



**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE BAJA CALIFORNIA**  
**FACULTAD DE INGENIERÍA, ARQUITECTURA Y DISEÑO**



**Síntesis y caracterización de películas delgadas de CuS mediante depósito por baño químico: Influencia del tratamiento térmico en sus propiedades semiconductoras**

**Tesis**

Para obtener el título de:  
**Ingeniero en Electrónica**

Presenta:

**Carlos Lisandro Romero López**

Matrícula:

**367027**

Director de tesis:

**Dr. Marcos Alan Cota Leal**

Codirector de tesis:

**Dra. Liliana Cardoza Avendaño**

Ensenada, B.C., Mayo del 2025



**UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE BAJA CALIFORNIA**  
**FACULTAD DE INGENIERÍA, ARQUITECTURA Y DISEÑO**



**“Síntesis y caracterización de películas delgadas de CuS mediante depósito por baño químico: Influencia del tratamiento térmico en sus propiedades semiconductoras”**

**TESIS**

Para cubrir los requisitos necesarios para obtener el título de:

**INGENIERO EN ELECTRÓNICA**

Presenta:

**Carlos Lisandro Romero López**

**367027**

A quien el Comité de Tesis autoriza el trabajo terminal, después de haber efectuado una revisión minuciosa del mismo y de acuerdo con el Art. 19 del R.G.E.P.E.P, las y los señores profesores emiten los siguientes votos aprobatorios mediante rúbrica:

Dr. Marcos Alan Cota Leal  
Director de tesis

Dra. Liliana Cardoza Avendaño  
Codirectora de tesis

Dra. Rosa Martha López Gutiérrez  
Miembro del comité

Dr. Everardo Inzunza González  
Miembro del comité

Dra. Amelia Olivas Sarabia  
Miembro del comité

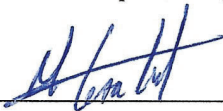
**“Por la Realización Plena del Ser”**

## RESUMEN

De la tesis de Carlos Lisandro López Romero, presentada como requisito para la obtención del título de Ingeniero Electrónico. Ensenada, Baja California, mayo de 2025.

### **Síntesis y caracterización de películas delgadas de CuS mediante depósito por baño químico: Influencia del tratamiento térmico en sus propiedades semiconductoras**

Resumen aprobado por:



Dr. Marcos Alan Cota Leal



Dra. Liliana Cardoza Avendaño

Las películas delgadas de sulfuro de cobre (CuS), un material semiconductor atractivo para aplicaciones en dispositivos optoelectrónicos, sensores, celdas solares y sistemas de tratamiento ambiental, gracias a su bajo costo, abundancia, fácil síntesis y reducido impacto ecológico. A diferencia de otros semiconductores que requieren procesos complejos, el CuS puede obtenerse mediante métodos simples como el baño químico, facilitando su producción a mayor escala. En este trabajo se analizó cómo el tratamiento térmico posterior a la síntesis influye en las propiedades estructurales, ópticas, eléctricas y superficiales de las películas delgadas de CuS depositadas sobre vidrio. Los resultados mostraron que el calentamiento modifica el espesor, la rugosidad y la uniformidad de las películas, al mismo tiempo se modifican sus propiedades ópticas de absorción de luz, lo que indica un ajuste en la estructura electrónica. Además, se observaron variaciones en la conductividad eléctrica, asociadas a la reorganización de la red cristalina y a una mejor conectividad entre granos, lo que sugiere que el tratamiento térmico puede optimizar la respuesta eléctrica del material. Estos hallazgos confirman que el control térmico es una herramienta efectiva para sintonizar múltiples propiedades del CuS, permitiendo su adaptación a distintos requerimientos funcionales en tecnologías emergentes.

**PALABRAS CLAVE:** Semiconductores, Sulfuro de Cobre, Baño Químico y Películas Delgadas.

## **AGRADECIMIENTOS**

A mi familia, Eusebia Lopez Torres, Leopoldo Romero Olivares y Erik Alexander Romero Lopez, por apoyarme incondicionalmente durante toda mi vida y ser el motor que me impulsó a mejorar y seguir avanzando.

A mis familiares y amigos más cercanos, por haberme acompañado y apoyado durante mi trayectoria académica.

Al director de tesis Dr. Marcos Alan Cotal Leal, por brindarme la oportunidad de crecer académicamente, por su liderazgo y por su invaluable guía durante este trabajo.

A la Dra. Amelia Olivas Sarabia por permitirnos el uso de su laboratorio y por su apoyo en el desarrollo del trabajo.

Agradecemos al Dr. Wencil de la Cruz por habernos permitido utilizar el equipo de medición del efecto Hall. También expresamos nuestro agradecimiento a Israel Gradilla por los análisis de microscopía electrónica de barrido, a Eduardo Murillo por los análisis de microscopía de fuerza atómica y a Eloísa Aparicio por los análisis de difracción de rayos X.

A los integrantes del Centro de Nanociencias y Nanotecnología de la Universidad Nacional Autónoma de México (UNAM), investigadores, administrativos y equipo de seguridad por facilitarme el acceso a sus instalaciones y recursos.

A los integrantes de la Facultad de Ingeniería, Arquitectura y Diseño de la Universidad Autónoma de Baja California (UABC), por ser el espacio donde pude formarme y presentar este trabajo como parte de mi trayectoria académica.

A todas las personas que me haya olvidado mencionar, a todos ellos les extiendo mi más profundo agradecimiento.

# ÍNDICE

|   |    |
|---|----|
| 1. INTRODUCCIÓN   | 1  |
| 1.1 Justificación   | 2  |
| 1.2 Hipótesis   | 2  |
| 1.3 Objetivo general  | 2  |
| 1.4 Objetivos específicos                                       | 2  |
| 2. ANTECEDENTES   | 4  |
| 2.1 Materiales semiconductores                                  | 4  |
| 2.2 Estructura de bandas  | 6  |
| 2.3 Propiedades eléctricas y ópticas de semiconductores         | 7  |
| 2.4. Sulfuro de cobre (CuS)                                     | 8  |
| 2.4.1 Estructura cristalina y fases                             | 8  |
| 2.4.2 Propiedades semiconductoras del CuS                       | 10 |
| 2.4.3 Aplicaciones tecnológicas                                 | 10 |
| 2.5 Películas delgadas  | 11 |
| 2.5.1 Técnicas de depósito                                      | 12 |
| 2.5.2 Depósito por baño químico (CBD)                           | 14 |
| 2.6 Tratamiento térmico de semiconductores                      | 16 |
| 2.6.1 Efectos sobre la estructura y propiedades                 | 17 |
| 2.7 Técnicas de caracterización                                 | 18 |
| 2.7.1 Difracción de rayos X (DRX)                               | 18 |
| 2.7.2 Microscopía electrónica de barrido (SEM)                  | 19 |
| 2.7.3 Espectroscopía de rayos X por dispersión de energía (EDX) | 20 |
| 2.7.4 Espectroscopía UV-Vis                                     | 20 |
| 2.7.5 Microscopía de fuerza atómica (AFM)                       | 21 |
| 2.7.6 Efecto Hall   | 22 |
| 3. METODOLOGÍA  | 24 |
| 3.1 Síntesis de películas delgadas de CuS                       | 24 |
| 3.2 Caracterización   | 26 |

|  |    |
|--|----|
| 4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN                          | 26 |
| 4.1 Análisis morfológico de las películas delgadas | 26 |
| 4.2 Composición elemental y Estructural            | 31 |
| 4.3 Propiedades Ópticas                            | 33 |
| 4.4 Propiedades eléctricas                         | 35 |
| 5. Conclusiones                                    | 38 |
| 6. Referencias                                     | 39 |

## INDICE DE FIGURAS

|  |    |
|--|----|
| Figura 1.- Esquema de las bandas de energía en conductores, semiconductores y aislantes.   | 4  |
| Figura 2.- Esquema de un semiconductor de silicio intrínseco y su dopaje para formar semiconductores tipo p y tipo n.  | 5  |
| Figura 3.- Diagrama de banda de un semiconductor, mostrando la banda de conducción, la banda de valencia, el nivel de Fermi y el ancho de banda prohibido (bandgap). | 6  |
| Figura 4.- Fases cristalinas del sulfuro de cobre (CuS) en sus distintas estructuras[17].  | 9  |
| Figura 5.- Comparación de rangos de espesor con respecto a las películas delgadas.   | 12 |
| Figura 6.- Esquema de técnicas físicas de depósito: A) Evaporación térmica, B) Deposición por haz de electrones, C) Pulverización catódica[31].                      | 13 |
| Figura 7.- Esquema de técnicas químicas de depósito: A) Depósito químico en fase vapor (CVD), B) Depósito asistida por aerosol, C) Depósito por sol-gel [32–34].     | 14 |
| Figura 8.- Sistema de depósito por baño químico  | 15 |
| Figura 9.- Representación del sistema de difracción de rayos X [56].   | 19 |
| Figura 10.- Representación de análisis por microscopía electrónica de barrido y sus señales [58].  | 20 |
| Figura 11.- Sistema de espectroscopia UV-Vis [61].   | 21 |
| Figura 12.- Esquema de análisis en microscopía de fuerza atómica [63].   | 22 |
| Figura 13.- Arreglo en el análisis de efecto hall en películas [65].   | 23 |
| Figura 14.- Fotografía del sistema y arreglo del baño químico.   | 25 |
| Figura 15.- Tratamiento térmico de películas delgadas de CuS.  | 25 |
| Figura 16.- Fotografías de las distintas películas de CuS obtenidas: a) Cu-0, b) Cu100, c) Cu150, c) Cu200.  | 27 |
| Figura 17.- Micrografías SEM para las distintas películas de CuS con magnificaciones de x5000x y x10000.   | 28 |
| Figura 18.- Morfología de la superficie de la muestra observada por AFM.   | 30 |
| Figura 19.- Perfil elemental para: a) Cu-0, b) Cu100, c) Cu150, c) Cu200.  | 31 |
| Figura 20.- Patrón de difracción de rayos X (DRX) para las distintas películas CuS.  | 33 |
| Figura 21.- Espectros de absorción UV-Vis para las distintas películas CuS.  | 34 |
| Figura 22.- Determinación de Bandgap para las distintas películas CuS.   | 35 |

Figura 23.- Comportamiento de las propiedades eléctricas de las películas de CuS en función de la temperatura: A) Concentración de portadores, B) Conductividad, C) Resistividad, D) Movilidad.

37

## 1. INTRODUCCIÓN

El desarrollo de materiales semiconductores ha sido fundamental en el avance de diversas tecnologías, particularmente en el ámbito de la electrónica, la optoelectrónica y la energía. Dentro de esta clase de materiales, el sulfuro de cobre (CuS) ha despertado un creciente interés debido a sus propiedades únicas, como su banda prohibida estrecha, su estabilidad química y su capacidad para formar películas delgadas por diferentes métodos de depósito. Estas características lo convierten en un candidato atractivo para aplicaciones en dispositivos fotovoltaicos, sensores y sistemas de almacenamiento de energía [1].

La comprensión de las propiedades electrónicas de los materiales semiconductores requiere distinguir claramente entre conductores, semiconductores e incluso aislantes, aspectos que se reflejan en la estructura de bandas de energía. Asimismo, los conceptos de semiconductor intrínseco y extrínseco, así como la posición del nivel de Fermi, permiten interpretar fenómenos como la concentración de portadores de carga, la movilidad, la resistividad y la conductividad. Estos parámetros son esenciales para evaluar el desempeño de un semiconductor en función de condiciones como la temperatura [2].

Por otra parte, la morfología y estructura cristalina de las películas delgadas tienen un impacto directo en sus propiedades funcionales. En este sentido, se ha observado que el CuS puede presentar diferentes fases cristalinas, y que su comportamiento puede modificarse dependiendo del espesor de la película y del método de síntesis empleado. Existen múltiples técnicas para la obtención de películas delgadas, clasificadas en métodos físicos —como la evaporación térmica, la pulverización catódica y el haz de electrones— y químicos, tales como la deposición por aerosol, sol-gel o la deposición química en fase vapor (CVD).

Este trabajo se enfoca en la síntesis de películas delgadas de CuS mediante la técnica de depósito por baño química y la caracterización de sus propiedades estructurales, ópticas y eléctricas. Se emplearon diversas técnicas analíticas como AFM, EDX y DRX, y se evaluó el ancho de banda prohibido (bandgap), así como su comportamiento electrónico en función de la temperatura. Los resultados obtenidos permitirán establecer relaciones entre las condiciones de depósito y el desempeño final del material.

## **1.1 Justificación**

El estudio de películas delgadas de CuS resulta relevante debido a su potencial aplicación en dispositivos optoelectrónicos, sensores y tecnologías de bajo costo para la conversión de energía. Su bajo impacto ambiental, abundancia y facilidad de síntesis lo convierten en un material prometedor frente a otros semiconductores más costosos o tóxicos. Comprender cómo sus propiedades estructurales, ópticas y eléctricas se modifican según las condiciones de depósito permitirá optimizar su desempeño y ampliar su aplicabilidad en tecnologías emergentes.

## **1.2 Hipótesis**

El tratamiento térmico en películas semiconductoras de sulfuro de cobre sintetizadas por baño químico permitirá modificar sus propiedades.

## **1.3 Objetivo general**

Sintetizar películas delgadas de sulfuro de cobre (CuS) mediante el método de depósito por baño químico y evaluar la influencia de la temperatura del tratamiento térmico sobre sus propiedades semiconductoras.

## **1.4 Objetivos específicos**

- Optimizar las condiciones de síntesis para obtener películas delgadas de sulfuro de cobre (CuS) mediante el método de depósito por baño químico.
- Realizar tratamientos térmicos a las películas delgadas sintetizadas a distintas temperaturas para evaluar su efecto en las propiedades del material.
- Caracterizar las propiedades ópticas de las películas utilizando técnicas como espectroscopía UV-Vis para determinar parámetros como la bandgap.
- Analizar las propiedades eléctricas de las películas tratadas térmicamente mediante mediciones de conductividad y resistividad.
- Estudiar la morfología de las películas delgadas mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) para evaluar cambios en su estructura superficial.

- Determinar las características estructurales de las películas utilizando difracción de rayos X (XRD) para identificar fases cristalinas y posibles modificaciones térmicas.
- Correlacionar las propiedades ópticas, eléctricas, morfológicas y estructurales con la temperatura del tratamiento térmico para comprender su impacto en el rendimiento de las películas.

## 2. ANTECEDENTES

### 2.1 Materiales semiconductores

Los materiales sólidos pueden clasificarse, de forma general, en tres categorías según su comportamiento eléctrico: conductores, aislantes y semiconductores. Esta clasificación se basa en la capacidad de los materiales para permitir el paso de la corriente eléctrica, la cual está directamente relacionada con la estructura electrónica del material, particularmente con la estructura de bandas [3].

Como se muestra en la figura 1, un conductor, como los metales, posee electrones libres en su banda de conducción incluso a temperatura ambiente. Esto se debe a que su banda de valencia y la banda de conducción se traslapan, permitiendo el flujo continuo de electrones bajo la aplicación de un campo eléctrico. Por el contrario, un aislante presenta una banda prohibida o bandgap ( $E_g$ ) muy amplia (mayor a 4 eV en la mayoría de los casos), lo que impide que los electrones de valencia adquieran la energía suficiente para moverse a la banda de conducción y, por tanto, conducir electricidad [3].

