

DISEÑO DE PORTA-MUESTRA ROTATORIO PARA LA OPTIMIZACIÓN DEL PROCESO DE SEDIMENTACIÓN DE NANOESTRUCTURAS

ROTARY SAMPLE HOLDER DESIGN FOR THE OPTIMIZATION OF THE NANOSTRUCTURES SEEDING

O. CRUZATA^a, I. CONCINA^b, L. VAILLANT^{c†}

a) División LASER, Instituto de Ciencia y Tecnología de Materiales (IMRE), Universidad de La Habana, La Habana, Cuba.

b) Division of Materials Science, Department of Engineering Science and Mathematics, Luleå University of Technology, Luleå SE-971 87, Sweden.

c) División ENERMAT, Instituto de Ciencia y Tecnología de Materiales (IMRE) y Facultad de Física, Universidad de la Habana, La Habana, Cuba; vaillant@imre.uh.cu[†]

† autor para la correspondencia

Recibido 7/4/2017; Aceptado 26/10/2017

Se diseñó y construyó un dispositivo consistente en un conjunto camisa - émbolo mediante el que se logró la sujeción posterior de una muestra que se somete a cerca de 2000 rpm de forma estable. De este modo, se logra reproducir el principio de funcionamiento del sistema de crecimiento por *spin-coating* comercial. El dispositivo fue utilizado exitosamente en la activación por centros de nucleación de ZnO sobre vidrio para la obtención por una técnica hidrotermal de nanovarillas de ZnO aplicables en celdas solares nanoestructuradas.

A cylinder-plug device capable of holding a sample and rotating at 2000 turns per second in a stable fashion was designed and constructed. It reproduces the working principle of a commercial *spin-coating* system to grow films. The device was successfully used in the activation by nucleation centers of ZnO on glass for the hydrothermal obtainment of ZnO nanorods, of potential use in nanostructured solar cells.

PACS: Sample preparation (including design of sample holders) 06.60.Ei; Design of experiments 07.05.Fb; Nanocrystalline materials 81.07.Bc; Chemical synthesis methods 81.16.Be; Structure of nanowires and nanorods 61.46.Km

I. INTRODUCTION

Los materiales nanoestructurados han sido uno de los focos fundamentales de la investigación moderna. Entre las aplicaciones más interesantes se encuentran las celdas solares nanoestructuradas, que en la comunidad fotovoltaica se denominan también celdas solares de tercera generación.

Uno de los materiales más utilizados en la construcción de dicho tipo de celdas es el óxido de zinc (ZnO). La obtención del ZnO nanoestructurado suele comenzar con la preparación del sustrato mediante la deposición, por ejemplo, por *spin-coating*, de nanopartículas que actúan como puntos de nucleación (Fig. 1) [1]. Dicho paso tecnológico se denomina activación o sedimentación.

El proceso de activación o sedimentación determina que la superficie del sustrato sea cubierta en modo homogéneo por las nanoestructuras. Sin este paso, el crecimiento ocurre en forma dispersa y sin control de la morfología [2,3].

No obstante, en los laboratorios no siempre se cuenta con sistemas comerciales de *spin-coating*. En ese caso, se puede utilizar un simple sistema de rotación, pero se enfrenta el problema experimental de sujetar la muestra por su base dejando completamente libre su superficie para el deslizamiento de la solución mientras se somete la misma a una rotación de varios miles de revoluciones por minuto. Con el objetivo de solucionar el problema enunciado, se diseñó un dispositivo sencillo y posible de fabricar en los talleres de elaboración mecánica asociados a los centros de investigación y laboratorios.

Se presentan aquí los detalles del diseño de este dispositivo, así como las imágenes de microscopía electrónica de barrido de las muestras de semillas y de nanovarillas de ZnO obtenidas posteriormente.

II. DESCRIPCIÓN EXPERIMENTAL

Fabricación del dispositivo: Las partes del porta muestra se confeccionaron de polipropileno y fueron elaboradas mediante desbaste por arranque de virutas en las siguientes máquinas herramientas universales: torno 16B05P precisión

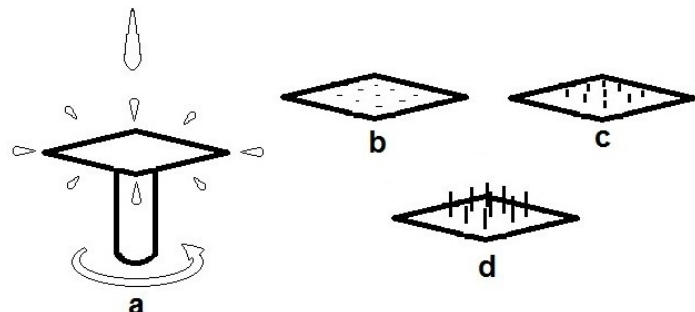


Figura 1. Diagrama del proceso de sedimentación. a) esquema de *spin-coating*, b) semillas, c) inicio del crecimiento de las nanovarillas, d) nanovarillas.

0.02 mm y fresadora 6T80III precisión 0.05 mm.

