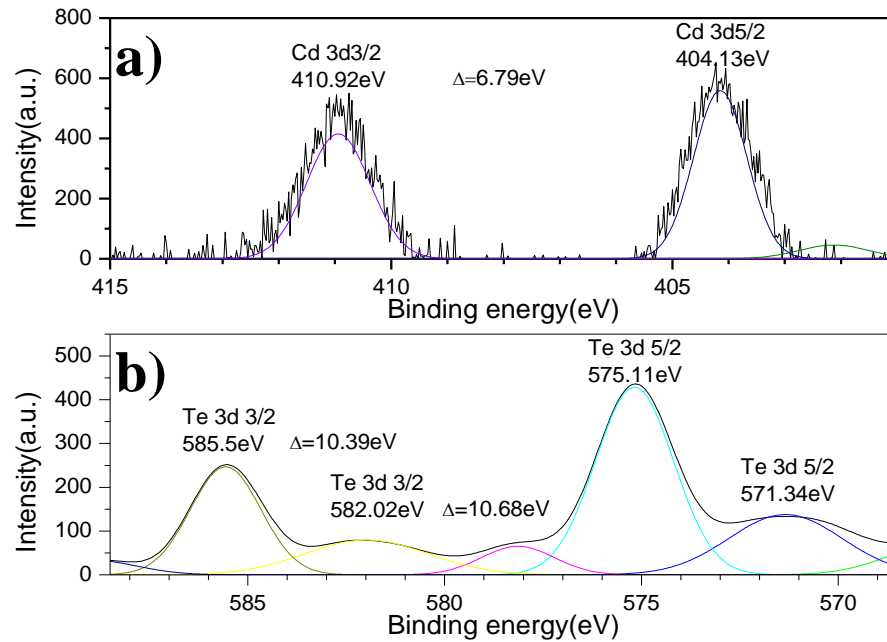


Figura 43 HR-XPS y deconvolución de nanopartículas C3 para a) Cd 3d y b) Te 3d..

5.1.6 RAMAN

En la Figura 44 se identifican los resultados de la espectroscopia Raman de las muestras C1, C2 y C3 de las NPs CdTe. La medición del espectro Raman se realizó el espectrómetro Raman Horiba Jobin-Yvon LabRam HR, excitando la muestra con una longitud de onda de 488 nm con un láser de argón.

De acuerdo con V.V. Ison et al [46], P. M. Amirtharaj and Fred H. Pollak [47] C. Fausto-Reyes et al [48] identifican el modo fonón transversal óptico (TO) y longitudinal óptico (LO) del CdTe, los picos del 141 cm^{-1} y 166 cm^{-1} corresponden al modo transversal óptico (TO) y óptico longitudinal (LO), respectivamente. En la figura 44 a) representa la espectroscopia

Raman de C1, figura 44 b) representa la espectroscopia Raman de C2 y figura 44 c) representa la espectroscopia Raman de C3. Se identifican picos característicos del CdTe. Con el pico del 117-122 cm^{-1} identifican al TeO, el segundo pico identificado en 136-138 cm^{-1} corresponden a los modos TO del CdTe y el tercer pico localizado en 162-169 cm^{-1} corresponde a los modos LO del CdTe. Esto se debe a la interacción entre la energía y la materia, causa vibraciones de las moléculas a mayor frecuencia, mayor energía (anti-Stokes), menor frecuencia y menor energía (Stokes) y misma frecuencia (Rayleigh).

