



**UNIVERSIDAD NACIONAL  
AUTÓNOMA DE MÉXICO**

---

**FACULTAD DE QUÍMICA**

**FORMACIÓN DE PELÍCULAS  
DELGADAS DE NUEVOS BODIPY'S**

**T E S I S  
QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE  
INGENIERA QUÍMICA  
P R E S E N T A  
S A N D R A F R A N C I S C O C R U Z**

**MÉXICO, D.F.**

**2016.**





Universidad Nacional  
Autónoma de México



**UNAM – Dirección General de Bibliotecas**  
**Tesis Digitales**  
**Restricciones de uso**

**DERECHOS RESERVADOS ©**  
**PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL**

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

## **JURADO ASIGNADO:**

**PRESIDENTE:** Profesor: **SOFÍA GUILLERMINA BURILLO AMEZCUA**

**VOCAL:** Profesor: **HÉCTOR GARCÍA ORTEGA**

**SECRETARIO:** Profesor: **MARÍA DEL PILAR CARREÓN CASTRO**

**1er. SUPLENTE:** Profesor: **MARÍA GUADALUPE LEMUS BARAJAS**

**2° SUPLENTE:** Profesor: **MILTON THADEU GARCÍA MEDEIROS DE OLIVEIRA**

## **SITIO DONDE SE DESARROLLÓ EL TEMA:**

Laboratorio de Nanopelículas del Departamento de Química de Radiaciones y Radioquímica del Instituto de Ciencias Nucleares, Universidad Nacional Autónoma de México

## **ASESOR DEL TEMA:**

---

**DRA. MARIA DEL PILAR CARREÓN CASTRO**

## **SUSTENTANTE:**

---

**SANDRA FRANCISCO CRUZ**

# INDICE

---

<b>INDICE</b>	
<b>INTRODUCCIÓN</b>	X
<b>CAPÍTULO 1</b>	
<b>ANTECEDENTES</b>	
1.1 Formación de películas delgadas	
1.1.1 Langmuir-Blodgett	1
1.1.1.1 Monocapas	2
1.1.1.2 Isoterma potencial superficial-área	4
1.1.1.3 Histéresis	5
1.1.1.4 Película de Langmuir-Blodgett	6
1.1.1.5 Tipos de depósitos	6
1.1.2 Spin-coating	7
1.1.3 Coating	8
1.1.4 Dip-coating	8
1.1.5 Evaporación térmica	9
1.2 Técnicas de caracterización de películas delgadas.	
1.2.1 Espectroscopia de absorción ultravioleta visible.	10
1.2.2 Microscopia de fuerza atómica (AFM)	11
1.2.3 Microscopia Electrónica de Barrido (SEM)	11
1.2.4 Ángulo de contacto	11
1.2.5 Cuatro puntas	13

# INDICE

---

<b>CAPÍTULO 2</b>	
<b>OBJETIVOS</b>	
2.1 Objetivo general	15
2.1.1 Objetivos particulares	15
<b>CAPÍTULO 3</b>	
<b>DESARROLLO EXPERIMENTAL</b>	
3.1 Compuestos	16
3.2 Sustancias	16
3.3 Condiciones experimentales	17
3.3.1 Método Langmuir-Blodgett	
3.4 Equipos empleados	
3.4.1 Langmuir-Blodgett	17
3.4.2 Spin-coating	23
3.4.3 Evaporación térmica	27
3.4.4 Ultravioleta-Visible	29
<b>CAPÍTULO 4</b>	
<b>RESULTADOS Y DISCUSIÓN</b>	
4.1 Técnica langmuir-blodgett	
4.1.1 Isotermas	30
4.1.2 Histeresis	36
4.1.3 Películas LB	37
4.2 Spin-coating	38
4.3 Evaporación física	39

## INDICE

---

4.4 Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)	41
4.5 Microscopia de fuerza atómica (AFM)	42
4.6 Cuatro puntas	43
4.7 Ángulo de contacto	44
<b>CAPÍTULO 5</b>	
<b>CONCLUSIONES</b>	48
<b>REFERENCIAS</b>	49

## INTRODUCCIÓN

Las películas orgánicas ultradelgadas con un espesor de algunos nanómetros han despertado grandes expectativas para ser utilizadas como componentes en muchas aplicaciones comerciales tales como sensores, detectores, displays y componentes electrónicos de circuitos.<sup>[1-3]</sup> La posibilidad de sintetizar moléculas orgánicas, con la estructura y la funcionalidad deseada en conjunto con la tecnología sofisticada para el depósito de películas ultradelgadas, permite la producción de componentes eléctrica, óptica y biológicamente activos en una escala nanométrica. Una película delgada puede ser depositada en sustratos sólidos por varias técnicas como son: Langmuir-Blodgett (LB), spin-coating, evaporación térmica, casting, electrodeposición, adsorción de soluciones, autoensamblaje, por mencionar algunas. La técnica de Langmuir-Blodgett, tiene un control preciso de la construcción de la película, pues orienta las moléculas y las deposita de forma altamente ordenada en el sustrato sólido, lo anterior no se logra tan eficientemente con otras técnicas<sup>[1]</sup>.

Entre los colorantes orgánicos, los 4,4-difluoro-4-bora-3a,4a-diaza-s-indacenos, conocidos comúnmente con el nombre comercial BODIPY, se consideran hoy como unos de los colorantes más útiles y versátiles que existen. El interés en los BODIPY's se origina por sus buenas propiedades fotofísicas, como elevados coeficientes de absorción, rendimientos cuánticos de fluorescencia y fotoestabilidad, así como por una baja sensibilidad a los efectos del entorno y una alta versatilidad química. En la actualidad, el desarrollo de nuevos colorantes fluorescentes BODIPY se ha convertido en un campo en auge de la investigación, debido a sus posibles aplicaciones como sensores en biología y en el diagnóstico clínico, como fotosensibilizadores para la terapia fotodinámica (PDT), como sistemas láser, como guías de onda, para la fabricación de diodos emisores de luz orgánicos (OLED's), como celdas fotovoltaicas y como dispositivos electroluminiscentes, además de sus habituales aplicaciones como colorantes

## INTRODUCCIÓN

---

orgánicos. Estas y otras aplicaciones emergentes están condicionadas por la longitud de onda de emisión, el rendimiento cuántico y la estabilidad de los colorantes en las condiciones de trabajo necesarias para cada uso específico, que pueden ser especialmente importantes en el desarrollo de nuevas técnicas de imagen en microscopía óptica, que requieren de un láser de alta intensidad de irradiación.

En este último caso, uno de los principales problemas relacionados con el uso de colorantes, tanto como fuente de radiación láser o como marcador biológico, es su exposición a elevadas irradiaciones de bombeo y temperatura, lo que limita significativamente su fotoestabilidad, disminuyendo la vida útil de los colorantes. Debido a la amplia aplicabilidad de estos compuestos, se hace necesaria la búsqueda de nuevos BODIPY's con estabilidad y eficiencia superiores a los actualmente descritos.

El obtener películas delgadas de BODIPY's abre la posibilidad de una gran variedad de aplicaciones, en esta tesis se describen varios métodos para la formación de películas, así como la caracterización de las películas obtenidas.



### ANTECEDENTES

#### 1.1 FORMACIÓN DE PELÍCULAS DELGADAS

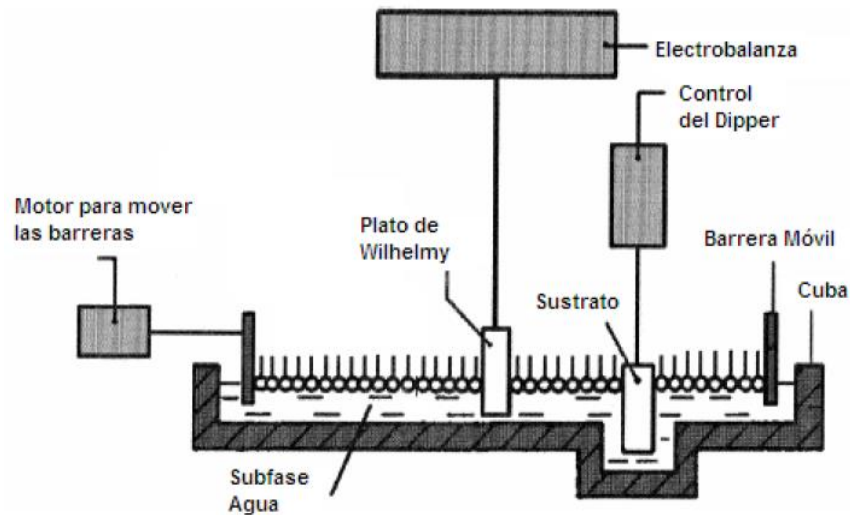
Existen varios métodos para la formación de películas delgadas, entre los que se encuentran: Langmuir-Blodgett (LB), Spin-coating (SC), Evaporación física y química, por mencionar las más comunes. A continuación se explican cada uno de estos métodos.

##### 1.1.1 LANGMUIR-BLODGETT (LB)

El método LB es un método que permite obtener películas ultradelgadas con espesores de algunos nanómetros. La técnica de Langmuir-Blodgett, permite un control preciso de la construcción de la película, pues orienta las moléculas y las deposita de forma altamente ordenada en el sustrato sólido, lo anterior no se logra tan eficientemente con otras técnicas.

La técnica LB permite que puedan ser transferidas monocapas a sustratos como vidrio, cuarzo o silicio, entre otros; partiendo de una monocapa previamente depositada sobre una cuba de Langmuir que contiene una subfase, que es agua ultrapura tipo 1, dicha cuba está hecha a base de un material hidrofóbico (teflón), que cuenta con barreras móviles fabricadas del mismo material mediante las cuales se controla la presión que ejerce la monocapa formada en la interfase agua-aire <sup>[4, 5]</sup>.

En la figura 1.1 se observa el montaje de una cuba de Langmuir con pozo con los elementos necesarios que se requieren en la técnica de Langmuir-Blodgett. <sup>[6]</sup>



**Figura 1.1.** Representación de la caba de Langmuir que incluye el Plato de Wilhelmy, dos barreras móviles, un sustrato y un dipper empleado para transferir las monocapas.

## 1.1.1.1 Monocapas

Las monocapas de Langmuir se forman cuando una disolución de moléculas anfifílicas, insolubles en agua, se esparcen con un disolvente en la superficie del agua. Cuando un disolvente se evapora, queda solo una membrana de espesor molecular formada por las moléculas de interés <sup>[7]</sup>.

Las moléculas en una disolución están sujetas a fuerzas de atracción; en la mayor parte de esa disolución las fuerzas son iguales. Sin embargo en una interfase las fuerzas son diferentes y el efecto provocado es forzar las moléculas en la periferia en la mayor parte de la disolución. Este efecto provoca aumento en la tensión superficial.

La tensión superficial puede ser definida como el trabajo requerido para expandir la superficie isotérmicamente por unidad de área, La tendencia de las moléculas en la superficie activa es acumularse en interfaces en favor de la expansión de la misma y así baja más la tensión superficial. Tal comportamiento hace posible controlar la presión superficial como una función del área ocupada por molécula si el número de moléculas depositadas sobre la superficie es conocido.

## ANTECEDENTES

---

La presión superficial denotada por la letra griega pi ( $\pi$ ), para una superficie plana en el equilibrio, esta denotada por la relación:

$$\pi = \gamma - \gamma_0$$

donde:

$\pi$  es la presión superficial

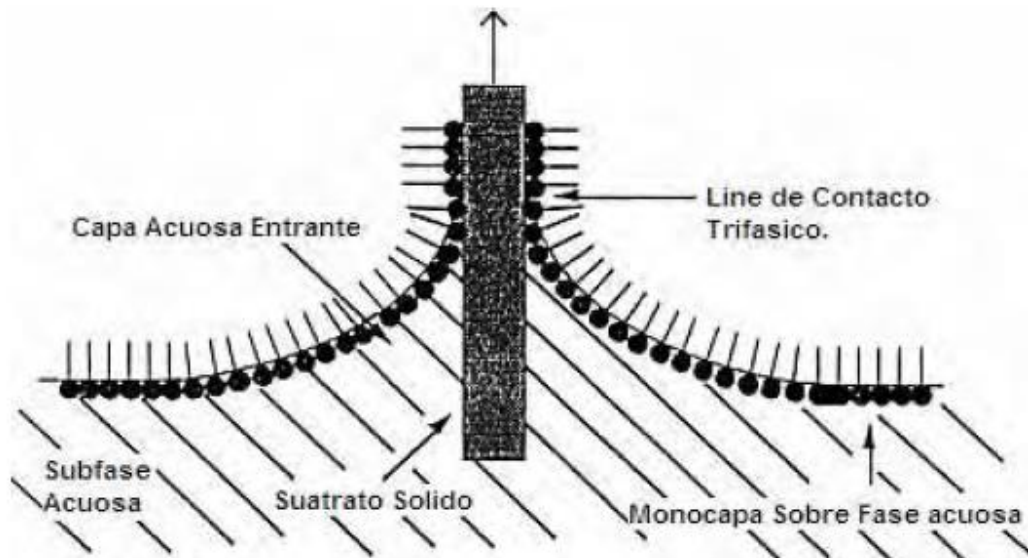
$\gamma$  es la tensión superficial en ausencia de monocapa

$\gamma_0$  es la tensión superficial en presencia de monocapa

La tensión superficial del agua es de 73mN/M a 20°C y 1 atmósfera de presión.

La subfase más usada para el estudio de las monocapas es agua ultrapura, desionizada mediante el sistema Direct-Q de Millipore, el cual consiste en un sistema de filtros, ozonólisis y radiación UV con la finalidad de obtener agua de una pureza de tipo 1. Debido a que los compuestos sintetizados poseen una parte hidrofílica y otra hidrofóbica, entonces la parte hidrofílica se adhiere al grupo polar del agua y la parte hidrofóbica da lugar al ordenamiento de las moléculas.

En condiciones óptimas, la monocapa puede ser transferida sobre un soporte sólido hidrofílico o hidrofóbico por el método de sumergido vertical, como se muestra en la figura 1.2. <sup>[8]</sup>.