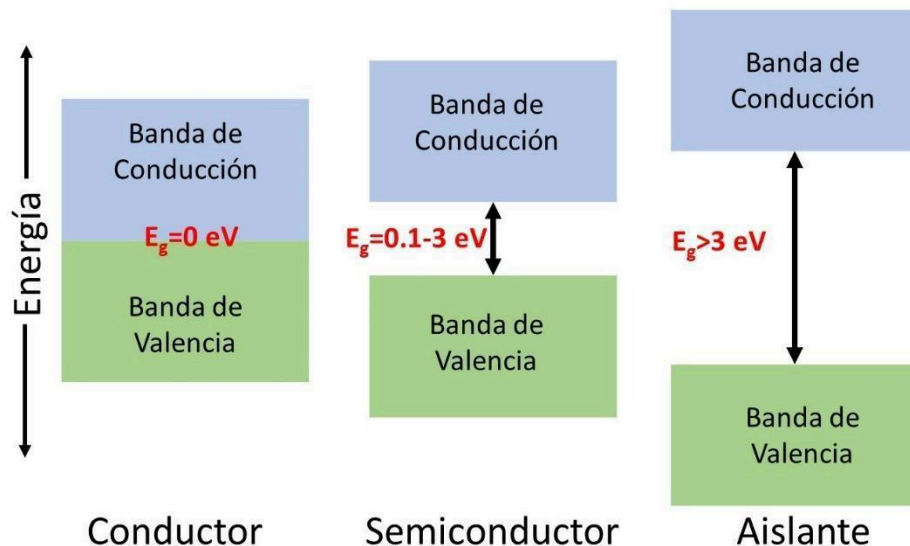


Figura 1.- Esquema de las bandas de energía en conductores, semiconductores y aislantes.

Los semiconductores ocupan una posición intermedia entre los conductores y los aislantes. Estos materiales se caracterizan por un bandgap de tamaño moderado, generalmente entre 0.5 y 3 eV, lo que les permite cambiar su conductividad eléctrica mediante estímulos

externos como la temperatura, la radiación óptica o la incorporación de impurezas. Algunos ejemplos comunes de semiconductores son el silicio (Si), el arseniuro de galio (GaAs) y el sulfuro de cobre (CuS), material que es objeto de estudio en esta tesis.

Además de su clasificación en función del bandgap, los semiconductores también pueden categorizarse de acuerdo con su composición química en elementales (como el silicio y el germanio) y compuestos (como el GaAs, ZnO, o el CuS) [4]. Dentro de estos últimos, los semiconductores tipo calcogenuro metálico, como el CuS, presentan un interés creciente en tecnologías optoelectrónicas y fotovoltaicas debido a su capacidad de absorber luz visible y conducir electricidad bajo ciertas condiciones.

Finalmente, los semiconductores pueden clasificarse como intrínsecos o extrínsecos como se observa en la figura 2. Un semiconductor intrínseco es químicamente puro, y su conductividad depende únicamente de la energía térmica disponible. En contraste, los semiconductores extrínsecos han sido dopados con impurezas que introducen portadores de carga adicionales, lo que mejora sustancialmente su conductividad. Según el tipo de impureza utilizada, se distinguen los semiconductores tipo n (donde los electrones son los portadores mayoritarios) y tipo p (donde predominan los huecos) [5].

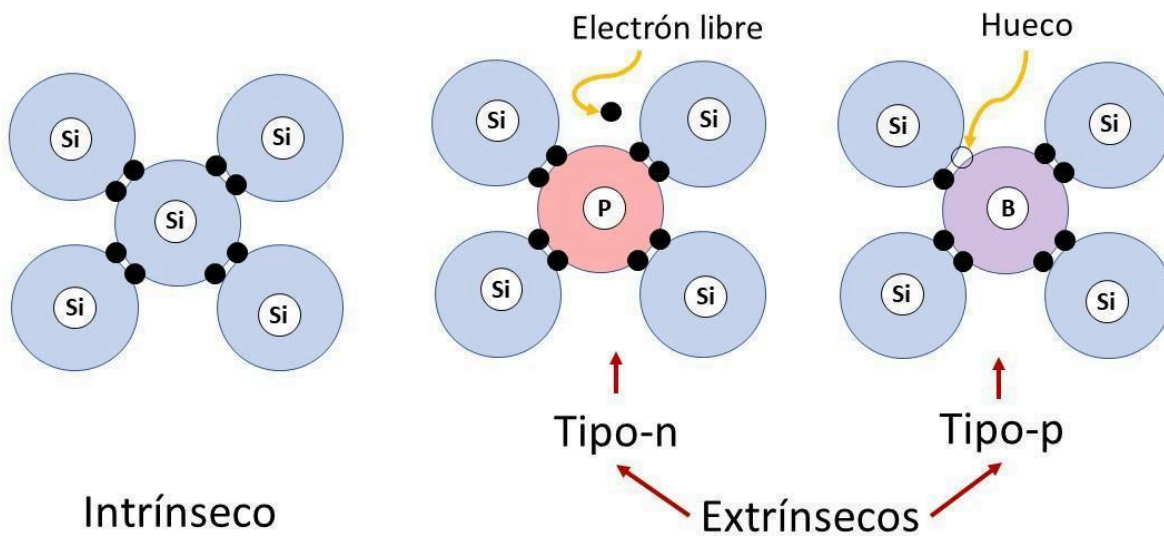


Figura 2.- Esquema de un semiconductor de silicio intrínseco y su dopaje para formar semiconductores tipo p y tipo n.

## 2.2 Estructura de bandas

La estructura de bandas es un modelo teórico que describe cómo se distribuyen los niveles de energía que pueden ocupar los electrones en un sólido como se observa en la figura 3. Este concepto surge de aplicar la mecánica cuántica a los sólidos cristalinos y es fundamental para comprender el comportamiento eléctrico de los materiales [6].

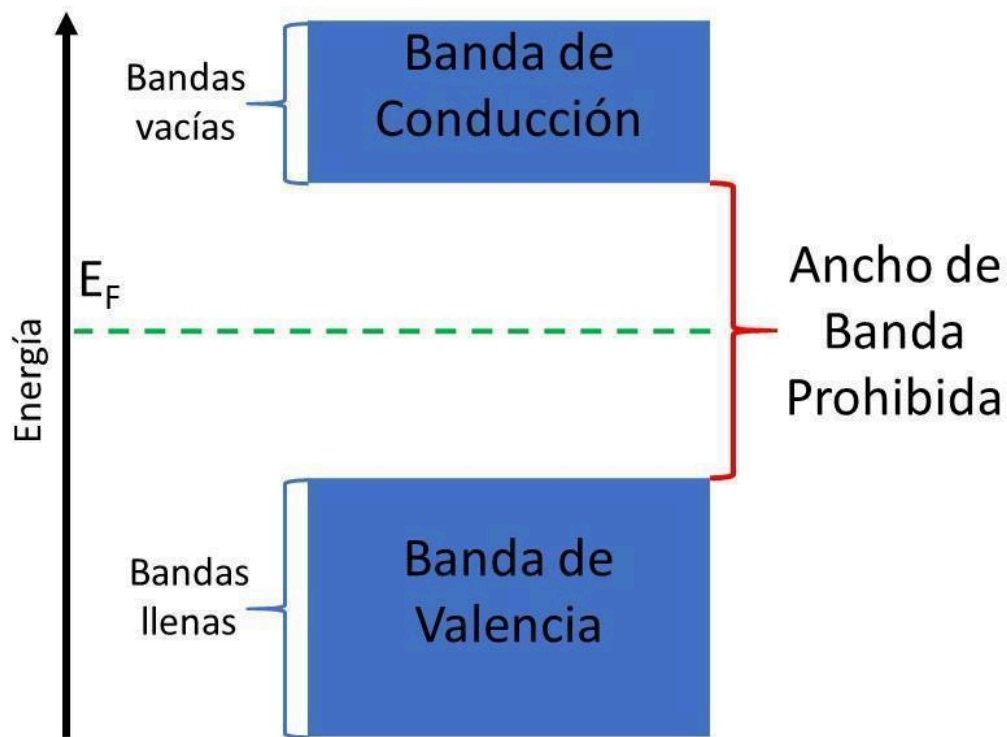


Figura 3.- Diagrama de banda de un semiconductor, mostrando la banda de conducción, la banda de valencia, el nivel de Fermi y el ancho de banda prohibido (bandgap).

En un átomo aislado, los electrones ocupan niveles de energía bien definidos. Sin embargo, cuando los átomos se agrupan para formar un sólido, sus orbitales electrónicos se solapan, dando lugar a bandas continuas de energía. Las más relevantes para la conducción eléctrica son la banda de valencia (que contiene los electrones ligados al átomo) y la banda de conducción (donde los electrones pueden moverse libremente dentro del material) [7].

El bandgap es la separación energética entre la banda de valencia y la banda de conducción. En los conductores, esta separación no existe o las bandas se traslapan; en los aislantes, es muy grande; y en los semiconductores, es de magnitud intermedia. Esta diferencia es la que

permite que, al aumentar la temperatura o al incidir luz sobre el material, los electrones puedan saltar del estado de valencia al de conducción, generando así portadores libres que permiten el flujo eléctrico[7].

El modelo de bandas también explica el fenómeno de dopaje, mediante el cual se introducen niveles de energía adicionales dentro del bandgap [8]. Por ejemplo, al dopar un semiconductor con un elemento pentavalente (como el fósforo en el silicio), se añade un nivel de energía cercano a la banda de conducción, facilitando la liberación de electrones. Este proceso permite controlar la conductividad del material, lo cual es esencial para la fabricación de dispositivos electrónicos.

Por otro lado, la estructura de bandas influye directamente en las propiedades ópticas del material, ya que determina las longitudes de onda que pueden ser absorbidas o emitidas [9]. En los semiconductores, cuando un fotón con suficiente energía interactúa con el material, puede promover un electrón a la banda de conducción, generando así un par electrón-hueco que puede participar en fenómenos optoelectrónicos, como la foto-conducción o la generación de corriente en celdas solares.

### **2.3 Propiedades eléctricas y ópticas de semiconductores**

Los semiconductores presentan un conjunto de propiedades eléctricas que los hacen únicos frente a los conductores y los aislantes. La propiedad más destacada es su conductividad eléctrica variable, que depende tanto de su estructura interna como de factores externos como la temperatura o la presencia de impurezas. A diferencia de los metales, cuya conductividad disminuye con el aumento de temperatura, en los semiconductores la conductividad puede aumentar, ya que se genera un mayor número de portadores de carga [10].

La conductividad eléctrica ( $\sigma$ ) en los semiconductores está determinada por la movilidad ( $\mu$ ) y la concentración de portadores de carga ( $n$  o  $p$ ), ya sean electrones (en semiconductores tipo  $n$ ) o huecos (en semiconductores tipo  $p$ ). Esta relación se expresa mediante la ecuación:

$$\sigma = qn\mu$$

donde  $q$  es la carga del electrón. La movilidad representa qué tan rápido se mueven los portadores bajo la influencia de un campo eléctrico, y depende del nivel de orden en la

estructura cristalina, del tipo de material, del nivel de dopaje y de la temperatura [11]. En las películas delgadas, esta movilidad puede verse afectada por defectos superficiales, discontinuidades o granos mal orientados, lo cual puede reducir el rendimiento de dispositivos basados en ellas.

La resistividad eléctrica ( $\rho$ ), que es el inverso de la conductividad, es otra propiedad clave:

$$\rho = \frac{1}{\sigma}$$

Este parámetro indica la oposición del material al paso de la corriente eléctrica, y en el caso de los semiconductores puede variar en varios órdenes de magnitud dependiendo de las condiciones del material y del entorno [12]. En películas delgadas, la resistividad puede ser mayor o menor que en el material masivo debido a la influencia del tamaño del grano, la porosidad y la orientación cristalina.

La concentración de portadores de carga está estrechamente relacionada con el nivel de dopaje y la temperatura del semiconductor [13]. A medida que se incrementa la temperatura, se promueve la generación de pares electrón-hueco, aumentando la concentración de portadores libres. En películas delgadas, este efecto puede amplificarse o reducirse según la calidad del material y los tratamientos posteriores a la síntesis, como la oxidación o el recocido térmico [14].

Además de las propiedades eléctricas, los semiconductores presentan propiedades ópticas que dependen directamente de su estructura electrónica. Una de las más importantes es la absorción óptica, la cual está relacionada con la transición de electrones entre la banda de valencia y la banda de conducción. Esta transición solo ocurre si la energía del fotón incidente es igual o mayor a la del bandgap del material [15].

El bandgap puede ser directo o indirecto, y su valor determina la región del espectro electromagnético en la que el semiconductor interactúa con la luz. En películas delgadas, este valor puede desviarse del valor estándar del material masivo debido a fenómenos como el confinamiento cuántico, que ocurre cuando el espesor del material se reduce a escalas nanométricas [16].

## **2.4. Sulfuro de cobre (CuS)**

### **2.4.1 Estructura cristalina y fases**

El sulfuro de cobre (CuS) es un compuesto inorgánico que pertenece a la familia de los sulfuros metálicos, y ha sido ampliamente estudiado por sus propiedades físicas y químicas particulares. Se encuentra en la naturaleza como el mineral covelita, el cual posee una estructura cristalina hexagonal. La fórmula estequiométrica CuS corresponde a una de las fases más comunes, aunque existe una amplia variedad de composiciones posibles dentro del sistema Cu–S, como Cu<sub>2</sub>S, Cu<sub>1.8</sub>S o Cu<sub>7</sub>S<sub>4</sub>, entre otras, que pueden coexistir bajo ciertas condiciones de síntesis o tratamiento térmico [17].

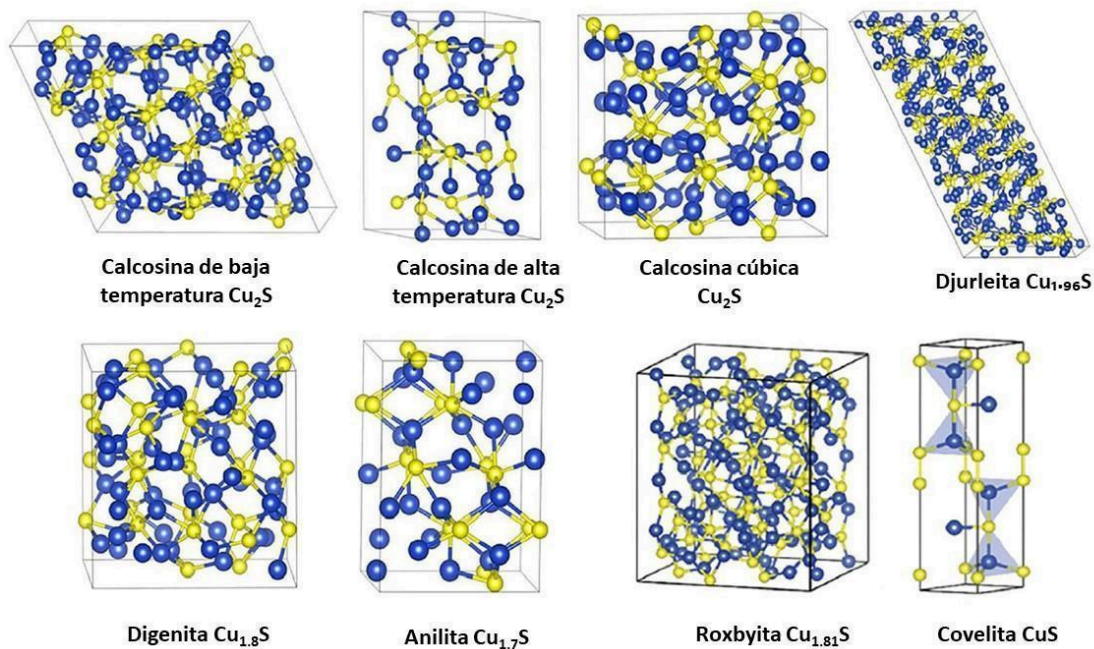


Figura 4.- Fases cristalinas del sulfuro de cobre (CuS) en sus distintas estructuras[17].

La fase covelita (CuS) cristaliza en el sistema hexagonal. En esta estructura, los átomos de cobre se disponen en capas alternadas con átomos de azufre, formando una red en la que el cobre presenta una coordinación triangular con los átomos de azufre. Esta configuración confiere al material una anisotropía estructural que influye significativamente en sus propiedades eléctricas y ópticas [18].