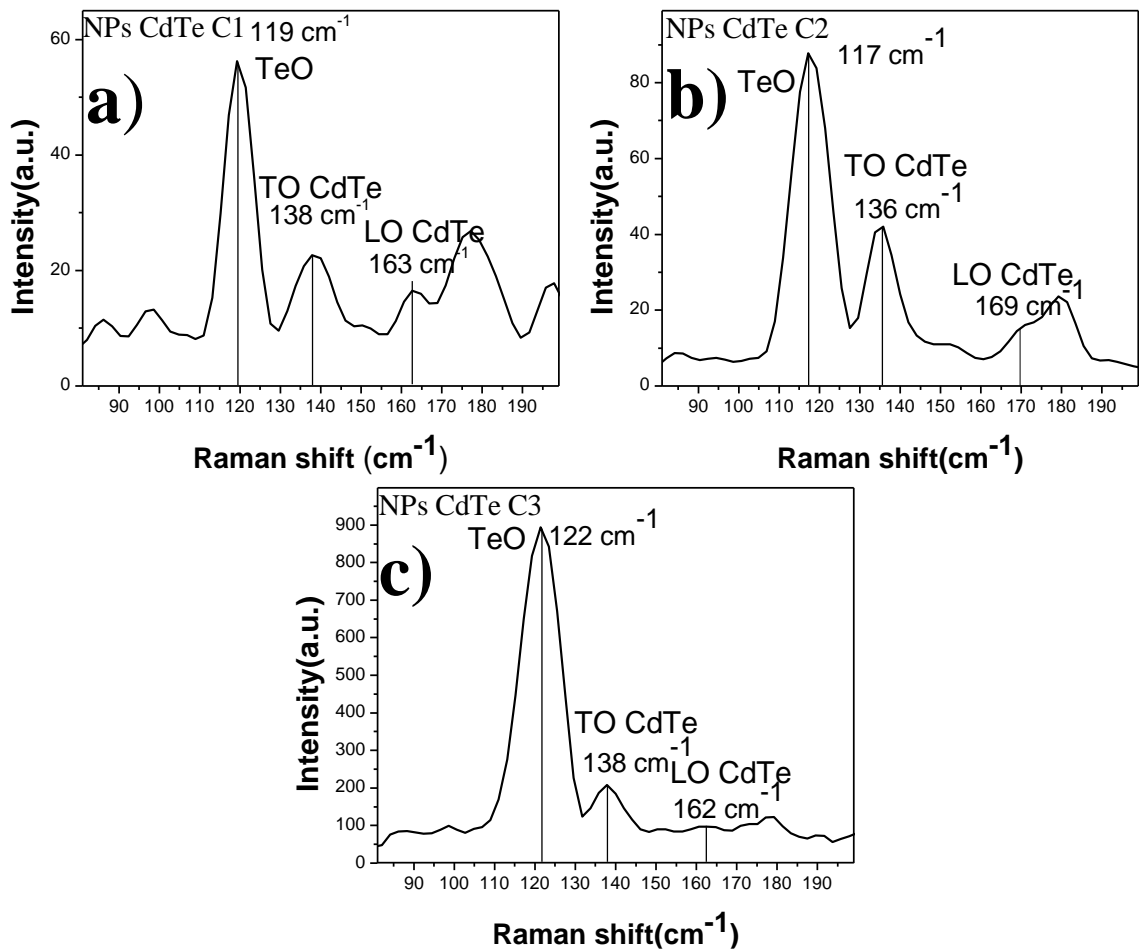


Figura 44 Espectroscopia Raman para C1, C2 y C3

5.1.7 Fotoluminiscencia

El espectro de fotoluminiscencia fue obtenido con el espectrómetro Flouorolog III Jobin Yvon Horiba. En la figura 45 se indican los resultados excitando a las muestras C1, C2 y C3 para las nanopartículas de CdTe a 370 nm con un láser de Xenón. Los resultados señalan que la máxima intensidad de fotoluminiscencia es para la muestra C1 emite a 448 nm, C2 emite en 488 nm y para C3 a 513 nm. El cambio obtenido en C2 y C3 comparado con C1, podemos entenderlo con la siguiente ecuación.

$$\Delta E = \frac{hc}{\lambda} \quad (1)$$

Donde h es la constante de Planck, c es la velocidad de la luz, λ es la longitud de onda que emite y ΔE corresponde a los diferentes niveles de energía. Donde la energía ΔE y λ son inversamente proporcionales. Con la cual se demuestran los resultados son validos con la ecuación. Los cambios de emisión se deben al cambio de tamaño de grano del material, N. G. Semaltianos, etal [9] reporta un tamaño de grano 7.1 nm con $\lambda_{ex}=514.48$ nm emite a una $\lambda=652$ nm. Tamaño en bulto con tamaño de grano 15 nm con $\lambda_{ex}=514.48$ nm emite a una $\lambda=800$ nm. El cambio en la emisión se debe a la variación en el tamaño de grano del CdTe.

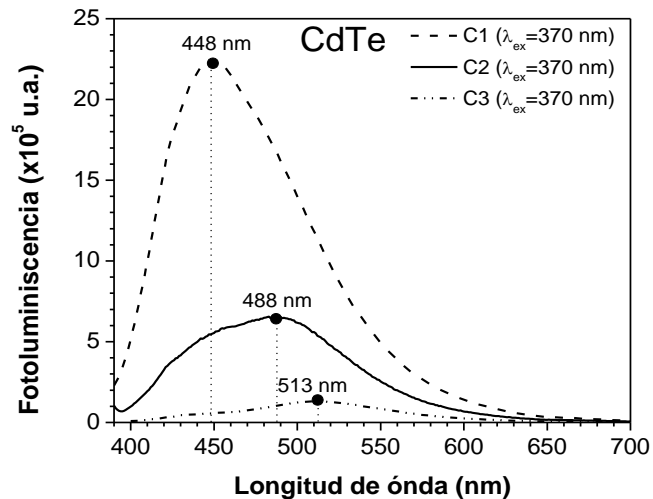


Figura 45 PL de NPs de CdTe para C1, C2 y C3.

5.2 Caracterización fundamental de película delgada de CdS y CdTe en bulto y la respuesta fotovoltaica de la celda solar de CdS/CdTe.

En el siguiente apartado se caracteriza la película de CdS, el polvo del CdTe y el prototipo de celda solar.

5.2.1 Respuesta de absorción óptica y cálculo de banda prohibida para una película de CdS

En la figura 46 a) observamos el borde de absorción alrededor de los 500 nm para el CdS[40] implementado en este trabajo para la elaboración de una celda solar de heteroestructuras. Mientras que en figura 46 b) se calcula su banda prohibida directa con 2.56 eV.

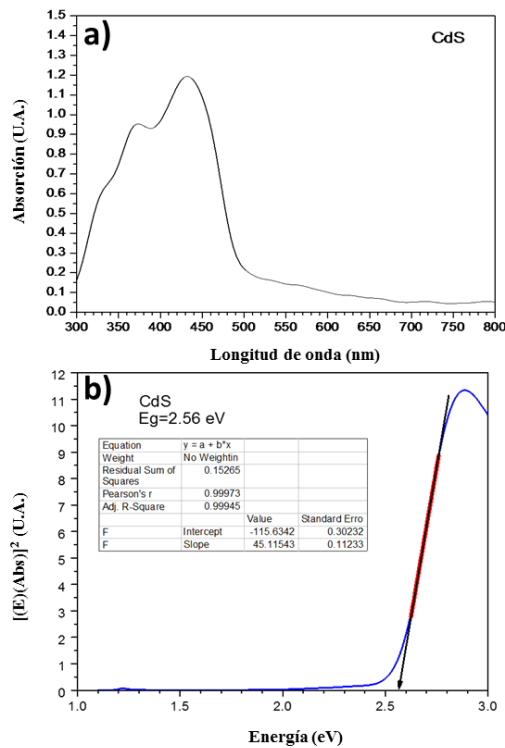


Figura 46 a) absorción y b) cálculo $dI\alpha$ banda prohibida del CdS película delgada en sustrato de vidrio.

En la Figura 47 a) observamos el borde de absorción alrededor de los 842 nm para el CdTe realizada por serigrafía en este trabajo para la elaboración de una celda solar de heteroestructuras. Mientras que en Figura 47 b) se proporciona el método de Tauc para calcular su banda prohibida directo de 1.47 eV y los datos del ajuste lineal.

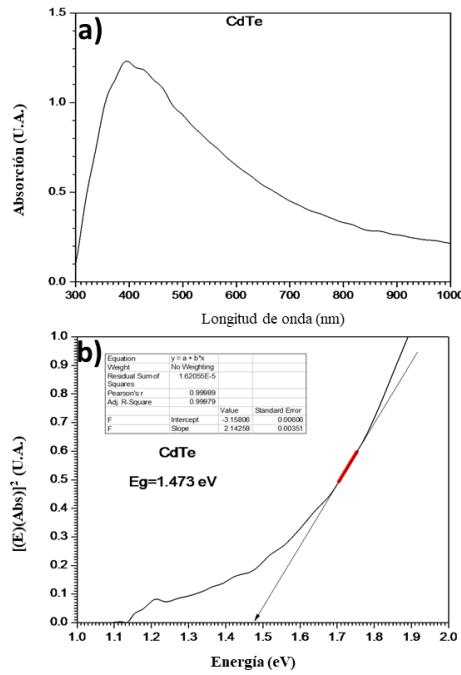


Figura 47 a) absorción y b) cálculo de la banda prohibida del CdTe película delgada en sustrato de vidrio.