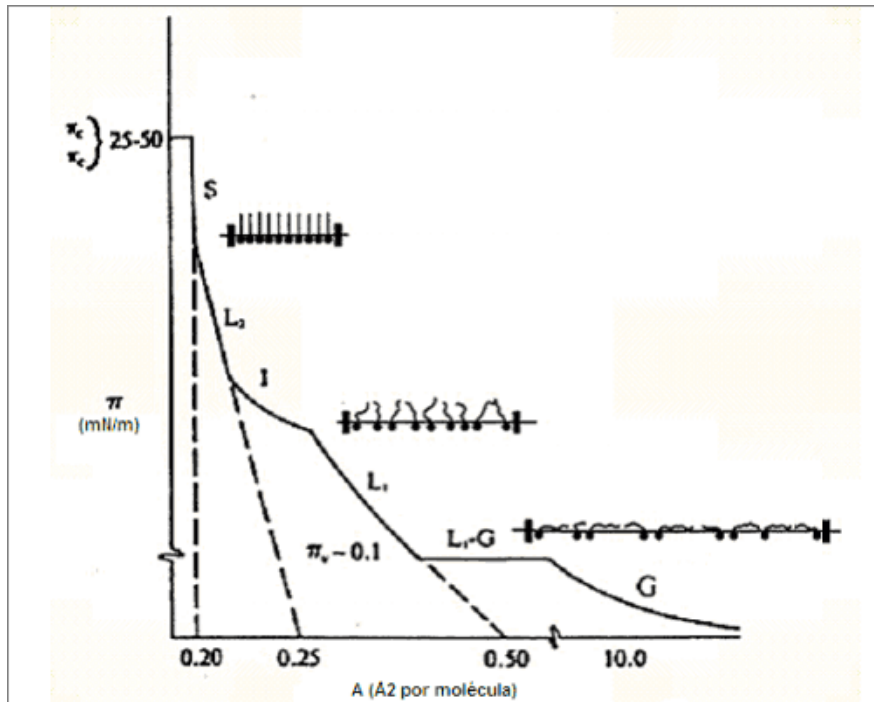
**Figura 1. 2.** Depósito de una monocapa sobre un sustrato hidrofílico.

### 1.1.1.2 Isoterma potencial superficial-área

La gráfica de la presión superficial contra el área ocupada por molécula es conocida como una isoterma presión superficial-área ( $\pi$ -A), se denomina isoterma porque la compresión es realizada a temperatura constante.

La descripción característica de una monocapa insoluble está en términos de la curva presión superficial-área, la relación entre la presión superficial observada y el área ocupada por las moléculas de la monocapa sobre la superficie de la subfase agua-aire <sup>[7]</sup>.

La determinación de las isotermas constituye la técnica básica para caracterizar las monocapas de Langmuir dicha técnica proporciona información de la formación, de las fases y de la estabilidad de la monocapa, del área molecular y del colapso de la monocapa. En la figura 1.3 se muestra una isoterma obtenida con una disolución de ácido esteárico. <sup>[9]</sup>.



**Figura 1.3.** Isotherma  $\pi$ -A que muestra las transiciones de fase de una monocapa de ácido esteárico durante la compresión

### 1.1.1.3 Histéresis

Un factor importante que se considera en la formación de monocapa, es la histéresis del sistema, es decir, esta indica si es reproducible nuestro experimento. Ésta se genera al comprimir y descomprimir la película Langmuir-Blodgett a una velocidad de compresión constante, esto se realiza generalmente hasta la presión superficial a la cual se van a realizar los depósitos de las monocapas en el sustrato (esta presión se definió previamente con la isoterma), con la finalidad de garantizar que siempre se transfiera el mismo número de moléculas en el sustrato.

## 1.1.1.4 Películas de Langmuir-Blodgett (LB)

Recibe el nombre de película Langmuir-Blodgett (LB), cuando las monocapas Langmuir ya se encuentran depositadas en el sustrato sólido. El proceso inicia cuando se coloca el sustrato sólido y es sumergido verticalmente en la subfase agua, a velocidad constante, después el sustrato se coloca justamente debajo de la monocapa Langmuir, posteriormente el sustrato emerge hacia la superficie, de tal forma que la monocapa Langmuir se va depositando sobre la superficie del sustrato, y finalmente se deja secar a la monocapa depositada en el sustrato, dando como resultado una película Langmuir-Blodgett de una monocapa <sup>[8,9]</sup>.

## 1.1.1.5 Tipos de depósitos

Los depósitos pueden ser de tres tipos: del tipo X, para ello se necesita de un sustrato hidrofóbico, es decir, la transferencia de la monocapa solamente puede darse durante la inserción; del tipo Y, en este caso el sustrato puede ser hidrofílico o hidrofóbico, es decir, la transferencia de la monocapa puede darse durante la inserción y extracción del sustrato finalmente del tipo Z, en este caso se utiliza un sustrato hidrofílico, el cual permite solamente la transferencia de la monocapa durante la extracción (ver figura 1.4). <sup>[9]</sup>

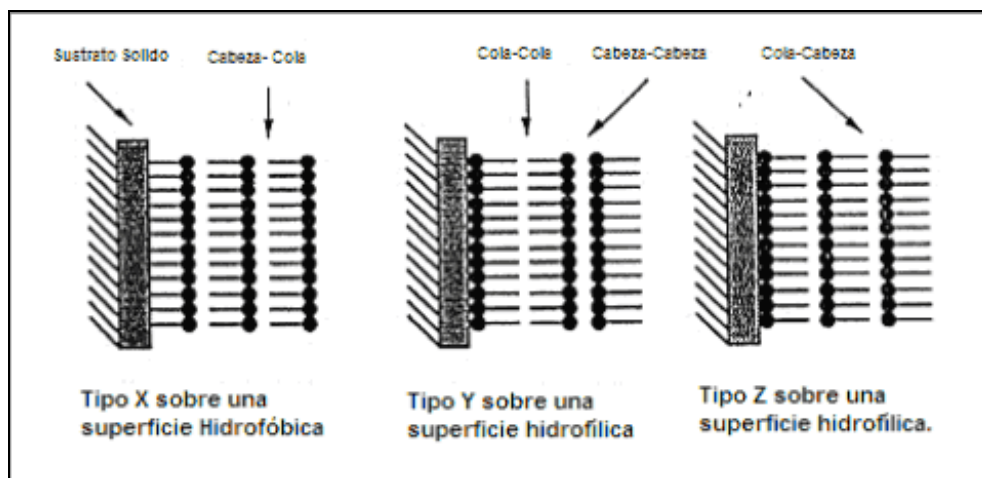


Figura 1.4. Tipos de depósitos.

---

## ANTECEDENTES

---

Bajo condiciones óptimas, la monocapa puede ser transferida sobre un soporte sólido hidrofílico ó hidrofóbico por el método de sumergido vertical o por el método de contacto horizontal. Información de primera mano puede ser obtenida de la **razón de transferencia** (TR), la cual se define como lo muestra la ecuación (1). Para un proceso de transferencia ideal, TR debe ser 1.

$$RT = \frac{\text{área desplazada durante la transferencia de la monocapa}}{\text{Área del sustrato sumergida en la subfase.}} \quad \text{Ecuación (1)}$$

### 1.1.2 SPIN-COATING

La técnica de *spin-coating* constituye una de las formas más simples y utilizadas para preparar películas delgadas sobre sustratos planos. Se emplea generalmente cuando el material a depositar es de naturaleza polimérica y, no puede ser depositado mediante evaporación térmica sin evitar su descomposición. Esta técnica de fabricación de películas delgadas conduce a la obtención de recubrimientos bastante uniformes, planos y de alta calidad. No obstante, pueden surgir en el seno de la película inhomogeneidades como consecuencia, entre varias posibles causas, de utilizar disoluciones de partida demasiado complejas o que contengan impurezas.

Esta técnica se materializa en un instrumento llamado *spin-coater*, el cual posee un torno que inmoviliza al sustrato mediante vacío durante el proceso de rotación. Para preparar una película, el material a depositar se disuelve previamente, siendo muy aconsejable el filtrado de la disolución para eliminar partículas o impurezas, y evitar así posteriores defectos en la película. <sup>[10]</sup>.

### 1.1.3 DISOLUCIÓN CASTING

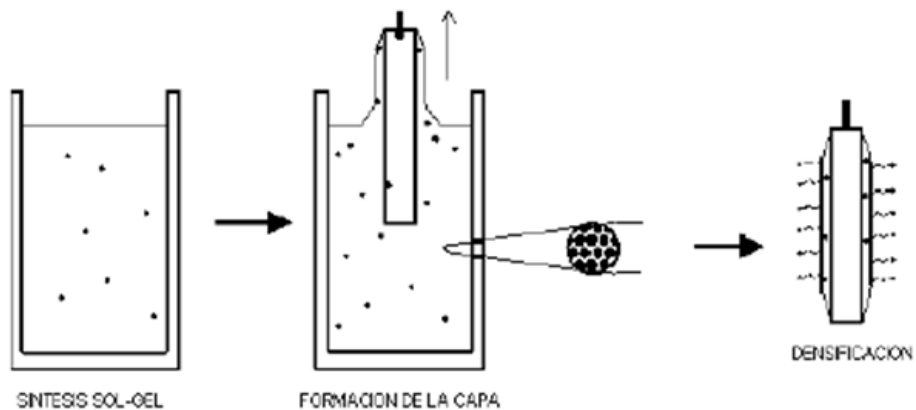
Esta técnica se utiliza habitualmente cuando, por alguna razón, mediante *spin-coating* no se obtienen películas de características adecuadas, como por ejemplo que sean demasiado delgadas <sup>[11]</sup>. A pesar de que este método conduce a la obtención de recubrimientos de mayor espesor, como contrapartida, son películas menos homogéneas y reproducibles. No obstante, una ventaja adicional que ofrece la técnica de *disolución casting* es que no precisa de ninguna instrumentación y que destaca por su sencillez. <sup>[12, 13]</sup>.

El procedimiento consiste en, una vez preparada la disolución del material y filtrada convenientemente para eliminar impurezas sólidas, se añade sobre un soporte limpio un volumen suficiente para cubrir la totalidad de la superficie. Una variante de este método es conocida como la técnica *doctor blade*, en la cual se delimita exactamente un grosor constante de la disolución depositada a lo largo de toda la superficie, barriendo con una espátula o cuchilla de precisión. En cualquier caso, se espera a continuación el tiempo necesario hasta la completa evaporación del disolvente, manteniendo el soporte en un ambiente limpio y, si es posible, (cuando el disolvente utilizado para preparar la disolución sea no acuoso), conviene realizar este paso en una caja seca o *glove box*. En el caso que sea necesario, se eliminan los restos de disolvente de la película mediante la aplicación de calor <sup>[14]</sup>.

### 1.1.4 DIP-COATING

El método de inmersión es aplicado en la fabricación de capas transparentes y películas de óxidos en diversos sustratos con alto grado calidad superficial. Mediante la superposición de varias capas, estas películas pueden alcanzar espesores mayores a 1 micra. Este proceso consiste en la inmersión y extracción de un sustrato en un fluido (drenado gravitacional y evaporación del solvente) la cual se acompaña por posteriores reacciones de condensación resultando en el depósito de una película sólida (figura 1.5). <sup>[14]</sup>.





**Figura 1.5.** Formación de la película delgada por la tecnica de inmersión

Comparado con métodos convencionales, sol-gel-inmersión requiere considerablemente menos equipo y es potencialmente menos costoso. Sin embargo, la ventaja más importante es su capacidad para modificar la microestructura, ordenamiento y alineación de las partículas, porosidad e índice de refracción de las películas depositadas mediante el estudio de las características de los precursores, o variación de las condiciones de depósito, como son: velocidades relativas de condensación y evaporación, presión capilar, tensión superficial y velocidad de extracción del sustrato. Particularmente, la concentración y viscosidad de la solución y velocidad de extracción del sustrato son parámetros críticos en la adecuada formación de la película. <sup>[15, 16]</sup>.

### 1.1.5 EVAPORACIÓN FÍSICA

El depósito en fase de vapor (PVS de sus siglas en inglés), es un término genérico empleado para un amplio conjunto de técnicas que engloban procesos de crecimiento de películas delgadas o capas que involucran la deposición de moléculas o átomos sobre un sustrato mediante el empleo de medios físicos para obtener un recubrimiento en fase de vapor. Generalmente, los procesos de PVD son usados para depositar películas con espesores en el rango de pocos nanómetros a cientos de nanómetros. Además, estos procesos también pueden ser usados para depositar multicapas.

Las técnicas PVD más usadas se podrían agrupar en muchas categorías, pero en particular interés se requiere mediante una resistencia. En el equipo VCM600 una fuente eléctrica impone una corriente (y voltaje) la cual circula por un bote calentando éste y produciendo su evaporación <sup>[17]</sup>.

### 1.2 TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN DE PELÍCULAS DELGADAS.

#### 1.2.1 Espectroscopia de absorción Ultravioleta Visible.

La radiación ultravioleta es la radiación electromagnética cuyas longitudes de onda van aproximadamente desde los 400nm, el límite de la luz violeta, hasta los 15nm, donde empiezan los rayos X. La radiación ultravioleta puede producirse artificialmente mediante lámparas de arco; la de origen natural proviene del Sol.

Las longitudes de onda de la luz UV absorbida por una molécula son determinadas por las diferencias de energía de los electrones entre orbitales en una molécula.

La longitud de onda de la luz ultravioleta es menor a 0.00004 centímetros, en consecuencia su frecuencia y energía son altas; sin embargo, no traspasa los vidrios naturales.

Toda radiación viene caracterizada por una longitud de onda ( $\lambda$ ), una frecuencia ( $\nu$ ), la constante de Planck ( $h$ ), la constante de la velocidad de la luz ( $c$ ) y la energía ( $E$ ), siendo la relación que existe entre ellas:

$$E = h * \nu = h * \frac{c}{\lambda} \quad \dots \text{ecuación (2)}$$

### 1.2.2 Microscopia de fuerza atómica (AFM)

Esta técnica se fundamenta en la medida de las fuerzas de interacción entre una punta muy fina dispuesta en el extremo de una palanca flexible (cantiléver) y la superficie de la muestra, mediante realización de una serie de rastreos horizontales; la muestra debe ser depositada sobre un soporte sólido por el cual debe tener una alta afinidad. En el AFM el rayo láser incide sobre la superficie del cantiléver en el extremo en el cual se encuentra la punta; las deflexiones del cantiléver producidas por la interacción entre la punta y la muestra son detectadas por un detector óptico (fotodiodo), mediante la variación del ángulo de reflexión del láser. <sup>[18, 19]</sup>.

### 1.2.3 Microscopia Electrónica de Barrido (SEM)

La microscopía electrónica de barrido SEM se basa en la interacción que se produce cuando un haz de electrones de energía elevada incide sobre una muestra. Como consecuencia de esta interacción se producen en la superficie de la muestra diversos tipos de señales. Estas señales incluyen electrones retrodispersados, secundarios y Auger. Siendo los electrones retrodispersados y secundarios los que se utilizan comúnmente para la obtención de la imagen en el microscopio electrónico. <sup>[20,21]</sup>.