A temperatura ambiente, CuS es estable en su forma covelita, pero puede transformarse en otras fases no estequiométricas o metaestables cuando se somete a tratamientos térmicos o cuando se sintetiza en condiciones no controladas. Por ejemplo, el calentamiento en atmósferas reductoras o la exposición prolongada a altas temperaturas puede inducir la formación de fases ricas en cobre como Cu<sub>2</sub>S [19]. En el contexto de las películas delgadas,

el control preciso de la estequiometría y las condiciones de crecimiento es fundamental para garantizar la obtención de una fase pura y estable.

#### **2.4.2 Propiedades semiconductoras del CuS**

El CuS presenta un comportamiento semiconductor que ha sido objeto de numerosos estudios debido a su versatilidad y su respuesta frente a estímulos externos como la luz, el calor o los campos eléctricos. En su forma estequiométrica, CuS puede exhibir una conductividad eléctrica elevada en comparación con otros sulfuros metálicos, situándose en la frontera entre un semiconductor y un conductor degenerado [20].

Una de las propiedades más relevantes del CuS es su bandgap indirecto o mixto, cuyo valor se ha reportado en el rango de 1.2 a 2.5 eV, dependiendo del método de síntesis, el tipo de fase, el tamaño de partícula y la morfología [21,22]. Este intervalo de banda permite que el material absorba una fracción significativa del espectro visible e infrarrojo cercano, haciéndolo útil en aplicaciones fotónicas y de conversión de energía solar.

En términos eléctricos, CuS se comporta generalmente como un semiconductor tipo p, lo que implica que sus principales portadores de carga son los huecos. Esta característica se asocia con la presencia de vacancias de cobre en la red cristalina, las cuales actúan como centros aceptores [23]. La movilidad de portadores en CuS puede variar ampliamente, pero en general es moderada, ya que la estructura del material y la presencia de defectos cristalinos influyen directamente en la facilidad con la que los portadores se desplazan.

La concentración de portadores de carga en CuS también depende fuertemente de su estequiometría. En materiales no estequiométricos, especialmente en aquellos ricos en cobre o azufre, pueden introducirse estados energéticos dentro del bandgap que modifican la densidad de estados disponibles y afectan la conductividad [24]. En consecuencia, es posible ajustar la resistividad del CuS mediante dopaje o tratamiento térmico.

#### **2.4.3 Aplicaciones tecnológicas**

El sulfuro de cobre ha despertado un creciente interés en aplicaciones tecnológicas, particularmente en las áreas de la optoelectrónica, la energía fotovoltaica, la fotocatalisis y los sensores. Su abundancia, baja toxicidad relativa, y la posibilidad de sintetizar mediante

métodos de bajo costo lo convierten en un candidato atractivo para sustituir materiales más caros o menos sostenibles [25].

En el campo de la optoelectrónica, CuS se ha utilizado en la fabricación de celdas solares de película delgada, donde puede actuar como capa absorbente o como parte de la heterounión con otros materiales semiconductores [26]. Su capacidad para absorber luz visible e infrarroja permite aprovechar una fracción significativa del espectro solar. Además, su naturaleza tipo *p* facilita su acoplamiento con semiconductores tipo *n* para la formación de uniones pn, fundamentales en dispositivos como fotodiodos [27].

En sistemas de almacenamiento de energía, CuS ha sido investigado como material activo en supercondensadores y electrodos para baterías recargables, gracias a su alta superficie específica y su capacidad para intercambiar iones de forma reversible. La síntesis en forma de películas delgadas o estructuras jerárquicas permite mejorar la eficiencia de carga y descarga en estos dispositivos [28].

Finalmente, la estabilidad química y la respuesta óptica de CuS lo hacen adecuado para dispositivos sensores de gases, presión o humedad. Al ser depositado en forma de película delgada sobre sustratos adecuados, el material puede responder de forma selectiva y sensible a estímulos del ambiente, generando señales eléctricas detectables [29,30].

## **2.5 Películas delgadas**

Las películas delgadas son capas de material con un espesor que puede variar desde unos pocos nanómetros hasta varios micrómetros, depositadas sobre un sustrato sólido. Estas estructuras han adquirido gran relevancia en diversas áreas de la ciencia y la tecnología debido a su versatilidad, su capacidad de modificar propiedades superficiales y su compatibilidad con procesos de microfabricación. En particular, los semiconductores en forma de película delgada permiten un control preciso de sus propiedades físicas, químicas, ópticas y eléctricas, lo que es esencial para aplicaciones en optoelectrónica, fotocatalisis, sensores y dispositivos fotovoltaicos [31].

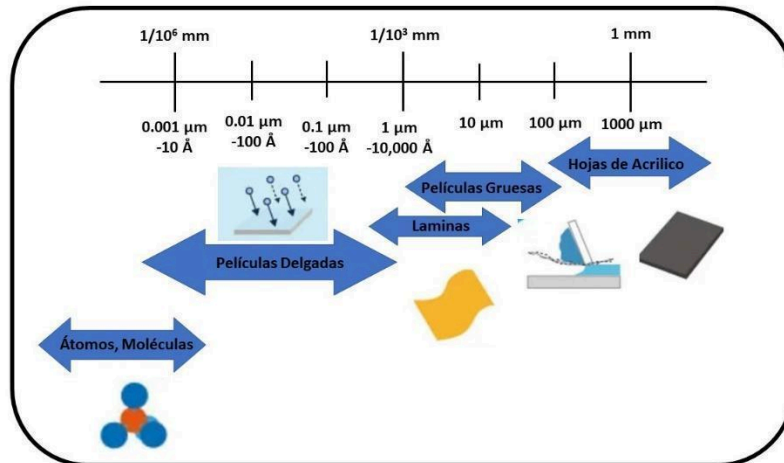


Figura 5.- Comparación de rangos de espesor con respecto a las películas delgadas.

Entre las ventajas más destacadas de las películas delgadas se encuentran la reducción en el consumo de materiales, el bajo costo de fabricación, la posibilidad de trabajar a temperaturas moderadas, y la capacidad de depositar capas sobre diferentes tipos de sustratos, incluidos vidrios, polímeros, metales y cerámicos. Además, es posible lograr estructuras multicapa y heterouniones con diseños a medida, lo que abre el camino a la fabricación de dispositivos funcionales con alto grado de miniaturización y eficiencia [31].

### 2.5.1 Técnicas de depósito

Existen diversas técnicas para el depósito de películas delgadas, las cuales pueden clasificarse en métodos físicos, químicos y electroquímicos. La selección de una técnica depende de factores como el tipo de material a depositar, las propiedades deseadas, el tipo de sustrato, el presupuesto disponible y la aplicación final del dispositivo.

Entre las técnicas físicas, destacan la evaporación térmica, la deposición por haz de electrones y la pulverización catódica (sputtering), como se muestra en la figura 6. Estas permiten obtener películas de alta pureza y buena adherencia, aunque requieren equipos costosos y condiciones de alto vacío. En estas técnicas, el material precursor se evapora o pulveriza para luego condensarse sobre el sustrato en forma de una capa delgada [31].

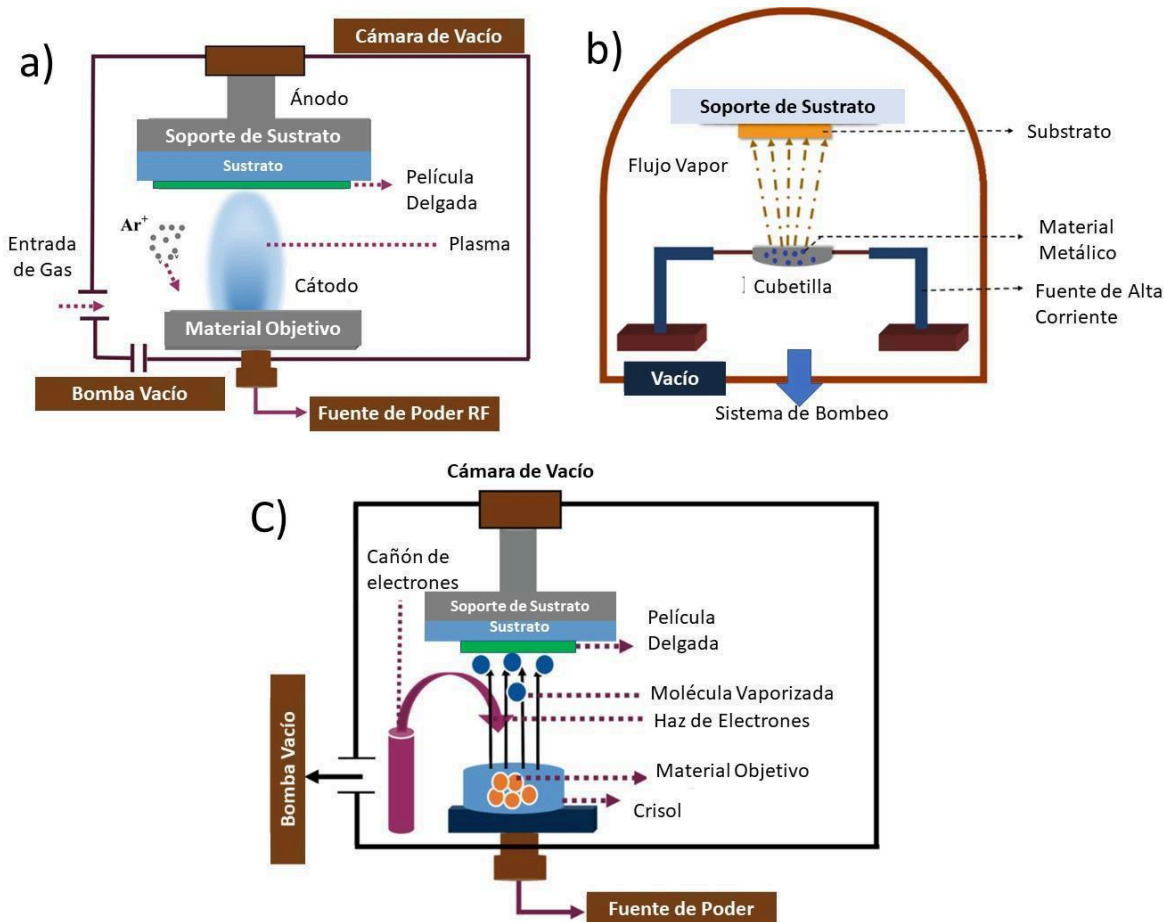


Figura 6.- Esquema de técnicas físicas de depósito: A) Evaporación térmica, B) Deposición por haz de electrones, C) Pulverización catódica[31].

Las técnicas químicas comprenden procesos como la deposición química en fase vapor (CVD) [31], la deposición asistida por aerosol [32], la deposición por sol-gel [32] (Figura 7) y depósito por baño químico (CBD, por sus siglas en inglés). Estos métodos suelen llevarse a cabo a temperaturas moderadas y en condiciones más accesibles, lo que los hace atractivos para la síntesis de semiconductores en entornos con recursos limitados o para aplicaciones donde se requiere el recubrimiento de grandes áreas a bajo costo.

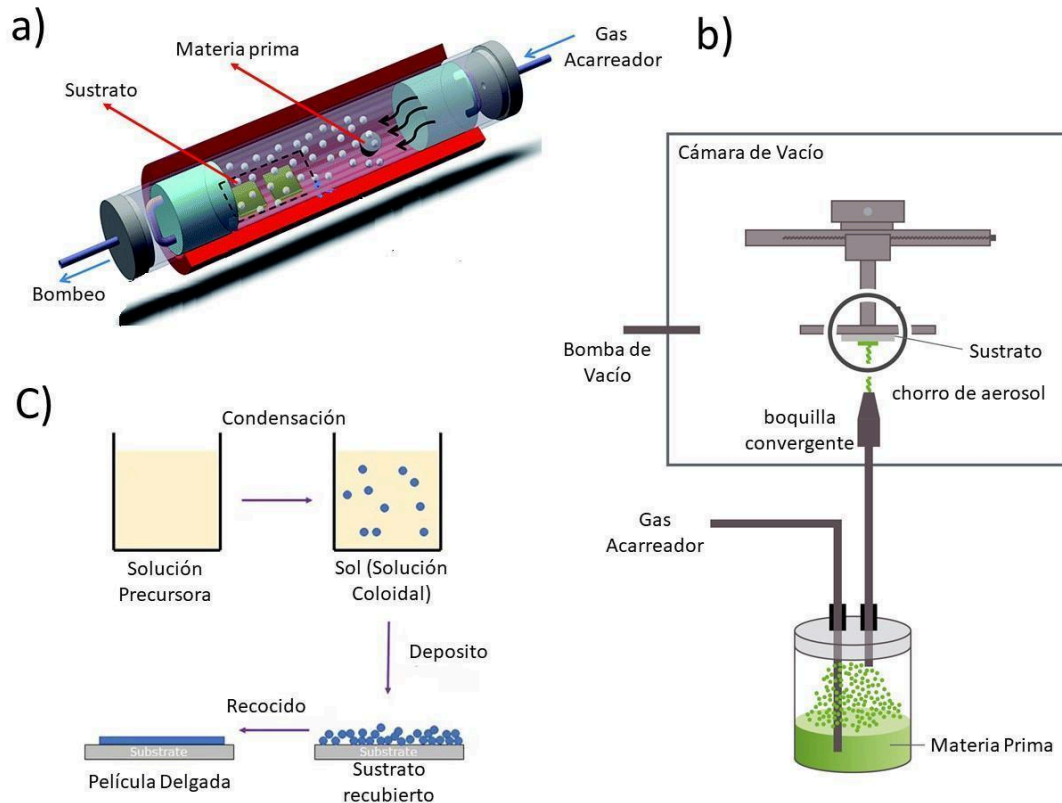


Figura 7.- Esquema de técnicas químicas de depósito: A) Depósito químico en fase vapor (CVD), B) Depósito asistida por aerosol, C) Depósito por sol-gel [32–34].

### 2.5.2 Depósito por baño químico (CBD)

El depósito por baño químico es una técnica heterogénea de crecimiento de películas delgadas a baja temperatura como se muestra en la figura 8, en la cual la formación del material deseado ocurre *in situ* sobre un sustrato sólido sumergido en una solución que contiene los reactivos precursores. El fundamento radica en la precipitación dirigida de una fase sólida a partir de una solución sobresaturada, en la cual los iones metálicos reaccionan con especies aniónicas para formar un compuesto poco soluble que se adhiere sobre la superficie del sustrato en forma de una película continua [35].

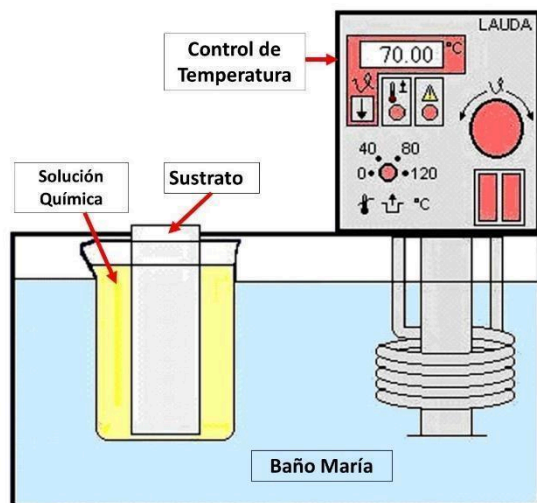


Figura 8.- Sistema de depósito por baño químico

A diferencia de los métodos homogéneos que generan precipitados en el volumen de la solución, el CBD busca favorecer una nucleación preferencial en la interfase solución–sustrato. Para lograr esto, es crucial controlar cuidadosamente la velocidad de generación de especies reactivas, lo cual se consigue mediante el uso de agentes complejantes (como tiosulfato, EDTA o citrato) que enlazan temporalmente a los iones metálicos, liberándose lentamente conforme las condiciones del sistema (como el pH o la temperatura) cambian [36].