5.2.2 SEM para películas de CdTe por serigrafía

En la figura 48 se muestra la morfología de una película delgada de CdTe realizada por serigrafía utilizando polvo de CdTe en bulto y sometida a un tratamiento térmico de 300°C.

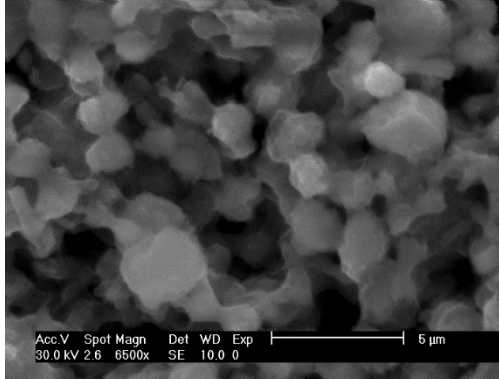


Figura 48 CdTe elaborado por serigrafía con tratamiento térmico a 300°C.

En la figura 49 se muestra la morfología en de una película delgada de CdTe realizada por serigrafía y sometida a un tratamiento térmico de 300°C, que posteriormente es recubierta por iones telurio, y expuesta a un segundo tratamiento térmico de 100°C.

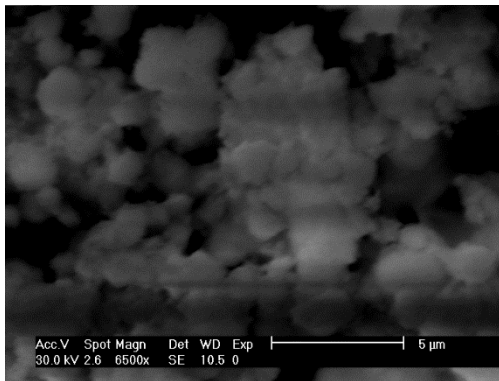


Figura 49 CdTe elaborado por serigrafía con tratamiento térmico 300°C y iones telurio y tratamiento térmico 100°C.

En la figura 50 se muestra la morfología de una película delgada de CdTe realizada por serigrafía y sometida a un tratamiento térmico de 300 °C, que posteriormente es recubierta por iones telurio, mediante goteo, y expuesta a un segundo tratamiento térmico de 300 °C.

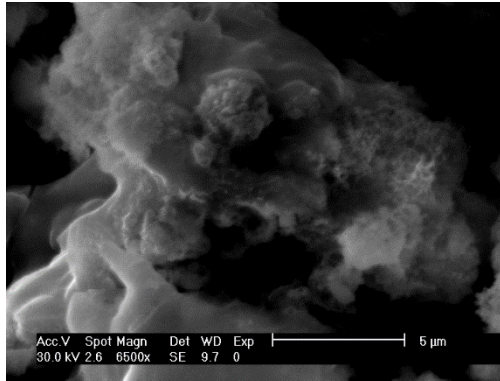


Figura 50 CdTe serigrafía con tratamiento térmico 300°C y iones telurio y tratamiento térmico 300°C.

5.2.3 Difracción de rayos x de las películas de CdTe por serigrafía

Con la difracción de rayos x de la muestra por serigrafía con el polvo de CdTe elaborado en el laboratorio (home-made), la podemos ver en figura 51. en la podemos ver que los principales picos energéticos corresponden a CdTe PDF#75-2086 con forma cúbica,

CdTe PDF#82-0474 con forma hexagonal, CdTe₂O₅ PDF#36-0345 con forma triclínica y otros picos identifican al CdTe con el PDF#19-0192 con forma tetragonal.

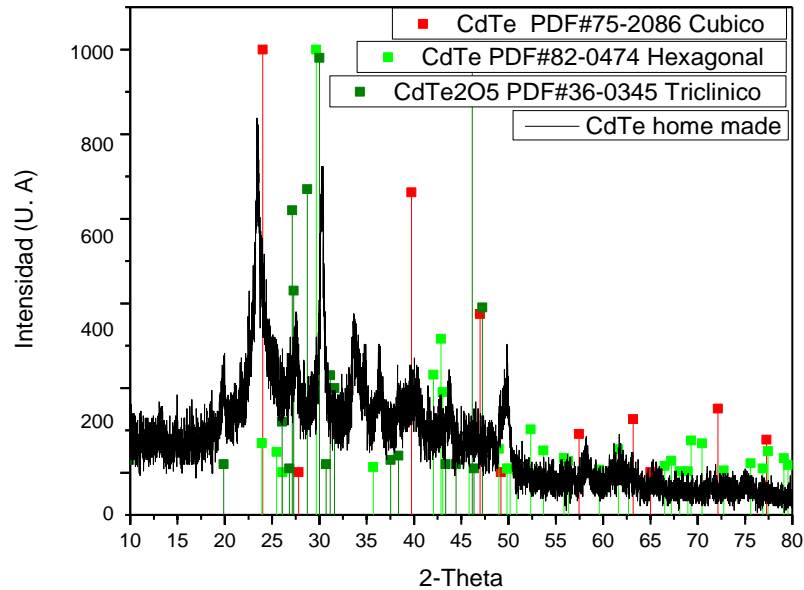


Figura 51 Difracción de rayos x de polvo de CdTe elaborado en laboratorio.

5.2.4 Curvas de comportamiento I-V, P-V para una celda solar tipo vidrio/ITO/CdS/CdTe/Ag

En la figura 52 se muestra los comportamientos de la corriente eléctrica, contra voltaje aplicado a la celda solar vidrio/ITO/CdS/CdTe/Te⁻²/Ag en bulto con tratamiento térmico a 350°C. La línea continua representa el comportamiento bajo condiciones sin luz y la línea punteada representa el comportamiento de la celda solar con una iluminación de 1000 W/m². Se puede notar un desplazamiento de la gráfica bajo iluminación un corrimiento hacia el cuarto cuadrante.