### 1.2.4 Ángulo de contacto

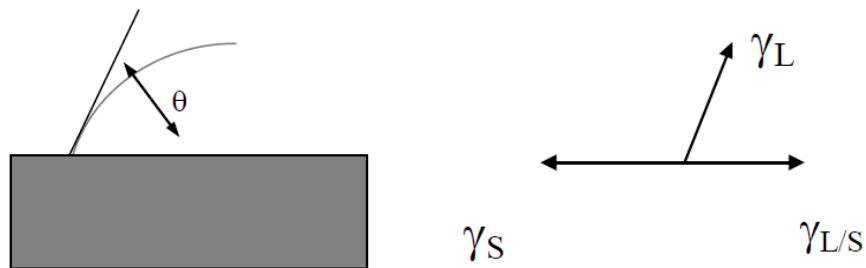
El ángulo de contacto (esquema 6) es un parámetro fundamental para caracterizar las propiedades de hidrofiliicidad, humectación y biocompatibilidad en los materiales. La expresión que liga el ángulo de contacto de un líquido sobre un sólido con las tensiones superficiales del sólido ( $\gamma_S$ ), del líquido ( $\gamma_L$ ) e interfacial sólido/líquido ( $\gamma_{S/L}$ ) (figura 1.6) es <sup>[22]</sup>:

$$\cos \theta = \frac{\gamma_S - \gamma_{S/L}}{\gamma_L} \dots\dots \text{ecuación (3)}$$

---

## ANTECEDENTES

---



**Figura1.6.** Ángulo de contacto y las tensiones que actúan en la línea de contacto entre sólido, líquido y aire.

De acuerdo con dicha ecuación, una disminución del ángulo de contacto ( $\cos\theta$  aumenta), y por tanto un aumento en la humectación, puede conseguirse con un aumento de la tensión superficial del sólido ( $\gamma_S$ ), con una disminución de la tensión superficial del líquido ( $\gamma_L$ ), con una disminución de la tensión interfacial sólido/líquido ( $\gamma_{S/L}$ ), o con una adecuada combinación entre estas. Como los materiales ópticos inorgánicos tienen una tensión superficial  $\gamma_S$  mayor que los materiales ópticos orgánicos, los segundos presentan ángulos de contacto mayores. Por tanto, su uso en lentes de contacto suele conllevar algún problema de humectabilidad y requiere de procesos para su mejora. Un aumento de la humectabilidad puede conseguirse haciendo que la superficie sea más hidrofílica, lo cual a la vez que comporta un aumento de  $\gamma_S$  también suele comportar una disminución de  $\gamma_{S/L}$ . Por otro lado, para un aumento de la humectabilidad también puede buscarse una disminución de  $\gamma_L$ , lo cual se consigue con la introducción de humectantes en las soluciones de acondicionamiento o con lágrimas artificiales; estas sustancias también suelen producir una disminución de  $\gamma_{S/L}$ , y por tanto contribuyendo por esta segunda vía a un aumento de la humectación.

Para la medida del ángulo de contacto existen básicamente dos grupos de métodos. Uno consiste en la medida del  $\theta$  por la técnica de la gota en aire (o gota sénil), mientras que el otro realiza la medida del  $\theta$  por la técnica de la burbuja cautiva. El primero es más general y fácil de usar, siendo más apropiado para

## ANTECEDENTES

---

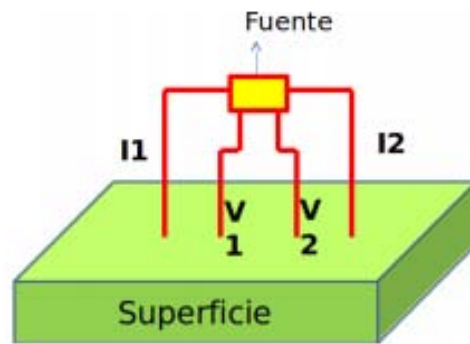
materiales con bajo o nulo contenido en agua, mientras que el segundo requiere de un montaje más elaborado y se aplica para materiales con un importante contenido en agua, ya que mantiene las condiciones de hidratación. Por otro lado, la técnica de la gota en aire es más apropiada para la medida del ángulo de contacto de avance, o sobre superficie seca, mientras que la técnica de la burbuja cautiva es más apropiada para la medida del ángulo de retroceso, o sobre una superficie humectada. Sin embargo, ambas técnicas pueden servir para la medida de ambos valores del  $\theta$  con las oportunas consideraciones. <sup>[23]</sup>.

### 1.2.5 Método de cuatro puntas

El método de cuatro puntas se usa para realizar mediciones de conductividad superficial y longitudinal sobre una superficie. Unos de los principales valores que se obtiene con este método es la Resistencia de Hoja (Sheet Resistance), la cual es de gran utilidad a la hora de caracterizar eléctricamente una película delgada. Esta técnica solo se utiliza sobre películas homogéneas poco rugosas de lo contrario se puede producir un corto.

Una forma de caracterizar eléctricamente una película delgada es a través del cálculo de su resistencia, cuando esta tiene valores intermedios (entre algunas decenas de Ohms ( $\Omega$ ) a unos pocos M  $\Omega$ ) tal vez lo más simple es usar la técnica de dos puntas, aquí, la resistencia de interés ( $R$ ) es la suma de  $R + R'_{\text{cable}} + R_{\text{cable}}$ . El valor medido será muy cercano a  $R$  sólo si  $R \gg R'_{\text{cable}} + R_{\text{cable}}$ . Para resistencias de pequeña magnitud,  $R < 10 \Omega$ , esta condición casi nunca se satisface y por lo tanto sus valores deben ser medidos mediante la técnica de 4 puntas.

El método de medición por 4 puntas ó método Kelvin, es una técnica que permite calcular la resistencia de hoja de una película delgada eliminando simultáneamente los efectos de las resistencias de los cables y los potenciales de contacto que presentaba el método de dos puntas. Un esquema de un medidor de 4 puntas se muestra a continuación <sup>[24]</sup>.



**Figura 1.7.** Medidor de 4 puntas

## CAPÍTULO 2

### OBJETIVOS

#### Objetivo General

- Formar y caracterizar películas delgadas de nuevos BODIPY's empleando varios métodos.

#### Objetivos Particulares

1. Obtener películas delgadas de dos nuevos BODIPY's empleando la técnica de Langmuir-Blodgett, spin-coating y evaporación física.
2. Caracterizar las películas delgadas obtenidas.


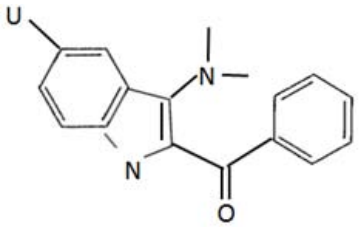

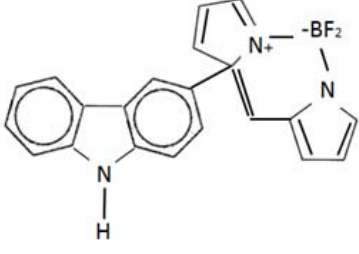
## CAPÍTULO 3

### DESARROLLO EXPERIMENTAL

Para este trabajo se utilizaron dos nuevos BODIPY's, las cuales fueron sintetizados por el grupo del Dr. José Norberto Farfán García del departamento Química Orgánica de la Facultad de Química (tabla 3.1)

#### 3.1 COMPUESTOS ORGÁNICOS UTILIZADOS

**Tabla 3.1** Compuestos orgánicos utilizados

Clave del compuesto	Nombre y estructura del compuesto	Masa molecular [g/gmol]	Concentración de la disolución [mg/mL]
<p>AVJD-31</p> 		298.5	1
<p>AVDJ-59</p> 		372.1	1

#### 3.2 SUSTANCIAS UTILIZADAS

- Cloroformo grado HPLC para la preparación de las disoluciones.
- Etanol, acetona para la limpieza de la instrumentación y equipos.



### 3.3 Condiciones experimentales

Para inyectar los compuestos de la subfase acuosa, se realizaron dos disoluciones de los compuestos sintetizados AVJD-31 y AVJD-59 a concentración de 1 mg/mL para ambas. Las disoluciones se disolvieron en cloroformo grado HPLC.

#### 3.3.1 Método Langmuir-Blodgett (LB)

##### Isotermas e Histéresis

En la técnica de Langmuir-Blodgett inicialmente se inyectaron 70, 100 y 200  $\mu\text{L}$  para el compuesto AVJD-31, mientras que para el compuesto AVJD-59 se inyectaron 60, 80 y 100  $\mu\text{L}$ , esto con la finalidad de estudiar isotermas de compresión-expansión. Posteriormente la curva más estable entre todas las estudiadas será la adecuada para realizar histéresis.

La histéresis es una variante de la técnica Langmuir-Blodgett pero el proceso de expansión-compresión se mide en ciclos para determinar la estabilidad del compuesto estudiado.

Posteriormente, esperar durante 15 minutos para que se evapore el cloroformo, una vez transcurrido este tiempo se cierran las barreras móviles para que se inicie la compresión y formación de la monocapa de Langmuir en la interfase agua-aire. Generando la isoterma, si se tiene estabilidad de esta misma se procede a realizar la histéresis.

### 3.4 EQUIPOS EMPLEADOS

#### 3.4.1 Técnica Langmuir-Blodgett

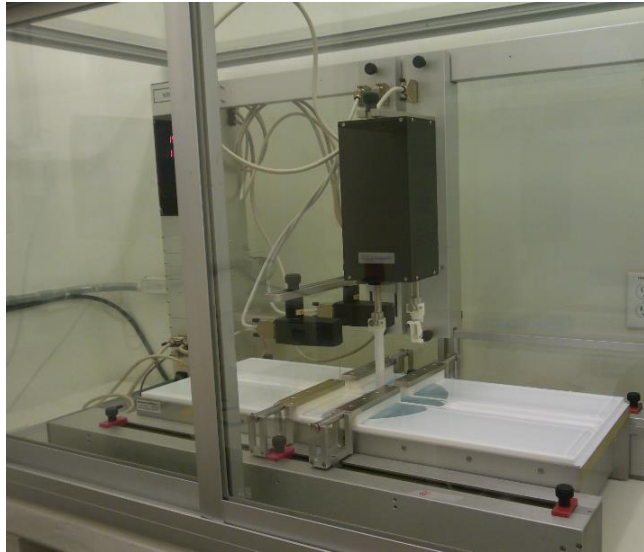
En el laboratorio de Nanopelículas se cuenta con un equipo para la formación de películas delgadas LB.

El equipo KSV 5000 sistema 3 (figura 3.1) con el que se desarrolla la técnica de Langmuir-Blodgett (LB) consta esencialmente de dos cubas (contenedoras) de agua, hechas de teflón; cada cuba cuenta con dos barras móviles hechas del mismo material que la cuba, una electrobalanza, una balanza, un plato de

## DESARROLLO EXPERIMENTAL

---

Wilhelmy y una pantalla indicadora que se encuentra conectada a una computadora donde se tiene el control de las variables del experimento. <sup>[5]</sup>



**Figura 3.1** Equipo KSV 5000

*El proceso de lavado del equipo.*

Se prepara una disolución al 5% en peso de jabón Dextrán, con esta disolución se lava la superficie de teflón de la cuba, barriendo la superficie del teflón en una sola dirección, con el propósito de evitar rayar la superficie de Teflón, se enjuaga con agua pura (grado uno); luego se extrae el agua residual, posteriormente se seca la superficie de teflón con toallas impregnadas de etanol, y para eliminar totalmente el agua se la superficie de la cuba, ésta se barre con toallas impregnadas con cloroformo (grado reactivo).

Este mismo procedimiento de lavado se realiza para las barreras móviles. Después se llena la cuba de agua ultrapura (grado uno) hasta 2mm encima de la superficie de ésta. Se lava el plato de Wilhelmy y se coloca en en la balanza, que tiene movimiento vertical, la función del plato de Wilhelmy es la de medir la presión superficial del agua en la cuba, y este dato se lee en la pantalla indicadora del equipo, una presión superficial negativa, nos indica que el agua contenida en la cuba, no contiene impurezas. En caso contrario si se tiene una presión positiva, se tiene que realizar un ciclo de aspirado de la subfase acuosa para eliminar las

## DESARROLLO EXPERIMENTAL

---

impurezas en ésta, hasta obtener una presión superficial negativa. A continuación se abren las barreras móviles hasta los extremos de la cuba (figura 3.2). [6, 8, 9].

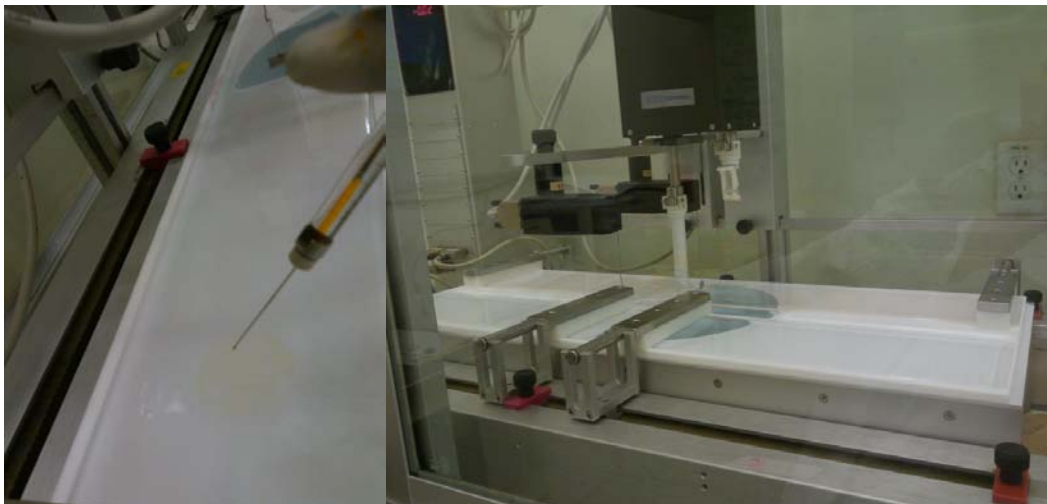


**Figura 3.2.** Izquierda: Plato de Wilhelmy antes de ser colocado en la balanza. Derecha: Barreras cerradas y plato de Wilhelmy colocado en la balanza

En el equipo KVS 5000 se realizan los depósitos de vidrio, la metodología es la siguiente:

### Cómo realizar un depósito

Inicialmente se inyecta la disolución que será analizada, se realiza el procedimiento de realización de isoterma y posteriormente se realiza el modo de operación del software del equipo KSV5000 [5].