El crecimiento de la película se inicia con la nucleación de pequeños cristales en sitios activos del sustrato, los cuales actúan como centros de crecimiento para la acumulación de nuevo material. Este proceso puede describirse mediante mecanismos como la difusión iónica y la descomposición térmica controlada de complejos metálicos, siendo posible ajustar la morfología, cristalinidad y espesor de la película en función del equilibrio entre la nucleación y el crecimiento cristalino [37].

Otro aspecto clave del CBD es que permite operar en condiciones suaves —típicamente entre 20 y 90 °C— y a presión atmosférica, lo cual no solo reduce los costos energéticos, sino que también permite el uso de una mayor variedad de sustratos (incluidos polímeros y vidrios tratados). Esta característica lo convierte en un método idóneo para aplicaciones donde se requieren recubrimientos funcionales sobre superficies extensas o flexibles.

La deposición por baño químico ha sido utilizada con éxito para la síntesis de una amplia variedad de semiconductores en película delgada, incluyendo sulfuros metálicos como ZnS [38], CdS [37], CuS [39] y PbS[40], así como óxidos conductores como ZnO [41] y SnO<sub>2</sub> [42]. En particular, el método ha demostrado ser eficaz para la obtención de películas homogéneas sobre sustratos de gran área, con bajo consumo energético y sin necesidad de equipos de alto vacío.

## **2.6 Tratamiento térmico de semiconductores**

El tratamiento térmico es una etapa crucial en la síntesis y optimización de materiales semiconductores, especialmente en aquellos obtenidos como películas delgadas. Esta técnica consiste en someter el material previamente depositado a temperaturas controladas durante un periodo determinado, con el objetivo de inducir transformaciones estructurales, químicas o electrónicas que mejoren sus propiedades funcionales.

Desde el punto de vista físico-químico, el tratamiento térmico favorece procesos como la recristalización, la eliminación de defectos estructurales (como vacancias y dislocaciones), el aumento del orden cristalino y la relajación de tensiones internas. Asimismo, puede inducir fases más estables termodinámicamente o modificar la orientación preferencial de los granos cristalinos [43]. En semiconductores multicomponente, también puede promover una mejor distribución de los elementos, la eliminación de residuos de precursores o la conversión de fases amorfas en fases cristalinas activas.

El tratamiento térmico puede llevarse a cabo en distintos ambientes según el tipo de material y el efecto que se desea obtener. Entre los más utilizados se encuentran: el tratamiento en aire u oxígeno, que promueve la oxidación superficial y resulta útil en materiales tipo óxido o para estabilizar capas protectoras [44]; el tratamiento en atmósferas inertes, como nitrógeno (N<sub>2</sub>) o argón (Ar), que evita reacciones con el medio y permite conservar la composición química original [45]; el tratamiento en atmósferas reductoras, como hidrógeno puro o mezclas de hidrógeno con nitrógeno (H<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>/N<sub>2</sub>), empleado para modificar el estado de oxidación de ciertos elementos o eliminar residuos orgánicos [46]; y el tratamiento en condiciones de vacío, que minimiza la adsorción de gases y favorece la descomposición de especies volátiles no deseadas.

En el caso de películas delgadas, el tratamiento térmico también influye directamente en la adhesión al sustrato, la densificación de la película, su rugosidad superficial y la migración superficial de especies [47]. La temperatura, el tiempo de tratamiento, la velocidad de calentamiento/enfriamiento y el tipo de atmósfera son parámetros que deben optimizarse cuidadosamente para evitar efectos adversos como agrietamiento, descomposición o pérdida de elementos volátiles [48].

### **2.6.1 Efectos sobre la estructura y propiedades**

Los efectos del tratamiento térmico sobre los semiconductores son múltiples y pueden observarse a nivel estructural, electrónico, óptico y morfológico. En cuanto a la estructura cristalina, el recocido térmico generalmente favorece una mejora en la cristalinidad, observada como un incremento en la intensidad y definición de los picos de difracción en estudios de Difracción de Rayos X [49]. Esto indica un crecimiento de dominios coherentes y una disminución en la densidad de defectos, lo cual impacta positivamente en la movilidad de portadores y la conductividad [50,51].

La morfología superficial también puede verse modificada. A medida que se incrementa la temperatura de tratamiento, los granos individuales tienden a crecer (fenómeno de sinterización superficial), lo cual puede reducir la rugosidad y aumentar el contacto entre cristales, favoreciendo la continuidad eléctrica. Sin embargo, temperaturas excesivas pueden inducir la coalescencia de granos, la formación de cavidades o incluso la delaminación de la película [52].

En cuanto a las propiedades eléctricas, el tratamiento térmico puede incrementar la movilidad de portadores de carga al reducir las barreras de dispersión causadas por defectos estructurales o impurezas atrapadas. Asimismo, dependiendo del material y del entorno, el tratamiento puede inducir cambios en la concentración de portadores de tipo  $n$  o  $p$ , debido a la modificación de estados electrónicos superficiales, intersticiales o sustitucionales. Esto es especialmente relevante en materiales que exhiben conductividad extrínseca por dopaje o por desviaciones estequiométricas [53].

Desde el punto de vista óptico, una mejora en la ordenación cristalina y la homogeneidad de la película se traduce en un menor número de centros de recombinación no radiactiva,

por lo que puede aumentar la transmitancia en regiones específicas del espectro o modificar el coeficiente de absorción [54].

## **2.7 Técnicas de caracterización**

Las técnicas de caracterización son fundamentales para estudiar los materiales semiconductores, ya que permiten obtener información detallada sobre su estructura, propiedades electrónicas, ópticas y morfológicas. Estas técnicas son esenciales para el desarrollo y la optimización de dispositivos basados en semiconductores, como celdas solares, sensores, dispositivos optoelectrónicos y fotocatalizadores.

### **2.7.1 Difracción de rayos X (DRX)**

Es una técnica de caracterización utilizada para estudiar la estructura cristalina de los materiales. Esta técnica se basa en la interacción de los rayos X, que son ondas electromagnéticas de longitud de onda corta (en el rango de 0.01 a 10 nm), con los átomos de un material cristalino. Cuando los rayos X inciden sobre un cristal, se difractan debido a las redes periódicas de átomos en el cristal, y este fenómeno de difracción sigue la ley de Bragg, que establece que la condición para la difracción constructiva es  $n\lambda = 2d\sin(\theta)$  donde  $n$  es un número entero (orden de difracción),  $\lambda$  es la longitud de onda de los rayos X,  $d$  es la distancia entre planos cristalinos y  $\theta$  es el ángulo de incidencia de los rayos X. El análisis de los ángulos de difracción y las intensidades de los picos resultantes permite determinar parámetros estructurales como la orientación de los cristales, el tamaño de los cristales y las fases presentes en la muestra. Esto proporciona información valiosa sobre la calidad del cristal, su pureza y otras características estructurales del material [55].

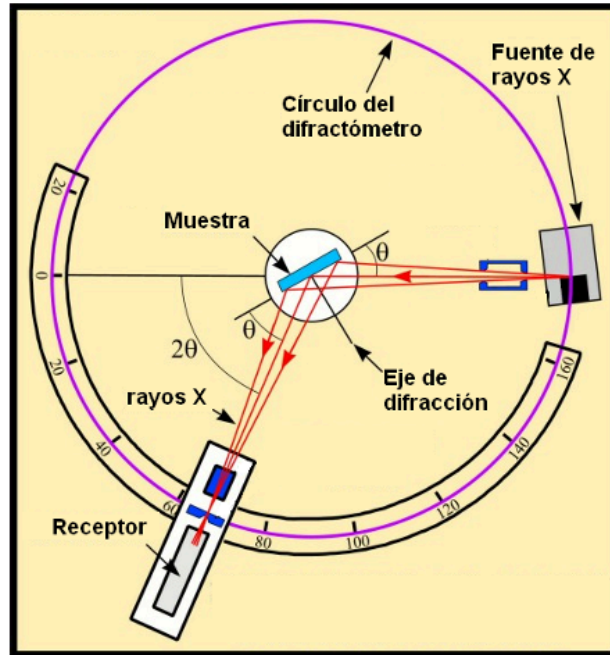


Figura 9.- Representación del sistema de difracción de rayos X [56].

### 2.7.2 Microscopía electrónica de barrido (SEM)

El SEM es una técnica que emplea un haz de electrones para explorar la superficie de los materiales a una resolución extremadamente alta. Cuando el haz de electrones interactúa con la muestra, se producen diferentes tipos de señales, como electrones secundarios, retrodispersados y rayos X. Los electrones secundarios, que provienen de las capas superficiales del material, son los más utilizados para la creación de imágenes detalladas que proporcionan información sobre la morfología, topografía y estructura superficial del material. Además, el SEM permite observar muestras a escalas nanométricas, lo que es fundamental para el estudio de materiales con una resolución de hasta unos pocos nanómetros. La capacidad de ajustar el enfoque del haz de electrones y explorar la muestra a distintas profundidades permite obtener imágenes tridimensionales de la superficie del material [57].

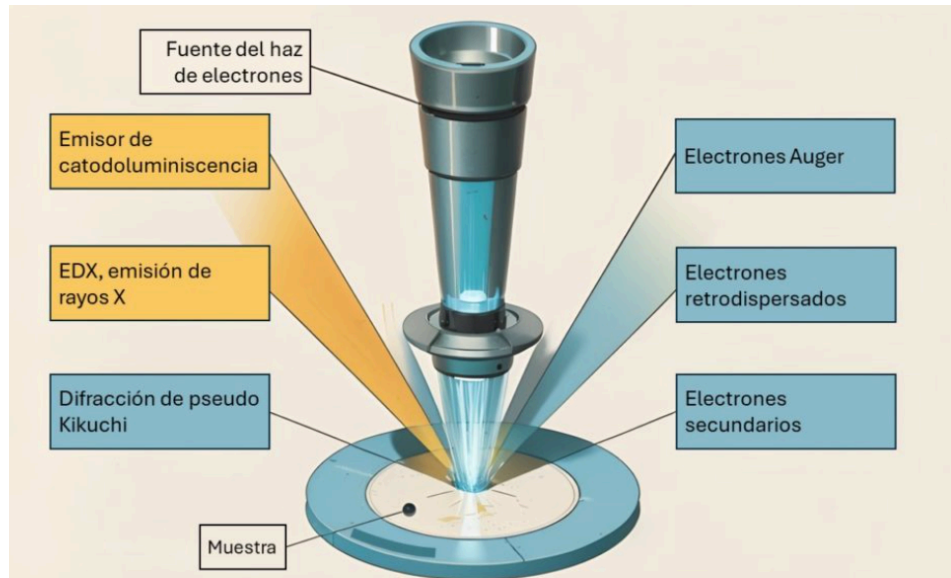


Figura 10.- Representación de análisis por microscopía electrónica de barrido y sus señales [58].

### 2.7.3 Espectroscopía de rayos X por dispersión de energía (EDX)

EDX se utiliza generalmente en conjunto con el SEM para realizar un análisis elemental de la muestra. Esta técnica se basa en la detección de los rayos X emitidos por la muestra cuando los electrones del SEM interactúan con los átomos de la superficie. Cada elemento químico emite rayos X característicos con una energía específica, lo que permite identificar y cuantificar los elementos presentes en la muestra. A través de un análisis de los espectros obtenidos, es posible determinar la composición elemental, proporcionando una visión más detallada y cuantitativa sobre los materiales estudiados. Esta técnica es especialmente útil cuando se necesita evaluar la distribución y concentración de los elementos en distintas regiones de la muestra, complementando la información estructural obtenida por SEM [59].

### 2.7.4 Espectroscopía UV-Vis

La espectroscopía UV-Vis es una técnica de caracterización óptica que se basa en la medición de la absorbancia o transmitancia de una muestra en el rango ultravioleta (UV) y visible (Vis) del espectro electromagnético, que abarca aproximadamente de 200 a 1000 nm. Esta técnica aprovecha la capacidad de los átomos y moléculas de absorber radiación electromagnética en estos rangos, lo que provoca transiciones electrónicas entre niveles de

energía. Al incidir radiación UV-Vis sobre la muestra, ciertos electrones dentro de los materiales pueden ser excitados a estados de mayor energía, dependiendo de la longitud de onda de la radiación absorbida. La absorbancia medida a diferentes longitudes de onda proporciona información sobre las características electrónicas de la muestra, tales como los estados de valencia y la presencia de bandas de absorción características de los materiales [60]. En materiales semiconductores, por ejemplo, se pueden observar características como el bandgap, que es crucial para evaluar sus propiedades ópticas. Además, la espectroscopía UV-Vis es útil para estudiar las transiciones de los electrones en estados excitados y su comportamiento en función de la longitud de onda, lo cual es valioso para aplicaciones en fotocatalisis, dispositivos optoelectrónicos y otras tecnologías basadas en la absorción de luz.

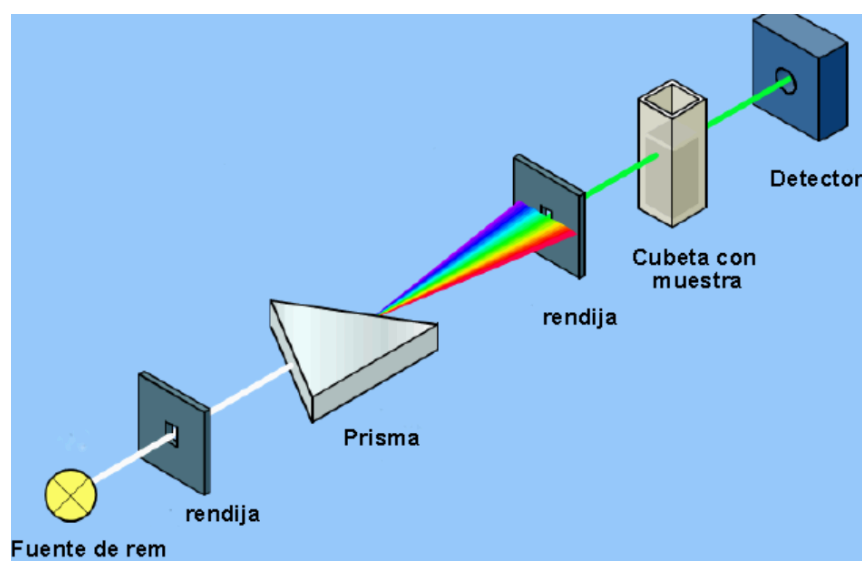


Figura 11.- Sistema de espectroscopia UV-Vis [61].

### 2.7.5 Microscopía de fuerza atómica (AFM)

El AFM es una técnica de alta resolución que permite observar las superficies a nivel atómico. Una aguja extremadamente afilada escanea la superficie de la muestra, y las interacciones de fuerza entre la punta y los átomos de la superficie generan señales que se utilizan para construir una imagen tridimensional de la topografía [62]. Esta técnica es especialmente útil para estudiar la morfología de las películas delgadas, la rugosidad superficial y el tamaño de los cristales. La capacidad de resolver detalles a nivel atómico

hace de esta técnica una herramienta indispensable para caracterizar con precisión las películas delgadas y los materiales semiconductores.

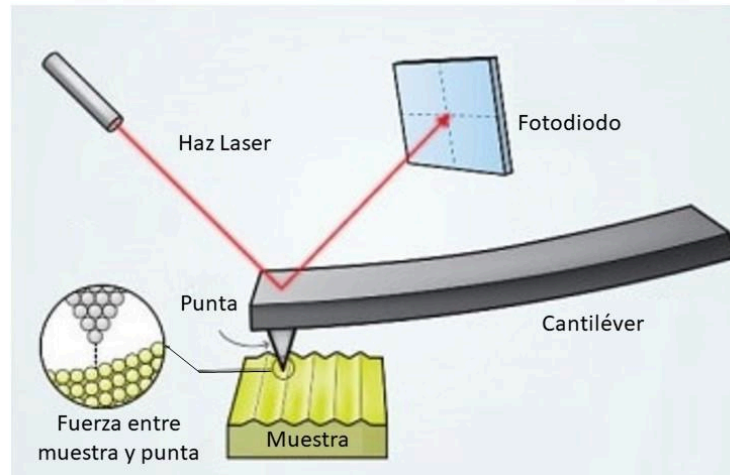


Figura 12.- Esquema de análisis en microscopía de fuerza atómica [63].