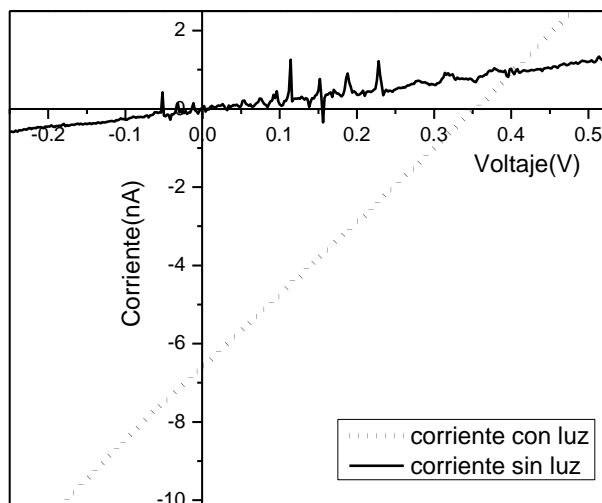


Figura 52 Gráfica I-V de la celda solar vidrio/ITO/CdS/CdTe/Ag en bulto tratamiento térmico 350 °C y iones telurio.

En la figura 53 se muestra los comportamientos de la potencia eléctrica, contra voltaje aplicado a la celda solar vidrio/ITO/CdS/CdTe/Te⁻²/Ag en bulto con tratamiento térmico a 350°C. Se identifica que el valor absoluto del mínimo de la gráfica representa la potencia alcanzada por la celda solar.

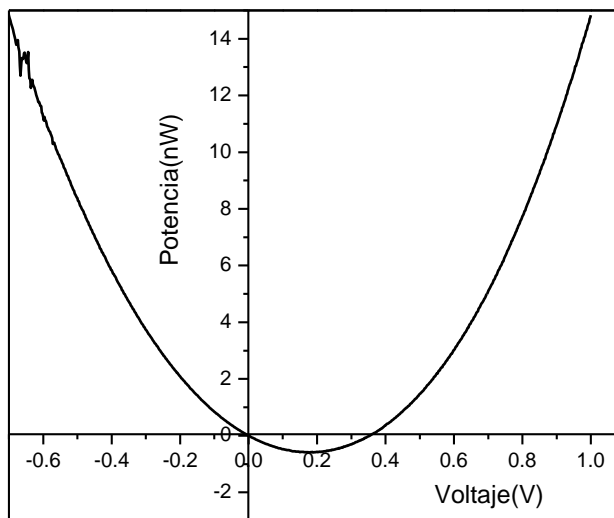


Figura 53 P-V gráfica de la celda solar vidrio/ITO/CdS/CdTe/Ag en bulto con tratamiento térmico 350 °C y iones telurio

En la tabla 14 se muestran los parámetros de operación óptimos de la celda solar elaborada, la corriente de corto circuito (I_{sc}) y el voltaje de circuito abierto (V_{oc}), así como el diámetro del contacto posterior.

Tabla 14 Potencia máxima celda solar vidrio/ITO/CdS/CdTe/Te²/Ag bulto con tratamiento térmico 350°C y iones telurio.

I_{sc}	V_{oc}	P_{max}	Diámetro
6.64 nA	0.35 V	5.89×10^{-10} W	4.32 mm

En la figura 54 se muestra los comportamientos de la corriente eléctrica, contra voltaje aplicado a la celda solar vidrio/ITO/CdS/CdTe/Te²/Ag en bulto con tratamiento térmico a 450°C. La línea continua representa el comportamiento bajo condiciones sin luz y la línea punteada representa el comportamiento de la celda solar con una iluminación de 1000 W/m². Se puede notar un desplazamiento de la gráfica bajo iluminación un corrimiento hacia el cuarto cuadrante.

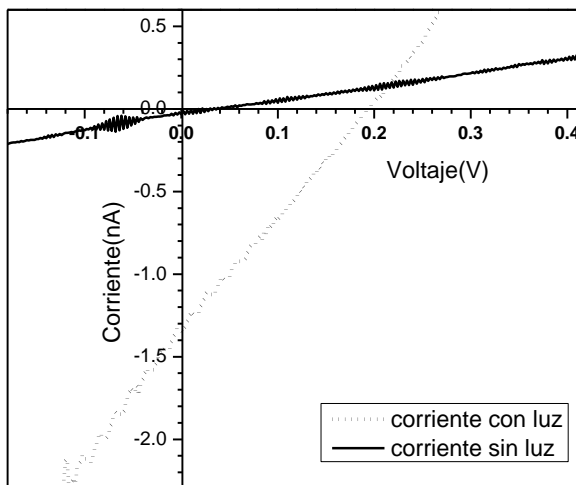


Figura 54 I-V gráfica de la celda solar vidrio/ITO/CdS/CdTe/Ag en bulto con tratamiento térmico 450 °C y iones telurio.

En la figura 55 se muestra los comportamientos de la potencia eléctrica, contra voltaje aplicado a la celda solar vidrio/ITO/CdS/CdTe/Te⁻²/Ag en bulto con tratamiento térmico a 450°C. Se identifica que el valor absoluto del mínimo de la gráfica representa la potencia alcanzada por la celda solar.

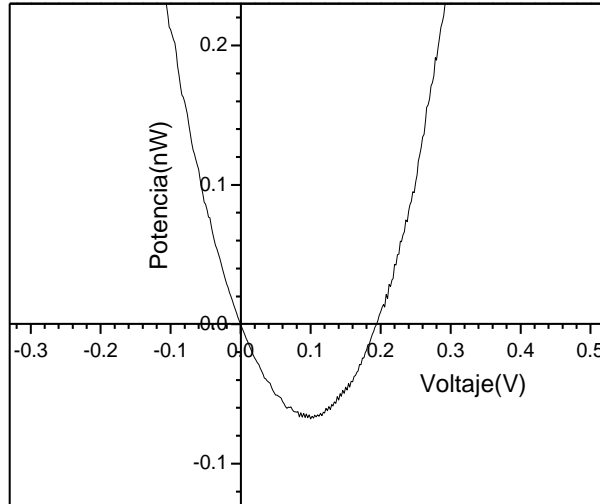


Figura 55 P-V celda solar vidrio/ITO/CdS/CdTe/Te⁻²/Ag en bulto con tratamiento térmico 450 °C.

En la tabla 15 se muestran los parámetros de operación óptimos de la celda solar elaborada, la corriente de corto circuito (Isc) y el voltaje de circuito abierto (Voc), así como el diámetro del contacto posterior.

Tabla 15 Potencia máxima de Celda solar vidrio/ITO/CdS/CdTe/Te⁻²/Ag en bulto con tratamiento térmico 450 °C y iones telurio.