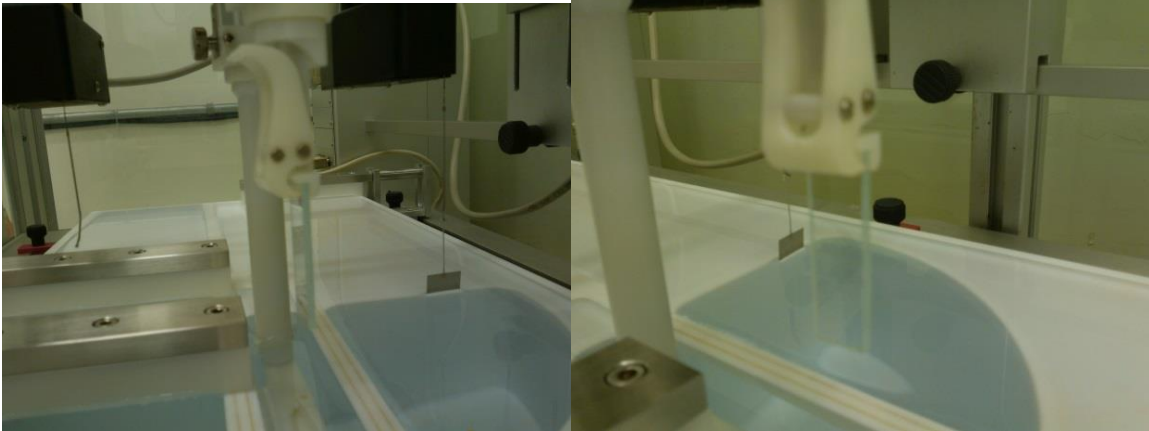


## DESARROLLO EXPERIMENTAL

---

**Figura 3.3** Izquierda, modo de inyección de la disolución. Derecha, tiempo de espera, al fondo de la imagen se aprecia la coloración del compuesto, tonalidad naranja

Colocar el corte de vidrio en el dipper 1, como se muestra en el esquema 10. Inyectando la cantidad de disolución deseada esperar alrededor de 15 minutos para comprimir el compuesto a una presión de 20mN/m, y posteriormente proseguir con el modo de operación (Figura 3.4)



**Figura 3.4.** Modo de colocación del vidrio en el dipper1, previa al inicio del depósito.

### ***Modo de operación del Software para la realización de un depósito***

En la parte superior izquierda de la figura 3.6, aparecen tres opciones para trabajar.

En el caso particular de los depósitos seleccionar ALT y llenar la tabla que aparece a continuación:

# DESARROLLO EXPERIMENTAL

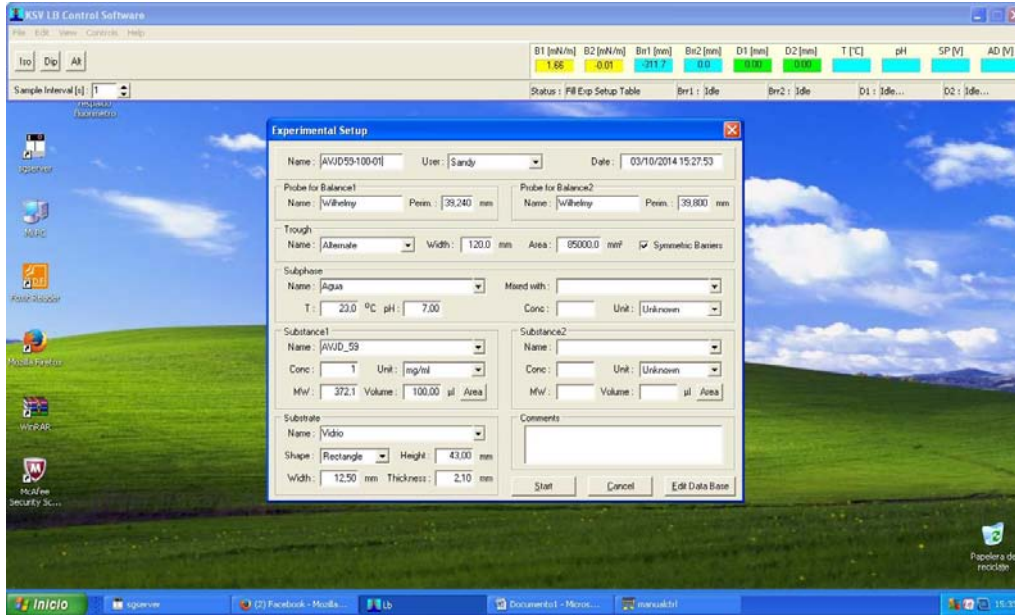


Figura 3.5. Software del equipo KVS5000 llenado de datos para la realización de depósitos en vidrio.

A continuación, seleccionar **start** para que posteriormente se desplieguen los cuadros siguientes:

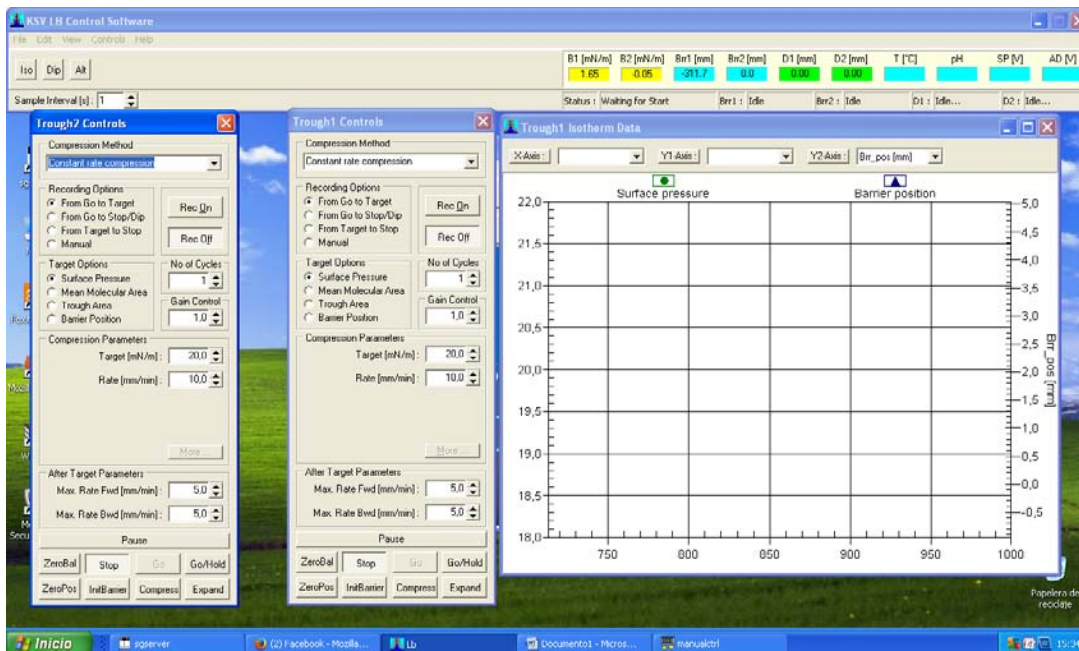


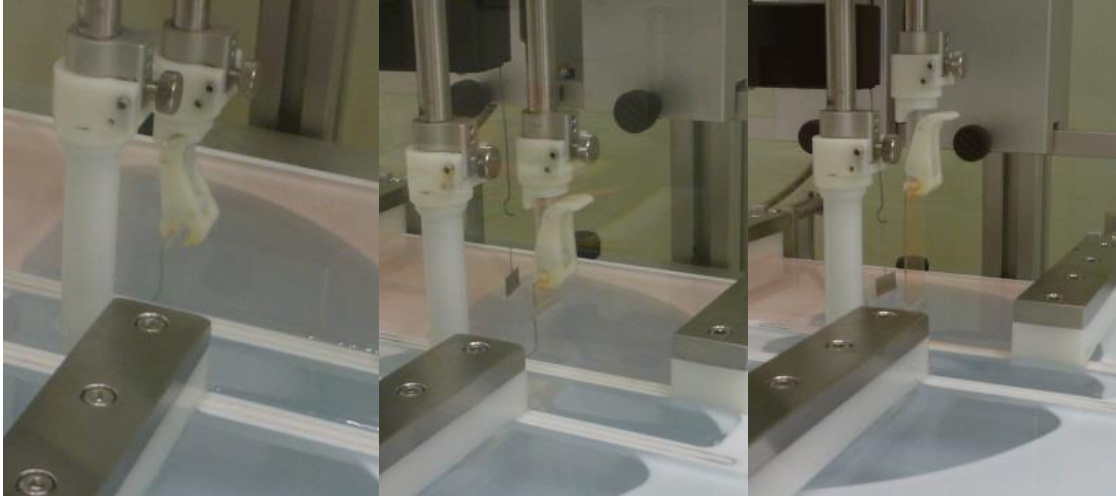
Figura 3.6. Llenado de tablas para el control de barrera del depósito en vidrio.

Realizar los pasos siguientes:

1. Cerrar las opciones de trough 2





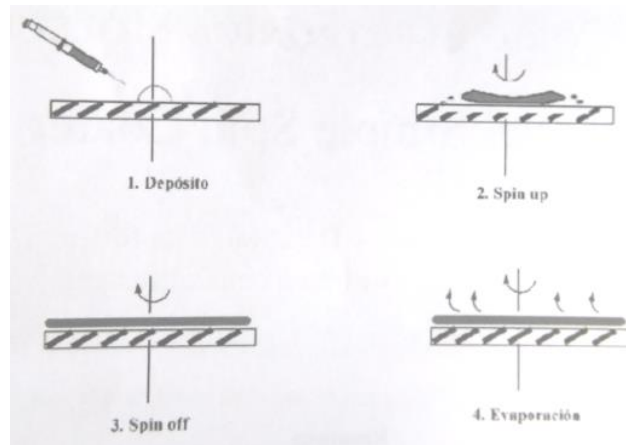


**Figura 3.8.** Pelicula del compuesto AVJD-59 insertada en el vidrio, modo de salida paulatina.

### 3.4.2 SPIN-COATER

Esta técnica se llevó a cabo en colaboración con el Instituto de Física de la UNAM.

Etapas en el proceso de Spin-coating



**Figura 3.9.** Representación esquemática del proceso de depósito por spin-coating

1. Se deposita un cierto volumen de disolución sobre el sustrato limpio inmovilizado, cubriendo toda la superficie. La cantidad de material que

## DESARROLLO EXPERIMENTAL

---

aporta este volumen está en exceso en relación a la cantidad que finalmente formará la película.

2. El sustrato se acelera hasta que se alcanza la velocidad de rotación final deseda. Debido a la fuerza centrípeta generada en el movimiento rotatorio, la disolución se esparce sobre toda la superficie del sustrato, y se expulsa parte de ésta de forma regresiva.
3. El sustrato gira a velocidad constante, y se produce un adelgazamiento gradual del fluido, generalmente uniforme sobre toda la superficie. En función de la tensión superficial y viscosidad del fluido, velocidad de rotación, etc., el espesor final de la película puede ser ligeramente diferente en los bordes del soporte.
4. En la última etapa, el soporte continua girando a velocidad constante, y es la evaporación del disolvente el fenómeno predominante.

Como es evidente, las etapas terceras (control del flujo o caudal) y cuarta (control de la evaporación) son las dos etapas que más impacto tienen en el espesor final de la película, y deben ocurrir de forma simultánea.

Es habitual, una vez acabado el proceso, calentar el sustrato con la película para eliminar los restos del disolvente que hayan quedado en el seno de ésta, teniendo cuidado de no degradar la película.

Operación.

Antes de empezar a operar el equipo de spin-coater asegurar tener la bomba mecánica conectada, además asegurar que haya presión de aire en la tubería.



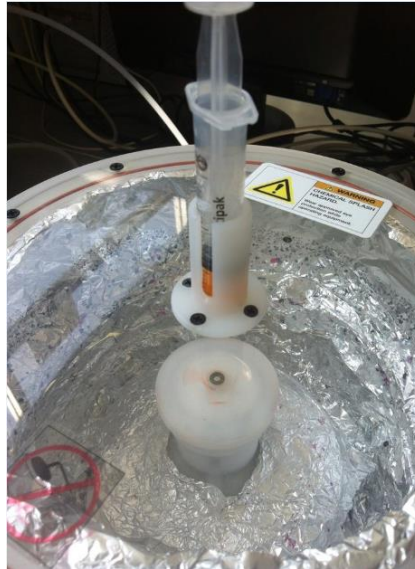


## DESARROLLO EXPERIMENTAL

---

**Figura 3.10** Bomba mecánica y válvula de aire en la tubería.

1. Después de hacer la disolución y filtrarla si es posible, extraer una pequeña cantidad con una jeringa y poner ésta en la parte superior del spin coater, como se muestra en la figura 3.11. El uso de la aguja en la jeringa es opcional, tiene como ventaja un mejor control sobre la posición donde caerá la gota.



**Figura 3.11.** Posición de la jeringa

2. Poner el porta sustrato sobre el eje de spin coater . Dependiendo del tamaño del sustrato, se debe elegir que porta sustrato usar. Unos porta sustratos tienen bocas más amplias que permiten fijar sustratos más grandes y viceversa.

## DESARROLLO EXPERIMENTAL

---



**Figura 3.12.** Izquierda: eje del spin coater; Derecha: porta sustratos

3. Encender la bomba mecánica y luego poner el sustrato sobre el porta sustrato. El único objetivo de la bomba en este paso es crear un pequeño vacío para fijar el sustrato.
4. Encender el equipo del botón negro que aparece atrás. Al prender el equipo aparecerá un mensaje de error indicado por el parpadeo de las letras CDA. Esto se debe a que aún no se ha abierto la válvula del aire.



**Figura 3.13.** Control para verificar el error (CDA) del equipo.

5. Abra la llave de paso del aire comprimido hasta que el mensaje de error desaparezca, es decir, hasta que la palabra CDA desaparezca. Esto normalmente se logra cuando la válvula se abre hasta la mitad, siempre recordando abrir la válvula suavemente.

### 3.4.3 Técnica de Evaporación térmica.

Esta técnica se llevó a cabo en colaboración con el Instituto de Física de la UNAM.



**Figura 3.14** Equipo VCM600 (Instituto de Física, UNAM)

Previo a la realización de la técnica de evaporación se realizó corte de vidrios, tipo ITO.

#### Cortes de vidrio, tipo no conductor y tipo ITO



**Figura 3.15** Corte de vidrio. Superior, corte tipo no conductor  
Izquierda: Cortes de vidrio no conductor; Derecha: Corte de vidrio tipo ITO

Las dimensiones de vidrio necesarias para este tipo de técnica son aproximadamente 1.1 y 1.2 cm de ancho. Para el corte de vidrio tipo ITO, es necesario que en todo momento la cara conductora que presenta se coloque en posición contraria a la que se trabaja, es decir, para cortar la parte descubierta

## DESARROLLO EXPERIMENTAL

---

será la no conductora. Para el vidrio que no es tipo ITO, se corta sin cuidados especiales, es decir, no importa la cara del vidrio que se maneje, pero para ambos casos, siempre evitando rayar el material. Posteriormente se realiza el lavado de vidrio.

