

INSTITUTO TECNOLÓGICO Y DE ESTUDIOS SUPERIORES DE OCCIDENTE

SUSTENTABILIDAD Y TECNOLOGÍA

PROYECTO DE APLICACIÓN PROFESIONAL (PAP)  
PROGRAMA DE APOYO A LA INVESTIGACIÓN Y DESARROLLO EN  
NANOCIENCIAS Y NANOTECNOLOGÍA.



ITESO, Universidad  
Jesuita de Guadalajara

## 4I03B Dispositivos médicos sustentables

«Optimización de electrodeposición de nanoestructuras de Galfenol»

**PRESENTAN**

Programas educativos y Estudiantes

Ing. en Nanotecnología  
Rosado Rivial, Rodrigo

Ing. en Nanotecnología.  
Newton Reynoso, Isaac

**Profesora PAP:**

Velázquez Galván, Yenni Guadalupe

Periférico Sur Manuel Gómez Morín # 8585 C.P. 45604 Tlaquepaque, Jalisco, Mexico.

Mayo, 2023

# Índice

<b>1. Introducción</b>	<b>2</b>
1.1. Objetivos . . . . .	5
1.2. Justificación . . . . .	5
1.3. Antecedentes . . . . .	8
1.4. Contexto . . . . .	9
<b>2. Desarrollo</b>	<b>9</b>
2.1. Sustento teórico y metodológico . . . . .	9
2.2. Planeación y seguimiento del proyecto . . . . .	14
<b>3. Resultados del trabajo profesional</b>	<b>17</b>
<b>4. Reflexiones del alumno o alumnos sobre sus aprendizajes, las implicaciones éticas y los aportes sociales del proyecto</b>	<b>30</b>
<b>5. Conclusiones</b>	<b>33</b>
<b>Anexos</b>	<b>36</b>

# REPORTE PAP

## Presentación Institucional de los Proyectos de Aplicación Profesional

*Los Proyectos de Aplicación Profesional (PAP) son una modalidad educativa del ITESO en la que el estudiante aplica sus saberes y competencias socio-profesionales para el desarrollo de un proyecto que plantea soluciones a problemas de entornos reales. Su espíritu está dirigido para que el estudiante ejerza su profesión mediante una perspectiva ética y socialmente responsable.*

*A través de las actividades realizadas en el PAP, se acreditan el servicio social y la opción terminal. Así, en este reporte se documentan las actividades que tuvieron lugar durante el desarrollo del proyecto, sus incidencias en el entorno, y las reflexiones y aprendizajes profesionales que el estudiante desarrolló en el transcurso de su labor.*

## Resumen

Se estudió el efecto en composición resultante de variar una serie de parámetros (solutos en el electrolito, tipo de membrana, potencial de deposición, tiempo de deposición) para la electrodeposición de nanoestructuras de galfenol (FeGa) utilizando membranas de nylon, policarbonato, poliéster y alúmina anódica. Se compararon los resultados de manera cualitativa (magnetización, ) y cuantitativa (composición, tamaño)

## 1. Introducción

En la actualidad, el estudio y desarrollo de nuevos productos es esencial para la mejora de procesos y de la manera en la que se obtienen resultados. Se han descubierto nuevos materiales con propiedades innovadoras para todo tipo de sectores en la industria; a los cuales, se les ha nombrado materiales inteligentes o multifuncionales, ya que cuentan con una estructura que les permite sentir estímulos externos a este y actuar o controlar de manera predeterminada. (Dios, 2004)

Un material inteligente cuenta con la capacidad de sentir, actuar y controlar de manera constitutiva, por esta razón, se ha buscado su implementación en compuestos o sistemas para tomar ventaja de las propiedades de dos o más materiales y combinarlos (insolublemente) de manera que se forme un nuevo material con propiedades diferentes a las de los materiales derivados, con la finalidad de fortalecer o complementar las debilidades de un material con las del otro y de manera recíproca. (Arias Maya y Vanegas Useche, 2004)

Para tener un mejor entendimiento sobre las capacidades y los límites de los materiales inteligentes Arias et al. proponen la siguiente definición:

“Sistema o material que presenta sensores, ‘actuadores’ y mecanismos de control, intrínsecos o embebidos, por los cuales es capaz de sentir un estímulo, de responder ante él de una forma predeterminada en un tiempo apropiado y de volver a su estado original tan pronto como el estímulo cesa.”

Es importante mencionar, que los materiales inteligentes son clasificados principalmente en “materiales con memoria de forma; electro y magneto-activos; y foto y cromo-activos”. Para el desarrollo de este proyecto se hace un especial énfasis en los materiales electro y magneto-activos y en cómo mejorar y estudiar sus propiedades, sin embargo, es esencial tener en consideración los conceptos teóricos de los demás tipos de materiales para lograr enriquecer sus propiedades.

Las principales aplicaciones de este tipo de materiales pueden ser segmentadas como “sensores, actuadores y controladores”, resaltando las aplicaciones de materiales que presentan una respuesta mecánica a los estímulos magnéticos y viceversa (magnetostrictivos), la anisotropía magnética en estos materiales es esencial para su funcionamiento, ya que esta presenta una relación directa con la facilidad o dificultad que tendrá para presentar cambios físicos o bien, una respuesta mecánica (giro de la imanación), es decir, el efecto será mayor en materiales que se imanen con facilidad.

En los últimos años se ha planteado su empleo como sensores y actuadores. Por su parte los sensores son materiales que detectan señales o bien “un dato de entrada”, los compuestos magnetostrictivos, pueden ser utilizados en la medición de tensiones mecánicas, gracias a su emisión de campo al momento de emplear un estímulo sobre este o de manera viceversa, ayudando así, a generar un rastreo sin contacto; los sensores de posición hacen un especial uso de este tipo de detección. Esto mediante la composición de un compuesto adicionado con un hilo o cinta sintetizado con un material sensible (facilidad de imanación) para que este logre excitar ondas elásticas al interactuar con un pulso de campo magnético, logrando conocer la posición de algún objeto. (Arias Maya y Vanegas Useche, 2004; Dios, 2004)

Por otra parte, los sistemas que reciben una entrada de energía, en este caso mediante un campo magnético y la transforman en un movimiento en particular, son conocidos como actuadores. Es posible dar el claro ejemplo del Sónar (dispositivo que emite ondas de sonido y mide el tiempo en que tarda en bajar y regresar después de haber interactuado con algún objeto; este mide en particular la profundidad del objeto y su dureza; mientras más duro sea el objeto, mayor será el pulso de retorno, estos utilizaban núcleos de Níquel en sus inicios. No obstante, actualmente se ha cambiado este compuesto por el Terfenol, logrando mejorar su rendimiento en abundantes aspectos.(NOAA, 2023)

Además, se ha encontrado que la magnetostricción ayuda a tener un mejor rendimiento de diferentes sistemas a bajas frecuencias, razón que posibilita su uso en dispositivos para el diagnóstico de enfermedades, buscando aprovechar la detección sin contacto, obteniendo análisis optimizados y en tiempo real. Propiedades como las previamente mencionadas son estudiadas y utilizadas en dispositivos llamados “lab-on-a-chip”, la finalidad de estos es llegar a hacer un “nano-diagnóstico”, mismo

que, según Laura Lechuga tiene el objetivo de identificar distintas enfermedades en estados prematuros desde un nivel celular o molecular, esto con la visión ideal de poder identificarlo desde una sola célula, para así, lograr tener una acción de respuesta inmediata y aumentando significativamente las posibilidades de curación absoluta.

Para que el nano-diagnóstico sea posible es primordial el uso de nanosistemas; usándolos de manera *in vitro* e *in vivo*. Laura Lechuga, hace hincapié en las dificultades de la metodología *in vivo*, ya que estos deberían de ser capaces de penetrar de alguna manera el cuerpo para lograr identificar y cuantificar cierto tipo de patógeno o de célula cancerígena identificada o buscada, lo que conlleva un mayor grado de riesgo y complejidad debido a que estos tendrían que ser biocompatibles y muy sofisticados para asegurar su funcionamiento y asegurar mínimos efectos secundarios. Mientras que, la técnica de diagnóstico *in vitro* ofrece grandes ventajas y capacidades, ya que se pueden estudiar muestras muy reducidas y obtener análisis muy específicos, en tiempos cortos, con gran precisión y sensibilidad, por lo que es mayormente factible que estos nanodispositivos lleguen al mercado en un menor tiempo, no obstante, su desarrollo ayudará a que el método *in vivo* siga avanzando a la par.

Las áreas de trabajo con mayor oportunidad de crecimiento son los nanosistemas de imagen y los nanobiosensores; “el uso de nanopartículas semiconductoras, metálicas o magnéticas como agentes para marcaje *in vivo*” es determinado como nanosistema de imagen, el cual busca generar un sistema de detección de enfermedades o bien un “marcador biológico” que permita identificar la ubicación específica de una enfermedad o “amenaza para el cuerpo”.

Los nanobiosensores son “dispositivos capaces de detectar marcadores fluorescentes o radioactivos en tiempo real y con una alta sensibilidad y selectividad, en todo tipo de sustancias químicas y biológicas”, donde, para tener una mejor comprensión sobre el término en particular, un biosensor es un “dispositivo integrado por un receptor biológico (enzimas, ADN, anticuerpos. . . ) capaz de identificar una sustancia específica y a su vez convertirla en una señal cuantificable”. Con este tipo de sensores, se busca optimizar los tiempos de análisis, así como un estudio menos invasivo y traumático para los pacientes, debido a que la cantidad de muestra requerida es mucho menor; idealmente, se busca llegar a un punto donde estos sensores puedan realizar nano-diagnósticos *in vivo*, para prevenir y tratar una mayor cantidad de enfermedades de la mejor manera posible. (Lechuga, 2011)

En conjunto con la elaboración de estos dispositivos, es necesario el desarrollo de redes de sensores inalámbricos que puedan trabajar a bajas frecuencias junto con dispositivos de monitoreo a distancia. Este tema ha avanzado mucho en años recientes; el desarrollo de recolectores de energía de baja frecuencia también es necesario para satisfacer la demanda de estos sensores inalámbricos y otros dispositivos de bajo consumo energético emergentes. Los materiales inteligentes son de gran utilidad en este aspecto, ya que los dispositivos magnetoeléctricos son capaces de almacenar energía de vibraciones mecánicas y campos magnéticos simultáneamente. Combinación con la que se busca eficientizar la potencia y eficiencia de conversión presente en el material, de manera que se puedan aprovechar tanto

el ruido magnético como las vibraciones presentes en el medio ambiente y convertirlas en energía aprovechable para dispositivos de bajo consumo. (Annapureddy et al., 2017)

Uno de los principales objetivos del presente proyecto es investigar y generar recolectores de energía magneto-mecano-eléctricos basados en compuestos magnetostrictivos; el Galfenol, como material emergente en el estudio de dispositivos magnetostrictivos es uno de los principales compuestos a estudiar y desarrollar a lo largo de esta investigación. Se buscará obtener una distribución (Fe 80 %, Ga 20 %), la cuál es recomendada en diferentes fuentes de información para su debida aplicación en cosechadores de energía; se buscará desarrollar este compuesto por el método de electrodeposición a tres electrodos, sobre membranas de diferentes porosidades y composiciones con la finalidad de desarrollar nanoestructuras embebidas, que al disolver la membrana puedan ser implementadas en algún sistema de recolección de energía, para su posterior aplicación en un nano-biosensor autosustentable.

## 1.1. Objetivos

### General

- Desarrollar y estudiar nanoestructuras de Galfenol con propiedades magnetostrictivas en función de sus parámetros de síntesis.

### Específicos

- Utilizar el método de electrodeposición para sintetizar nanoestructuras de Galfenol.
- Emplear membranas de diferentes composiciones y tamaños para la deposición y síntesis de nanoestructuras.
- Disolver las membranas, buscando aislar las nanoestructuras.
- Caracterizar las muestras de nanoestructuras formadas a partir de las distintas síntesis.
- Estudiar la composición estequiométrica de las estructuras buscando obtener una relación 80/20 Fe/Ga

## 1.2. Justificación

El desarrollo de materiales que produzcan menos residuos, sean autosustentables y optimicen la metodología de distintos procesos, ha sido el objetivo de diversos investigadores alrededor del mundo en años recientes. Su trabajo y dedicación ha llevado al desarrollo y exposición de nuevos tipos de baterías, celdas de combustible, celdas solares y más. Asimismo, se han investigado diversas soluciones para la recolección de energía a gran escala y metodologías para retener y suministrar suficiente energía con la finalidad de obtener un funcionamiento correcto en dispositivos de baja potencia.