Isc	Voc	Pmax	Díametro
1.35 nA	0.19 V	6.6 x 10 ⁻¹¹ W	3.89 mm

Capítulo 6. Conclusiones y perspectivas

Se desarrolló un procedimiento de elaboración de iones Te estables en solución acuosa. Se obtiene iones Te en un matraz de 100 ml cerrado sin necesidad de bajar la temperatura a 5 °C, no se utiliza un matraz con condensador de reflujo, menor cantidad de reactivos, no se tiene una atmosfera de nitrógeno para reducir la oxidación, como los que reporta Sotelo-Lerma et al [4]. Solo se usó un matraz aforado de 100 ml, placa de calentamiento, a una temperatura ambiente.

Se desarrolló un proceso químico simplificado para obtener nanopartículas coloidales estables de CdTe, en comparación de las otras técnicas de síntesis que existen. Una solución química en solución acuosa. Entre las otras técnicas que existen para la síntesis de nanopartículas de CdTe son: proceso mecánico con molino de bolas, deposición química con vapor (CVD), pulverización catódica (sputtering), ablación láser, evaporación por haz de electrones (e-beam evaporation), solvotermal, irradiación ultrasónica y la sonoquímica en solución acuosa. Entre las síntesis mencionadas las técnicas con menos equipo necesario, menor control de temperatura, es la síntesis química en solución acuosa.

El proceso de formación de nanopartículas se basa en la condensación de moléculas de CdTe a partir de los iones precursores presentes en la solución de reacción, permitiendo el control del tamaño de las nanopartículas a partir de concentración de las soluciones precursoras.

Se sintetizaron nanopartículas de CdTe a diferentes tamaños de nanopartículas.

El borde de absorción encontrado para $\lambda(C1) = 404.02$ nm, $\lambda(C2) = 427.99$ nm, $\lambda(C3) = 452.66$ nm. La banda prohibida correspondiente $E_g(C1) = 3.071$ eV, $E_g(C2) = 2.899$ eV y $E_g(C3) = 2.741$ eV.

El cálculo del diámetro promedio es de $L(C1) = 3.23$ nm, $L(C2) = 6.46$ nm y $L(C3) = 7.73$ nm.

Los valores de energía de la banda prohibida mayores a los del bulk, presentan los efectos del confinamiento cuántico, debido al tamaño reducido de las nanopartículas.

La fabricación de CdTe home-made por la técnica de serigrafía, se identifica al CdTe en sus diferentes fases del CdTe con forma tetragonal, cubica, hexagonal, y también se identifica al CdTe₂O₅ en su forma triclinica. Para trabajos futuros queda realizar caracterizaciones del CdTe home-made por la técnica de serigrafía con la aplicación de nanopartículas de CdTe sobre la serigrafía del mismo. Para realizar un estudio de sus propiedades ópticas, eléctricas.

La eficiencia de las celdas solares fabricadas con Vidrio/ITO/CdS/CdTe/Ag con el CdTe home-made con la técnica de serigrafía presentan una eficiencia menor al 1% y se observa un comportamiento en el cuarto cuadrante en la gráfica de corriente contra voltaje. Para trabajos de investigación futuro queda aplicar nanopartículas sobre la película de serigrafía de CdTe, con el objetivo de reducir la porosidad del CdTe y evaluar nuevamente la eficiencia de la celda solar.

Dentro de los trabajos para continuar es la realización de la síntesis y reducir la oxidación y reducir al mínimo los otros reactivos o cambiarlos por otros para reducir la oxidación y los otros elementos presentes en la solución acuosa presentes en los iones Te y en la formación de las nanopartículas de CdTe.

ANEXOS

6.1 1. Otras micrografías C1

Otras micrografías del TEM obtenidas a partir de las muestra de C1 se visualizan en la figura 56 y figura 57. En la tabla 16 y tabla 17 se visualiza distancias FFT para C1

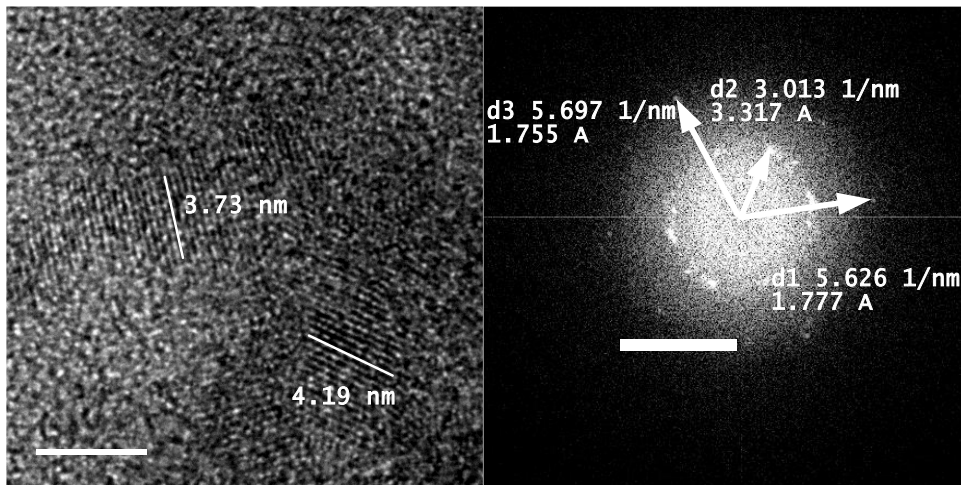


Figura 56 Segunda micrografía y FFT para C1.

Tabla 16 Distancias FFT de segunda micrografía C1

Distancia	Medida (A)
$d1=1/D1$	1.777
$d2=1/D2$	3.317
$d3=1/D3$	1.755

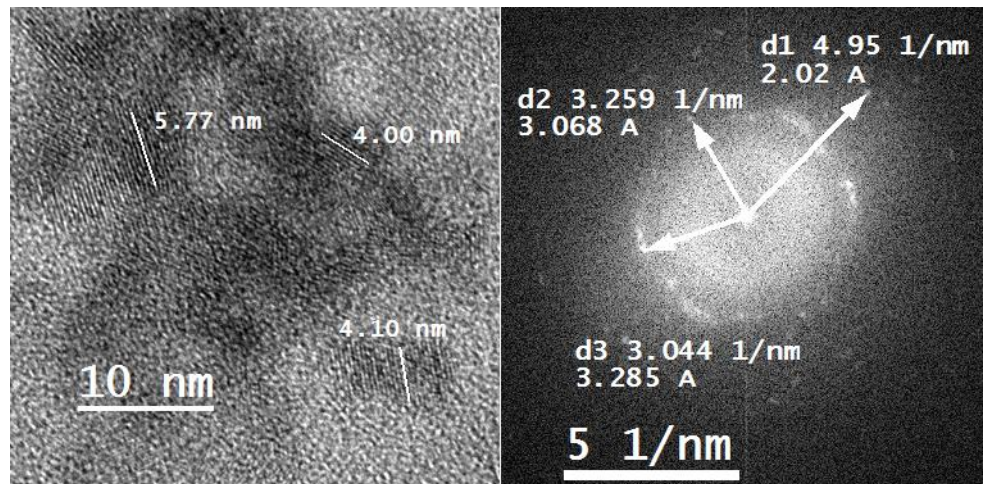


Figura 57 Terceras micrografías y FFT para C1.