### Método para lavar vidrio con disolución piraña

*Nota. Este tipo de lavado no aplica para vidrio con ITO*



**Figura 3.16** Modo de colocar la disolución piraña para el lavado de vidrio.

Se debe medir en proporción de 3:1 el  $\text{H}_2\text{SO}_4$  y el  $\text{H}_2\text{O}_2$ . Una vez medidos los reactivos, en un vaso de precipitados limpio, verter el ácido y agregar lentamente el peróxido, la reacción será exotérmica por lo que se calentará el vaso y la disolución (aprox.  $70^\circ\text{C}$ ). Se deberá agitar la disolución con ayuda de una varilla de vidrio para homogeneizar la disolución. La disolución piraña tendrá que ser agregada lentamente a los vidrios, previamente acomodados en el fondo del recipiente o vasos de precipitados, según sea el caso, procurando que en todo momento el vidrio a lavar este cubierto por la disolución. La disolución debe mantener una temperatura de  $\pm 70^\circ\text{C}$  con ayuda de la parrilla de calentamiento y el termómetro, por espacio de 30 minutos. Al terminar el calentamiento, secar el vidrio de la disolución utilizando las pinzas y enjugar con agua mili-Q y utilizar el baño sónico por 5 minutos. Secar el vidrio con aire a presión. El recipiente para guardar el vidrio debe estar limpio y una vez acomodado el vidrio sin encimarlo, se deberá meter en vacío para asegurar su limpieza durante más tiempo.

### **3.4.4 Técnica de Espectroscopia Ultravioleta-Visible.**

Los estudios de espectroscopía UV-Visible se llevaron a cabo en el espectrómetro Lambda 35 de la marca Perkin-Elmer.



**Figura 3.17.** Equipo Lambda 35, marca Perkin-Elmer

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1 Técnica Langmuir-Blodgett

4.1.1 Isotermas Compuestos estudiados

COMPUESTO AVJD-31 [1mg/mL]

COMPUESTO AVJD-31 (70  $\mu$ L)

En la figura 4.1 puede observarse la isoterma obtenida a partir del compuesto AVJD-31 inyectando (70  $\mu$ L) de disolución.

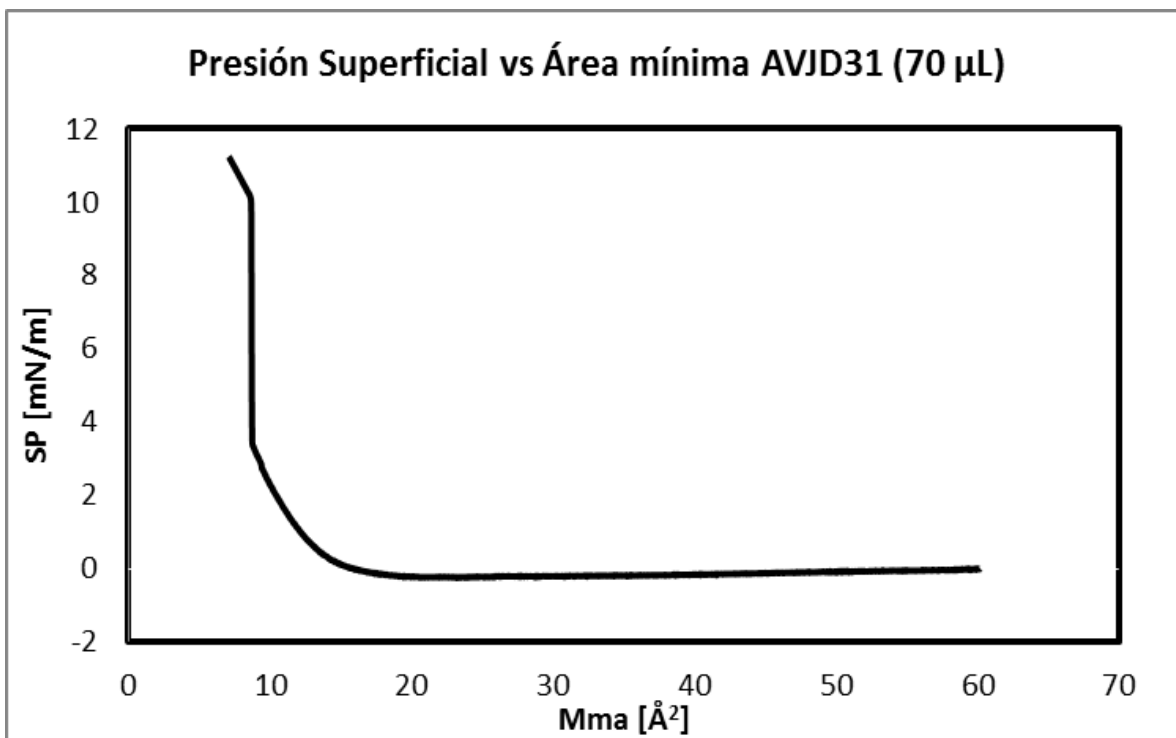


Figura 4.1. Gráfica de la Isoterma de presión superficial contra área molecular promedio del compuesto AVJD-31.

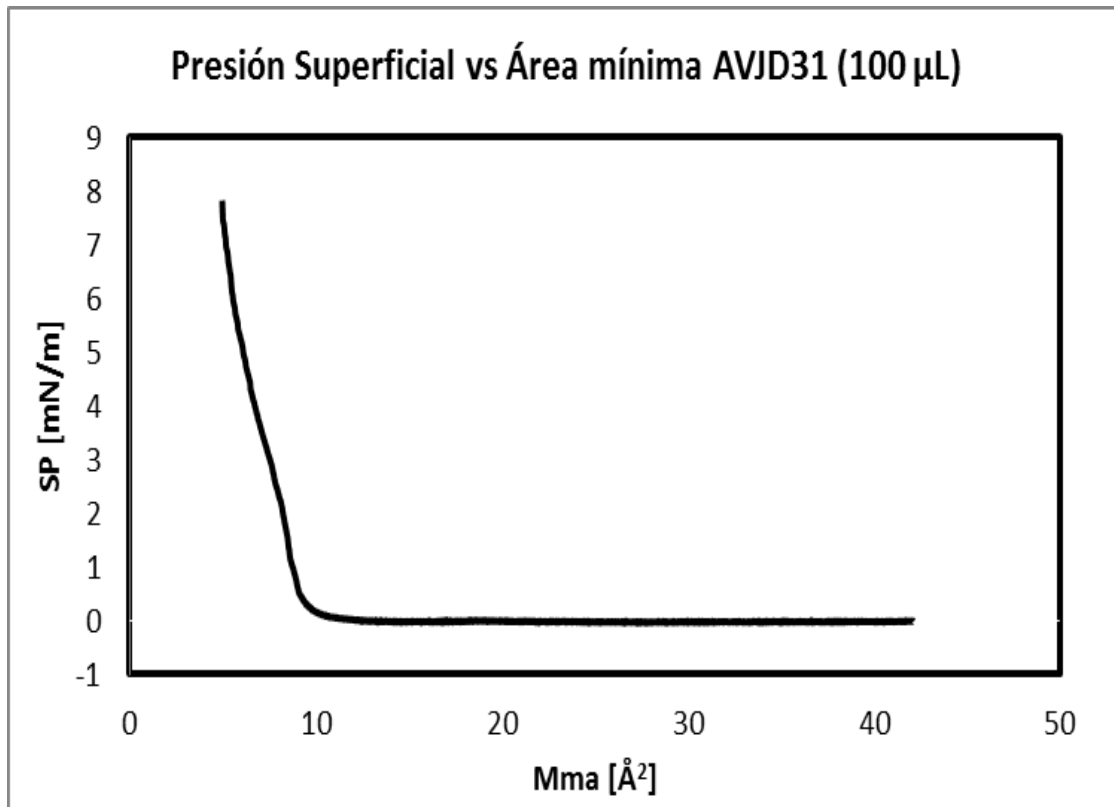
Debido a la baja estabilidad que se presenta en la isoterma del compuesto AVJD-31 (nótese la presión superficial, con respecto a los reportados en la literatura, figura 1.3), se prosiguió a inyectar una mayor cantidad de la dilución, para el caso siguiente se empleó la cantidad de 100  $\mu$ L.

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN

---

### COMPUESTO AVJD-31 (100 $\mu$ L)

En la figura 4.2 puede observarse la isoterma obtenida a partir del compuesto AVJD-31 inyectando (100  $\mu$ L) de disolución.

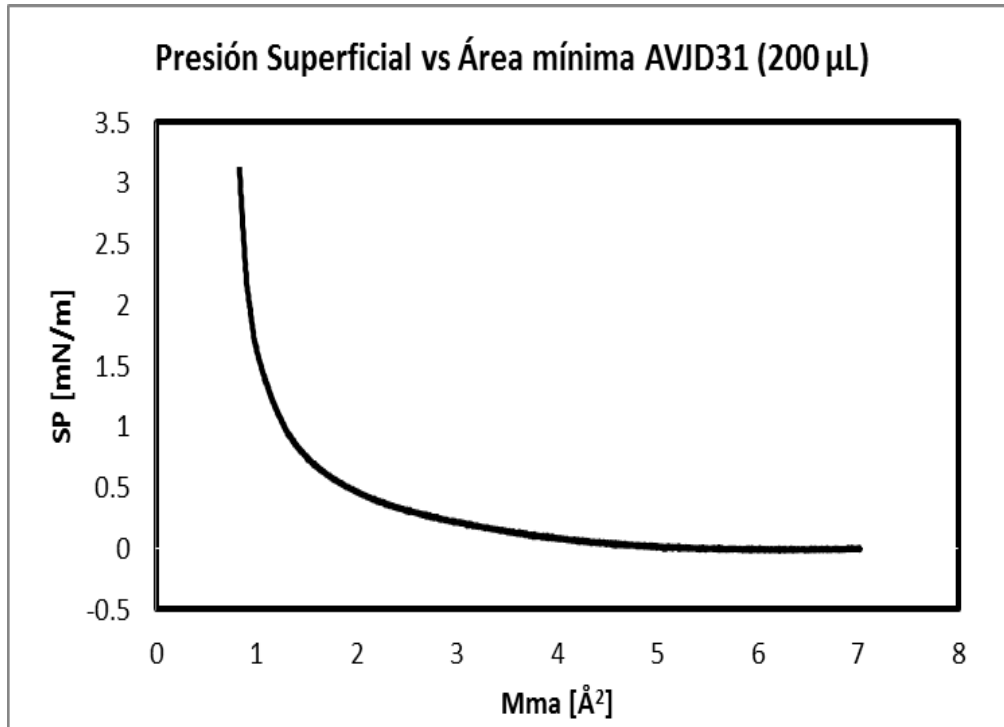


**Figura 4.2** Gráfica de la Isoterma de presión superficial contra área molecular promedio del compuesto AVJD31.

Una vez obtenidos los resultados tras haber inyectado 100  $\mu$ L de la disolución y apreciar que la estabilidad del compuesto sigue siendo baja, nuevamente se optó por inyectar una cantidad más elevada de la disolución.

### COMPUESTO AVJD-31 (200 $\mu$ L)

En la figura 4.3 puede observarse la isoterma obtenida a partir del compuesto AVJD-31 inyectando (200  $\mu$ L) de disolución.



**Figura 4.3.** Gráfica de la Isoterma de presión superficial contra área molecular promedio del compuesto AVJD31.

Después de haber evaluado la curva inyectando mayor cantidad de disolución se aprecia que no hay se logró mayor estabilidad, por lo tanto este compuesto no es apto para realizar histéresis.

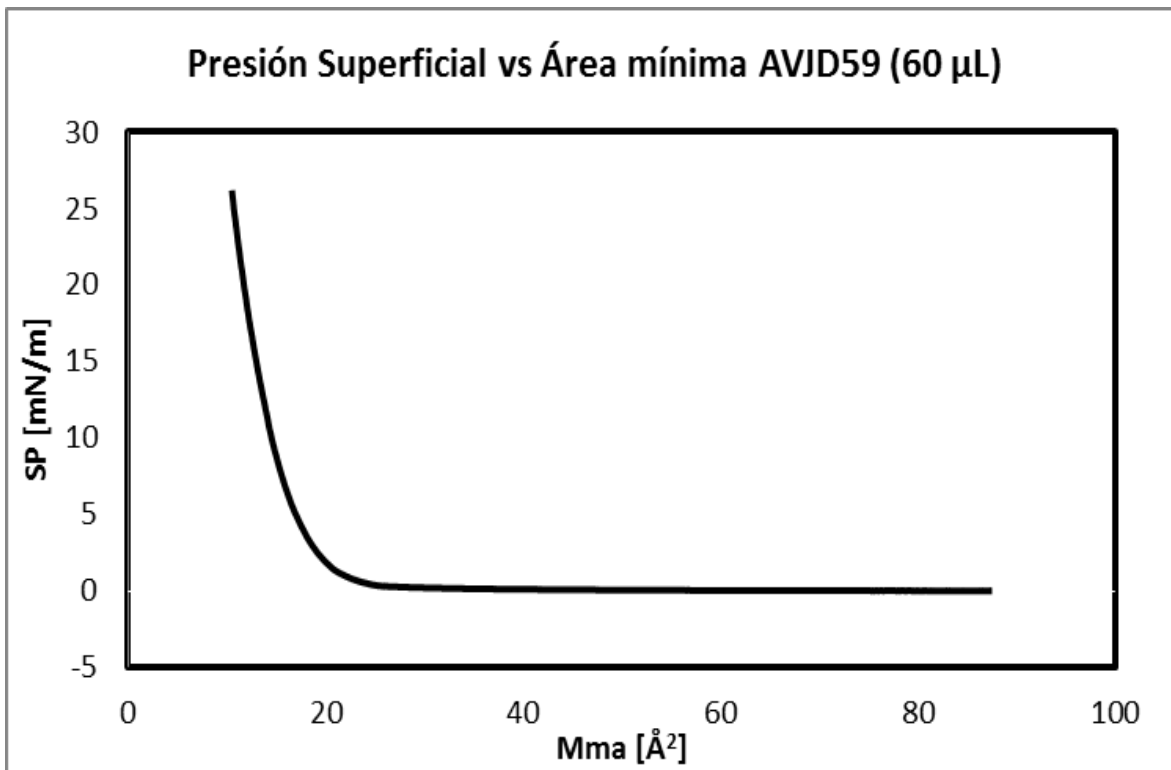
### **COMPUESTO AVJD-59 [1mg/mL]**

#### COMPUESTO AVJD-59 (60 µL)

En la figura 4.4 puede observarse la isoterma obtenida a partir del compuesto AVJD-59 inyectando (60 µL) de disolución.