Además, la investigación en estos sectores ha introducido una nueva revolución industrial, llamada “Industria 4.0” la cual, lleva en sí una nueva regulación nombrada como el “internet de las cosas” que posibilita el acceso a toda información que involucre la seguridad pública, salud humana, medioambiente y automatización industrial. Como resultado, surge una gran área de oportunidad para el desarrollo de sensores y dispositivos de diagnóstico que puedan analizar e identificar enfermedades de manera remota. (Annapureddy et al., 2017)

La nanomedicina en particular se ha vuelto de gran apoyo y utilidad en el desarrollo de nuevos materiales y métodos para tratar e identificar enfermedades en fases tempranas; aprovecha características específicas de materiales en escala nanométrica (físicas, químicas, electromagnéticas y biológicas) para un posterior desarrollo de dispositivos como nanochips y nanosensores, implementados con la habilidad y destreza de distintas pruebas que normalmente serían realizadas en un laboratorio, presentando un amplia diferenciación con estas como su detección en micro y nano-muestras, en tiempo real y de fácil interpretación. (Méndez López, 2012)

Estos nuevos dispositivos son conocidos como, “lab-on-a-chip” y se caracterizan por su aptitud para agrupar numerosas pruebas que, en su desarrollo tradicional, tendrían que ser aplicadas en un laboratorio. Estas pruebas son llevadas a cabo de manera rápida y automática en un dispositivo portátil y desechable, otra de sus facultades es la amplia gama de fluidos que pueden ser analizados (sangre, suero, orina o saliva), de los cuales como fue mencionado previamente, se necesita una cantidad reducida de muestra para obtener un resultado válido. Al mismo tiempo, estos dispositivos cuentan con prelación en su desarrollo dentro del novedoso sector de la nanomedicina, gracias a que presentan biocompatibilidad con la muestra, evitando su degradación, conviene subrayar que estos dispositivos facilitarían la lectura e identificación de enfermedades o diagnósticos, reduciendo significativamente la dependencia de personal cualificado en la consulta de pacientes.(Perejón Rubio, 2020)

Si bien, todas las propiedades y aplicaciones mencionadas previamente son alumbrantes, no obstante, su desarrollo acontece del estudio y avance en la síntesis de nuevos y mejores materiales. En este caso, se le puede adjudicar una gran importancia a los materiales inteligentes; el trabajo de ingeniería que altera la estructura de estos ha posibilitado el descubrimiento de nuevos dispositivos y sistemas compuestos. Un ejemplo de esto son los dispositivos mecano-magneto-electricos (MME) que unen las propiedades piezoelectricas y magnetostrictivas en un solo dispositivo compuesto, con la finalidad de almacenar energía aprovechando las tensiones mecánicas y campos magnéticos generados en el medio ambiente.

El primer material en presentar estas propiedades fue el Niquel, aunque de manera muy poco significativa, por lo que se buscaron alternativas, en donde se destacó el descubrimiento del Naval Ordnance Laboratory en Estados Unidos, proveniente de tierras raras como lo son el Terbio (Ter) que al ser adicionado con hierro (Fe) se presenta una magnetostricción importante pero a campos magnéticos muy elevados por lo que el Disprosio (D), es de gran utilidad para rebajar la anisotropía

magnética del Terbio. El Terfenol-D ha sido un compuesto muy estudiado debido a su alta capacidad para transformar estrés mecánico en campo magnético y viceversa con un coeficiente magnetostrictivo de hasta 1000 partes por millón (ppm); genera grandes deformaciones y acumulación de fuerza, aunque a temperaturas elevadas y con un costo poco accesible y una síntesis compleja debido las tierras raras utilizadas para su creación, esto añadido a su poca resistencia y ductilidad lo que dificulta su uso en materiales MME. (Dios, 2004; Ng et al., 2015)

Las aleaciones de hierro-galio (Galfenol “Fe-Ga”), han surgido como una gran alternativa dentro de los dispositivos de magnetostricción ya que puede ser sintetizado con mayor facilidad mediante la técnica de electrodeposición que consta en reducir un compuesto metálico al ser disuelto en agua para posteriormente realizar una deposición del metal resultante sobre una superficie conductora. En la Ilustración 1 mostrada a continuación es posible visualizar un estudio donde se han analizado las propiedades magnetostrictivas del Fe-Ga en función de la concentración de Galio (Ga) presente en la aleación.

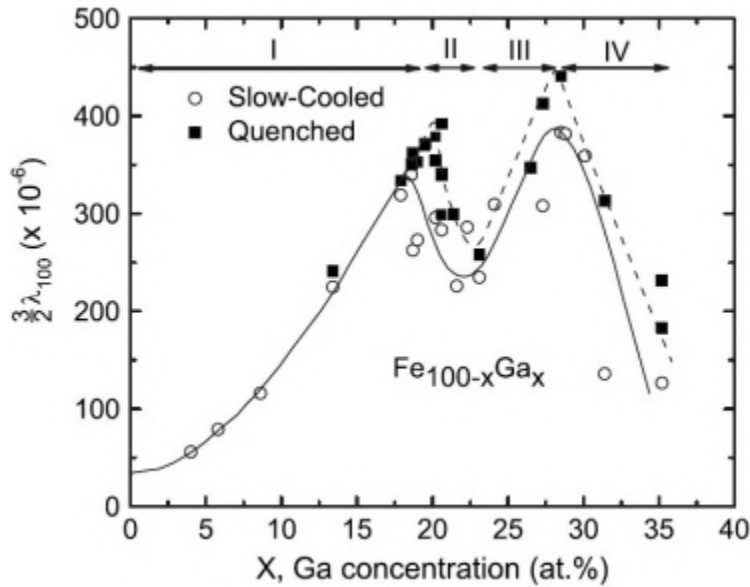


Figura 1: Pruebas de magnetostricción de saturación por recocido (cuadros) o por templado (círculos) en función de la concentración de Ga

Ante este estudio, se comprobó que los mejores coeficientes de magnetostricción se presentan a 19-20% Y 28-30%, como se ve en la figura 1; las condiciones óptimas para las condiciones que se buscan en el desarrollo del presente proyecto se analizarán más a fondo las propiedades en la aleación Fe 80%-Ga20% pues mientras mayor es la concentración de Ga se empieza a perder otra de las grandes ventajas del Galfenol; presenta muy buena ductilidad y funcionamiento a bajas frecuencias con valores mínimos de solo 39 kA/m manteniendo un buen coeficiente de magnetostricción con valores entre 275-320 ppm cómo es posible visualizar en la Ilustración 1. A lo largo del desarrollo de este proyecto se estudiarán

los parámetros modificables para obtener los mejores resultados, buscando crecer nanoestructuras embebidas en membranas de distintas composiciones para su posterior adición y estudio en dispositivos MME.(Ng et al., 2015; Ramírez, s.f.)

### 1.3. Antecedentes

Aunque es conocido que la fase alpha del hierro tiene ligeras propiedades de magnetostricción y que agregar (en sustitución) elementos como el Si, Al, Co y Ni a esta fase aumenta dichas propiedades, no fue hasta el 2000 que se publicaron estudios enfocados a el uso de galio para mejorarlas (Clark et al., 2000; Hall, 2004). El descubrimiento del galfenol dio fue documentado lugar a amplia variedad de artículos abordando la caracterización y la síntesis de diferentes morfologías de este material.

El líder del grupo que realizo el descubrimiento, Arthur E. Clark, como parte de su trabajo en conjunto con el Naval Surface Warfare Center de los EE.UU., creó la aleación con un método de fusión con arco eléctrico en bulto, en una atmosfera controlada de argón. Además de esto, la caracterización que llevaron a cabo les permitió identificar que la relación Fe/Ga más apropiada al buscar aumentar las propiedades de magnetostricción es 80/20. También encontraron que este tenía propiedades mecánicas superiores a las del Terfenol-D, el cual tiende a ser quebradizo. Clark et al., 2000; Clark et al., 2001

Sin embargo, no fue hasta 2005 que se desarrollaron técnicas para realizar arreglos de nanohilos de galfenol en la Universidad de Minnesota, EE.UU. Estas primeras demostraciones se realizaron mediante electrodeposición de tres electrodos a voltaje constante a través de una membrana anódica de alúmina. La metodología que se siguió en esta primera instancia hacia uso de un electrolito adicionado con ácido ascórbico como agente complejante y ácido bórico como buffer de pH. El resultado característico de este artículo fue la variación de porcentaje de galio presente a lo largo de los nanohilos; este comenzaba representando alrededor del 50-60% de los nanohilos en la base, el lado más cercano al electrodo de trabajo y se reducía hasta 10-20% a los 7  $\mu\text{m}$  de esta. Más adelante, McGary propuso mejoras a la técnica agregando citrato de sodio al electrolito usado en la electrodeposición. Esto con la finalidad, igual que el ácido ascórbico, de que actúe como agente complejante para evitar oxidación McGary y Stadler, 2005; McGary et al., 2006

Para el año 2013, se hicieron varias mejoras a la configuración del montaje experimental por distintos autores (Iselt et al., 2011; McGary et al., 2006; Reddy et al., 2011), que llevaron a un nuevo grupo de la Universidad de Minnesota, liderado por el mismo J.H. Stadler, a formalizar una técnica para realizar películas delgadas de galfenol. Esta utiliza un electrolito compuesto por los sulfatos de sodio y hierro y adicionado con citrato de sodio, como agente complejante y sulfato de sodio para la mejora de conductividad a través del electrolito (Estrine et al., 2013).

## 1.4. Contexto

Los componentes piezoeléctricos y magnetostrictivos presentes en la estructura de los dispositivos MME funcionan independientemente transformando el estrés mecánico en campos eléctricos y magnéticos respectivamente. Esto es debido al arreglo de cargas no-centro-simétrico de la red cristalina que los conforman. En los piezoeléctricos, se forman dipolos eléctricos cuando se le aplica tensión al material; en los magnetostrictivos, se forman dipolos magnéticos. En el otro sentido, ambos alinean su estructura de distintas formas al estar en presencia de un respectivo campo.

Cuando estos se acomplan, uniendolos en un solo material compuesto, los efectos de ambos se potencializan y básicamente, se permite transformar un tipo de campo a otro a través del estrés mecánico. Este comportamiento se puede visualizar en la figura 2. Al proceso que transforma

**Campo magnético  $\rightarrow$  Energía Mecánica  $\rightarrow$  Campo Magnético**

se le llama el efecto magneto-eléctrico directo; al que lo hace de manera viceversa se le conoce como el efecto magneto-eléctrico converso. (Garg et al., 2023).

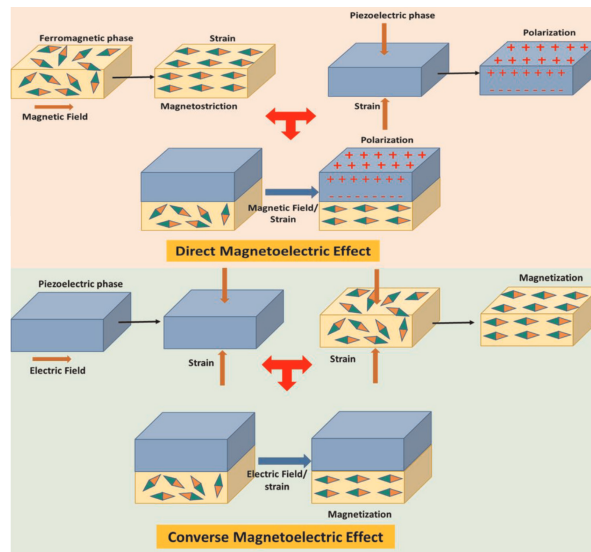


Figura 2: Representación gráfica del comportamiento de un dispositivo mecano-magneto-eléctrico. En la parte superior se observa el efecto magneto-eléctrico directo y en la parte inferior el efecto magneto-eléctrico converso

## 2. Desarrollo

### 2.1. Sustento teórico y metodológico

#### Síntesis

Conforme se fue progresando en los avances del presente proyecto, se utilizaron una serie de técnicas de síntesis y caracterización. Para lograr entender los resultados primero se tuvo.

El área de estudio detrás de los resultados generados durante este proyecto es la **electroquímica**, la cual se encarga del estudio de los procesos que conectan que involucran al intercambio de energía eléctrica por energía química, así como el transporte electrónico en los procesos químicos. Uno de los procesos más importantes de la electroquímica es la electrodeposición. Está es una técnica ampliamente utilizada para depositar una capa de metal sobre un sustrato. En este proceso, se aplica una corriente eléctrica a través de una solución electrolítica que contiene iones metálicos, lo que provoca la reducción de los iones metálicos a átomos metálicos y su posterior deposición en el sustrato. La electrodeposición puede ser utilizada para depositar diferentes tipos de metales y aleaciones, lo que permite la fabricación de una amplia variedad de componentes.

El proceso de electrodeposición está controlado por varios factores, como la concentración de iones metálicos en la solución electrolítica, el pH de esta, la corriente eléctrica aplicada y la temperatura del proceso. Además, la forma, la textura y naturaleza del sustrato también pueden afectar el proceso de deposición, ya que pueden influir en la velocidad y la uniformidad de la deposición del metal. La tasa de deposición depende de la corriente eléctrica aplicada y de la concentración de iones metálicos en la solución. A medida que los átomos metálicos son depositados en la superficie del sustrato, se forma una capa continua de metal. La calidad y las características de esta capa pueden ser controladas por la elección adecuada de los parámetros de deposición que dependerán de la técnica que se utilice.

Una de las técnicas más conocidas por su estabilidad y su facilidad de medición es la electrodeposición a **tres electrodos**. Esta consiste en el uso de dos electrodos: el contra electrodo y el electrodo de trabajo, y un tercer electrodo de referencia. Los dos primeros electrodos generan el flujo de corriente a través del electrolito para llevar a cabo la reducción de los iones metálicos, y su subsecuente deposición sobre el electrodo de trabajo. El electrodo de referencia funciona para estabilizar el potencial eléctrico y permitir realizar mediciones más consistentes. En este proyecto, se utilizó un contra electrodo de platino, por su estabilidad química; un electrodo de referencia de Ag/AgCl.

