



Caracterización morfológica y estructural de películas de TiO₂ crecidas por electrodeposición.

Alicia A. Castillo-Ballesteros y A. Zapata-Navarro

Centro de Investigación en Ciencia Aplicada y Tecnología Avanzada del Instituto Politécnico Nacional, Legaria 694. Colonia Irrigación, 11500 México D. F.

Resumen.

Se caracterizaron películas de TiO₂ obtenidas por electrodeposición mediante la vía del peroxoprecursor [1]. Para el crecimiento de las películas, se diseñó y construyó una celda electroquímica de teflón con un dispositivo de agitación integrado. Las películas se depositaron a diferentes niveles de agitación, en sustratos de acero inoxidable 314, aplicando un potencial catódico constante. La masa transportada se calculó a partir de las curvas de corriente producidas durante cada depósito. El análisis por EDS muestra la presencia de Titanio y Oxígeno en una proporción que corresponde al TiO₂ y los resultados obtenidos por SEM muestran la variación en la morfología en función de la agitación.

Introducción.

Las películas de dióxido de titanio son de gran interés para aplicaciones fotovoltaicas, electroquímicas, catalíticas y electrónicas, las principales técnicas de depósito son: RF-Sputtering, MOCVD, sol-gel y electrodeposición química, destacando el método electroquímico por ser un proceso de baja energía que se lleva a cabo bajo condiciones benignas al medio ambiente y por su simplicidad y economía, ya que el depósito se puede realizar a bajas temperaturas, presión atmosférica y en sustratos en forma compleja [2]. Las características de las películas se controlan variando los parámetros de depósito: el tipo de solución, potencial aplicado, corriente, temperatura, pH y parámetros externos, como la agitación, durante el crecimiento. En este trabajo se diseñó una celda electroquímica para controlar de manera precisa la reacción electroquímica en el sustrato y se estudió la caracterización morfológica y estructural de las películas obtenidas y su relación con los parámetros de crecimiento.

Desarrollo Experimental.

Para los depósitos de películas de TiO₂ se diseñó y construyó una celda electrolítica de teflón, debido a que este material es inerte a ambientes ácidos, por lo que no reacciona con la solución reactiva, permitiendo medir y controlar los procesos electroquímicos en el sustrato. La configuración de la celda se basó en tres electrodos: el electrodo de trabajo como sustrato, el electrodo de referencia a base de un microelectrodo de platino y como electrodo de conteo se utilizó una malla de platino, además de un dispositivo de agitación, basado en un motor interno con eje excéntrico, dicho motor produce vibraciones hasta el microsónico a partir de una potencia 3.4×10^{-3} W, la potencia y la frecuencia de agitación fue regulada a través de un sistema

de control a partir de una fuente de poder regulada mediante un potenciómetro diseñado ex profeso para este sistema. Se utilizó una solución electrolítica de: 0.05M de TiCl₄ 0.01 M de H₂O₂ en una mezcla (3:1) de etanol anhidro y agua. Como sustratos se usó acero inoxidable 314 pulido mecánicamente a espejo, los sustratos fueron lavados ultrasónicamente con solventes orgánicos y activados en una solución de (H₂SO₄/H₂O₂, 3:1% vol) por 10 minutos, los depósitos se realizaron a régimen potencioestado, aplicando una diferencia de potencial de 4V, temperatura ambiente y pH de 1, por una hora, a un nivel de agitación de 0, 0.40, 2.5, ó 5.4 mW. Finalmente las películas fueron deshidratadas térmicamente a 120°C para la obtención de TiO₂.

Resultados.

El TiO₂ fue obtenido en dos etapas, en la primera se obtuvo una película de peroxotitanio hidratado, por lo que en la segunda las películas se trataron térmicamente para obtener el material. Se obtuvieron curvas libres de ruido de I(mA) vs t(s), para cada crecimiento, lo que se atribuye a que el proceso de deposición fue controlado debido a que los elementos de la celda estaban fijos, el diseño de los contactos no provocó interferencia en el sistema y el material de construcción de la celda no reacciona con el medio electrolítico. A partir de estas curvas se obtuvo la masa transportada para cada depósito. El análisis por EDS mostró una pequeña variación en el contenido atómico de Oxígeno y Titanio, en función de la potencia de agitación. Las micrografías por SEM indicaron cambios en la morfología de las películas mostrando una dependencia con la potencia de agitación aplicada.

Conclusiones.

Se obtuvieron películas de TiO₂ por electrodeposición variando la agitación para cada depósito, lo que provoca una mejoría en las características morfológicas y estructurales de las películas obtenidas. El depósito fue un proceso controlado, por lo que el sistema cuenta con repetibilidad y reproducibilidad.

Agradecimientos.

Este trabajo fue financiado por SIP-IPN 20082360 y Programa Institucional de Formación de Investigadores (PIFI)

Referencias

- [1] I. Zhitomirsky, L. Gal-Or, A. Kohn. Sci. 30 (1995) 5307.
- [2] Th. Pauporte, J. of P.C of Solids 64 (2003) 1737-1742.