### 2.7.6 Efecto Hall

El efecto Hall se utiliza para medir las propiedades electrónicas de los semiconductores. Este fenómeno ocurre cuando un material semiconductor que transporta una corriente eléctrica se encuentra en presencia de un campo magnético perpendicular a la corriente. La interacción entre la corriente y el campo magnético provoca la acumulación de carga en los bordes del material, generando una diferencia de potencial transversal conocida como voltaje Hall. Mediante la medición de este voltaje, se puede determinar la concentración de portadores de carga en el material, así como su tipo (electrones o huecos) y su movilidad [64]. El efecto Hall es especialmente útil para caracterizar semiconductores, ya que permite obtener información precisa sobre las propiedades electrónicas que afectan directamente el rendimiento de los dispositivos.

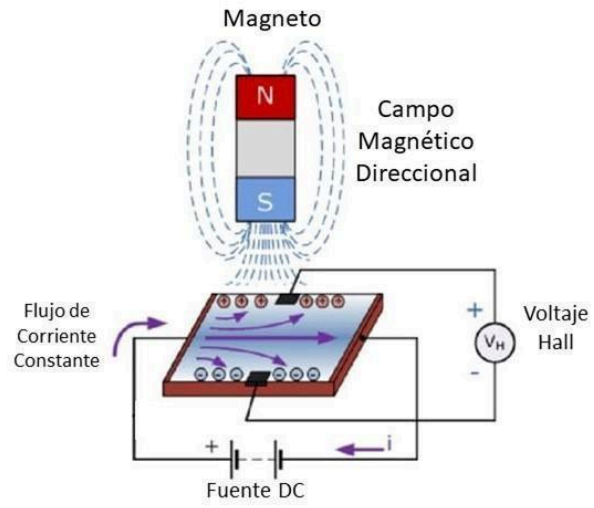


Figura 13.- Arreglo en el análisis de efecto hall en películas [65].

### 3. METODOLOGÍA

#### 3.1 Síntesis de películas delgadas de CuS

La síntesis de películas delgadas de CuS se lleva a cabo utilizando la técnica de deposición química en solución (CBD). Para ello, se preparan los reactivos necesarios, que incluyen sulfato de cobre(II) anhidro (CuSO<sub>4</sub>) con pureza del 98%, trietanolamina (TEA) con pureza del 99.8%, hidróxido de amonio (NH<sub>4</sub>OH) con una concentración del 29% de NH<sub>4</sub>, y tiourea (TU) con pureza del 99.4%.

La formulación establecida y que se siguió para la síntesis de las películas de CuS es la siguiente:

| Volumen (mL) | Compuesto            | Concentración (M) |
|--------------|----------------------|-------------------|
| 10           | Cu(SO <sub>4</sub> ) | 0.1               |
| 3            | TEA                  | 3.75              |
| 1            | NH <sub>4</sub> OH   | 1                 |
| 2            | NaOH                 | 1                 |
| 3            | TU                   | 1                 |

Previo al proceso de síntesis, los sustratos de vidrio fueron lavados con detergente y enjuagados cuidadosamente con agua destilada. Una vez secos, se protegió una de sus caras utilizando cinta adhesiva, con el fin de evitar la deposición de material en esa zona durante el recubrimiento.

Posteriormente, los sustratos fueron sumergidos en la solución de reacción previamente preparada, manteniéndose a una temperatura controlada de 50 °C durante 50 minutos, como se muestra en la figura 14. Al finalizar este tiempo, se retiraron de la solución y se enjuagaron nuevamente con agua destilada para eliminar cualquier partícula no adherida a la película semiconductor formada sobre la superficie.



Figura 14.- Fotografía del sistema y arreglo del baño químico.

Una vez sintetizadas las películas delgadas de CuS, se secan a temperatura ambiente con el fin de eliminar la humedad y lograr películas en condiciones óptimas. Finalmente, se realiza un tratamiento térmico en placas de calentamiento a distintas temperaturas (100, 150 y 200 °C), como se muestra en la figura 15.



Figura 15.- Tratamiento térmico de películas delgadas de CuS.

### **3.2 Caracterización**

Las películas delgadas de sulfuro de cobre obtenidas fueron caracterizadas mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) y microscopía de fuerza atómica (AFM), con el objetivo de analizar su morfología superficial y estimar el espesor de las capas formadas. La composición elemental de las muestras fue determinada mediante espectroscopía de dispersión de energía de rayos X (EDX), lo que permitió confirmar la presencia de los elementos constituyentes del material depositado. Para evaluar las propiedades ópticas de las películas, se utilizó espectroscopía UV-Vis, a partir de la cual se calculó el bandgap de las distintas muestras sintetizadas. Finalmente, se realizó una caracterización eléctrica mediante la técnica del efecto Hall, con el fin de determinar parámetros como la concentración de portadores de carga, tipo de conductividad y movilidad en los materiales semiconductores obtenidos.

## **4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN**

### **4.1 Análisis morfológico de las películas delgadas**

En las imágenes obtenidas de las películas delgadas de sulfuro de cobre (CuS) depositadas sobre sustrato de vidrio se observa una evolución notable en el color asociado al tratamiento térmico aplicado. La película sin tratamiento térmico presenta un color marrón dorado, lo que sugiere una fase inicial de CuS con posible presencia de impurezas superficiales o una estructura parcialmente amorfa. Por otro lado, las películas sometidas a tratamientos térmicos a 100 °C, 150 °C y 200 °C exhiben una tonalidad verde olivo uniforme. Este cambio de color puede asociarse a la reordenación estructural del CuS inducida por el calentamiento, favoreciendo la formación de fases más definidas y posiblemente una mejor cristalización del material [66,67].

A simple vista, todas las películas presentan una apariencia traslúcida, homogénea y sin defectos evidentes como grietas, burbujas o desprendimientos. Esta homogeneidad sugiere que el proceso de deposición empleado fue adecuado para lograr recubrimientos uniformes y bien adheridos al sustrato.

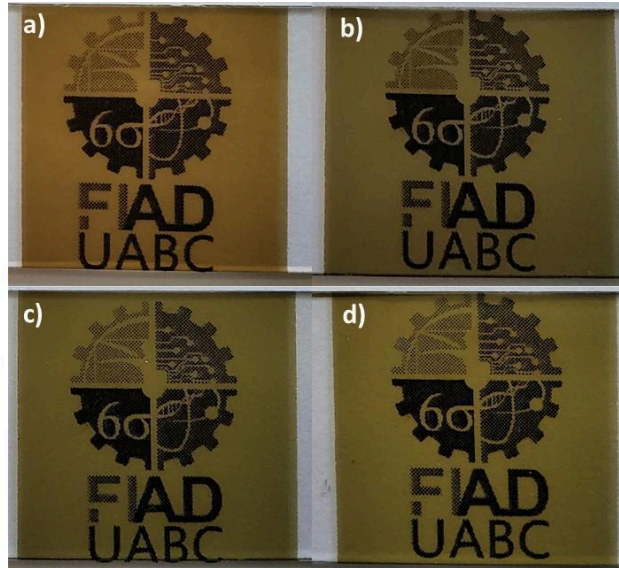


Figura 16.- Fotografías de las distintas películas de CuS obtenidas: a) Cu-0, b) Cu100, c) Cu150, d) Cu200.

Las imágenes obtenidas mediante microscopía electrónica de barrido (SEM) como se muestra en la figura 17 a distintas magnificaciones, revelan que las películas delgadas de CuS depositadas sobre sustrato de vidrio presentan una morfología superficial homogénea y continua, sin evidencia de defectos relevantes como huecos, burbujas, fisuras o desprendimientos. Esta integridad estructural sugiere una buena adherencia al sustrato y una deposición uniforme del material.

En todas las muestras se observa una morfología similar, caracterizada por una superficie compacta sobre la que se encuentran partículas dispersas de manera aleatoria. Estas partículas, visibles como agregados superficiales, podrían corresponder a residuos no eliminados completamente durante el proceso de lavado posterior a la síntesis.

La ausencia de defectos estructurales relevantes, combinada con la presencia aislada de partículas residuales, sugiere que el método de deposición empleado fue eficaz, aunque puede optimizarse la etapa de limpieza posterior a la síntesis para mejorar la pureza superficial del recubrimiento.

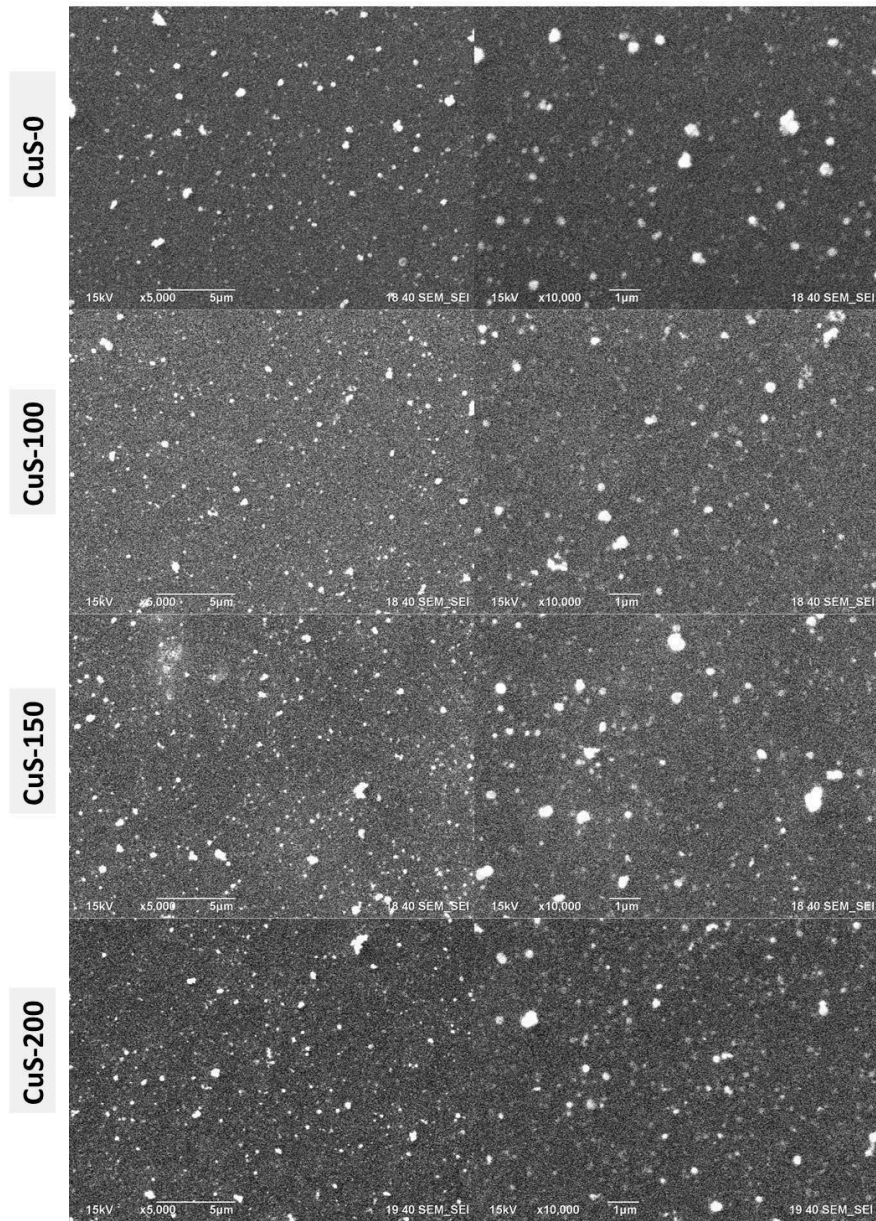


Figura 17.- Micrografías SEM para las distintas películas de CuS con magnificaciones de x5000x y x10000.

A través de las mediciones obtenidas mediante microscopía de fuerza atómica (AFM), se determinaron los espesores de las películas Cu-0, Cu-100, Cu-150, Cu-200 los cuales fueron, 58, 54, 41 and 40 nm respectivamente, así también, se representa en la figura 18 aspectos relacionados con su rugosidad superficial. Los resultados muestran que el espesor de las películas disminuye con el incremento de la temperatura de tratamiento térmico. Esta

tendencia sugiere que el tratamiento térmico favorece una ligera compactación o densificación del material depositado, posiblemente debido a procesos de reorganización estructural o pérdida de compuestos residuales [68].

En cuanto a la rugosidad superficial, las imágenes de AFM revelan una textura fina, en la que se identifican pequeñas irregularidades asociadas, probablemente, a las partículas observadas previamente en las micrografías SEM. Estas elevaciones podrían estar relacionadas con residuos mal eliminados durante el proceso de lavado posterior a la síntesis, lo que concuerda con su distribución aleatoria.

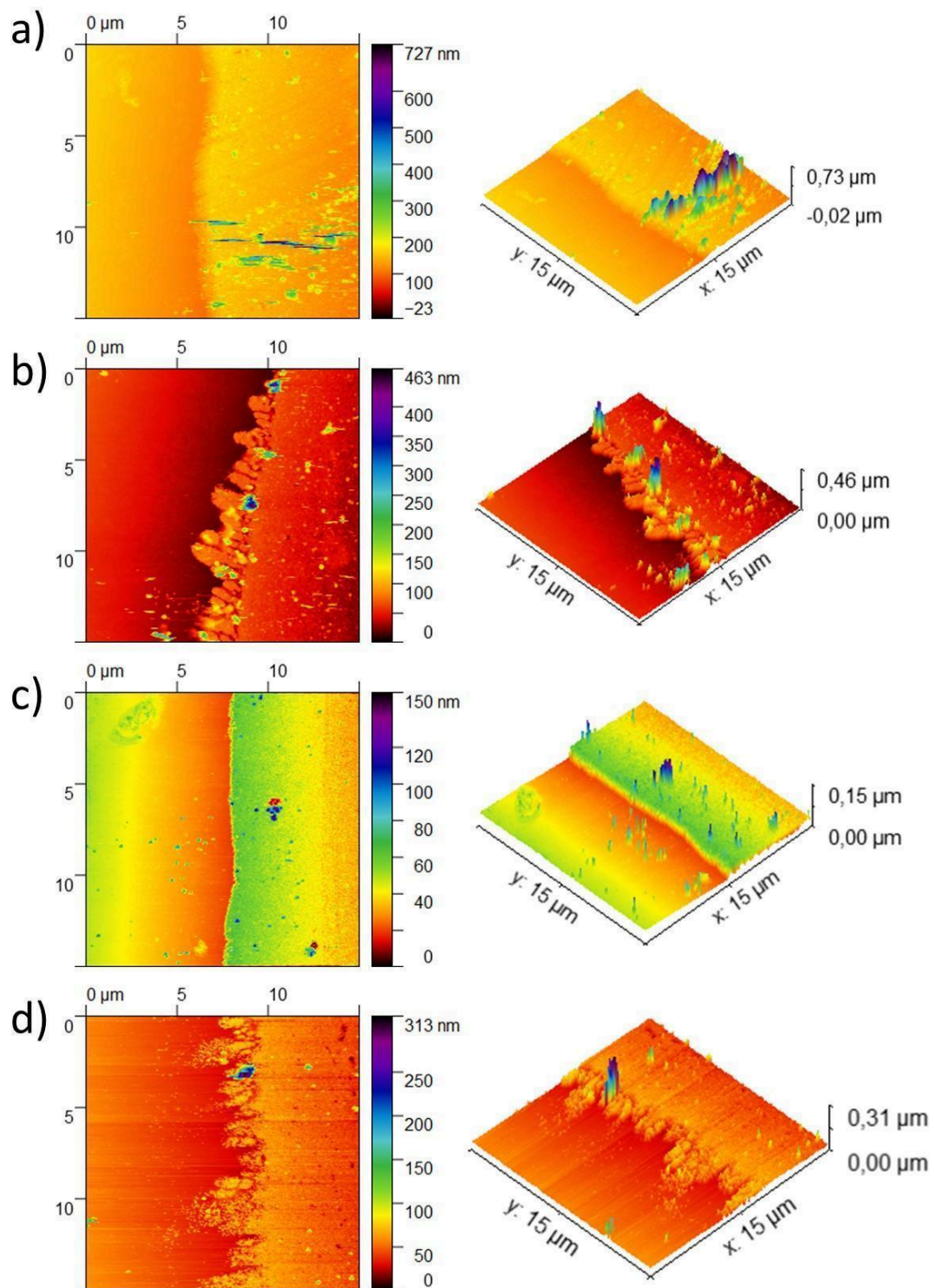


Figura 18.- Morfología de la superficie de la muestra observada por AFM para a) Cu-0, b) Cu100, c) Cu150, d) Cu200.