Sin embargo, este proceso y su funcionamiento cambia ligeramente al hablar de configuraciones con la finalidad de obtener deposiciones nanoestructuradas. Para lograr esto, se introducen **fuerzas de confinamiento** que limitan el crecimiento de los depósitos en una o más dimensiones. En este caso, el mecanismo relevante es el confinamiento en 1D, que se refiere al crecimiento de estructuras dentro de nano o microporos formados por un material que, generalmente, se puede remover después de que se termina la electrodeposición. Dichas fuerzas de confinamiento afectan los parámetros de deposición de distintas maneras, de las cuales 2 son relevantes al desarrollo de este proyecto:

- Limitando directamente el transporte de masa: El hecho de que existan barreras las cuales el depósito no puede cruzar limita el transporte de los iones y las moléculas que conforman el electrolito. Esto resulta en mayor número de colisiones moleculares y movimiento más lento

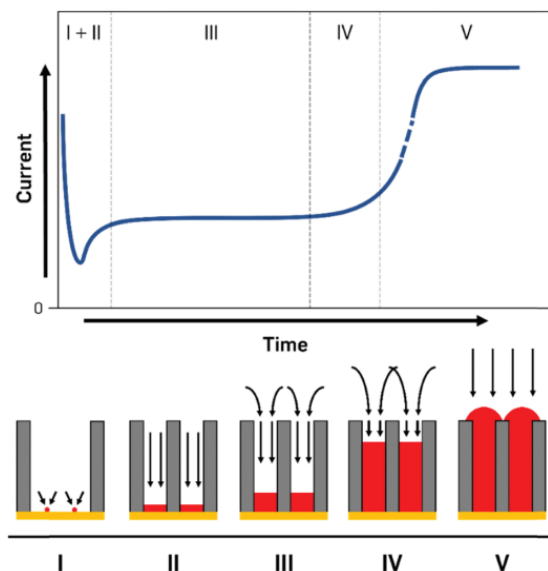


Figura 3: Fases de crecimiento confinado por electrodeposición a través de estructuras porosas y el comportamiento de la corriente contra el tiempo en relación a estas fases.

de los iones metálicos por una alteración al camino libre medio. Esto se puede observar en la disminución de la corriente medida a través de los electrodos y una tasa de depósito menor al compararse con crecimiento no-confinado.

- Afectando a la doble capa eléctrica: La formación de la doble capa eléctrica en la interfaz entre la barrera sólida confinante y el electrolito puede también afectar la deposición, limitando aún más el transporte de los iones metálicos. Esto otorga una serie de parámetros extra que considerar, puesto que, en casos de poros muy pequeños, las dobles capas se pueden traslapar, bloqueando completamente el paso a los iones. Esta doble capa se puede reducir aumentando la fuerza iónica del electrolito y reduciendo la carga neta de la barrera sólida, pero no se puede eliminar completamente. Fleischmann et al., 2020; Jaugstetter et al., 2022

Siendo que estos dos efectos resultan en la reducción de la corriente a través del electrolito, y por consecuencia de esto la velocidad de depósito, realizar electrodeposiciones a través de membranas resulta en un comportamiento de la corriente como el que se puede observar en la figura 3.

Aquí, se puede ver como se inicia con una corriente alta y hay una veloz reducción de esta. La magnitud de la corriente inicial es tan alta debido a los iones metálicos directamente en cercanía con las zonas de nucleación. Sin embargo, los iones fácilmente disponibles se ven agotados rápidamente, causando la caída abrupta de corriente. Después la corriente se eleva un poco y se estabiliza. Esto se ve causado por que mientras se consumen los iones durante la primera fase, se crea un gradiente de concentración que apoya el flujo iónico al electrodo. La corriente se ve constante durante la tercera fase hasta que, en la cuarta fase, el crecimiento del depósito es tal que se reduce suficientemente el

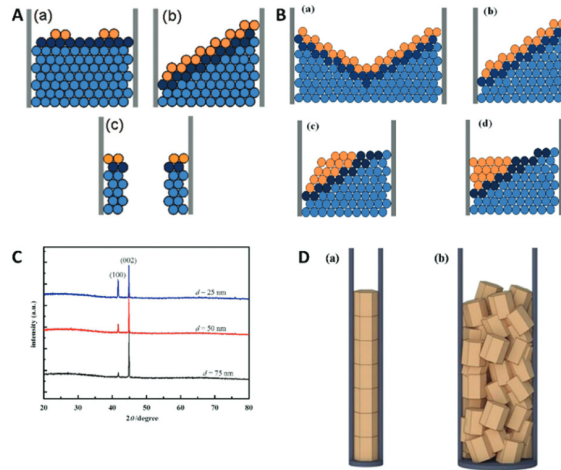


Figura 4: Representación gráfica de los distintos modos de crecimiento posibles al hacer electrodeposición a través de micro-poros. Creado por Jaugstetter et al., 2022

grado al que la obstrucción de la membrana afecta el camino libre medio de los iones. Finalmente, una vez que se tapan completamente los poros inicia la quinta fase, causando un crecimiento en forma de película sobre la membrana.

Estás distintas corrientes y por lo tanto velocidades de depósito resultan en variaciones en la composición y la fase cristalina de las estructuras que se crecen dentro del poro. En la figura 4. Se pueden observar algunos de los modos en los que, debido al poro y a el crecimiento de las zonas de nucleación, la morfología del cristal puede cambiar. También se puede observar como dependiendo el tamaño de grano en relación con el grueso de los poros en los que se deposita puede afectar la cristalinidad de la muestra (Fleischmann et al., 2020).

### Caracterización

Para poder identificar las propiedades de morfología y topografía se emplearon los microscopios electronicos de barrido, Jeol JSM-6010 (ITESO) y FIB Dual Beam Helios Nanolab 600 (LINAN-IPICyT); para la composición, el difractómetro de rayos-X, SmartLab RIGAKU (LINAN-IPICyT) así como los detectores para análisis EDS de los microscopios mencionados anteriormente.

#### ■ Microscopías

- Jeol JSM-6010: Este es un microscopio de emisión por filamento. En el area superior de la columna se tiene un filamento que emite electrones los cuales son enfocados a través de la columna del microscopio mediante lentes electromagnéticas que condensan y enfocan los electrones a una bobina que los acelera a la muestra objetivo. Al momento en que estos electrones impactan la muestra, esta emite distintos tipos de respuesta. Dependiendo de la energía de impacto, la composición, la profundidad de interacción y otros parámetros del sistema y la muestra, habrá cambios en el tipo de respuesta que se emite. Estas se pueden

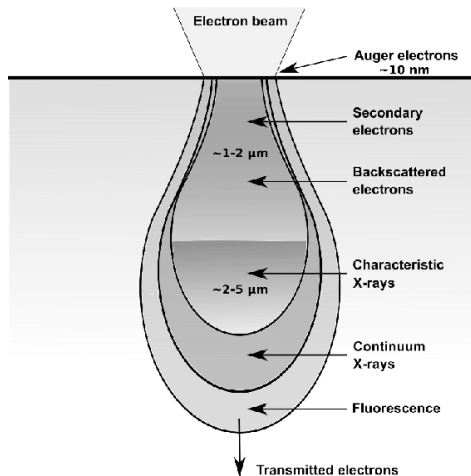


Figura 5: Representación grafica de la perra de interacción de un haz emitido por un microscopio electrónico de barrido

observar en la figura 5.

- FEI - FIB Dual Beam Helios Nanolab 600: En este microscopio la emisión de electrones esta dada por un cristal de tungsteno al cual se le hace pasar un potencial que lo hace emitir electrones por medio del fenomeno de emisión por efecto de campo. El resto de las partes de este microscopio son muy similares, fuera de ciertos aditamentos, como lo son: un inyector de iones para hacer recubrimientos metalicos y un segundo haz de galio para realizar cortes nanometricos (Gladis Labrada Delgado, s.f.).

#### ■ *Análisis de Composición*

- Energy Dispersive X-ray Spectroscopy: De los electrones emitidos en forma de respuesta por parte de la muestra, se emiten tambien rayos-X característicos, en su energía, a cada uno de los elementos de la tabla. Esto nos permite evaluar la composición de la muestra, analizando el espectro de emisión de rayos-X.
- Difractómetro de rayos-X: El funcionamiento de esta técnica se basa principalmente en estructuras solidas, el acomodo atómico de la red que conforma la muestra, es característico de cada fase de cada de cada material. De esta forma, podemos identificar los materiales presentes. El equipo barre los angulos buscando observar las distintas fases que surgen del detectan los picos cuando existe cristalinidad y aumentan las cuentas observadas por el detector.

**Disolución de membranas y aislamiento de estructuras** Para poder separar las estructuras depositadas de las membranas se utilizaron distintos solventes, pero el procedimiento era el mismo.

1. Se coloca la membrana sobre un vidrio de reloj con el lado del contacto adherido al vidrio, dejando expuestas las estructuras.

2. Gotear solvente (Nylon: Cresol, AAO: NaOH, PCTE: Cloroformo, PETE: DMF) sobre la sección de muestra y remover exceso
3. Repetir hasta que se vea libre de membrana
4. Introducir restos a un tubo Eppendorf y centrifugar para decantar introduciendo al baño ultrasónico entre cada decantamiento.
5. Repetir haciendo lavados de isopropanol (o agua en caso de NaOH) para ir removiendo el solvente.

## 2.2. Planeación y seguimiento del proyecto

### ■ Descripción del Proyecto

Se busca obtener nanoestructuras magnetostrictivas que puedan ser utilizadas en un dispositivo MME para lograr cosechar energía a partir de estrés mecánico. Se propone el uso de galfenol sintetizado a partir del método de electrodeposición a tres electrodos. Generando así estructuras embebidas en membranas porosas utilizando un electrolito adicionado con compuestos que reduzcan la oxidación y mejoren la tasa de deposición. Se lograron aislar las nanoestructuras disolviendo las membranas y realizando lavados para caracterizarlas directamente.

### ■ Plan de Trabajo

Nuestro plan de trabajo consistió en una serie de iteraciones del proceso: síntesis, caracterización y análisis. De esta forma, se puede separar el trabajo realizado en tres partes que repiten este ciclo

*Figura 6: Tabla de actividades de la primera fase del proyecto*

Fase 1		
Semana	Actividad	Objetivo
Semana 3	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Electrodeposición con electrolito de todo sulfato (Níquel)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Familiarización con el método y acomodo de los electrodos</li> </ul>
Semana 4	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Electrodeposición películas delgadas de Fe-Ga</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Pruebas de deposición con electrolito de Fe-Ga base y acomodo de electrodos</li> </ul>
Semana 5	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Electrodeposiciones a bajos voltajes</li> <li>• Disolución de membranas</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Observar resultados de disolución en membranas, y analizar el cambio en la deposición al modificar el potencial.</li> </ul>
Semana 6	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Electrodeposiciones a bajo voltaje con ajuste de pH</li> <li>• Pruebas con celda sobre cobre</li> <li>• Pruebas sobre membrana de nylon, PETE y PCTE</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Pruebas de deposición modificando el pH y potencial del sistema.</li> <li>• Pruebas de deposición con celda electroquímica impresa con y sin membranas (+ eutéctico In-Ga)</li> </ul>
Semana 7	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Pruebas de pintura de In-Ga y Ag</li> <li>• Caracterización fase 1</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>• Se probaron electrodeposiciones de galfenol sobre membrana de Alúmina con eutéctico de In-Ga (1) y pintura de Ag (2).</li> <li>• Se caracterizaron seis muestras en el SEM</li> </ul>

Figura 7: Tabla de actividades de la segunda fase del proyecto

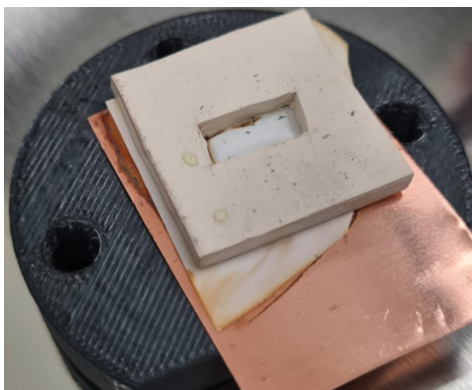
Fase 2		
Semana	Actividad	Objetivo
Semana 7	<ul style="list-style-type: none"> <li>Preparación de tres electrolitos (base, +Ac. Ascórbico, +Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Comparación de deposiciones con electrolitos diferentes pero mismas condiciones de voltaje y tiempo.</li> </ul>
Semana 8	<ul style="list-style-type: none"> <li>PVD sobre membranas (Ti/Ag)</li> <li>Pruebas de deposición en membranas con PVD</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Tener un mejor contacto de las membranas con el electrodo de trabajo.</li> </ul>
Semana 9	<ul style="list-style-type: none"> <li>Pruebas de deposición en membranas con PVD</li> <li>Disolución de membranas con nanoestructuras</li> <li>Preparación de electrolito adicionado (Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Comenzar el proceso de lavado para obtener las nanoestructuras aisladas.</li> <li>Experimentación de deposición con electrolito adicionado. (AAO)</li> </ul>
Semana 10	<ul style="list-style-type: none"> <li>Lavado de membranas con el mismo solvente usado</li> <li>Caracterización Fase 2</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Acabar de remover las membranas de las muestras para terminar de aislar las nanoestructuras.</li> <li>Caracterizar las muestras de la fase 2</li> </ul>