Obtención de semillas y nanovarillas: Se utilizaron como sustratos vidrios del tipo soda lime previamente sometidos a limpieza química. Para la obtención de las semillas se siguió el procedimiento de [3]. En el proceso por *spin-coating* el sustrato cubierto con la solución se hizo girar a 2000 rpm durante 20 segundos. El proceso se repitió dos veces, después de lo cual los sustratos fueron llevados a un horno cerrado a una temperatura de 350°C durante 20 minutos. Finalmente, las nanovarillas se crecieron siguiendo [4].

Caracterización: Para conocer la morfología de la superficie de las muestras, estas fueron observadas por microscopía electrónica de barrido (SEM) empleando un microscopio electrónico de barrido FEI modelo Leo 1525.

III. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

La técnica de crecimiento por *spin-coating* ha sido extensamente utilizada para obtención de películas delgadas de bajo costo [5-7]. Para nuestro diseño hemos previsto que el porta sustrato se mantenga en posición horizontal y estable durante los ciclos de rotación. Además, no deben existir bordes que impidan el escurrido de la sustancia sobrante y se busca minimizar el área afectada al sostener o manipular el porta sustrato.

Tomando en consideración que los sustratos utilizados en el laboratorio para la generación de las semillas son notablemente ligeros, que todo el procedimiento se realiza en posición horizontal y que a consecuencia de ello, los valores de la presión de vacío necesaria para la garantizar la sujeción son bajos, se diseñó un conjunto camisa - émbolo (Fig. 2) con la fuerza de succión suficiente para mantener los sustratos asegurados y estabilizados durante la rotación.

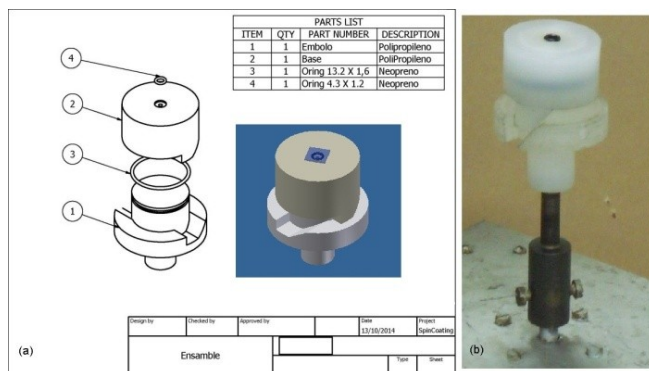


Figura 2. Conjunto camisa - émbolo. Plano (a) y foto (b).

La camisa se concibió en forma de cilindro hueco cuya superficie interna ha sido pulida para facilitar el deslizamiento del émbolo sin perder la estanquidad (Fig. 2(a)). La pieza sirve de base al sustrato mediante un *o-ring* de 4.3×1.2 mm y tiene dos salientes diametralmente opuestos elaborados con una inclinación para permitir que el desplazamiento vertical entre la camisa y el émbolo sea suave y fácil de controlar.

El émbolo es básicamente un cilindro escalonado provisto de un *o-ring* de 13.2×1.6 mm que garantiza la hermeticidad con la camisa, soporta todo el dispositivo y es insertado firmemente en el eje del motor de la centrífuga (Fig. 2(a)). En el mismo se han elaborado dos ranuras inclinadas que funcionan como par deslizante en correspondencia con los salientes de la camisa.

El dispositivo se ensambla fijando el émbolo al eje del motor (Figs. 2(a) y (b)). A continuación se coloca la camisa en el émbolo y se desliza hasta la posición inferior. Posteriormente se coloca el porta sustrato sobre el *o-ring* superior y girando la camisa en sentido antihorario se logra el desplazamiento vertical ascendente con respecto al émbolo, creándose la presión de vacío necesaria para fijar el porta sustrato en su posición y realizar el centrifugado.

El dispositivo es fácil de esterilizar, está compuesto por pocas piezas y requiere una sencilla manipulación, cuidando que las muestras no se encuentren innecesariamente expuestas al contacto con otras partes del propio dispositivo o con las manos de la persona que realiza el procedimiento. Con este porta-muestra ha sido posible manipular sustratos de hasta 2.5 cm² de área y 3 mm de espesor.

En la Fig. 3 se observa una imagen de microscopía electrónica de barrido de una muestra típica de las nanovarillas de ZnO obtenidas, en cuya parte superior derecha se ha insertado un corte transversal de la misma.