## RESULTADOS Y DISCUSIÓN

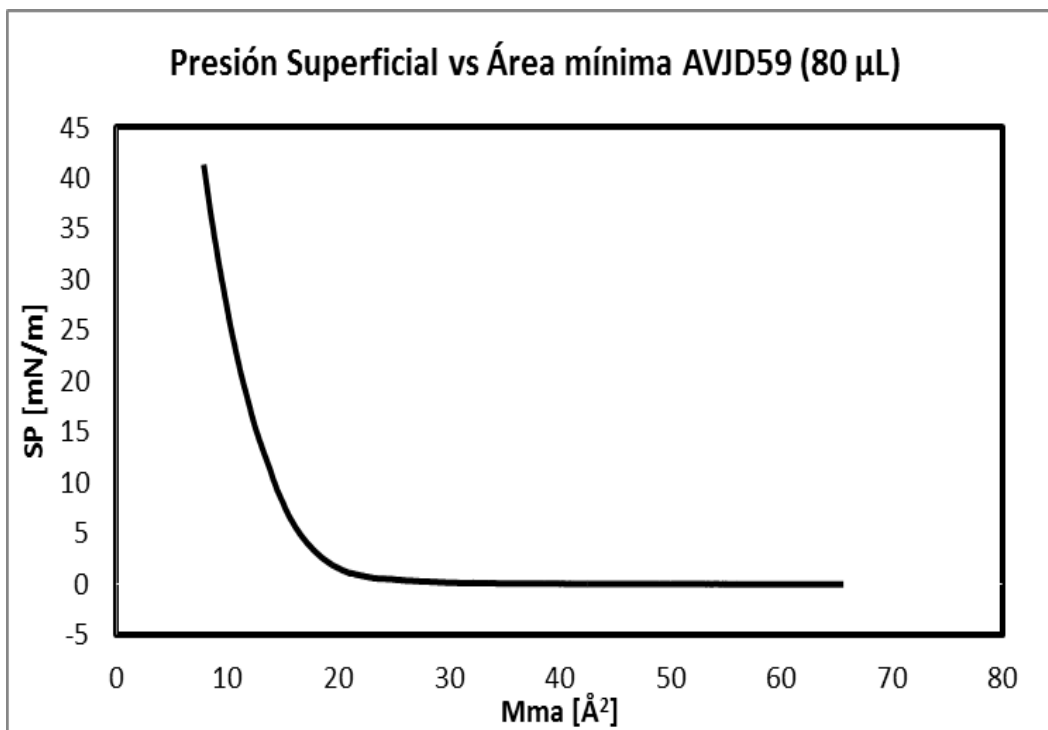


**Figura 4.4.** Gráfica de la Isoterma de presión superficial contra área molecular promedio del compuesto AVJD59.

El compuesto AVJD59 presenta estabilidad mediana, ya que en la primera fase de la curva se aprecia una fase gaseosa extensa y de inmediato el compuesto cambia de fase a muy baja presión superficial. La curva que se muestra en la figura 4.5 presenta buena tendencia con respecto a la reportada en la literatura, pero debido al número tan bajo proporcionado por la presión superficial se requiere realizar una curva más, bajo el mismo procedimiento de inyección pero aumentando la cantidad del compuesto a estudiar.

### COMPUESTO AVJD-59 (80 $\mu\text{L}$ )

En la figura 4.5 puede observarse la isoterma obtenida a partir del compuesto AVJD-59 inyectando (80  $\mu\text{L}$ ) de disolución.

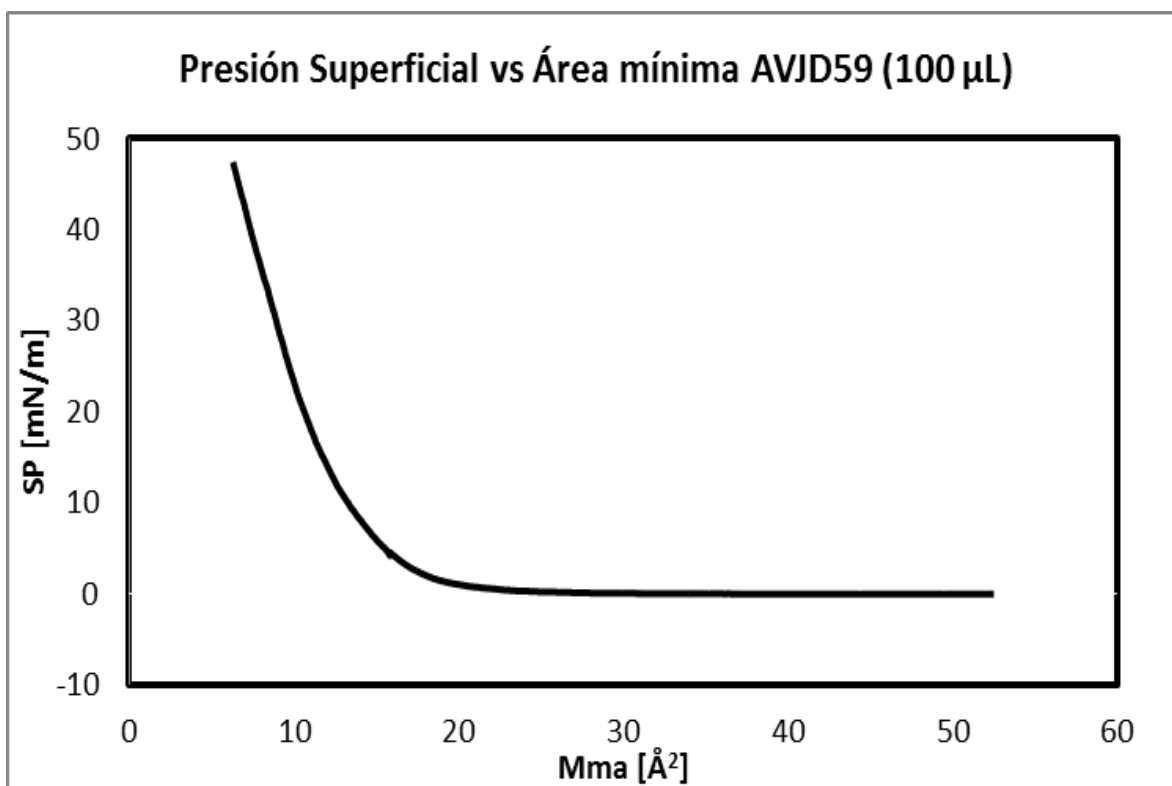


**Figura 4.5.** Gráfica de la Isoterma de presión superficial contra área molecular promedio del compuesto AVJD59.

El margen de presión superficial para obtener excelentes resultados oscila entre los 20 y 25 mN/m. En la curva que se aprecia en la figura 4.5 se localizan dichos márgenes. Por lo tanto se puede trabajar excelentemente a estas condiciones, cabe mencionar que la isoterma cubre perfectamente el ideal de la literatura. Sin descartar la posibilidad de realizar propuestas para una cantidad mayor del compuesto, de tal modo se realiza la propuesta recomendada para ampliar el campo de estudio.

### COMPUESTO AVJD-59 (100 µL)

En la figura 4.6 puede observarse la isoterma obtenida a partir del compuesto AVJD59 inyectando (100 µL) de disolución.



**Figura 4.6.** Gráfica de la Isoterma de presión superficial contra área molecular promedio del compuesto AVJD59.

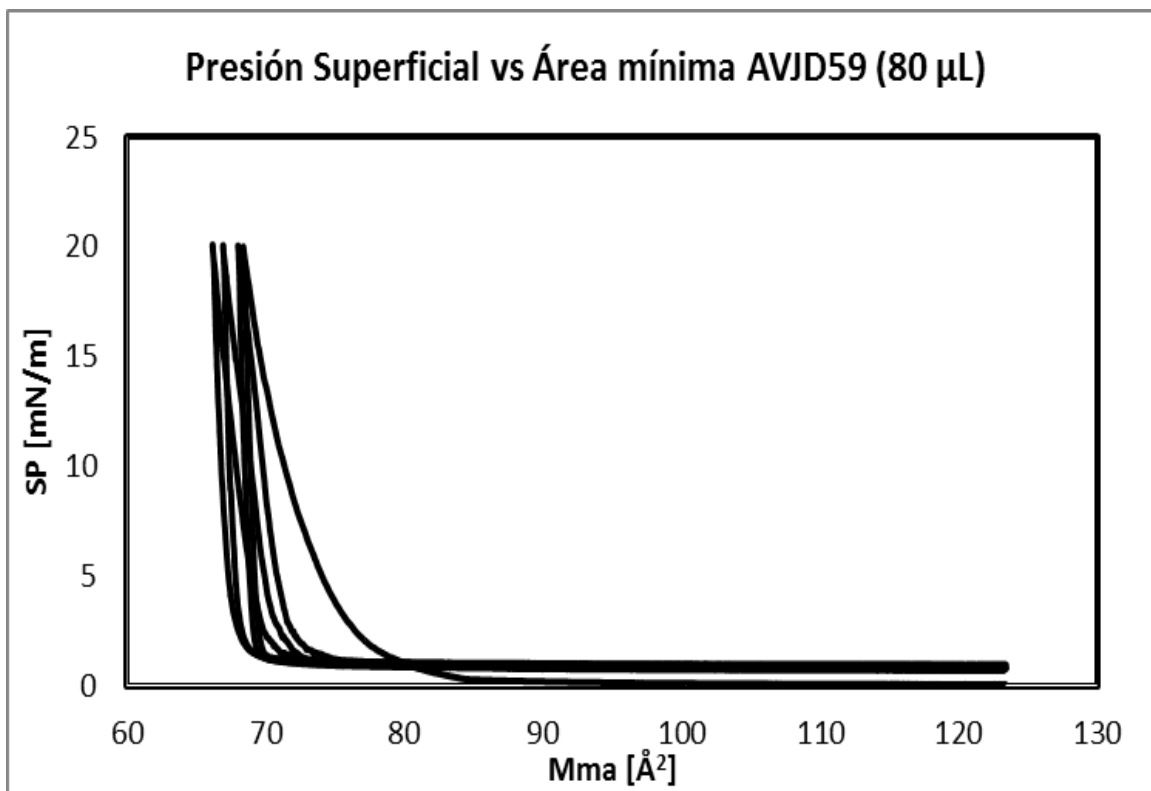
En la figura 4.6 se aprecia que al igual que las dos isotermas anteriores del compuesto AVJD59 para 60 µL y 80 µL la tendencia de las curvas no cambia, esto quiere decir que el compuesto es estable, pero la estabilidad que predomina es la que reside entre los márgenes de presión superficial. En la figura 4.6 se observa un ligero colapso del compuesto en la pendiente de la curva, esto es por tener saturada la cantidad inyectada del compuesto.

Para poder evaluar la estabilidad del compuesto encontrado, AVJD59 80 µL se requiere evaluar con histéresis para determinar la reversibilidad del compuesto a estas condiciones.

### 4.1.2 HISTERESIS COMPUESTO AVJD59

#### HISTÉRESIS COMPUESTO AVJD-59

En la figura 4.7 puede observarse la histéresis obtenida a partir del compuesto AVJD59 inyectando (80  $\mu\text{L}$ ) de disolución.



**Figura 4.7.** Gráfica de la Histéresis de 8 ciclos para el compuesto AVJD-59, inyectando 80  $\mu\text{L}$ , concentración 1mg/mL.

El comportamiento del compuesto AVJD-59 sobre la subfase fue examinado por ciclos de compresión-expansión de las isothermas de la presión superficial-área a una presión superficial de 20mN/m, y en todos los casos se observaron curvas reversibles, medianamente estables, pero suficiente para abrir campo de estudio en este compuesto.

Esto quiere decir que el compuesto AVJD59 continúa siendo objeto de estudio, llevando a cabo películas delgadas de dicho compuesto depositadas en vidrio y cuarzo.

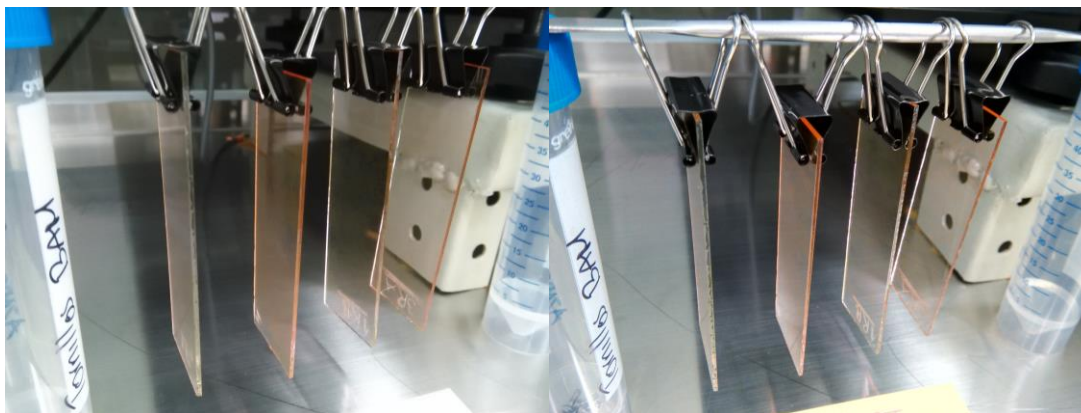
## RESULTADOS Y DISCUSIÓN

---

### 4.1.3 PELÍCULAS LB

A partir de la isoterma del compuesto AVJD59, se determinó la presión para realizar el depósito de este compuesto. Considerando que los ciclos de compresión-expansión eran reversibles a una presión de 20 mN/m, se determinó realizar los depósitos a esta presión superficial. Se eligió el método de depósito tipo Z, en el cual se parte de sustratos de vidrio hidrofílicos, para obtener películas no centrosimétricas. Se realizaron depósitos de 1, 5, 10 y 20 capas.

Se obtuvieron películas estables a esta presión de depósito, con una buena razón de transferencia,  $0.9 \pm 0.1$ , la cual es aceptable.



**Figura 4.8.** Películas LB para del compuesto AVJD-59, tipo Z.

### 4.2 SPIN-COATING

Para el método de spin-coating, se empleó sólo el BODIPY AVJD59, considerando que este fue el que nos permitió obtener películas por el método LB, con el fin de que se puedan comparar los resultados con otros tipos de formación de películas delgadas. Para este método se emplearon disoluciones en cloroformo a una concentración de  $1 \times 10^{-3}$  M. Como sustratos se emplearon vidrios.

Por este método fue posible obtener películas delgadas, sin embargo, no se obtienen películas muy homogéneas. Se emplearon sustratos de vidrio.