## 4.2 Composición elemental y Estructural

El análisis elemental realizado mediante espectroscopía de dispersión de energía de rayos X (EDX) confirmó la presencia de los elementos constituyentes de las películas delgadas sintetizadas. En todos los espectros se detectaron señales correspondientes a cobre (Cu) y azufre (S), lo cual es consistente con la composición esperada del sulfuro de cobre (CuS). Como era previsible debido al reducido espesor de las películas, las señales asociadas a Cu y S fueron de baja intensidad como se muestra en la figura 19. Esta baja respuesta es característica de recubrimientos delgados, en los que el volumen analizado por el haz de electrones incluye también el sustrato subyacente. Además, en los espectros aparecen picos adicionales atribuibles a elementos presentes en el vidrio del sustrato, tales como silicio (Si), oxígeno (O) y sodio (Na), entre otros. Estos resultados son afines con la penetración del haz de electrones más allá de la película delgada, y no interfieren con la identificación de los elementos clave del recubrimiento.

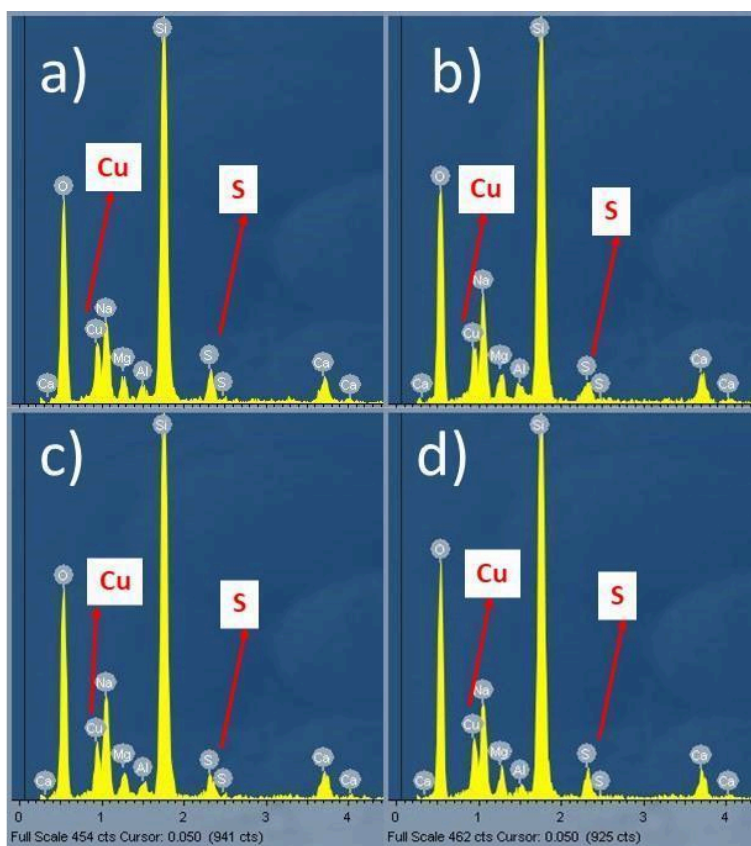


Figura 19.- Perfil elemental para: a) Cu-0, b) Cu100, c) Cu150, c) Cu200.

Los espectros de difracción de rayos X obtenidos para las películas delgadas de CuS revelan diferencias significativas en función del tratamiento térmico aplicado. La muestra sin tratamiento térmico presenta señales de muy baja intensidad, lo cual indica una estructura predominantemente amorfa o con un grado de cristalinidad muy limitado. Esta baja definición de los picos sugiere que el material depositado no ha alcanzado una organización estructural ordenada durante la síntesis a temperatura ambiente [69].

En contraste, las muestras tratadas térmicamente a 100 °C, 150 °C y 200 °C muestran un incremento progresivo en la intensidad y definición de los picos de difracción, lo que evidencia una mejora en la cristalinidad con el aumento de la temperatura como se muestra en la figura 20. Este comportamiento es indicativo de un proceso de reorganización estructural inducido por el calor, que favorece el crecimiento de dominios cristalinos y la estabilización de una fase definida [67].

En todas las muestras tratadas, los picos observados coinciden con la fase covelita (CuS), de acuerdo con los patrones de referencia (PDF#00-006-0464). La presencia exclusiva de esta fase sugiere que el tratamiento térmico no induce la formación de otras fases secundarias, sino que promueve la cristalización de CuS en su forma estable [70].

Estos resultados estructurales concuerdan con los cambios observados visualmente en el color de las películas, donde el tratamiento térmico provoca una transición del tono marrón-dorado (en la muestra sin tratamiento) a un tono verde más intenso a medida que aumenta la temperatura. Esta correlación entre el color y la cristalinidad es común en materiales semiconductores, ya que la organización cristalina influye directamente en las propiedades ópticas.

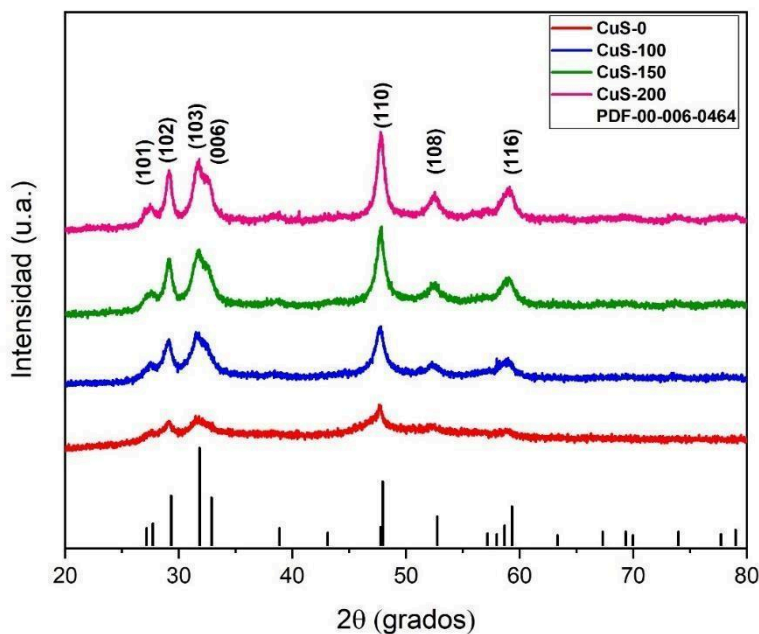


Figura 20.- Patrón de difracción de rayos X (DRX) para las distintas películas CuS.

### 4.3 Propiedades Ópticas

El análisis por espectroscopía UV-Vis de las películas delgadas de sulfuro de cobre, sintetizadas mediante baño químico, se realizó en el rango de 300 a 600 nm como se observa en la figura 21. Todas las muestras presentaron una absorción en el rango visible con un borde de absorción continuo, que inicia aproximadamente a los 550 nm, sin mostrar picos o máximos definidos de absorción.

A partir de los espectros de absorción obtenidos se determinó el bandgap de las distintas muestras, los cuales fueron calculados por el método de Tauc como se muestra en la figura 22. Los valores obtenidos fueron de 2.47 eV para la muestra amorfa, y una ligera disminución en los valores de 2.31 eV, 2.37 eV y 2.37 eV para las muestras Cu-100, Cu-150 y Cu-200, respectivamente. Los valores obtenidos son acordes a los valores reportados por otros investigadores [21]. Esta reducción en el bandgap tras el tratamiento térmico puede ser atribuida a una mejora en la estructura cristalina de las películas, dado que el tratamiento térmico promueve la formación de dominios cristalinos más definidos y reduce la cantidad de defectos superficiales [67]. La disminución en el bandgap sugiere que la reorganización de enlaces Cu-S y la eliminación de tensiones internas pueden facilitar la transición de electrones de valencia a conducción.

Aunque la reducción del bandgap fue más pronunciada entre la película amorfa y la tratada a 100 °C, los valores de 2.37 eV obtenidos a 150 °C y 200 °C son muy cercanos, lo que indica que, a partir de una temperatura específica, la estructura electrónica del material se estabiliza [71]. Este comportamiento es característico de materiales semiconductores en los que, tras un tratamiento térmico, los defectos que alteran la estructura electrónica disminuyen, pero una vez alcanzada una temperatura crítica, los cambios se vuelven insignificantes.

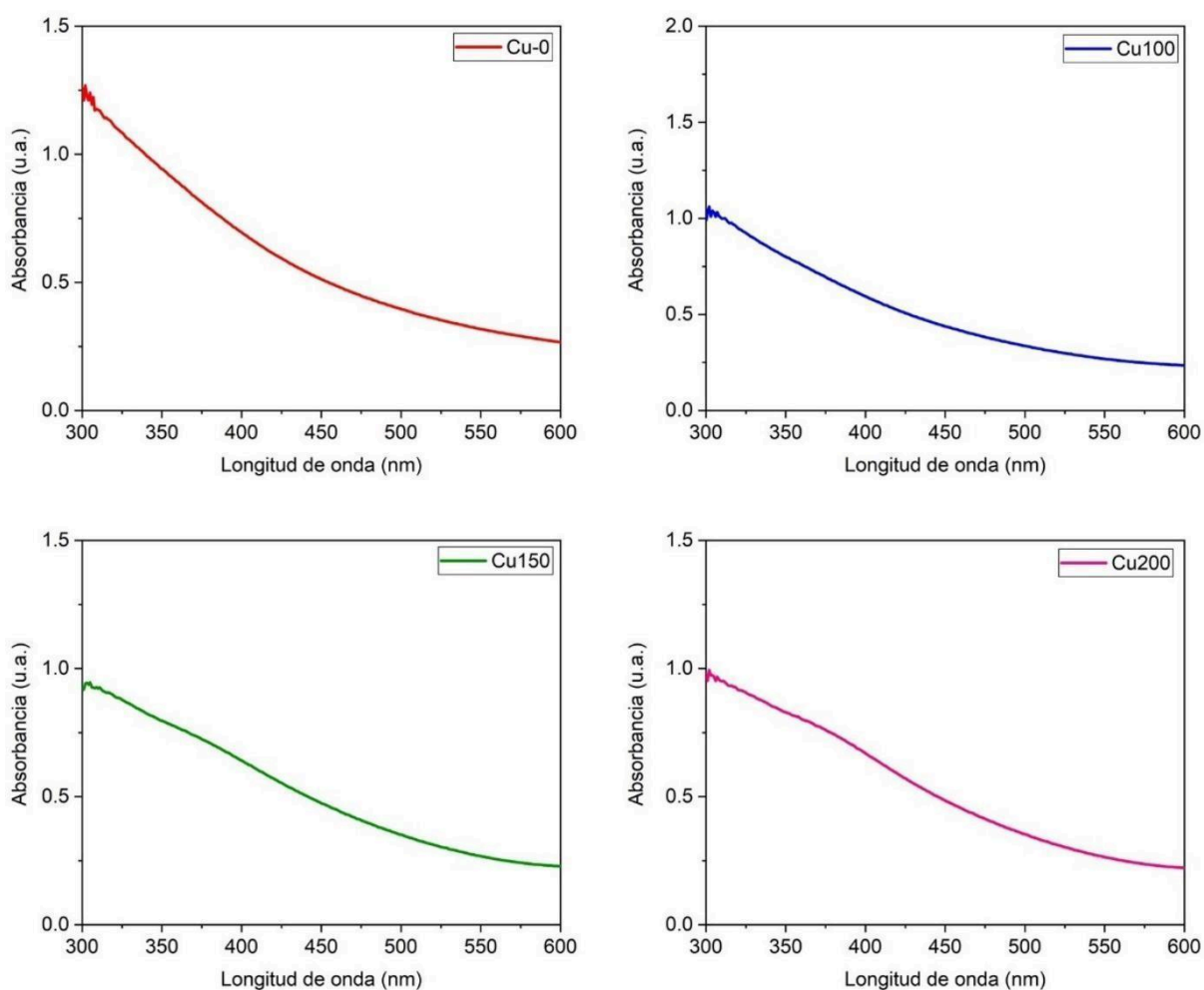


Figura 21.- Espectros de absorción UV-Vis para las distintas películas CuS.

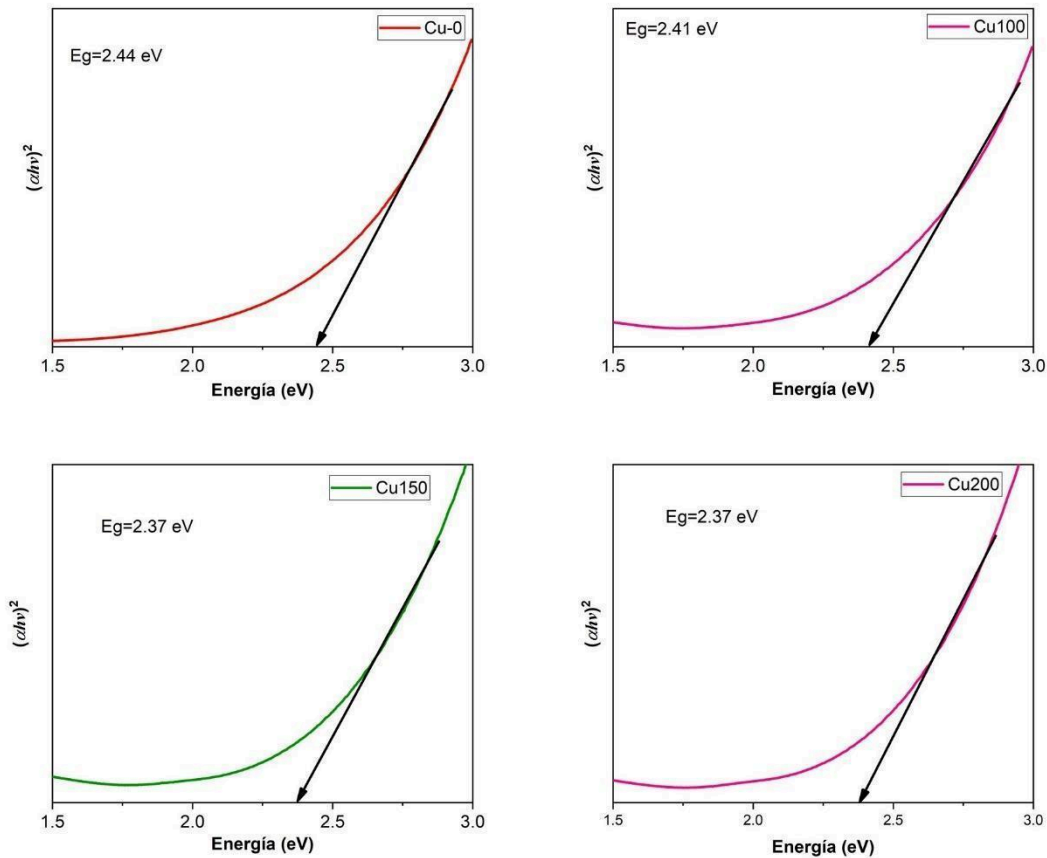


Figura 22.- Determinación de Bandgap para las distintas películas CuS.