Figura 8: Tabla de actividades de la tercera fase del proyecto

Fase 3		
Semana	Actividad	Objetivo
Semana 10	<ul style="list-style-type: none"> <li>Electrodeposición sobre membrana de Nylon con electrolito adicionado (Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)</li> <li>Disolución de membrana PCTE</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Observar deposición sobre membrana de Nylon con electrolito adicionado conforme a lo caracterizado (AAO).</li> <li>Probar disolución PCTE con cloroformo.</li> </ul>
Semana 11	<ul style="list-style-type: none"> <li>Electrodeposición sobre membrana de Nylon con PVD Ti/Ag + eutéctico de In-Ga</li> <li>Segunda Electrodeposición sobre membrana de Nylon 2hrs</li> <li>PVD de Au sobre membrana de Nylon (Ti/Ag)</li> <li>Electrodeposición sobre membrana Nylon (Ti/Ag/Au)</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Buscar un mejor contacto mediante la adición de eutéctico In-Ga + PVD Ti/Ag</li> <li>Observar resultados de deposición aumentando el tiempo.</li> <li>Observar resultados de deposición en membrana con PVD de Ti/Ag/Au</li> </ul>
Semana 12	<ul style="list-style-type: none"> <li>Pruebas de disolución de membranas de Nylon con Cresol en diferentes cantidades.</li> <li>Disolución de membranas de Nylon con nanoestructuras de Fe-Ga</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Observación de rendimiento en solvente sobre la membrana de Nylon</li> <li>Aislar las nanoestructuras de Fe-Ga disolviendo la membrana y limpiando el disolvente (Cresol-Etanol)</li> </ul>
Semana 13	<ul style="list-style-type: none"> <li>Electrodeposición con electrolito adicionado (Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) sobre membranas utilizadas a lo largo del semestre.</li> <li>Caracterización Fase 3, previo a IPICT</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Comparación de muestras de diferentes membranas bajo las mismas condiciones.</li> <li>Caracterización de muestras para definir últimos ajustes previo a su análisis en IPICT</li> </ul>
Semana 14	<ul style="list-style-type: none"> <li>Preparación de muestras para IPICT</li> <li>Caracterización de muestras en SEM HD y XRD</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>Analizar resultados y avances obtenidos en el desarrollo del proyecto PAP.</li> </ul>

■ Desarrollo de propuesta de mejora

La primera fase del proyecto consistió en realizar pruebas de electrodeposición de películas delgadas de galfenol, conocer el comportamiento del montaje experimental, hacer pruebas de diseño de la celda electroquímica para imprimir en 3D y conocer el solvente ideal para cada una de las membranas. Al



*Figura 9: Membrana que perdió el contacto por su doblamiento durante la electrodeposición.*

finalizar la fase 1 con la caracterización de las muestras se identificaron algunas áreas de mejora.

1. La pérdida de contacto entre la membrana y el electrodo de cobre, causada por el levantamiento de las membranas, resultaba en una reducción de volumen depositado, que también se pudo observar durante la deposición como menor corriente medida a través de los electrodos (Figura 6). Esto no se presentaba en las membranas de AAO, pero la corriente era más reducida.
2. Tener un potencial alto a través de los electrodos genera demasiado oxígeno que resulta en oxidación de las muestras. Alterar el pH no nos permite reducir la corriente, por lo que se buscó cambiar los parámetros para ajustar esto.

Posteriormente se procedió a realizar las mejoras pertinentes de acuerdo a lo visualizado en la primera fase. Como el eutéctico de In-Ga no funciono mantener a la membrana en contacto eléctrico con el electrodo de cobre durante el doblamiento de las membranas, se optó por recubrir las utilizando la técnica PVD. De esta manera, sin importar que se doblaran las membranas se mantendría la conductividad entre la totalidad de la membrana y el cátodo. Además, se prosiguió por adicionar el electrolito base en dos exhibiciones una de sulfato de sodio con una concentración 0.5M y otra con 0.04M de ácido ascórbico buscando reducir el voltaje utilizado para también poder disminuir el contenido de oxígeno en el electrolito. El ácido ascórbico funcionaria como un agente complejante en el electrolito y el sulfato de sodio tendría dos trabajos: reducir la resistividad del electrolito y disminuir el grosor de la doble capa eléctrica. En resumen, los aprendizajes más importantes de esta fase fueron:

1. El sulfato de sodio aumenta la corriente en el proceso de electrodeposición.
2. La implementación de ácido ascorbico probablemente causa un sobre-acomplejamiento de los iones metálicos imposibilitando la reducción de los iones a su fase metálica.
3. No se pueden usar solventes ácidos facilmente sin dañar o disolver las mismas estructuras.

Además, las areas de mejora y objetivos para la siguiente fase fueron:

1. El contacto es mejor con el recubrimiento de Ag en las membranas, pero no es ideal, por lo que hay que encontrar maneras de mejorarlo aún más.
2. Mejorar las técnicas de disolución de membranas
3. Limpiar mejor las estructuras para la última caracterización.

Finalmente, la última fase consistió en buscar crear nanoestructuras a través de todas las membranas y poder comparar su composición con la de un crecimiento en forma de película delgada. Durante el desarrollo, el Dr. Edgar Briones abrió la oportunidad de realizar un recubrimiento de oro sobre una de las membranas que nosotros eligieramos. Se eligió la membrana de nylon porque recientemente habíamos logrado disolverla al utilizar Cresol como solvente. Esto nos permitió experimentar más con esta membrana y buscamos llevarla al punto de saturación de sus poros. También observamos que debido al doblamiento de la membrana las nanoestructuras podrían estar creciendo a distintos ángulos pero el estudio de cómo afecta su comportamiento esta variable no se realizó.

### 3. Resultados del trabajo profesional

Durante el desarrollo del semestre se realizaron pruebas por electrodeposición, donde como fue mencionado previamente, se disuelve un elemento metálico en solución acuosa para posteriormente con ayuda de un potencial, reducir la muestra y depositarla sobre un sustrato (contraelectrodo) metálico, en nuestro caso un electrodo de cobre. El proyecto fue desarrollado en tres fases, ya mencionadas previamente, el electrolito base fue preparado con una concentración molar de:

**0.5M Citrato de Sodio – 0.05M Sulfato de Sodio – 0.04M Sulfato de Hierro**

Con esta concentración se empezó debido a lo obtenido por la Ing. Tamara Gutiérrez, no obstante, después de obtener los primeros resultados en la fase 1, se buscaron diferentes aditivos con la finalidad de mejorar la deposición presente conforme a lo obtenido. Se encontraron tanto el Ácido Ascórbico ( $C_6H_8O_6$ ) como el Sulfato de Sodio ( $Na_2SO_4$ ) como opciones (Figura 10), el ácido actúa como un antioxidante y reduciendo la presencia de oxígeno se busca obtener una concentración con mayor pureza de Fe-Ga. Por otro lado, la adición de sulfato de sodio en la solución tiene como objetivo ionizar el electrolito y mejorar la relación corriente-deposición.

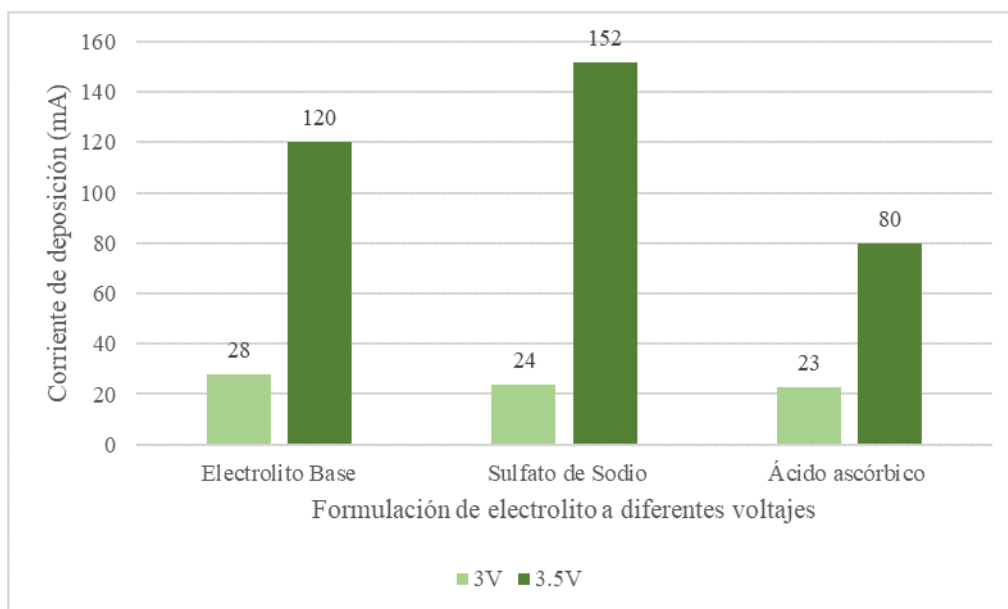


Figura 10: Gráfica de comparación de electrolito base contra adicionados en función de la relación corriente-voltaje.

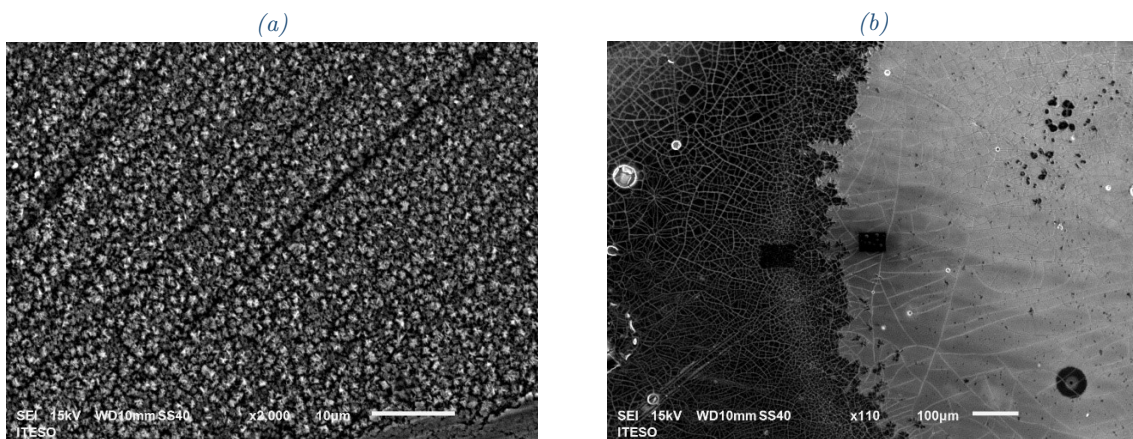
Ante lo visualizado en la gráfica anterior (Figura 10) es posible visualizar una clara influencia de la formulación del electrolito en cuanto a la relación de corriente de deposición con voltaje/potencial aplicado. Es importante mencionar lo anterior, puesto que, para el desarrollo del presente proyecto se busca un crecimiento de nanoestructuras embebidas en membranas de diferentes composiciones (Alúmina, Poliéster, Policarbonato y Nylon) y porosidades; visualizar y analizar las nanoestructuras obtenidas; así como, la relación entre hierro (Fe) y Galio (Ga) respectivamente. Esto con la finalidad de poder complementar estos resultados en un dispositivo compuesto con la funcionalización cosechar energía y funcionar a manera de sensor y actuador, en el sector de la medicina específicamente.

Tabla 1: Muestras caracterizadas en el SEM 28/02/2023

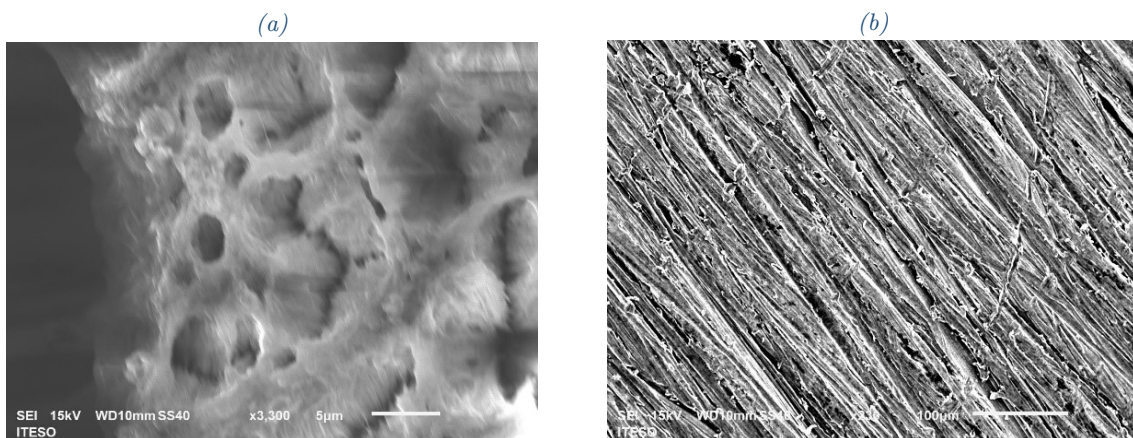
Muestra	Descripción	Composición
1	Galfenol "Metálico" frente (semana 4)	<b>Fe 98%-Ga 2%</b>
2	Galfenol "Metálico" revés (semana 4)	<b>Fe 76.1%-Ga 23.8%</b>
3	Membrana disuelta de Plata (semana 6)	No hay <b>Ga</b>
4	Galfenol con cambio de potencial (30 min 2V/ 30 min 3V)	No se detectó deposición
5	Galfenol (Semana 4) frente	<b>Fe 90.5% - Ga 9.5%</b>
6	Galfenol (Semana 4) interfaz	<b>Fe 81.8% - Ga 18.2%</b>

Una vez realizada la primera caracterización fue posible observar una tendencia de error debido a la falta de conductividad en la deposición, por lo que se optó por realizar un nuevo diseño de celda

electroquímica que permitiera tener un mayor control sobre el sistema, así mismo se probaron diferentes compuestos para adicionar el electrolito base como fue posible observar en la Figura 10.