Tabla 17 Distancias FFT de tercera micrografía C1.

Distancia	Medida (Å)
$d1=1/D1$	4.95
$d2=1/D2$	3.068
$d3=1/D3$	3.044

6.2 2. Otras micrografías C2.

En la figura 58 y figura 59 se muestran micrografías adicionales con sus respectivas distancias FFT. En la tabla 18 y tabla 19 se visualiza las distancias FFT correspondientes a la micrografía.

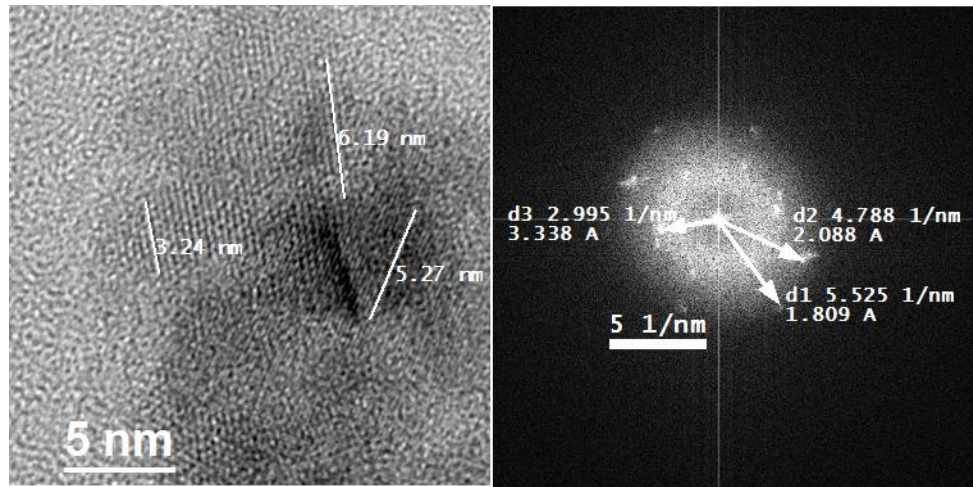


Figura 58 Segunda micrografía y FFT para C2.

Tabla 18 Distancias FFT de segunda micrografía C2

Distancia	Medida (Å)
$d1=1/D1$	1.809
$d2=1/D2$	2.088
$d3=1/D3$	3.338

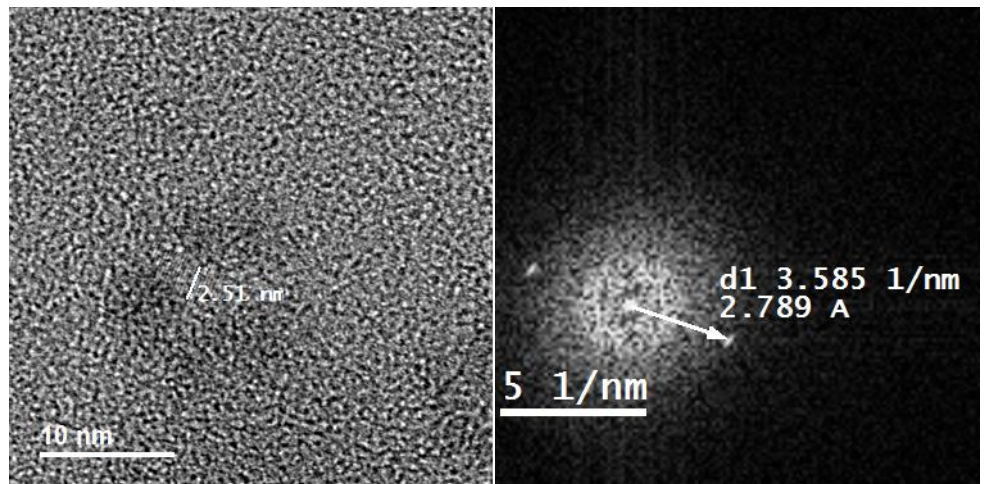


Figura 59 Tercera micrografía y FFT para C2

Tabla 19 Distancia FFT de tercera micrografía C2.

Distancia	Medida (A)
$d1=1/D1$	2.789

6.3 3. Otras micrografías C3.

Adicional, se presenta otra micrografía de la muestra C3, puede ver en la figura 60 y en la tabla 20 se visualiza las distancias FFT respectivamente.

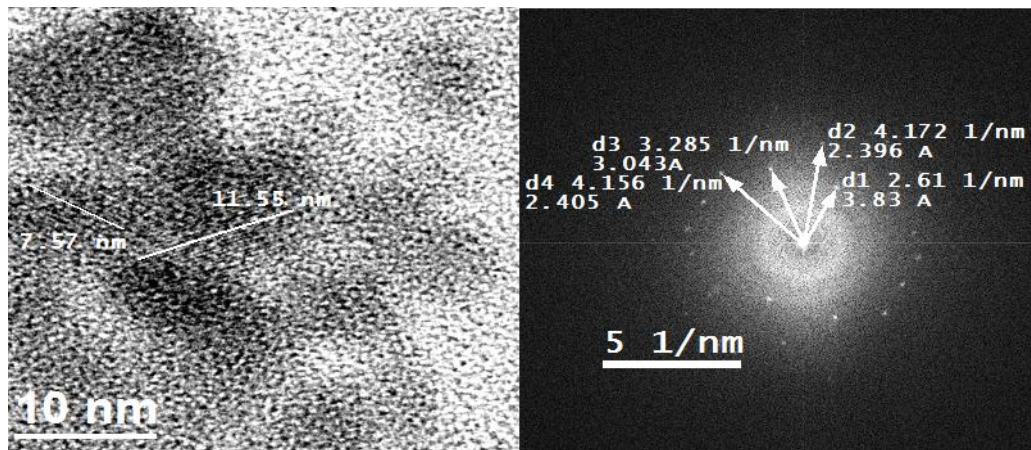


Figura 60 Segunda micrografía y FFT para C3.