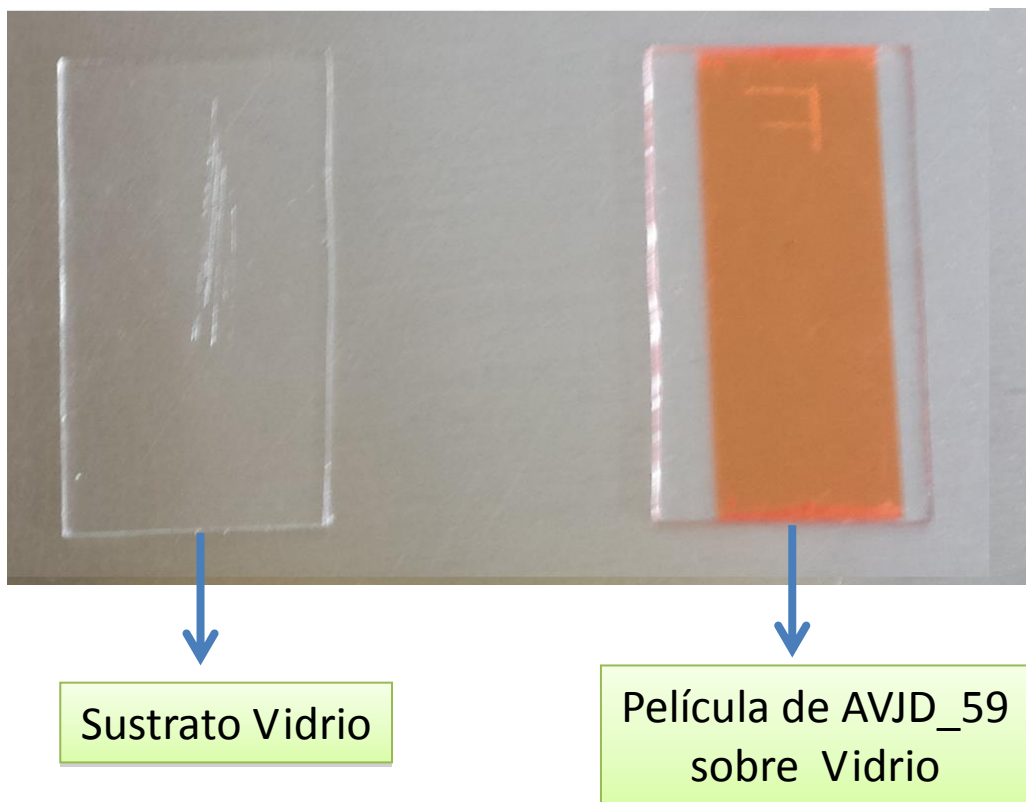
**Figura 4.8** Películas por spin-coating para el compuesto AVJD-59

## 4.3 Evaporación física

Para el método de evaporación física, se emplearon como sustratos vidrio, cuarzo y vidrio con recubrimiento de óxido de Indio y Estaño (ITO) y grafito pirolítico altamente orientado (HOPG). Este método nos permitió obtener películas delgadas, más homogéneas.



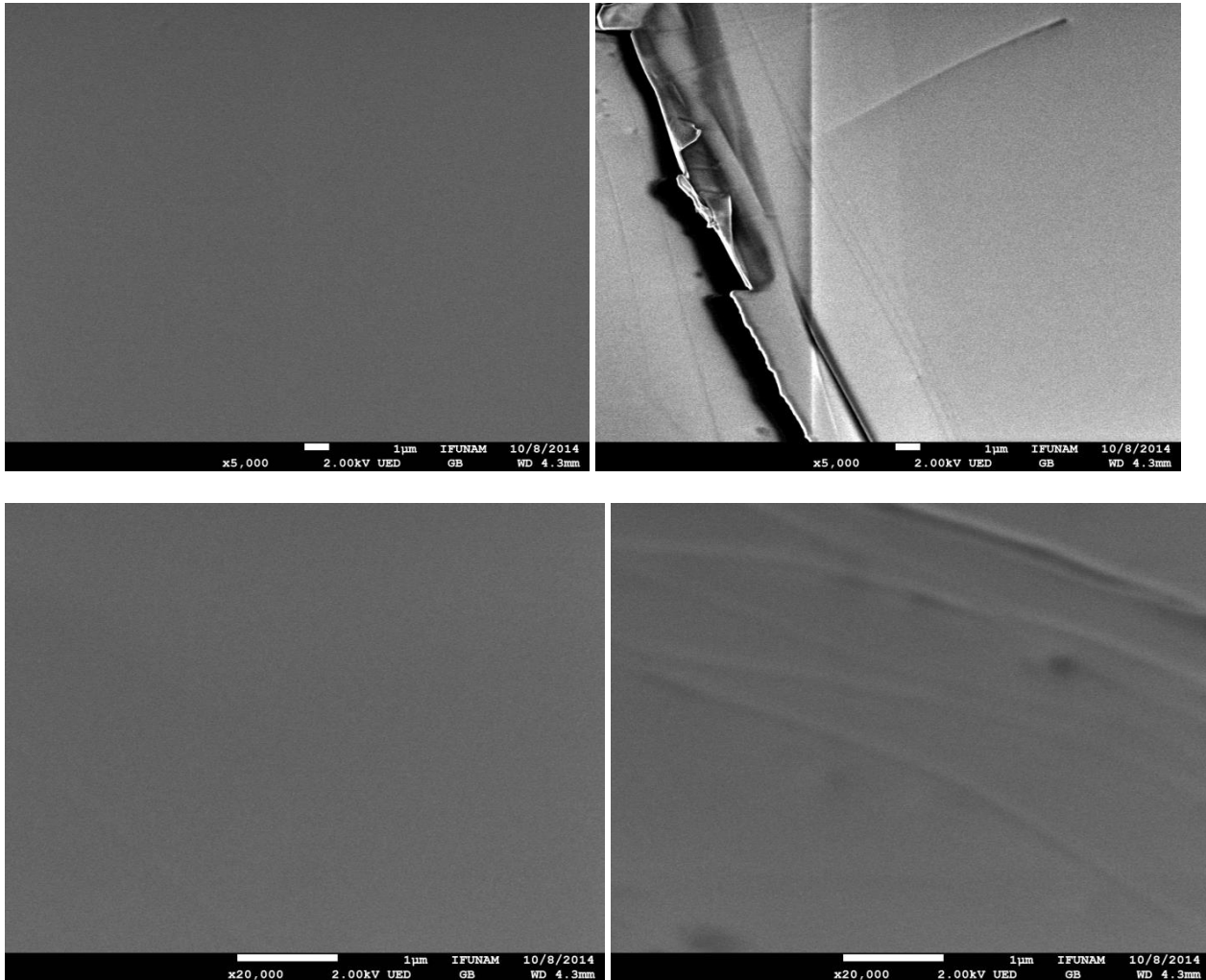
**Figura 4.9** Equipo para evaporación física



**Figura 4.10** Películas por evaporación física para el compuesto AVJD-59



## 4.4 MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (SEM)



**Figura 4.11** Imágenes del compuesto AVJD-59 por SEM en HOPG a 5000 y 20000 aumentos

4.5 MICROSCOPIA DE FUERZA ATÓMICA (AFM)

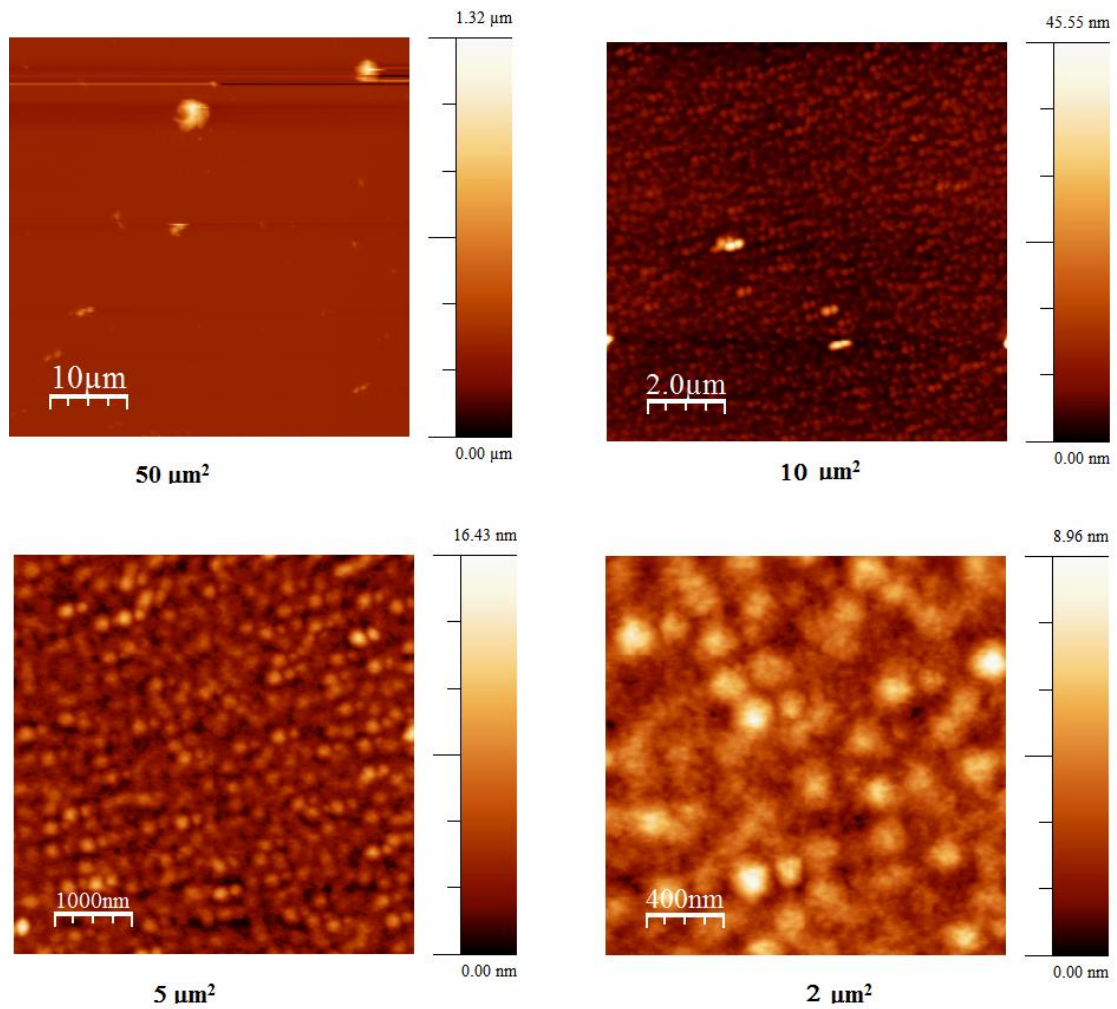
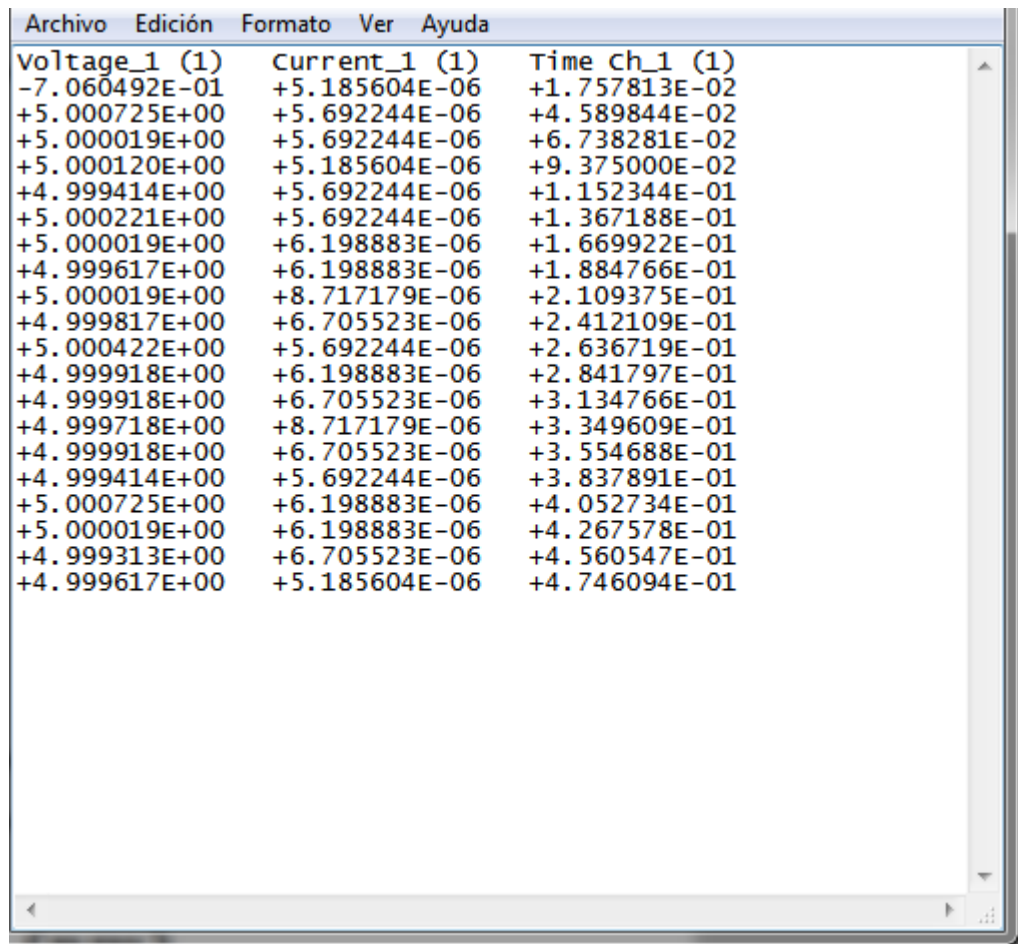


Figura 4.12 Imágenes del compuesto AVJD-59 por AFM en HOPG a 5000 y 20000 aumentos

## 4.6 MÉTODO DE 4 PUNTAS

El método de 4 puntas da gráficas de corriente en función del voltaje. El análisis se hizo con un barrido de corriente de 0 a 40 mA. Se observa que el equipo mide la diferencia de voltaje y como valor de corriente arroja el mismo que se impone. Cuando los valores de corriente no cambian con respecto al que se impone, normalmente es debido a que la muestra NO CONDUCE, como fue el caso del compuesto AVJD-59.