*Figura 11: (a) Galfenol con apariencia metálica, frente (semana 4). (b) Galfenol con apariencia metálica, revés (semana 4).*



*Figura 12: (a) Membrana con pintura de Plata disuelta (semana 6), (b) Galfenol sobre cobre depositado con potencial bajo*

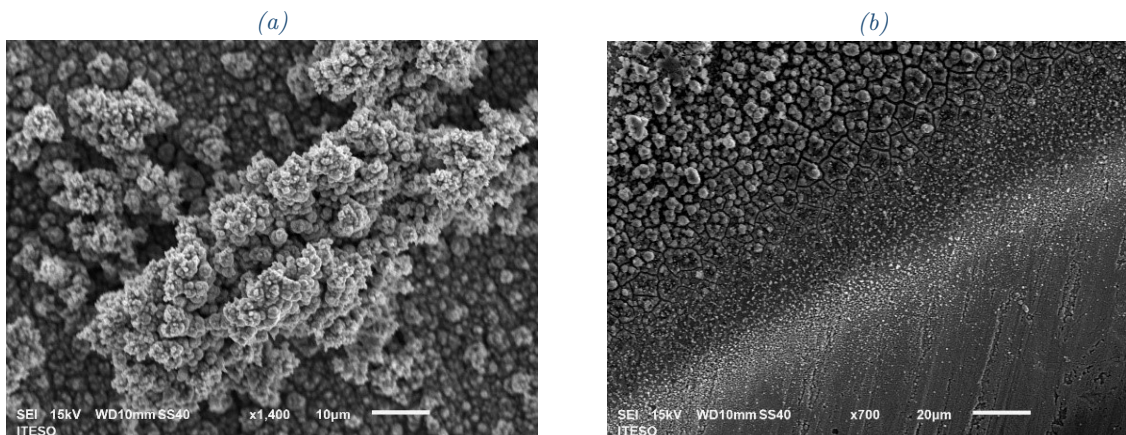


Figura 13: (a) Galfenol (Semana 4) frente, (b) Galfenol (semana 4) interfaz galfenol/cobre

Tabla 2: Muestras caracterizadas en el SEM 22/03/2023

Muestra	Descripción	Composición
1	Alúmina disuelta con NaOH	<b>Fe 100%-Ga 0%</b>
2	PCTE disuelto con DMSO	<b>Fe 100%-Ga 0%</b>
3	Alúmina disuelta con NaOH	<b>Fe 0%-Ga 0%</b>
4	PETE disuelto con Acetona	<b>Fe 100%-Ga 0%</b>
5	Película de Galfenol (FeGa)	<b>Fe 82%-Ga 18%</b>
6	Nylon disuelto con HNO <sub>3</sub>	<b>Fe 34%-Ga 66%</b>
7	Membrana de Nylon sin disolver con y sin Ag.	<b>Fe 0%-Ga 0%</b>

Previo a la caracterización de las muestras descritas en la Tabla 2. se realizó un recubrimiento con películas delgadas (Ti/Ag) para una posterior electrodeposición sobre cada una de las membranas estudiadas a condiciones estándar (Citrato de Sodio, Sulfato de Galio y Sulfato de Hierro; 30 minutos, 4V). Después de realizar esta caracterización fue posible determinar que los solventes utilizados para la disolución de las membranas eran muy abrasivos con las nanoestructuras que se tenían depositadas, además de la persistencia en la falta de contacto membrana-electrodo, por lo que se optó por añadir una capa de eutéctico In-Ga, buscando tapar correctamente los poros y así mejorar el contacto (Figura 16) donde fue posible visualizar la diferencia en la porosidad de la membrana de Nylon; cambiar de solventes y buscar nuevos métodos para añadir un proceso de lavado a las nanoestructuras una vez disuelta la membrana, esto con la finalidad de poder analizar las nanoestructuras de manera directa y sin contaminación del proceso de disolución.

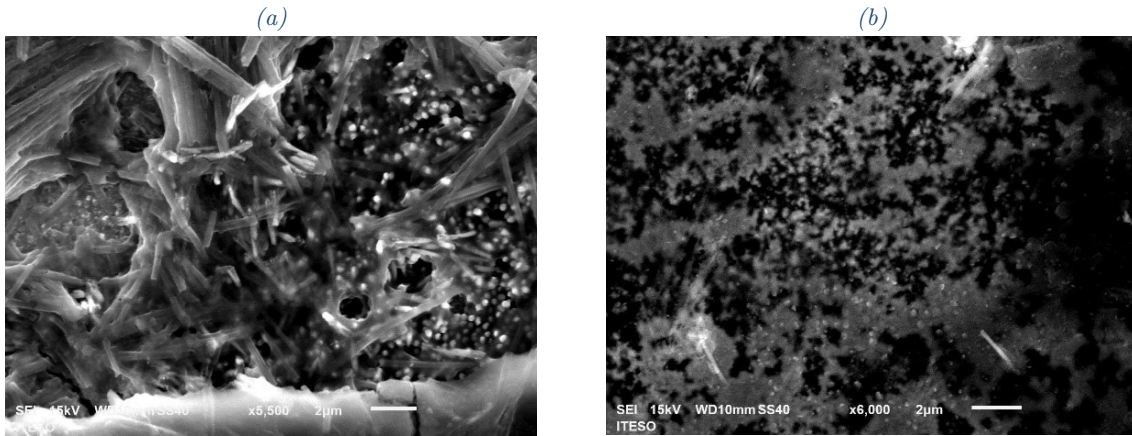


Figura 14: (a) Membrana de Alúmina con electrodeposición disuelta en NaOH, se puede observar la contaminación proveniente del solvente utilizado, sin embargo, es posible observar el crecimiento de las nanoestructuras con una morfología redonda. (b) Membrana de PCTE con electrodeposición disuelta en DMSO, donde se dificulta mucho la visualización de nanoestructuras.

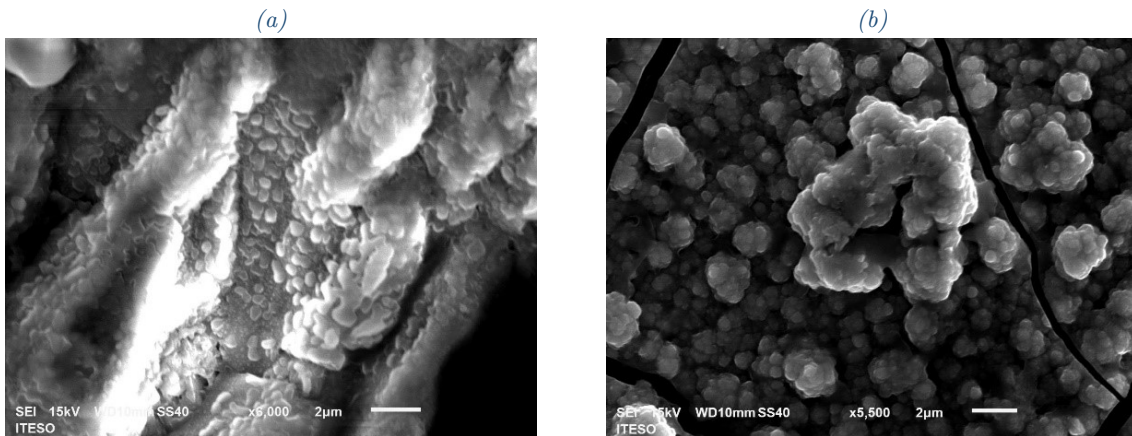
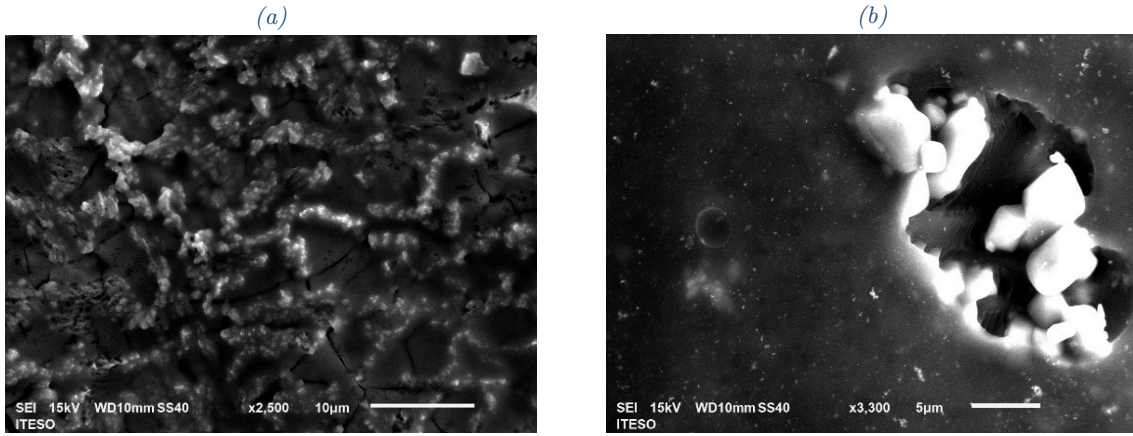
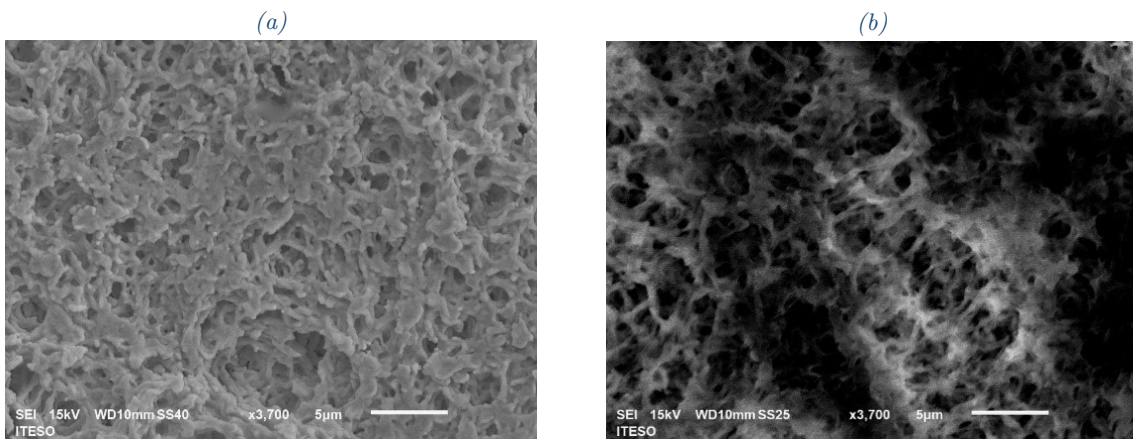


Figura 15: (a) Membrana de Alúmina con electrodeposición de nanoestructuras, disuelta en NaOH y es posible visualizar cristales de Sal contaminando las nanoestructuras. (b) PETE con electrodeposición disuelta en Acetona y se observan nanoestructuras con una morfología redonda, muy probablemente ocasionada por los poros de la membrana.



*Figura 16: (a) Película de Galfenol electrodepositada sobre electrodo de cobre, (b) . Membrana de Nylon con electrodeposición disuelta en HNO<sub>3</sub>, donde se puede observar la contaminación y efecto abrasivo proveniente del solvente.*



*Figura 17: (a) Membrana de Nylon, analizada con la finalidad de observar sus poros cuando esta se encuentra sin recubrimientos. , (b) Membrana de Nylon con película delgada de Ag, buscando contrastar el recubrimiento de los poros en comparación a la membrana natural.*

Tabla 3: Muestras Caracterizadas en SEM 19/04/2023

Muestra	Descripción	Composición
1	Galfenol aislado de la membrana de Nylon con Ag/Au como contacto.	<b>Fe 87%-Ga 13%</b>
2	Desprendimiento del depósito de Ag/Au de la membrana de Nylon.	No se realizó EDS, solo mapeo
3	Membrana de nylon con Ag/Au como contacto y galfenol depositado.	<b>Fe 87%-Ga 13%</b>
4	Galfenol aislado de la membrana de policarbonato con Ag/InGa	<b>Fe 71%-Ga 29%</b>

A manera de análisis, fue posible caracterizar directamente las nanoestructuras de Galfenol, reduciendo significativamente la contaminación en contraste a la caracterización pasada, resultando en una mejor composición de la aleación. Es decir, debido a la mejora en el proceso de limpieza en las muestras, fue posible observar y analizar las nanoestructuras desarrolladas con una mayor eficiencia; fue posible determinar los parámetros ideales a utilizar en las muestras, de manera que existiera una comparación de resultados bajo las mismas condiciones (idealmente).