Tabla 20 Distancias FFT de segunda micrografía C3.

Distancias	Medidas (A)
$d1=1/D1$	3.83
$d2=1/D2$	2.396
$d3=1/D3$	3.043
$d4=1/D3$	2.405

BIBLIOGRAFÍA

- [1] N. N. Greenwood y A. Earnshaw, *Chemistry of the elements*, 2da ed., United Kindom: Butterworth-Heinemann, 1997.
- [2] P. K. Nair, M. T. S. Nair, V. M. García, O. L. Arenas, Y. Peña, A. Castillo, I. T. Ayala, O. Gomezdaza, A. Sánchez, J. Campos, H. Hu, R. Suárez y M. E. Rincón, «Semiconductor thin films by chemical bath deposition for solar energy related application,» *Solar energy materials and solar cells*, nº 52, pp. 313-344, 1998.
- [3] V. B. Patil, D. S. Sutrave, G. S. Shahane y L. P. Deshmukh, «Cadmium telluride thin films: growth from solution and characteristics,» *Thin solid films*, vol. 401, nº 1-2, pp. 35-38, 2001.
- [4] M. Sotelo-Lerma, R. A. Zingaro y S. J. Castillo, «Preparation of CdTe coatings using the chemical deposition method,» *Journal of organo metallic chemistry*, vol. 623, pp. 81-86, 2000.
- [5] R. Ochoa Landín, O. Vigil Galan, Y. V. Vorobiev y R. Ramírez Bon, «Chemically-deposited Te layers improving the parameters of back contacts for CdTe solar cells,» *Solar energy*, vol. 83, pp. 134-138, 2009.
- [6] G. L. Tan, U. Hommerich, D. Temple, N. Q. Wu, J. G. Zheng y G. Loutts, «Synthesis and optical characterization of CdTe nanocrystals prepared by ball milling process,» *Scripta Materialia*, vol. 48, pp. 1469-1474, Feb 2003.
- [7] L. Huang, S. Lu, P. Chang, K. Banerjee, R. Hellwarth y J. G. Lu, «Structural and optical verification of residual strain effect in single crystalline CdTe nanowires,» *Nano research*, vol. 7, nº 2, pp. 228-235, 2014.
- [8] I. P. Soshnikov, A. A. Semenov, P. Y. Belyavskii, I. V. Shtrom, K. P. Kotlyar, V. V. Lysac, D. A. Kudryashov, S. I. Pavlov, A. V. Nashchekin y G. E. Cirlin, «Fabrication of the Structures with Autocatalytic CdTe Nanowires Using Magnetron Sputtering Deposition,» *Physics of the Solid State*, vol. 58, nº 12, pp. 2401-2405, 2016.
- [9] N. G. Semaltianos, S. Logothetidis, W. Perrie, S. Romani, R. J. Potter, M. Sharp, G. Dearden y K. G. Watkins, «CdTe nanoparticles synthesized by laser ablation,» *Applied physics letters*, vol. 033302, p. 95, 2009.
- [10] S. L. Himanshu, S. Patel, S. Chander, P. Singh, A. Thakur y M. S. Dhaka, «Bi-incorporated CdTe thin films for solar cells: Air annealing evolution to structural, optical, electrical and surface topographical properties,» *Materials letter*, 2019.

- [11] A. K. Tiwari, V. K. Verma, T. A. Jain y P. K. Bajpai, «Conclusive Growth of CdTe Nanorods by Solvothermal Decomposition Using Single Source Precursors,» *Soft Nanoscience Letters*, vol. 3, pp. 52-57, 2013.
- [12] V. Kloper, R. Osovsky, J. Kolny-Olesiak, A. Sashchiuk y E. Lifshitz, «The Growth of Colloidal Cadmium Telluride Nanocrystal Quantum Dots in the Presence of Cd Nanoparticles,» *Journal of Physical Chemistry C*, vol. 111, n° 28, pp. 10336-10341, May 2007.
- [13] I. Ban, M. Kristl, V. Danc, A. Danc y M. Drofenik, «Preparation of cadmium telluride nanoparticles from aqueous solutions by sonochemical method,» *Materials letters*, vol. 67, n° 1, pp. 56-59, 2012.
- [14] F. D. Meneses, A. Galembeck y S. Alves Junior, «New methodology for obtaining CdTe quantum dots by using ultrasound,» *Ultrasonics Sonochemistry*, vol. 18, n° 5, pp. 1008-1011, 2011.
- [15] L. Tschugaeff y W. Chlopin, «Beitrage zur kenntnis des reduktionsvermogens der schwefligen saure,» *Berichte der Deutschen Chemischen Gesellschaft*, vol. 47, pp. 1269-1274, 1914.
- [16] D. Halladay, R. Resnick y K. S. Krane, FÍSICA, 6 ed., vol. 2, México: Compañía editorial continental, 1999, pp. 3-4.
- [17] K. V. Shalimova, Física de los semiconductores, MIR, 1975.
- [18] V. V. Pokropivny y V. V. Skorokhod, «Classification of nanostructures by dimensionality and concept of surface forms engineering in nanomaterial science,» *Materials science and engeneering C*, vol. 27, pp. 990-993, 15 September 2006.
- [19] Y. Wang y H. Aiguo, «Carbon quantum dots and their applications,» *Journal Material Chemistry C*, vol. 2, p. 6921, 2014.
- [20] H. Chen, Y. Gong y R. Han, «Cadmium Telluride Quantum Dots (CdTe-QDs) and Enhanced Ultraviolet-B (UV-B) Radiation Trigger Antioxidant Enzyme Metabolism and Programmed Cell Death in Wheat Seedlings,» *Plos one*, vol. 9, n° 10, p. e110400, 2014.
- [21] J. Sun, L.-W. Wang y W. E. Buhro, «Synthesis of cadmium telluride quantum wires and the similarity of their effective band gaps to those of equidiameter cadmium telluride quantum dots,» *Journal of the american chemical society*, vol. 130, n° 25, pp. 7997-8005, 2008.