#### 4.4 Propiedades eléctricas

Las propiedades eléctricas de las películas delgadas de CuS depositadas sobre sustrato de vidrio fueron evaluadas mediante mediciones de efecto Hall, con el fin de analizar la influencia del tratamiento térmico sobre parámetros clave como la concentración de portadores de carga, movilidad, conductividad y resistividad eléctrica los cuales se muestran en la tabla 1 y en la figura 23 se puede apreciar las tendencias. En primer lugar, se puede indicar como los valores obtenidos son acordes con el comportamiento típico del CuS tipo p, caracterizado por el predominio de los portadores de carga positivos (huecos). En segundo lugar, se observa una tendencia creciente en la concentración de portadores, conforme se incrementa la temperatura del tratamiento térmico. Esta evolución sugiere que el tratamiento térmico favorece la formación de una red cristalina más ordenada y con menor densidad de defectos atrapantes, permitiendo la generación o activación de más

portadores libres. Este comportamiento valida los resultados obtenidos por DRX, donde se evidenció un incremento en la cristalinidad con el aumento de temperatura. La aparición progresiva de los picos característicos de la fase covelita confirma que el material sufre una reorganización estructural, la cual puede facilitar una mejor conductividad electrónica [66,67,72,73].

Paralelamente, se observa un incremento continuo en la conductividad eléctrica, correlacionado tanto con el aumento de la concentración de portadores como con la mejora en la movilidad. Este parámetro es crucial para aplicaciones electrónicas, ya que indica la capacidad del material para transportar carga. Las películas tratadas térmicamente exhiben valores de conductividad significativamente más altos respecto a la muestra sin tratamiento, lo que evidencia la efectividad del tratamiento térmico en mejorar el rendimiento eléctrico del material.

Por otra parte, la resistividad eléctrica muestra un descenso sistemático con la temperatura, lo cual refuerza la idea de una menor oposición al flujo de corriente dentro de la película conforme mejora su microestructura. Esto puede atribuirse tanto a una reducción de defectos estructurales como a una mejor interconexión entre los granos del material.

Un aspecto notable es el comportamiento de la movilidad de portadores, la cual también presenta una tendencia ascendente conforme se incrementa la temperatura del tratamiento térmico. Este aumento sugiere que, además del incremento en la cantidad de portadores, también hay una mejora en su capacidad de desplazarse a través del material [74]. Esto puede estar asociado a una menor dispersión de portadores por defectos, vacancias o límites de grano. La morfología observada en las imágenes SEM, caracterizada por superficies homogéneas y sin defectos notables como huecos o burbujas, apoya esta interpretación, ya que una película continua y bien adherida favorece el transporte eléctrico.

El análisis por AFM también ofrece un complemento importante. Aunque el objetivo principal fue estimar los espesores de las películas, los mapas de topografía revelaron una cierta rugosidad superficial atribuible a las partículas observadas en SEM. Sin embargo, estas irregularidades no parecen interferir significativamente con la movilidad de los portadores, ya que los valores obtenidos se mantienen en aumento. Asimismo, se observa una ligera disminución del espesor con el aumento de la temperatura, lo que puede indicar

una densificación del material durante el tratamiento térmico, contribuyendo así a la mejora de sus propiedades eléctricas.

Tabla 1.- Propiedades eléctricas de las muestras de CuS determinadas por Efecto Hall.

| Muestra | Concentración (cm <sup>3</sup> ) | Conductividad (S/cm)  | Resistividad (Ω cm)    | Movilidad (cm <sup>2</sup> /Vs) |
|---------|----------------------------------|-----------------------|------------------------|---------------------------------|
| Cu-0    | 8.24x10 <sup>21</sup>            | 5.25 x10 <sup>2</sup> | 1.91 x10 <sup>-3</sup> | 9.41 x10 <sup>-1</sup>          |
| Cu-100  | 1.28 x10 <sup>22</sup>           | 1.59 x10 <sup>3</sup> | 6.26 x10 <sup>-4</sup> | 1.01                            |
| Cu-150  | 1.88 x10 <sup>22</sup>           | 3.8 x10 <sup>3</sup>  | 2.61 x10 <sup>-4</sup> | 1.11                            |
| Cu-200  | 2.00 x10 <sup>22</sup>           | 4.45x10 <sup>3</sup>  | 2.24 x10 <sup>-4</sup> | 1.60                            |

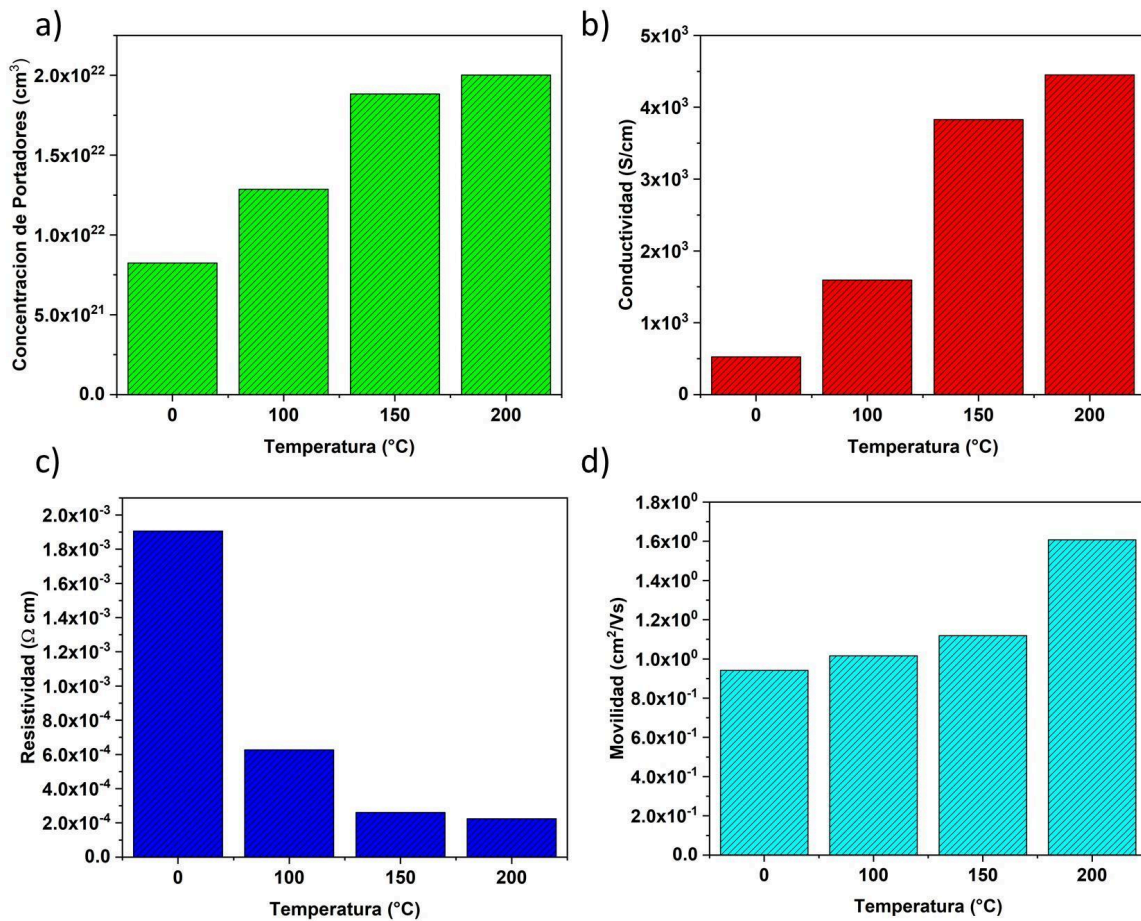


Figura 23.- Comportamiento de las propiedades eléctricas de las películas de CuS en función de la temperatura: A) Concentración de portadores, B) Conductividad, C) Resistividad, D) Movilidad.

## 5. CONCLUSIONES

En este estudio se demostró que el tratamiento térmico aplicado a las películas delgadas de sulfuro de cobre (CuS) tiene un impacto significativo en sus propiedades físicas y estructurales. Las películas sintetizadas mediante el método de depósito por baño químico mostraron un cambio notorio en su morfología, donde el tratamiento térmico indujo una reorganización estructural que se reflejó en una mejora de la cristalinidad del material, como se evidenció en los análisis de difracción de rayos X y en los cambios de color observados. A medida que la temperatura de tratamiento aumentaba, se producía una disminución en el espesor de las películas, lo que sugiere un proceso de compactación y reorganización del material, al mismo tiempo que se mejoraba la calidad de la estructura cristalina. Los resultados de la espectroscopía UV-Vis revelaron una reducción en el bandgap, lo que indica una mejora en las propiedades ópticas debido a la eliminación de defectos y la mejora en la organización de los dominios cristalinos. Además, el análisis de las propiedades eléctricas mediante la técnica del efecto Hall mostró un aumento en la concentración de portadores de carga con el aumento de la temperatura de tratamiento, lo que sugiere que el tratamiento térmico favorece la generación de portadores libres al mejorar la estructura cristalina y reducir la densidad de defectos atrapantes. En general, los resultados indican que el tratamiento térmico tiene un efecto significativo sobre las propiedades semiconductoras de las películas de CuS, lo que abre nuevas posibilidades para su aplicación en dispositivos electrónicos y optoelectrónicos.

## 6. REFERENCIAS

1. Shaikh, G.Y.; Nilegave, D.S.; Girawale, S.S.; Kore, K.B.; Newaskar, S.R.; Sahu, S.A.; Funde, A.M. Structural, Optical, Photoelectrochemical, and Electronic Properties of the Photocathode CuS and the Efficient CuS/CdS Heterojunction. *ACS Omega* **2022**, *7*, 30233–30240, doi:10.1021/acsomega.2c03352.
2. Sze, S.M.; Ng, K.K. Physics and Properties of Semiconductors—A Review. In *Physics of Semiconductor Devices*; Wiley, 2006; pp. 5–75.
3. Poplavko, Y.M. Semiconductors. In *Electronic Materials*; Elsevier, 2019; pp. 409–508 ISBN 9780128095973.
4. Manivannan, R.; Victoria, S.N. Preparation of Chalcogenide Thin Films Using Electrodeposition Method for Solar Cell Applications – A Review. *Sol. Energy* **2018**, *173*, 1144–1157, doi:10.1016/j.solener.2018.08.057.
5. Gupta, R.K. *Handbook of Semiconductors*; CRC Press: Boca Raton, 2024; ISBN 9781003450146.
6. Singleton, J. *Band Theory and Electronic Properties of Solids*; Oxford University Press/Oxford, 2001; ISBN 9780198506454.
7. Fischer, T. Types of Materials, Electron Energy Bands, and Chemical Bonds. *Mater. Sci. Eng. students* **2009**, 3–33.
8. Rafique, S.; Han, L.; Mou, S.; Zhao, H. Temperature and Doping Concentration Dependence of the Energy Band Gap in  $\beta$ -Ga<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Thin Films Grown on Sapphire. *Opt. Mater. Express* **2017**, *7*, 3561, doi:10.1364/OME.7.003561.
9. Mattheis, J.; Rau, U.; Werner, J.H. Light Absorption and Emission in Semiconductors with Band Gap Fluctuations—A Study on Cu(In,Ga)Se<sub>2</sub> Thin Films. *J. Appl. Phys.* **2007**, *101*, doi:10.1063/1.2721768.
10. Prunet, G.; Pawula, F.; Fleury, G.; Cloutet, E.; Robinson, A.J.; Hadziioannou, G.; Pakdel, A. A Review on Conductive Polymers and Their Hybrids for Flexible and Wearable Thermoelectric Applications. *Mater. Today Phys.* **2021**, *18*, 100402, doi:10.1016/j.mtphys.2021.100402.
11. Griggs, S.; Marks, A.; Bristow, H.; McCulloch, I. N-Type Organic Semiconducting Polymers: Stability Limitations, Design Considerations and Applications. *J. Mater. Chem. C* **2021**, *9*, 8099–8128, doi:10.1039/D1TC02048J.

12. Tritt, T.M. Thermoelectric Materials: Principles, Structure, Properties, and Applications. In *Encyclopedia of Materials: Science and Technology*; Elsevier, 2002; pp. 1–11.
13. Morab, S.; Sundaram, M.M.; Pivrikas, A. Review on Charge Carrier Transport in Inorganic and Organic Semiconductors. *Coatings* **2023**, *13*, 1657, doi:10.3390/coatings13091657.
14. Shukri, S.K.; Deja, L.D. Charge Carriers Density, Temperature, and Electric Field Dependence of the Charge Carrier Mobility in Disordered Organic Semiconductors in Low Density Region. *Condens. Matter* **2021**, *6*, 38, doi:10.3390/condmat6040038.
15. Makuła, P.; Pacia, M.; Macyk, W. How To Correctly Determine the Band Gap Energy of Modified Semiconductor Photocatalysts Based on UV–Vis Spectra. *J. Phys. Chem. Lett.* **2018**, *9*, 6814–6817, doi:10.1021/acs.jpcllett.8b02892.
16. Abdullah, B.J. Size Effect of Band Gap in Semiconductor Nanocrystals and Nanostructures from Density Functional Theory within HSE06. *Mater. Sci. Semicond. Process.* **2022**, *137*, 106214, doi:10.1016/j.mssp.2021.106214.
17. Majumdar, D. Recent Progress in Copper Sulfide Based Nanomaterials for High Energy Supercapacitor Applications. *J. Electroanal. Chem.* **2021**, *880*, 114825, doi:10.1016/j.jelechem.2020.114825.
18. Nath, S.K.; Kalita, P.K. Temperature Dependent Structural, Optical and Electrical Properties of CuS Nanorods in Aloe Vera Matrix. *Nano-Structures & Nano-Objects* **2021**, *25*, 100651, doi:10.1016/j.nanoso.2020.100651.
19. Vázquez Vázquez, M.; Blanco, M.J.D.; Figueroa, R.A.P.; Varela, E.R.B.; Riveros, O.J.; Cerda, M.C.; Bravo, I.M.-V. Thermal Oxidative Degradation of Pure Cu<sub>2</sub>S and Industrial White Metal. *High Temp. Corros. Mater.* **2023**, *100*, 209–225, doi:10.1007/s11085-023-10169-z.
20. Santos Cruz, J.; Mayén Hernández, S.A.; Paraguay Delgado, F.; Zelaya Angel, O.; Castanedo Pérez, R.; Torres Delgado, G. Optical and Electrical Properties of Thin Films of CuS Nanodisks Ensembles Annealed in a Vacuum and Their Photocatalytic Activity. *Int. J. Photoenergy* **2013**, *2013*, 1–9, doi:10.1155/2013/178017.
21. Mohammed, K.A.; Ahmed, S.M.; Mohammed, R.Y. Investigation of Structure, Optical, and Electrical Properties of CuS Thin Films by CBD Technique. *Crystals*