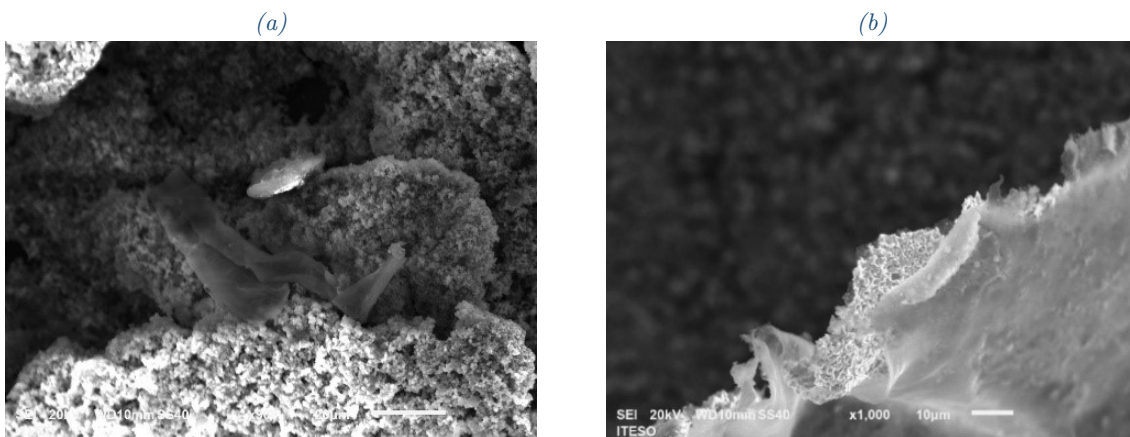


Figura 18: (a) Galfenol aislado de la membrana de Nylon con Ag/Au como contacto con contaminación (membrana de Nylon) ocasionada por la disolución de la membrana, (b) Desprendimiento del depósito de Ag/Au de la membrana de Nylon.

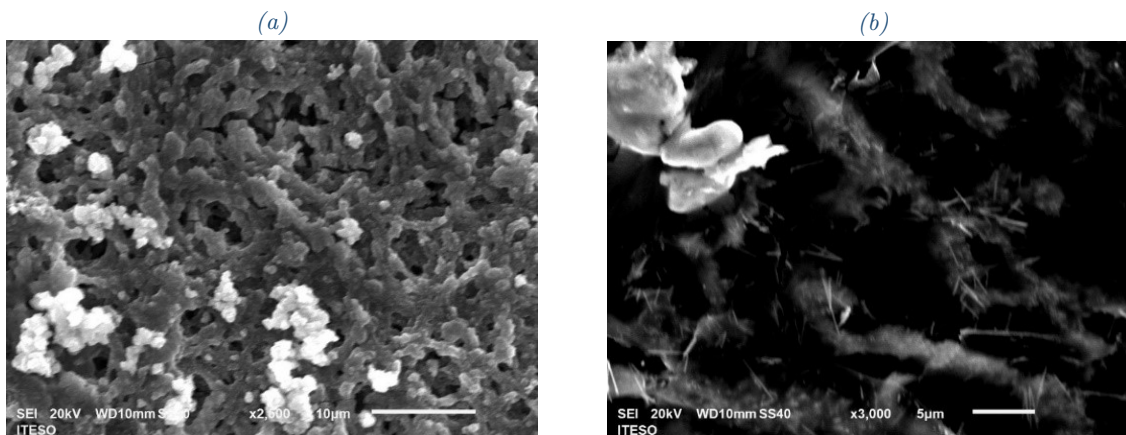


Figura 19: (a) Membrana de nylon con Ag/Au como contacto con presencia de nanoestructuras de Galfenol depositadas con una morfología redondeada, (b) Galfenol aislado de la membrana de policarbonato con un recubrimiento de Ag/InGa, donde es posible visualizar estructuras en forma de (nanoalambres).

Ante la oportunidad de analizar muestras en el SEM de alta resolución y XRD presente en el Instituto Potosino de Investigación Científica y Tecnológica A.C. (IPICYT) en particular en el departamento LINAN (Laboratorio Nacional de Investigaciones en Nanociencias y Nanotecnología) se analizaron las muestras que presentaban un mayor avance conforme a lo analizado previamente en las instalaciones del ITESO.

Tabla 4: Muestras caracterizadas en IPICYT 28/04/2023

Muestra	XRD	SEM HR
AAO con nanoestructuras electrodepositadas	X	
Nylon con nanoestructuras electrodepositadas	X	X
PETE con nanoestructuras electrodepositadas	X	
PCTE con nanoestructuras electrodepositadas	X	
Película de Galfenol sobre electrodo de cobre	X	X

## XRD

La difracción de rayos x fue de gran utilidad para analizar la composición de las muestras finales y determinar si es que las fases que se pretendía obtener estaban realmente presentes. Este tipo de espectroscopía es de suma importancia en esta etapa, así como la técnica de difracción de rayos x, bajo la cual es posible barrer la muestra con emisión de rayos x a diferentes ángulos, y entonces identificar las fases de cada material depositado.

Concretamente, fue posible identificar la fase del hierro alfa ( $Fe \alpha$ ) que indica presencia de mag-

netostricción en la muestra, al ser una de las fases que presenta esta propiedad de acuerdo con la bibliografía; fue posible observar esta fase en la mayor parte de las muestras analizadas, a no ser por la excepción de la membrana de PETE. Además, fue posible identificar los picos característicos de la aleación buscada (Fe 80 %, Ga 20 %) en la membrana de policarbonato, misma que, respecto a los resultados obtenidos a lo largo del proyecto es una de las que presenta mejor composición de nanoestructuras de Galfenol, en conjunto con la membrana de Nylon.

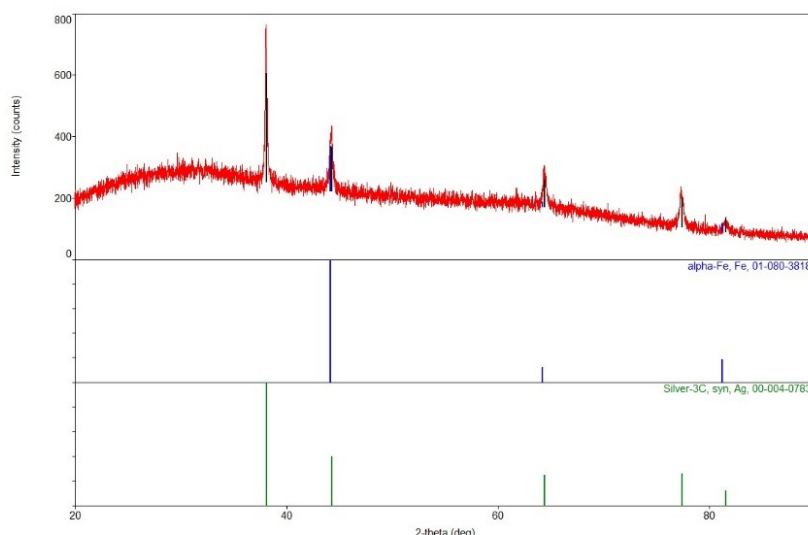


Figura 20: XRD sobre membrana de AAO adicionada con PVD de Ti/Ag y depósito de Fe-Ga.

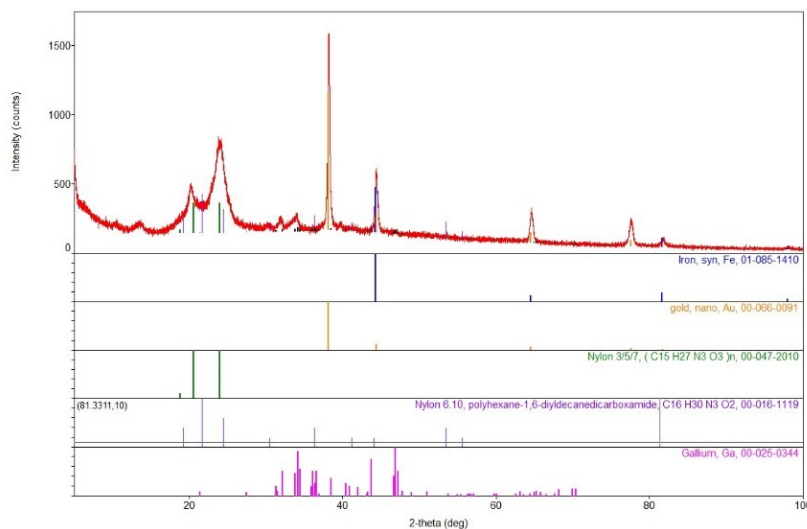


Figura 21: XRD sobre membrana de Nylon adicionada con PVD de Ti/Ag/Au y depósito de nanoestructuras de Fe-Ga.

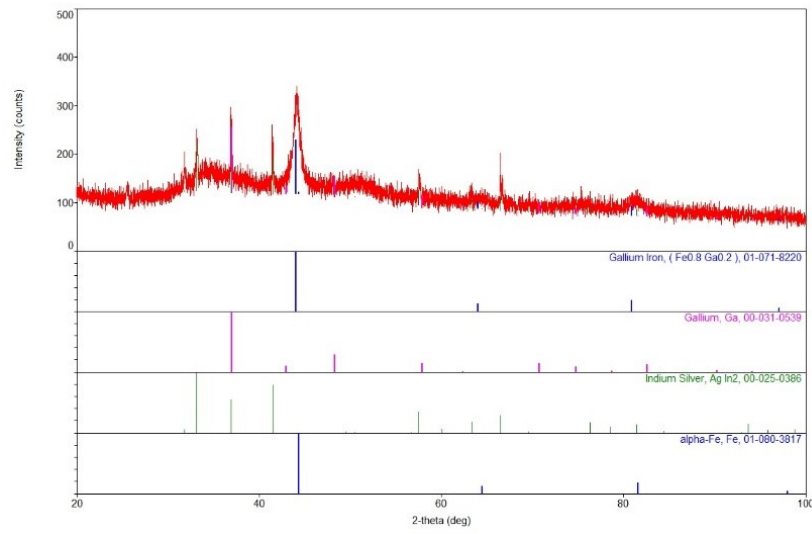


Figura 22: XRD sobre membrana de PCTE adicionada con PVD de Ti/Ag y depósito de nanoestructuras de Fe-Ga.

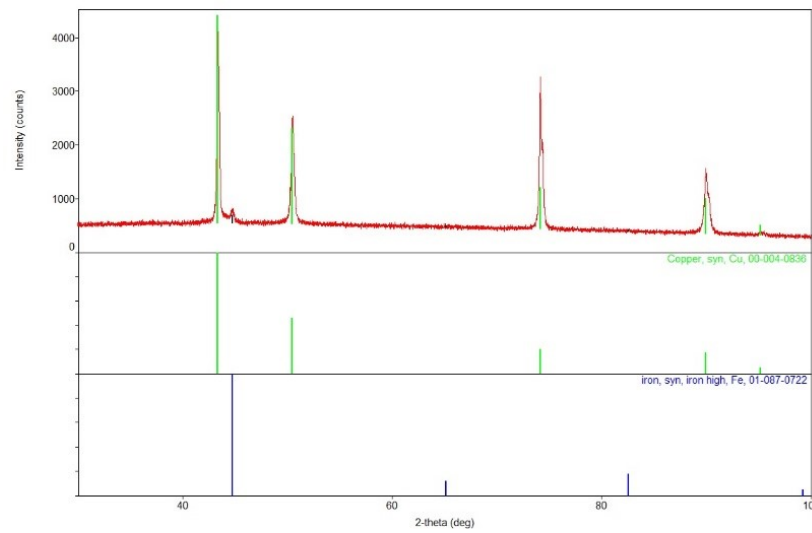
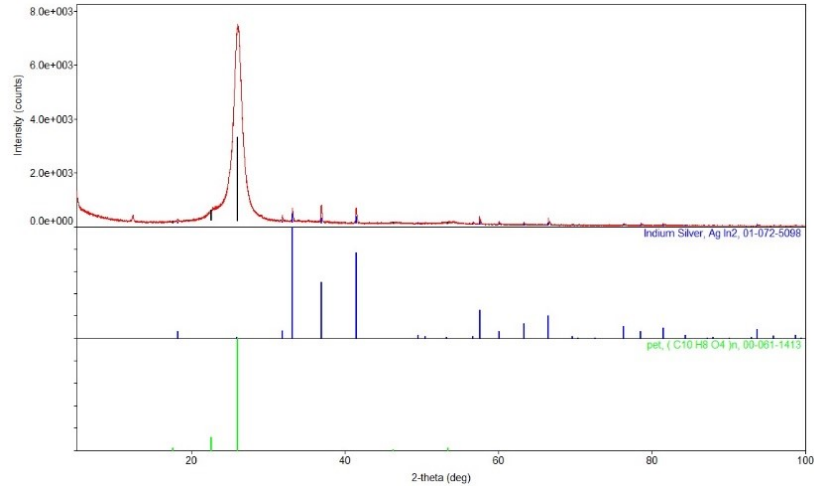


Figura 23: XRD sobre película de Fe-Ga depositada sobre electrodo de cobre.