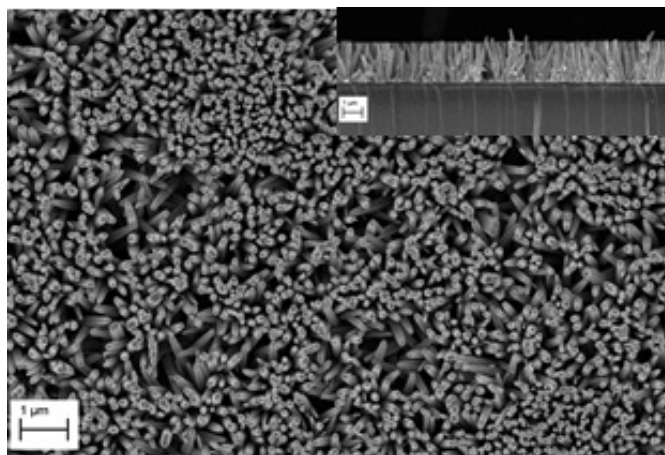


Figura 3. Imagen de microscopía electrónica de barrido de las nano varillas de ZnO obtenidas por CBD. Se inserta sección transversal.

Como se puede observar las nanovarillas cubren la superficie del sustrato de manera homogénea, tal y como se esperaba después del proceso de sedimentación. Las nanovarillas obtenidas muestran una geometría hexagonal con un diámetro de aproximadamente 100 nm.

En la Fig. 4 se puede distinguir una visión de conjunto de las semillas y las nano varillas al observar las partes obtenidas de un raspado de las muestras.

En las Figs. 4(a)-(c) se puede apreciar la capa de semillas, que muestra una excelente homogeneidad. Las acumulaciones presentes son debidas al proceso de raspado. En las Figs. 4(d)-(f) puede verse con un cierto ángulo de inclinación la secuencia de magnificación de un racimo de nanovarillas.

Destacamos la presencia de la capa de semillas pues es este paso experimental el que hace posible la homogeneidad de la muestra y la mejor alineación vertical de las nano varillas (ver imágenes insertadas en las Figs. 3 y 4(b)). El dispositivo propuesto en este artículo tiene un vínculo directo con que la fabricación de la capa de semillas sea un paso tecnológico reproducible.

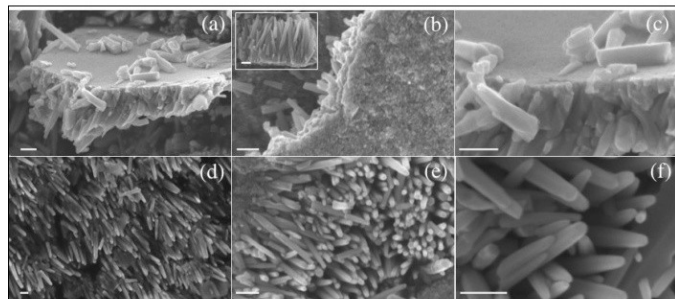


Figura 4. (a)-(c) Imágenes de SEM de las capas de semillas depositadas mediante el *spin-coating* libre de vacío. Se inserta en (b) detalles de un racimo de nanorods crecidos verticalmente sobre la capa de semillas. (d)-(f) Imágenes de SEM de nanovarillas de ZnO con incremento de la magnificación. Barra de escala: 200 nm).

IV. CONCLUSIONES

Se diseñó y construyó un dispositivo de polipropileno en base a un conjunto camisa - émbolo mediante el que se logró la sujeción posterior de una muestra que se somete a cerca de 2000 rpm durante 20 segundos en modo estable. De este modo, se logra reproducir el principio de funcionamiento del sistema de crecimiento por *spin-coating*, generando una facilidad experimental en nuestro laboratorio.

El dispositivo fue utilizado en la activación por centros de nucleación de ZnO sobre vidrio para la obtención por una técnica hidrotérmal de nanovarillas de ZnO. Las

nanovarillas a su vez, pueden ser aplicadas en celdas solares nanoestructuradas.

La generación de estos resultados resalta el valor universal que tienen a nivel experimental los talleres de fabricación de piezas y dispositivos, donde aún con escasos recursos es posible dar soluciones que apoyen las líneas de trabajo trazadas por nuestros investigadores.

AGRADECIMIENTOS

Los autores agradecen a S. Larramendi y R. Díaz Suárez por fructíferas discusiones. También al Abdus Salam ICTP Visiting Programme por proveer financiamiento para estancias de I.C. en el IMRE.

I. C. agradece a VINNOVA under the VINNMER Marie Curie Incoming project "Light Energy" (LiEn), project No. 2015-01513, por financiamiento parcial.

REFERENCIAS

- [1] D. Lincot, MRS Bulletin 35, 778 (2010).
- [2] M. Kokotov and G. Hodes, J. Mater. Chem. 19, 3847 (2009).
- [3] L. E. Greene, M. Law, D. H. Tan, M. Montano, J. Goldberger, G. Somorjai and P. Yang, Nano Lett. 5, 1231 (2005).
- [4] J. Qiu, X. Li, W. Yu, X. Gao, W. He, S.-J. Park, Y.-H. Hwang, H.-K. Kim, Thin Solid Films 517, 626 (2008).
- [5] Y. Dimitriev, Y. Ivanova, R. Iordanova, J. Univ. Chem. Technol. Metall. 43, 181 (2008).
- [6] A. E. Danks, S. R. Hall and Z. Schnepf, Mater. Horiz. 3, 91 (2016).
- [7] L. Znaidi, Mat. Sci. and Engng. B 174, 18 (2010).