- [22] R. B. Vasiliev, E. P. Lazareva, D. A. Karlova, A. V. Garshev, Y. Yuanzhao, T. Kuroda, A. M. Gaskov y K. Sakoda, «Spontaneous folding of CdTe nanosheets induced by ligand exchange,» *Chemistry of materials*, vol. 30, pp. 1710-1717, 25 February 2018.
- [23] M. A. Reed, E. S. Hornbeck, M. R. Deshpande, R. G. Wheeler, R. C. Bowen, J. N. Randal y W. R. Frensley, «Quantum dots,» *Scientific american*, vol. 268, n° 1, pp. 118-123, 1993.
- [24] R. D. Schaller y V. I. Klimov, «High efficiency carrier multiplication in PbSe nanocrystals: implications for solar energy conversion,» *Physical review letters*, vol. 92, n° 18, 2004.
- [25] A. L. Efros y A. L. Efros, «Interband absorption of light in a semiconductor sphere,» *Soviet Physics. Semiconductors*, vol. 16, n° 7, pp. 772-775, 1982.
- [26] Y. Kayanuma, «Wannier exciton in microcrystals,» *Pergamon journals*, vol. 59, n° 6, pp. 405-408, 1986.
- [27] L. E. Brus, «Electron–electron and electronhole interactions in small semiconductor crystallites: The size dependence of the lowest excited electronic state,» *The journal of chemical physics*, vol. 80, p. 4403, 1984.
- [28] J. L. Marín, R. Riera y S. A. Cruz, «Confinement of excitons in spherical quantum dots,» *Journal of physics: condensed matter*, vol. 10, pp. 1349-1361, 1997.
- [29] D. K. Dwivedi, Dayashankar y Maheshwar Dubey, «SYNTHESIS, STRUCTURAL AND OPTICAL CHARACTERIZATION of CdS nanoparticles,» *Journal of Ovonic Research*, vol. 6, n° 1, pp. 57-62, 2010.
- [30] J. I. Pankove, *Optical processes in semiconductors*, 2 ed., Dover publications, 2010.
- [31] I. Strzalkowski, S. Joshi y C. R. Crowell, «Dielectric constant and its temperature dependence for GaAs, CdTe, and ZnSe,» *Applied physics letters*, vol. 28, n° 6, pp. 350-352, 1976.
- [32] G. Fonthal, L. Tirado-Mejia, J. I. Marín-Hurtado, H. Araiza-Calderón y J. G. Mendoza-Alvarez, «Temperatura dependence of the band gap energy of crystalline CdTe,» *Journal of physics and chemistry of solids*, vol. 61, pp. 579-583, 2000.
- [33] J. Tauc, R. Grigorovici y A. Vancu, «Optical Properties and Electronic Structure of Amorphous Germanium,» *Physica status solidi*, vol. 15, pp. 627-637, 1966.

- [34] M. Faraldos y C. Goberna, *Técnicas de análisis y caracterización de materiales*, Madrid: Consejo superior de investigaciones científicas, 2011, pp. 51-570.
- [35] M. Azuwa Mohamed, Z. A. Mohd Hir, W. N. A. Wan Mokthar y N. Syazwani Osman, *Features of metal oxide colloidal nanocrystal characterization*, Elsevier, 2020, pp. 103-107.
- [36] Scheme_TEM.gif, «wikimedia,» 19 March 2010. [En línea]. Available: https://commons.wikimedia.org/wiki/File:Scheme_TEM.es.png. [Último acceso: 10 Septiembre 2019].
- [37] L. c. d. Carvalho, «Wikimedia,» 18 July 2009. [En línea]. Available: https://commons.wikimedia.org/wiki/File:XPS_system.png. [Último acceso: 10 09 2019].
- [38] Muso, «Wikimedia,» 17 December 2007. [En línea]. Available: <https://commons.wikimedia.org/wiki/File:EDX-scheme.svg>. [Último acceso: 12 September 2019].
- [39] M. Flores Acosta y R. Ramírez Bon, *Elaboración y caracterización de películas delgadas de CdS, CdS:In, CdTe y CdS encapsulado en zeolitas, por la técnica de serigrafía.*, Hermosillo: Universidad de Sonora, 1999.
- [40] M. B. Ortuño López, J. J. Valenzuela Jaúregui, M. Sotelo Lerma, A. Mendoza Galván y R. Ramírez Bon, «Highly oriented CdS films deposited by an ammonia-free chemical bath method,» *Thin solid films*, vol. 429, pp. 34-39, 2003.
- [41] V. M. Huxter, *Optical and Material Properties of Colloidal semiconductor nanocrystals*, Toronto: Vanessa Margaret Huxter, 2009.
- [42] V. Kloper, R. Osovsky, J. Kolny-Olesiak, A. Sashchiuk y E. Lifshitz, «The grow of colloidal cadmium telluride nanocrystal quantum dots in the presence of CdO nanoparticles,» *The journal of physical chemistry*, vol. 111, pp. 10336-10341, 2007.
- [43] G. L. Tan, U. Hommerich, D. Temple, N. Q. Wu, J. G. Zheng y G. Loutts, «Synthesis and optical characterization of CdTe nanocrystal prepared by ball milling process,» *Scripta materialia*, vol. 48, n° 10, pp. 1469-1474, 2003.
- [44] J. F. Moulder, W. F. Stickle, P. E. Sobol y K. D. Bomben, *Handbook of x-ray photoelectron spectroscopy*, J. Chastain y R. C. King, Edits., Physical electronics, inc, 1995.

- [45] Y. Liu, W. Chen, A. G. Joly, Y. Wang, C. Pope, Y. Zhang, J.-O. Bovin y P. Sherwood, «Comparison of water-soluble CdTe nanoparticles synthesized in air and nitrogen,» *The journal of physical chemistry*, vol. 110, n° 34, pp. 16992-17000, 2006.
- [46] V. Ison, A. Ranga Rao y V. Dutta, «Characterization of spray deposited CdTe film grow under different ambient conditions.,» *Soid state sciences*, vol. 11, n° 11, pp. 2003-2007, 29 Jun 2009.
- [47] P. M. Amirtharaj y F. H. Pollak, «Raman scattering study of the properties and removal of excess Te on CdTe surfaces,» *Applied physics letters*, vol. 45, p. 789, 11 July 1984.
- [48] C. Fausto-Reyes, J. R. Molina-Contreras, C. Medina-Gutierrez y S. Calixto, «CdTe surface foughness by raman spectroscopy using the 830 nm wavelengh,» *Spectrochimica acta part a: molecular and biomolecular spectroscopy*, vol. 65, n° 1, pp. 51-55, 28 July 2006.
- [49] D. T. F. Marple, «Effective electron mass in CdTe,» *American physical society*, vol. 129, n° 6, pp. 2466-2470, 1962.