*Figura 24: XRD sobre membrana de PETE adicionada con PVD de Ti/Ag y depósito de nanoestructuras de Fe-Ga.*

### **SEM de Alta Resolución (Por emisión de campo)**

En este caso las muestras a analizar son: la película de Galfenol electrodepositada directamente sobre el sustrato de cobre, así como las nanoestructuras que presentaron mejores composiciones respecto a lo buscado (Fe 80 %, Ga 20 %), composición que, fue aproximada en la membrana de Nylon con un recubrimiento de titanio, plata y oro (Ti/Ag/Au). De modo que fuera posible aprovechar las herramientas y equipos facilitados.

Aunque se fueron obteniendo mejoras en cuanto a la limpieza y preparación de las muestras, la resolución y aumentos del microscopio, posibilitaron visualizar áreas de oportunidad en la preparación y procesos de limpieza de las nanoestructuras. Un ejemplo de esto puede ser visualizado en las figura 25 donde en la Ilustración 25a en particular, se puede visualizar la presencia de cristales de sales (recuadro B) provenientes de los solventes utilizados, los cuales no permiten una caracterización del todo efectiva de las nanoestructuras de Galfenol (recuadro A). Por otro lado, en la Ilustración 25b, es posible observar la película de Galfenol depositada sobre el electrodo de cobre, más vista desde su perfil, donde se puede observar un “levantamiento” en las capas de deposición, este efecto es provocado por el método de preparación de la muestra previo a su caracterización, donde se recomienda un corte mas directo (con navaja de bisturí) o bien, utilizando diferentes parámetros (congelando con nitrógeno).

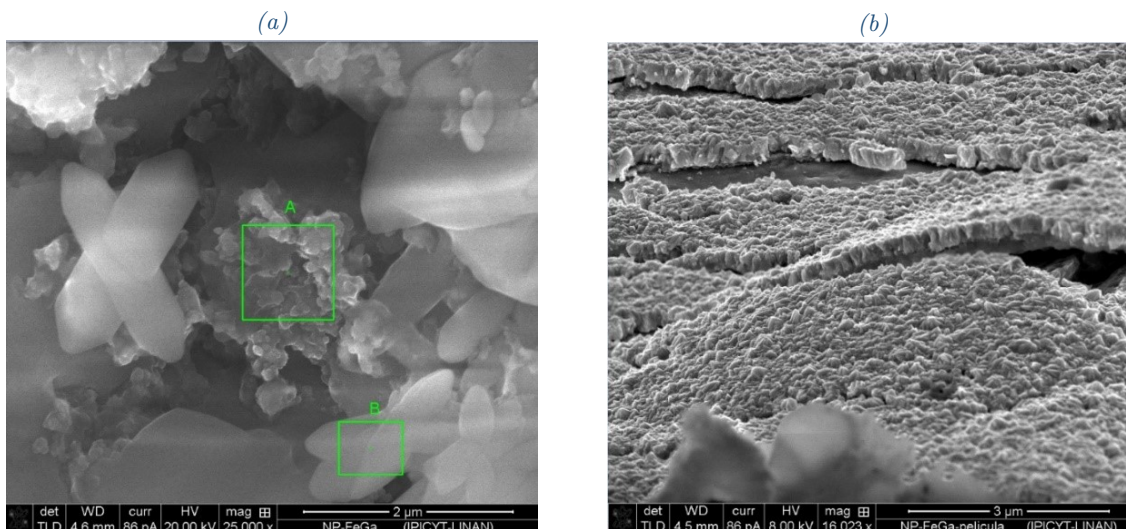


Figura 25: (a) Nanoestructuras de Fe-Ga aisladas, provenientes de un depósito sobre membrana de Nylon adicionada con PVD Ti/Ag/Au con contaminación ocasionada por el solvente utilizado, (b) SEM en perfil de película de Fe-Ga depositada sobre electrodo de cobre que permite observar el grosor de las capas de deposición, así como las imperfecciones por el proceso de preparación de la muestra.

Además, es posible identificar una morfología a manera de rombos o cristales puntiagudos (Ilustración 26a), posiblemente ocasionada por los parámetros de deposición, así como la formulación del electrolito. Esto es meramente una hipótesis, dada la falta de imágenes y muestras encontradas en las referencias existentes hasta el momento, donde, sería recomendable modificar parámetros en la deposición y observar el efecto obtenido al caracterizar la muestra, así como una futura investigación sobre los efectos que cada morfología pueda tener en las aplicaciones.

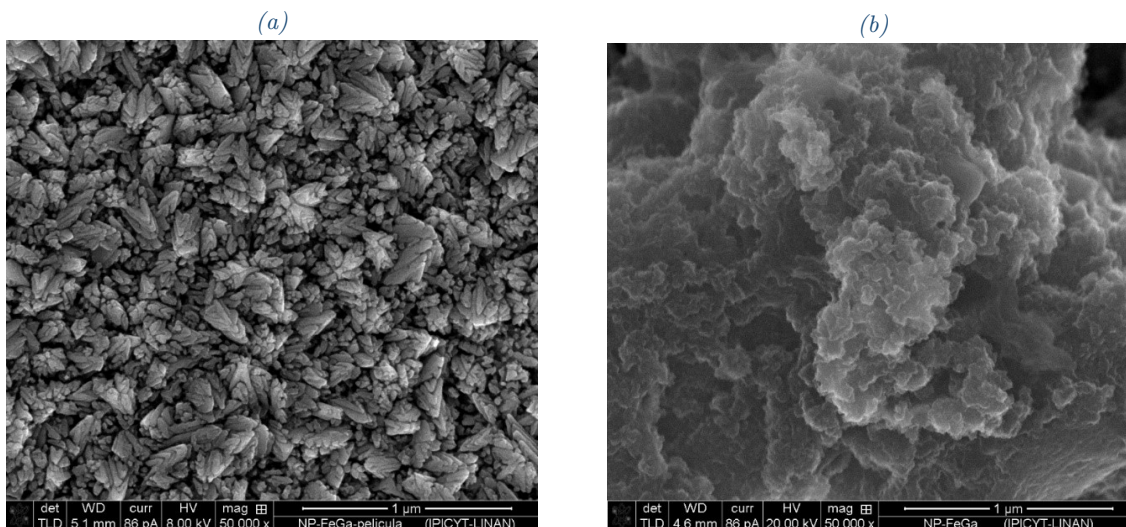


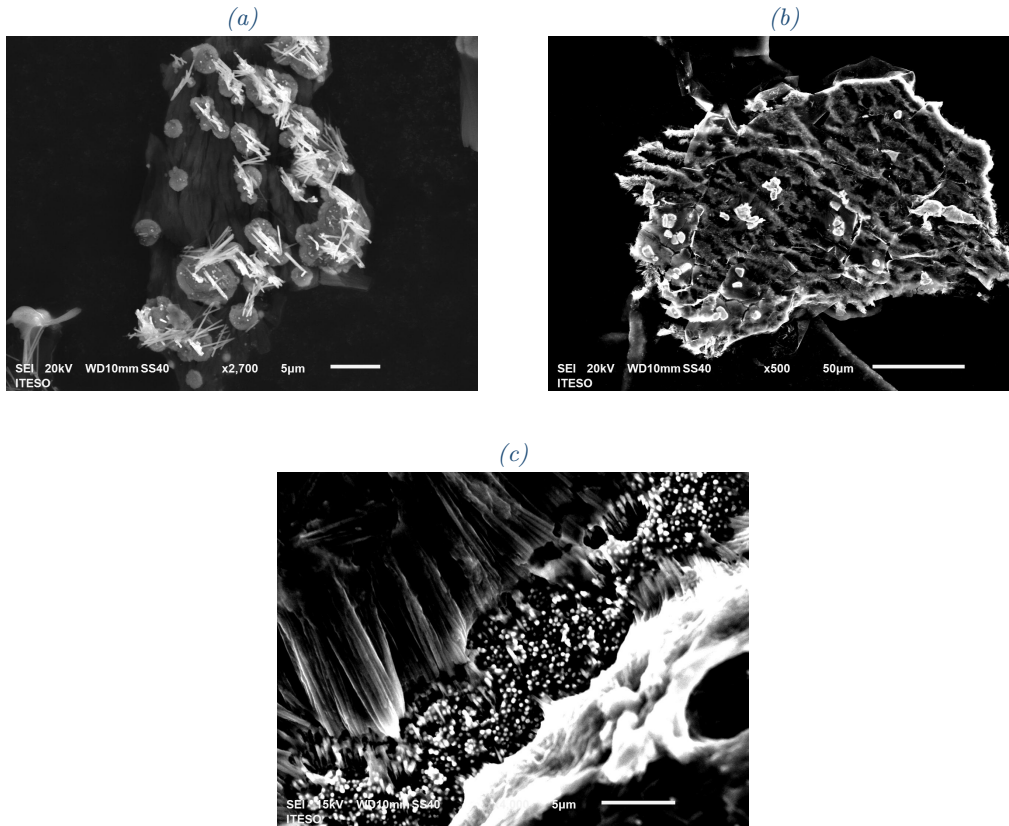
Figura 26: (a) Microscopia superficial de película de Fe-Ga depositada sobre electrodo de cobre que permite visualizar la morfología de las nanoestructuras de la aleación, (b) Microscopia de Nanoestructuras de Fe-Ga aisladas, provenientes de deposición sobre membrana de Nylon adicionada con PVD Ti/Ag/Au y montada sobre rejilla con la finalidad de obtener la eficiencia de su desarrollo y composición.

### Distribución de Tamaños de Alambres

Las membranas que permitían el crecimiento de hilos por la morfología de sus poros eran las de AAO, PCTE y PETE. Enseguida se reportan los resultados de tamaño promedio y las micrografías en las que se pueden observar dichas morfologías.

Tabla 5: Mediciones de tamaño obtenidas del software ImageJ

PCTE		PETE		AAO	
Medición	Tamaño [μm]	Medición	Tamaño [μm]	Medición	Tamaño [μm]
1	0.192	1	0.201	1	0.253
2	0.178	2	0.247	2	0.258
3	0.209	3	0.186	3	0.352
4	0.168	4	0.200	4	0.284
5	0.222	5	0.206	5	0.224
6	0.242	6	0.179	6	0.340
7	0.229	7	0.225	7	0.244
8	0.402	8	0.130	8	0.232
9	0.184	9	0.153	9	0.203
10	0.176	10	0.178	10	0.342
11	0.159	11	0.167	11	0.277
12	0.305	12	0.206	12	0.290
13	0.243	13	0.206	13	0.278
14	0.206	14	0.173	14	0.299
<b>Promedio</b>	<b>0.222</b>	<b>Promedio</b>	<b>0.190</b>	<b>Promedio</b>	<b>0.277</b>



*Figura 27: Microscopias donde se pueden observar nanohilos resultantes de la síntesis a través de membrana de (a) PCTE (b) PETE (c) AAO*

Tanto las mediciones del PETE como las de AAO muestran un tamaño cercano al tamaño de poro ( $0.2 \mu\text{m}$ ), sugiriendo que se han rellenado correctamente los poros. Sin embargo, la membrana de PCTE generó hilos con mayor diámetro que el tamaño de poro ( $0.1 \mu\text{m}$ ), aunque esto probablemente se deba a falta de lavado de la muestra.

#### 4. Reflexiones del alumno o alumnos sobre sus aprendizajes, las implicaciones éticas y los aportes sociales del proyecto

##### **Isaac Newton Reynoso:**

- Aprendizajes profesionales

En el desarrollo del proyecto tuve la oportunidad de adquirir habilidades en el ámbito de investigación, síntesis y caracterización de muestras que resultaron en una mejora en mi habilidad de análisis como en el pensamiento teórico y experimental. Realizar un análisis y explicación de los resultados cualitativos como cuantitativos durante el semestre conforme se obtenían los resultados, me fue de gran aprendizaje y crecimiento; el trabajo en un proyecto de investigación conlleva

retos y limitantes, donde la investigación me llevo a ir reconociendo mis errores experimentales y pasos a seguir para llegar al resultado deseado.

El panorama en el que se desenvuelve este proyecto me era familiar, puesto que, como se mencionó en el apartado de justificación, nos encontramos en una nueva revolución industrial donde el acceso a la información y obtención de datos verídicos de manera individual se está volviendo una prioridad para la sociedad. Ante esto consideraba que era de gran oportunidad el desarrollo de la nanotecnología, no obstante, la investigación y trabajo en un proyecto relacionado con la síntesis e investigación alrededor de los sensores y dispositivos de recolección de energía me ayudo a comprender los temas que engloba el avance en este sector.

#### ■ Aprendizajes Sociales

Actualmente la sociedad se encuentra en la necesidad de realizar un cambio generacional donde se cambié la noción de crecimiento económico y consumo energético; este proyecto me ayudo a comprender la importancia de esto y las posibilidades que existen como soluciones. El desarrollo de redes inalámbricas para sensores tiene la posibilidad de cambiar para bien el sector de la medicina y la tecnología en general. Para que estas redes tengan un impacto significativo en la sociedad, es esencial el crecimiento en el sector de los cosechadores de energía, de manera que podamos generar energía renovable con los medios que nos rodean.

El futuro de estas aplicaciones se encuentra en un punto de inflexión importante y me siento motivado a seguir trabajando e investigando en proyectos que aporten de manera importante en mejorar aspectos de la salud de la sociedad, así como la mejora en el sector medioambiental y reducir los residuos que pueda tener el desarrollo de estos materiales, pues no es ningún secreto que el sector de la investigación genera residuos difíciles de desechar sin un impacto significante en el medio ambiente.