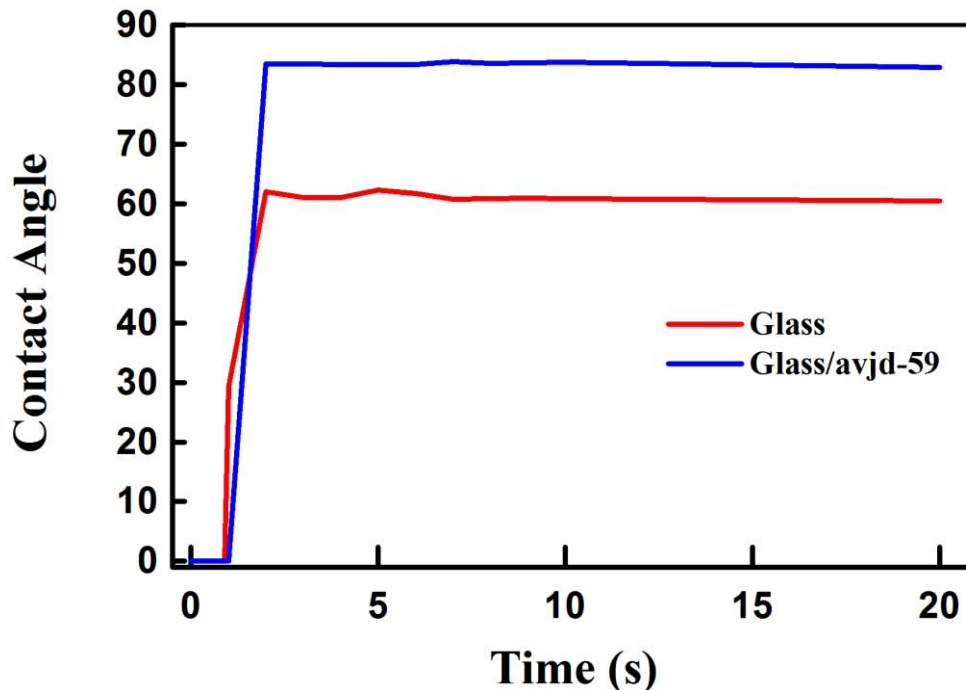


Archivo	Edición	Formato	Ver	Ayuda
Voltage_1 (1)	Current_1 (1)	Time ch_1 (1)		
-7.060492E-01	+5.185604E-06	+1.757813E-02		
+5.000725E+00	+5.692244E-06	+4.589844E-02		
+5.000019E+00	+5.692244E-06	+6.738281E-02		
+5.000120E+00	+5.185604E-06	+9.375000E-02		
+4.999414E+00	+5.692244E-06	+1.152344E-01		
+5.000221E+00	+5.692244E-06	+1.367188E-01		
+5.000019E+00	+6.198883E-06	+1.669922E-01		
+4.999617E+00	+6.198883E-06	+1.884766E-01		
+5.000019E+00	+8.717179E-06	+2.109375E-01		
+4.999817E+00	+6.705523E-06	+2.412109E-01		
+5.000422E+00	+5.692244E-06	+2.636719E-01		
+4.999918E+00	+6.198883E-06	+2.841797E-01		
+4.999918E+00	+6.705523E-06	+3.134766E-01		
+4.999718E+00	+8.717179E-06	+3.349609E-01		
+4.999918E+00	+6.705523E-06	+3.554688E-01		
+4.999414E+00	+5.692244E-06	+3.837891E-01		
+5.000725E+00	+6.198883E-06	+4.052734E-01		
+5.000019E+00	+6.198883E-06	+4.267578E-01		
+4.999313E+00	+6.705523E-06	+4.560547E-01		
+4.999617E+00	+5.185604E-06	+4.746094E-01		

Figura 4.13 Valores obtenidos por el método de 4 puntas para el compuesto AVJD-59

### 4.7 MÉTODO DE DETERMINACIÓN DEL ÁNGULO DE CONTACTO

Este análisis que se hace mediante un goniómetro, determina si el depósito realizado aumento o disminuyó la hidrofobicidad del sustrato.



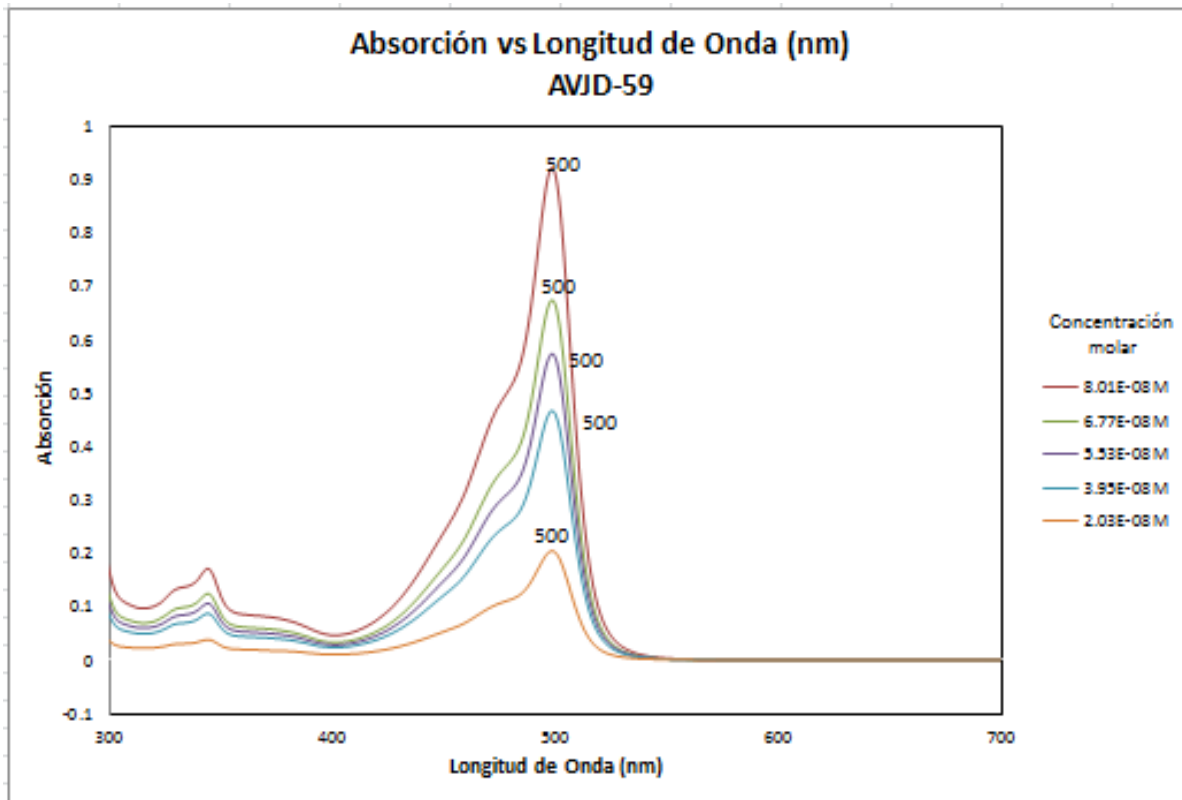
**Figura 4.14** Gráfica de la determinación del ángulo de contacto para el compuesto AVJD-59

Esta gráfica muestra que el ángulo de contacto de la película es mayor que el del sustrato, y por la teoría, se sabe que esto implica que la película es más hidrofóbica que la superficie original.

## Técnica de Espectroscopia Ultravioleta Visible

### Disoluciones AVJD59

Se realizaron diluciones del compuesto AVJD59 y se obtuvieron los diferentes espectros de las soluciones esquema 8, las concentraciones son conocidas puesto que se indica en la gráfica.



**Figura 4.15.** Espectro de absorción UV-Visible para el compuesto AVJD-59, las concentraciones molares se indican en la gráfica

Las diluciones fueron preparadas con el fin de obtener los máximos de absorción en solución y posteriormente compararlos con los máximos obtenidos en películas de Lagmuir-Blodgett.

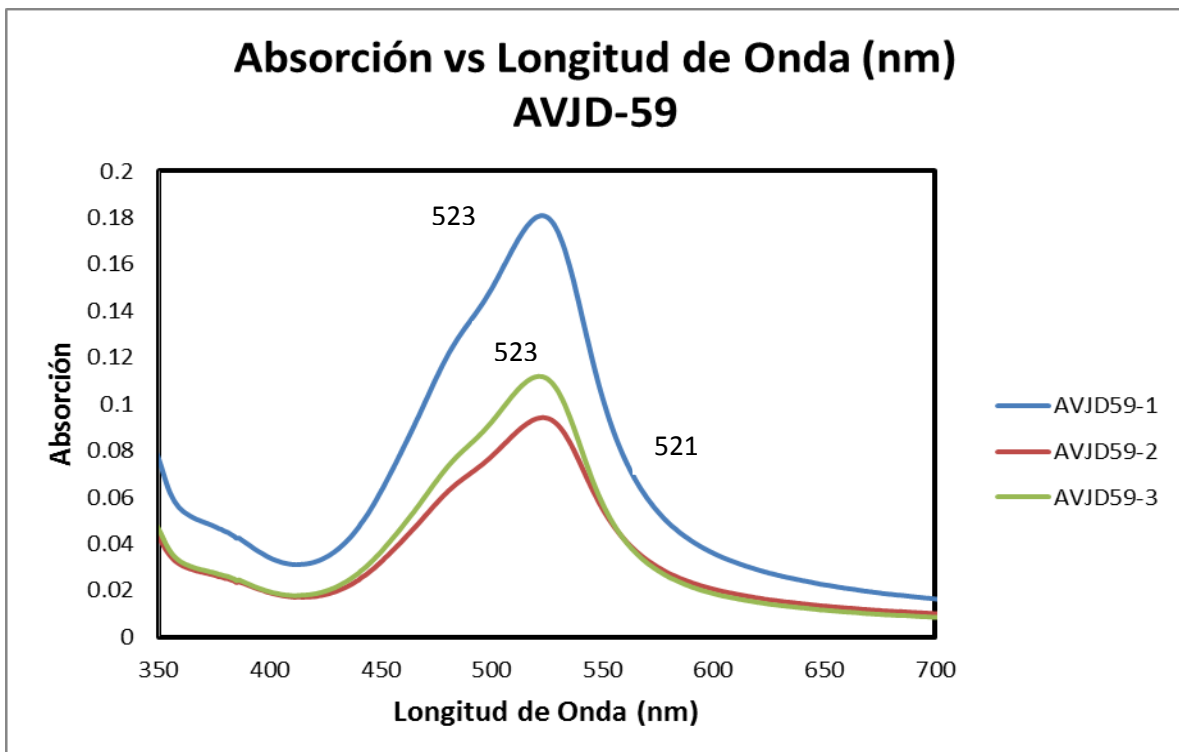
El máximo de absorción para el compuesto AVJD59 se obtuvo a 500 nm.

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN



**Figura 4.16** . Coloración de las distintas soluciones empleadas en la técnica de Espectroscopia Ultravioleta-Visible.

### Depósitos en vidrio mediante Lagmuir-Blodgett



**Figura 4.17** Espectro de absorción UV-Visible para el compuesto AVJD-59, para películas LB (depósitos en vidrio tipo Z)  
AVJD-1 = 1 capa, AVJD-2 = 2 capas, AVJD-3 = 10 capas

## RESULTADOS Y DISCUSIÓN

---

En el caso de los espectros de absorción UV-Visible de las películas LB, se observa que el máximo de absorción se obtiene a una longitud de onda de 523 nm. La longitud de onda se encuentra desplazada al rojo, en comparación con los espectros UV-Vis que se obtuvieron en disolución, lo cual implica que la absorción ocurre a una energía menor.

## CONCLUSIONES

En el presente trabajo se reportan las técnicas de caracterización establecidas para los compuestos orgánicos sintetizados por el Dr. José Norberto Farfán García, denominados AVJD31 y AVJD59.

El compuesto mayormente estudiado es el AVJD59, al cual se emplearon mayor número de técnicas de caracterización, debido a su alta estabilidad con respecto al compuesto orgánico AVJD31.

- A partir del análisis y caracterización de dos compuestos orgánicos nombrados AVJD31 y AVJD59 se puede decir mediante todo el estudio efectuado en este trabajo que se descarta que el compuesto AVJD31 sea viable, mientras que el compuesto restante pueden emplearse como bodipys.
- Se encontró uno de los compuestos Bodipys de los dos analizados con buena estabilidad.
- Los resultados obtenidos en el estudio de los compuestos AVJD31 y AVJD59, indican que el compuesto AVJD31 no es estable para su uso



### REFERENCIAS

- [1] Roberts, G., Ed. Langmuir-Blodgett Films, Plenum Press, New York, 1990
- [2] Swalen, J.D.; Allara, D.L.; Chandross, E.A.; Garoff, S.; Israelachvili, J.; McCarthy, T.J.; Murray, R.; Pease, R.F.; Rabolt, J.F.; Wynne, k.J.; Yu, H. Langmuir, 3, 932, 1987.
- [3] Breton, M. J, Macromol, Sci.-Rev. Macromol. Chem., C21, 61, 1981.
- [4]  
<http://www.ceiich.unam.mx/nanomex2011/MemoriasNanomex/obt%20y%20caract%20PDF/38-RL.pdf>
- [5] KSV Instruments Ltd. Introduction Manual for Windows 95/98/NT/2000, KSV5000.
- [6] Tesis de maestría I.Q. Luis Hernández Ramírez. Formación de películas de Langmuir-Blodgett de nuevos dendrones tipo "octopus" 2008 Ciencia e Ingeniería de materiales. Posgrado UNAM
- [7] <http://tesis.uson.mx/digital/tesis/docs/10923/Capitulo2.pdf>
- [8] Tesis de licenciatura. Q. Edna Cecilia Romero German. Formación y caracterización de películas de Langmuir-Blodgett de nuevos diacetilenos contenidos en polímeros tipo éster. 2005. Facultad de Química.
- [9] Tesis de maestría I. Q. Raúl Bautista Rosas. Síntesis e incorporación en películas de Langmuir y Langmuir-Blodgett de dendrímeros de poli (bencil éter) con núcleo de porfirina.
- [10] Manual Spin/coating. Instituto de Física. Laboratorio electrónica molecular. Dr. Oscar Amelines
- [11] A.V. Kuznetsov and M. Xiong. Int. Comm. Heat Mass Transfer, Vol. 29-1, (2002) 35-44.
- [12]  
<http://helvia.uco.es/xmlui/bitstream/handle/10396/420/13219455.pdf?sequence=1>
- [13] <http://www.redalyc.org/pdf/2091/209116189013.pdf>

## REFERENCIAS

---

[14]

[http://itzamna.bnct.ipn.mx/dspace/bitstream/123456789/1787/1/307\\_2005\\_CICAT\\_A\\_MAESTRIA\\_martinez\\_prado\\_georgina.pdf](http://itzamna.bnct.ipn.mx/dspace/bitstream/123456789/1787/1/307_2005_CICAT_A_MAESTRIA_martinez_prado_georgina.pdf)

[15] C.J. Brinker, J.C. Frye, A.J. Hurd and C.S. Ashley. Thin Solid Films 201 (1991) 97-108.

[16] L.C. Klein. Sol-Gel Technology for thin films, fiber, performs electronics and specialy shapes. Noyes. Publications 1987

[17] Manual medidor de 4 puntas. Instituto de Física. Laboratorio electrónica molecular. Dr. Oscar Amelines

[18] Manual de evaporadora. Instituto de Física. Laboratorio electrónica molecular. Dr. Oscar Amelines

[19] [upcommons.upc.edu/e-prints/bitstream/.../report%20BAM%202012.pdf](http://upcommons.upc.edu/e-prints/bitstream/.../report%20BAM%202012.pdf)

[20] <http://europa.sim.ucm.es/compludoc/AA?articuloid=432849>

[21]

[http://rua.ua.es/dspace/bitstream/10045/9921/5/S%C3%A1nchez%20S%C3%A1nchez,%20Carlos%20Manuel\\_4.pdf](http://rua.ua.es/dspace/bitstream/10045/9921/5/S%C3%A1nchez%20S%C3%A1nchez,%20Carlos%20Manuel_4.pdf)

[22] <http://upcommons.upc.edu/e-prints/bitstream/2117/17638/1/Report%20Mesura%20angle%20contacte%20def.pdf>

[23] <http://itzamna.bnct.ipn.mx/dspace/handle/123456789/1787>

[24] <http://tesis.uson.mx/digital/tesis/docs/10343/Capitulo5.pdf>