- 2020**, *10*, 684, doi:10.3390/cryst10080684.
22. Nemade, K.R.; Waghuley, S.A. Band Gap Engineering of CuS Nanoparticles for Artificial Photosynthesis. *Mater. Sci. Semicond. Process.* **2015**, *39*, 781–785, doi:10.1016/j.mssp.2015.05.045.
  23. Zhang, J.; Shen, H.; Xu, Y.; Xu, B.; Feng, Y.; Ge, J.; Li, Y. Excellent Near-Infrared Response Performance in p-CuS/n-Si Heterojunction Using a Low-Temperature Solution Method. *Surfaces and Interfaces* **2021**, *26*, 101430, doi:10.1016/j.surfin.2021.101430.
  24. Shukla, A.; Shao, S.; Carter-Searjeant, S.; Haigh, S.; Richards, D.; Green, M.; Zayats, A. V. Carrier Density Tuning in CuS Nanoparticles and Thin Films by Zn Doping via Ion Exchange. *Nanoscale* **2023**, *15*, 3730–3736, doi:10.1039/D3NR00139C.
  25. Sarkar, N.; Mishra, S.R.; Gadore, V.; Ahmaruzzaman, M. Recent Advances of CuS-Based Nanocomposites: Synthesis, Properties, and Multifaceted Applications in Energy, Environment, and Biomedical Domains. *J. Mol. Struct.* **2025**, *1323*, 140733, doi:10.1016/j.molstruc.2024.140733.
  26. Xu, Z.; Li, T.; Zhang, F.; Hong, X.; Xie, S.; Ye, M.; Guo, W.; Liu, X. Highly Flexible, Transparent and Conducting CuS-Nanosheet Networks for Flexible Quantum-Dot Solar Cells. *Nanoscale* **2017**, *9*, 3826–3833, doi:10.1039/C6NR09916E.
  27. Kaplan, H.K.; Akay, S.K. Transparent and Conducting P-Type (CuS)<sub>x</sub>:(ZnS)<sub>1-x</sub> Thin Films Produced by Thermal Evaporation: An Efficient Broadband Si Heterojunction Photodiode. *Appl. Surf. Sci.* **2024**, *652*, 159330, doi:10.1016/j.apsusc.2024.159330.
  28. Wang, Y.; Chao, D.; Wang, Z.; Ni, J.; Li, L. An Energetic CuS–Cu Battery System Based on CuS Nanosheet Arrays. *ACS Nano* **2021**, *15*, 5420–5427, doi:10.1021/acsnano.1c00075.
  29. Wang, J.; Zeng, W. Research Progress on Humidity-Sensing Properties of Cu-Based Humidity Sensors: A Review. *J. Sensors* **2022**, *2022*, 1–29, doi:10.1155/2022/7749890.
  30. Xuan, W.; Chen, Y.; Hu, D.; Gao, X.; Huang, S. Smart Mask Based on Lead-Free

- Perovskite Humidity Sensor for Labor Intensity Grading by Breath Monitoring. *Sensors Actuators B Chem.* **2023**, 397, 134622, doi:10.1016/j.snb.2023.134622.
31. Ghosh, M.; Paul, A.; Mandal, R. Thin Film Fabrication for Wearable Electronics: Journey so Far. In *Comprehensive Materials Processing*; Elsevier, 2024; pp. 39–60.
  32. Heraeus Heraeus Makes the Coating Method Aerosol Deposition Available for Industrial Use Available online: [https://www.heraeus.com/en/landingspages/hpc/download\\_hpc/aerosoldeposition\\_industrial\\_use.html](https://www.heraeus.com/en/landingspages/hpc/download_hpc/aerosoldeposition_industrial_use.html).
  33. Merk Precursores Para Depósito de Vapor y de Disolución Available online: <https://www.sigmaaldrich.com/MX/es/products/materials-science/energy-materials/solution-and-vapor-deposition-precursors>.
  34. Tong, G.; Geng, X.; Yu, Y.; Yu, L.; Xu, J.; Jiang, Y.; Sheng, Y.; Shi, Y.; Chen, K. Rapid, Stable and Self-Powered Perovskite Detectors via a Fast Chemical Vapor Deposition Process. *RSC Adv.* **2017**, 7, 18224–18230, doi:10.1039/c7ra01430a.
  35. Sengupta, S.; Aggarwal, R.; Raula, M. A Review on Chemical Bath Deposition of Metal Chalcogenide Thin Films for Heterojunction Solar Cells. *J. Mater. Res.* **2023**, 38, 142–153, doi:10.1557/s43578-022-00539-9.
  36. B. A. Ezekoye, B.A.E.; P.O. Offor, P.O.O.; V. A. Ezekoye, V.A.E.; F. I. Ezema, F.I.E. Chemical Bath Deposition Technique of Thin Films: A Review. *Int. J. Sci. Res.* **2012**, 2, 452–456, doi:10.15373/22778179/AUG2013/149.
  37. Najm, A.S.; Naeem, H.S.; Abdul, D.; Musa, R.; Aljuhani, A.; Hasbullah, S.A.; Hasan, H.A.; Sopian, K.; Bais, B.; Al-iessa, H.J.; et al. Mechanism of Chemical Bath Deposition of CdS Thin Films : Influence of Sulphur Precursor Concentration On. **2022**.
  38. Wei, A.; Liu, J.; Zhuang, M.; Zhao, Y. Preparation and Characterization of ZnS Thin Films Prepared by Chemical Bath Deposition. *Mater. Sci. Semicond. Process.* **2013**, 16, 1478–1484, doi:10.1016/j.mssp.2013.03.016.
  39. Cota-Leal, M.; García-Valenzuela, J.A. Synthesis Route for Transparent CuI Thin Films with Tunable Resistivities between 10–3 and 102  $\Omega\cdot\text{cm}$ : Chemical Solution Deposition of CuS<sub>2</sub>, Annealing, and Gas–Solid Iodination. *Mater. Lett.* **2023**, 350, 134920, doi:10.1016/j.matlet.2023.134920.

40. Cota-Leal, M.; García-Valenzuela, J.A.; Cabrera-German, D.; Martínez-Gil, M.; Paredes-Sotelo, E.; Sotelo-Lerma, M. Synthesis of CH<sub>3</sub>NH<sub>3</sub>PbI<sub>3</sub>-Cl Perovskite by the Three-Step Route Consisting of Chemical Solution Deposition Followed by Gas-Solid Reaction Transformations: Film Quality and Photodetector Performance Evaluation. *Org. Electron.* **2019**, *73*, 76–86, doi:10.1016/j.orgel.2019.05.049.
41. Vicencio Garrido, M.A.; Chávez Portillo, M.; Juarez, H.; Luna, A.; Serrano-De la Rosa, L.E. Low Cost Chemical Bath Deposition Synthesis of Zinc Oxide/Zinc Sulfide Composite and Zinc Hydrozincite for Methylene Blue Degradation. *Inorg. Chem. Commun.* **2024**, *164*, doi:10.1016/j.inoche.2024.112484.
42. Tay, D.J.J.; Febriansyah, B.; Salim, T.; Wong, Z.S.; Dewi, H.A.; Koh, T.M.; Mathews, N. Enabling a Rapid SnO<sub>2</sub> Chemical Bath Deposition Process for Perovskite Solar Cells. *Sustain. Energy Fuels* **2023**, *7*, 1302–1310, doi:10.1039/D2SE01475K.
43. Hatherly, F.J.H. and M. *Recrystallization and Related Annealing Phenomena*; Elsevier, 2004; ISBN 9780080441641.
44. Chen, X.Y.; Lu, Y.F.; Tang, L.J.; Wu, Y.H.; Cho, B.J.; Xu, X.J.; Dong, J.R.; Song, W.D. Annealing and Oxidation of Silicon Oxide Films Prepared by Plasma-Enhanced Chemical Vapor Deposition. *J. Appl. Phys.* **2005**, *97*, doi:10.1063/1.1829789.
45. Chen, W.J.; Ma, H.P.; Gu, L.; Shen, Y.; Yang, R.Y.; Cao, X.Y.; Yang, M.; Zhang, Q.C. Influence of Annealing Pretreatment in Different Atmospheres on Crystallization Quality and UV Photosensitivity of Gallium Oxide Films. *RSC Adv.* **2024**, *14*, 4543–4555, doi:10.1039/d3ra07568k.
46. Transparency, H.; Sheet, L.; Wang, L. Effects of Post-Annealing on the Properties of ZnO : Ga Films. **2023**.
47. Martínez-Gil, M.; Pintor-Monroy, M.I.; Cota-Leal, M.; Cabrera-German, D.; Garzon-Fontecha, A.; Quevedo-López, M.A.; Sotelo-Lerma, M. Influence of Annealing Temperature on Nickel Oxide Thin Films Grown by Chemical Bath Deposition. *Mater. Sci. Semicond. Process.* **2017**, *72*, 37–45, doi:10.1016/j.mssp.2017.09.021.
48. Cama, E.S.; Pasini, M.; Giovannella, U.; Galeotti, F. Crack-Templated Patterns in

- Thin Films: Fabrication Techniques, Characterization, and Emerging Applications. *Coatings* **2025**, *15*, 189, doi:10.3390/coatings15020189.
49. Cota-Leal, M.; García-Valenzuela, J.A.; Armenta, M.A.; Olivas, A. Synthesis of Alumina Nanofibers: Role of Calcination Temperature on Dimethyl Ether Production. *Ceram. Int.* **2023**, *49*, 11912–11920, doi:10.1016/j.ceramint.2022.12.039.
  50. Xu, L.; Yang, J.; Li, K.; Yang, L.; Zhu, J. Effect of Post-Deposition Annealing on the Structural Evolution and Optoelectronic Properties of In<sub>2</sub>O<sub>3</sub>:H Thin Films. *Nanomaterials* **2022**, *12*, doi:10.3390/nano12193533.
  51. Shtereva, K.S.; Tvarozek, V.; Novotny, I.; Sutta, P.; Milosavljevic, M.; Vincze, A.; Vojs, M.; Flickyngerova, S. Effect of Annealing on Properties of Sputtered and Nitrogen-Implanted ZnO:Ga Thin Films. *EPJ Photovoltaics* **2012**, *3*, 35003, doi:10.1051/epjpv/2012006.
  52. Morankar, P.J.; Amate, R.U.; Yewale, M.A.; Jeon, C.W. Effect of Annealing Temperature on Morphology and Electrochromic Performance of Electrodeposited WO<sub>3</sub> Thin Films. *Crystals* **2024**, *14*, doi:10.3390/cryst14121038.
  53. Wang, C.; Guo, L.; Lei, M.; Wang, C.; Chu, X.; Yang, F.; Gao, X.; Wang, H.; Chi, Y.; Yang, X. Effect of Annealing Temperature on Electrical Properties of ZTO Thin-Film Transistors. *Nanomaterials* **2022**, *12*, 2397, doi:10.3390/nano12142397.
  54. Tafti, Z.D.; Zarandi, M.B.; Amrollahi, H. Thermal Annealing Influence over Optical Properties of Thermally Evaporated SnS / CdS Bilayer Thin Films. **2019**, *4*.
  55. Ali, A.; Chiang, Y.W.; Santos, R.M. X-Ray Diffraction Techniques for Mineral Characterization: A Review for Engineers of the Fundamentals, Applications, and Research Directions. *Minerals* **2022**, *12*, doi:10.3390/min12020205.
  56. Maximov Gajardo, S.A. Análisis Calorimétrico Y De Difracción De Rayos X De Aleaciones Base Cobre , Obtenidas Por Aleado Mecánico, 2008.
  57. Kannan, D.M. Scanning Electron Microscopy: Principle, Components and Applications. *Textb. Fundam. Appl. Nanotechnol.* **2018**, 82–92.
  58. Infinita Industrial Consulting Microscopio Electrónico de Barrido (SEM) Available online:  
<https://www.infinitiaresearch.com/noticias/microscopio-electronico-de-barrido/>.

59. Neikov, O.D.; Yefimov, N.A. Powder Characterization and Testing. In *Handbook of Non-Ferrous Metal Powders*; Elsevier, 2019; pp. 3–62.
60. Nikam, S.R.; Suryawanshi, K.A.; Shinde, N.S.; Suryawanshi, V.K.; Mairal, P.B. A Brief Review of Principle, Instrumentation and Analytical Parameter of UV Spectroscopy. *Int. J. Nov. Res. Dev.* **2022**, *7*, 106–115.
61. Fernandez, G. Esquema de Un Espectrofotómetro Available online: <https://www.quimicaorganica.net/esquema-espectrofotometro.html>.
62. Cai, J. *Atomic Force Microscopy in Molecular and Cell Biology*; 2018; ISBN 9789811315091.
63. Atria innovation AFM, Microscopía de Fuerza Atómica Available online: <https://atriainnovation.com/blog/microscopio-de-fuerza-atmica-afm/>.
64. Gaj, J.A. Semimagnetic Semiconductors. In *Comprehensive Semiconductor Science and Technology*; Elsevier, 2011; pp. 95–124.
65. Meneu, J.J. Resumen Del Producto: Sensores de Efecto Hall Available online: <https://www.arrow.com/es-mx/research-and-events/articles/product-roundup-hall-effect-sensors>.
66. Sabah, F.A.; Ahmed, N.M.; Hassan, Z.; Rasheed, H.S. Effect of Annealing on the Electrical Properties of CuxS Thin Films. *Procedia Chem.* **2016**, *19*, 15–20, doi:10.1016/j.proche.2016.03.005.
67. Danu, B.Y.; Nkrumah, I.; Ampong, F.K.; Nkum, R.K.; Boakye, F. ANNEALING-INDUCED PHASE CHANGES AND VARIATIONS IN THE OPTICAL PROPERTIES OF CuS AND CuSe THIN FILMS SYNTHESIZED BY THE CBD TECHNIQUE. *Int. J. Tech. Res. Appl.* **2016**, *4*, 65–72.
68. Castillo, A.C.; Ambrosio Lázaro, R.C.; Lira Ojeda, E.M.; De La Mota González, M.A.; Quevedo López, M.A.; Moreno Moreno, M.; Gonzalez Diaz, V.R.; Guerrero Castellanos, J.F. Characterization of Amorphous CuS Thin Films Obtained from Fast Time and Low Temperature of Deposition. *Chalcogenide Lett.* **2016**, *13*, 217–224.
69. Grijalva, H.; Inoue, M.; Boggavarapu, S.; Calvert, P. Amorphous and Crystalline Copper Sulfides, CuS. *J. Mater. Chem.* **1996**, *6*, 1157, doi:10.1039/jm9960601157.
70. Montiel-González, Z.; Ramírez-Esquivel, O.Y.; Cabrera-German, D.; Torres-Ochoa, J.A.; Ortiz-Atondo, A.A.; Mazón-Montijo, D.A. Structural, Chemical, and MIR

- Response of Covellite CuS Films via SILAR as Opaque Low-E Coatings. *Opt. Mater. (Amst)*. **2022**, *126*, 112208, doi:10.1016/j.optmat.2022.112208.
71. Chen, G.; Lu, B.; Cui, X.; Xiao, J. Effects of Deposition and Annealing Temperature on the Structure and Optical Band Gap of MoS<sub>2</sub> Films. *Materials (Basel)*. **2020**, *13*, 1–13, doi:10.3390/ma13235515.
  72. Liu, L.; Zhou, B.; Deng, L.; Fu, W.; Zhang, J.; Wu, M.; Zhang, W.; Zou, B.; Zhong, H. Thermal Annealing Effects of Plasmonic Cu<sub>1.8</sub>S Nanocrystal Films and Their Photovoltaic Properties. *J. Phys. Chem. C* **2014**, *118*, 26964–26972, doi:10.1021/jp506043n.
  73. Li, M.; Liu, Y.; Zhang, Y.; Han, X.; Zhang, T.; Zuo, Y.; Xie, C.; Xiao, K.; Arbiol, J.; Llorca, J.; et al. Effect of the Annealing Atmosphere on Crystal Phase and Thermoelectric Properties of Copper Sulfide. *ACS Nano* **2021**, *15*, 4967–4978, doi:10.1021/acsnano.0c09866.
  74. Asl, H.Z.; Rozati, S.M. Spray Deposited Nanostructured CuO Thin Films: Influence of Substrate Temperature and Annealing Process. *Mater. Res.* **2018**, *21*, 1–8, doi:10.1590/1980-5373-MR-2017-0754.