#### ■ Aprendizajes Éticos

La oportunidad de trabajar en un proyecto de investigación me ayudo a tomar conciencia de lo importante que es realizar una toma de decisiones consciente y respaldada en teoría que aporte al desarrollo y mejora de lo analizado tanto cualitativa como cuantitativamente, además de tener en cuenta que estar abierto a seguir investigando y aprendiendo sin importar la fase en la que este el proyecto es de fundamental importancia para que este mejore.

#### ■ Aprendizajes Personales

Personalmente me nutrió mucho el trabajo con compañeros de mi misma carrera en un proyecto de investigación, pues si bien, me parece muy interesante el área de investigación, no había tenido un acceso a la experiencia y factores que implica el tener que desarrollar y aprender de un proyecto que sigue en desarrollo y del que no se tiene un amplio conocimiento. Me sentí retado

y motivado a la vez, a seguir investigando y buscando la manera de aportar a la sociedad desde la oportunidad que se me brindó.

### **Rodrigo Rosado Rivial**

- **Aprendizajes Profesionales**

El proyecto me permitió desarrollar muchas de mis habilidades en el laboratorio. Creo que reforcé mucho mi capacidad para desarrollar hipótesis acerca del porqué obteníamos ciertos resultados. Además de esto, cuando eran no deseados, también desarrolle la capacidad de buscar buenas soluciones. Aprendí de 0 una técnica nueva para crear sistemas de electrodeposición para hacer películas delgadas y nanoestructuras.

Aprendí nuevas técnicas para montar, limpiar y preparar muestras en general y su importancia durante las caracterizaciones.

- **Aprendizajes Sociales**

Lo más importante de los aprendizajes sociales fue el desarrollo de mejores habilidades de trabajo en equipo. La división de trabajo fue fundamental en el constante desarrollo del proyecto y esta provino más que nada de buena comunicación y cuando falló, fue a causa de falta de comunicación.

- **Aprendizajes Éticos**

Es un error separar por completo el proceso de aprendizajes éticos durante el desarrollo de proyectos, en especial al hablar de materiales nuevos. Conocemos que el galfenol fue desarrollado por primera vez como un proyecto de investigación de la marina Estado Unidense, por la importancia en la mejora de dispositivos utilizados por submarinos y otro de embarcaciones militares con dispositivos de navegación bajo el agua. Esto implica tener en mente consideraciones sobre la moralidad de la investigación.

Si bien el hecho de que el desarrollo haya provenido de dinero con la intención de ser usado en situaciones de guerra; y por lo tanto su existencia se puede ver como utilitariamente mala, esto se debe poner en el contexto actual. Gracias a que esta investigación se inició, se puso al galfenol en el foco de estudio y está brindando más opciones para que sean utilizados estos conocimientos para crear mejores condiciones de vida para la gente. Además, el dar opciones de uso para una tecnología que tiene moralidad cuestionable permite que si se mantiene sin usarse el mal propósito para el que fue diseñado, la moralidad del diseño inicial tendría que ser positiva.

- **Aprendizajes Personales** Aprendí muchas más cosas de mí de lo que pensaba. El contexto de mi vida en el que se ha estado desarrollando este proyecto me ha ofrecido la oportunidad de que este me ayude a aprender de mis capacidades y límites al trabajar; de mis peculiaridades para el trabajo en equipo y del tipo de persona con la que trabajo mejor. También identifiqué otra forma en la que puedo motivar mis estudios y empujarme a ser mejor al trabajar en ellos.

## 5. Conclusiones

### Conclusiones

- Se logro desarrollar y caracterizar estructuras de Galfenol.
- Se utilizó el método de electrodeposición a tres electrodos para una síntesis estable de las nanoestructuras.
- Se identificaron los parámetros de deposición correctos para obtener la composición de Fe-Ga deseada en nanoestructuras embebidas en distintos tipos de membranas.
- Se utilizaron diferentes membranas en el desarrollo de nanoestructuras embebidas.
- Se identificaron los métodos para aislar las nanoestructuras a partir de las membranas.

### Perspectivas para el avance del proyecto

- Experimentar con parámetros y montaje para reducir oxidación en la muestra.
- Mejorar proceso de limpieza y aislamiento de nanoestructuras, así como su preparación para caracterización.
- Estudiar el coeficiente de magnetostricción en nanoestructuras.
- Analizar anisotropía magnética de las muestras.

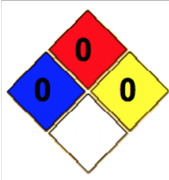




## Referencias





- Annapureddy, V., Palneedi, H., Hwang, G.-T., Peddigari, M., Jeong, D.-Y., Yoon, W.-H., Kim, K.-H., & Ryu, J. (2017). Magnetic energy harvesting with magnetoelectrics: an emerging technology for self-powered autonomous systems [Publisher: The Royal Society of Chemistry]. *Sustainable Energy & Fuels*, 1(10), 2039-2052. <https://doi.org/10.1039/c7se00403f>
- Arias Maya, L. E., & Vanegas Useche, L. (2004). Materiales Compuestos Inteligentes.
- Clark, A., Restorff, J., Wun-Fogle, M., Lograsso, T., & Schlagel, D. (2000). Magnetostrictive properties of body-centered cubic Fe-Ga and Fe-Ga-Al alloys [Conference Name: IEEE Transactions on Magnetism]. *IEEE Transactions on Magnetism*, 36(5), 3238-3240. <https://doi.org/10.1109/20.908752>
- Clark, A., Wun-Fogle, M., Restorff, J., Lograsso, T., & Cullen, J. (2001). Effect of quenching on the magnetostriction on Fe/<sub>1-x</sub>Ga/<sub>x</sub> (0.13x;0.21) [Conference Name: IEEE Transactions on Magnetism]. *IEEE Transactions on Magnetism*, 37(4), 2678-2680. <https://doi.org/10.1109/20.951272>

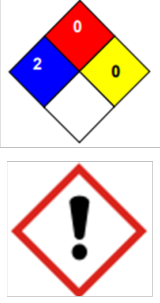

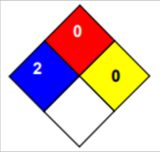

- Dios, J. R. (2004). Magnetostricción y Materiales Magnetoelásticos. *Gobierno Vasco, Departamento de Industria, Comercio y Turismo*, 3.
- Estrine, E. C., Robbins, W. P., Maqableh, M. M., & Stadler, B. J. H. (2013). Electrodeposition and characterization of magnetostrictive galferol (FeGa) thin films for use in microelectromechanical systems [Publisher: American Institute of Physics]. *Journal of Applied Physics*, 113(17), 17a937. <https://doi.org/10.1063/1.4799775>
- Fleischmann, S., Spencer, M. A., & Augustyn, V. (2020). Electrochemical Reactivity under Confinement Enabled by Molecularly Pillared 2D and Layered Materials† [Publisher: American Chemical Society]. *Chemistry of Materials*. <https://doi.org/10.1021/acs.chemmater.0c00648>
- Garg, T., Goyal, L. M., Garg, T., & Goyal, L. M. (2023). *Magnetoelectric Composites-Based Energy Harvesters*. IntechOpen. <https://doi.org/10.5772/intechopen.110875>
- Gladis Labrada Delgado, A. I. P. M. (s.f.). Microscopios Electrónicos de Barrido(SEM). [http://www.linan-ipicyt.mx/Microscopio.de\\_Barrido.html](http://www.linan-ipicyt.mx/Microscopio.de_Barrido.html)
- Hall, R. C. (2004). Single Crystal Anisotropy and Magnetostriction Constants of Several Ferromagnetic Materials Including Alloys of NiFe, SiFe, AlFe, CoNi, and CoFe. *Journal of Applied Physics*, 30(6), 816-819. <https://doi.org/10.1063/1.1735247>
- Iselt, D., Gaitzsch, U., Oswald, S., Fähler, S., Schultz, L., & Schlörb, H. (2011). Electrodeposition and characterization of Fe<sub>80</sub>Ga<sub>20</sub> alloy films. *Electrochimica Acta*, 56(14), 5178-5183. <https://doi.org/10.1016/j.electacta.2011.03.046>
- Jaugstetter, M., Blanc, N., Kratz, M., & Tschulik, K. (2022). Electrochemistry under confinement [Publisher: Royal Society of Chemistry]. *Chemical Society Reviews*, 51(7), 2491-2543. <https://doi.org/10.1039/d1cs00789k>
- Lechuga, L. M. (2011). *Nanomedicina: aplicación de la nanotecnología en la salud* [Accepted: 2012-01-24T10:57:46Z]. Grupo 5.
- McGary, P. D., & Stadler, B. J. H. (2005). Electrochemical deposition of Fe<sub>1-x</sub>Ga<sub>x</sub> nanowire arrays. *Journal of Applied Physics*, 97(10), 10r503. <https://doi.org/10.1063/1.1851435>
- McGary, P. D., Tan, L., Zou, J., Stadler, B. J. H., Downey, P. R., & Flatau, A. B. (2006). Magnetic nanowires for acoustic sensors (invited). *Journal of Applied Physics*, 99(8), 08b310. <https://doi.org/10.1063/1.2167332>
- Méndez López, C. P., Bryan Aldemar Muñoz Chamorro. (2012). Nanochips y nanosensores para el diagnóstico temprano de cáncer oral: una revisión. *Universitas Odontológica*.
- Ng, J. H. .-, Record, P. M., Shang, X., Wlodarczyk, K. L., Hand, D. P., Schiavone, G., Abraham, E., Cummins, G., & Desmulliez, M. P. Y. (2015). Optimised co-electrodeposition of Fe-Ga alloys for maximum magnetostriction effect. *Sensors and Actuators A: Physical*, 223, 91-96. <https://doi.org/10.1016/j.sna.2014.12.014>

- NOAA. (2023). What is sonar? *US Department of Commerce, National Oceanic and Atmospheric Administration*.
- Perejón Rubio, I. d. R. (2020). Nanosensores de aplicación en salud [Accepted: 2020-12-16T15:36:55Z].
- Ramírez, M. G. (s.f.). Crecimiento y caracterización de películas delgadas de la aleación magnetostrictiva Fe<sub>1-x</sub>Ga<sub>x</sub>: correlación entre la textura cristalina y sus propiedades magnéticas.
- Reddy, S. M., Park, J. J., Na, S.-M., Maqableh, M. M., Flatau, A. B., & Stadler, B. J. H. (2011). Electrochemical Synthesis of Magnetostrictive Fe–Ga/Cu Multilayered Nanowire Arrays with Tailored Magnetic Response [eprint: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/pdf/10.1002/adfm.201101390>]. *Advanced Functional Materials*, 21(24), 4677-4683. <https://doi.org/10.1002/adfm.201101390>

## Anexos

Reactivo	Pictogramas y NFPA.	Características	Precauciones
Agua destilada (H <sub>2</sub> O)		<ul style="list-style-type: none"> <li>- Punto ebullición: 100 °C</li> <li>- Punto de fusión: 0 °C</li> <li>- Presión de vapor: (20°C) 23 hPa</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Sustancia no peligrosa</li> </ul>
Isopropanol (C <sub>3</sub> H <sub>8</sub> O)	 	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Líquido y vapores muy inflamables</li> <li>- Provoca irritación ocular grave</li> <li>- Puede provocar somnolencia o vértigo</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Mantener alejado de calor, superficies calientes, chispas llamas al descubierto y otras fuentes de ignición.</li> <li>- Evitar respirar el polvo/ el humo/ el gas, la niebla/ los vapores/ el aerosol</li> <li>- Evitar el vertido tanto del producto como de su envase al medio ambiente</li> </ul>
Acetona (C <sub>3</sub> H <sub>6</sub> O)	 	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Fácilmente inflamable</li> <li>- Irrita los ojos</li> <li>- La exposición repetida puede provocar sequedad o formación de grietas en la piel</li> <li>- La inhalación de vapores puede provocar somnolencia y vértigo</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>- Conservar alejado de toda llama o fuente de chispas</li> <li>- Consérvese el recipiente en lugar bien ventilado</li> <li>- Evitar el vertido tanto del producto como de su envase al medio ambiente</li> </ul>

<p>Alcohol etílico (C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>O)</p>		<p>- Fácilmente inflamable - Irrita los ojos - La exposición repetida puede provocar sequedad o formación de grietas en la piel</p>	<p>- Conservar alejado de toda llama o fuente de chispas - Consérvese el recipiente en lugar bien ventilado</p>
<p>Hidróxido de sodio (NaOH)</p>		<p>Caliente o fundido puede reaccionar violentamente con el agua, en contacto con metales genera hidrógeno lo que lo hace inflamable y explosivo.</p>	<p>Provoca quemaduras graves en la piel y lesiones oculares graves. Mantener el recipiente herméticamente cerrado.</p>
<p>Ácido sulfúrico (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>)</p>		<p>- Líquido aceitoso, inodoro e incoloro a condiciones normales. Toma un ligero olor picante en caliente - Densidad de vapor: 3.4 - Compuesto no explosivo ni inflamable - pH: 0.3 - Temperatura de descomposición: 30°C</p>	<p>- No inducir el vómito en caso de ingestión contacto - En caso de contacto lavar con abundante agua. - No transportar co- sustancias explosivas</p>
<p>Citrato de Sodio. (Na<sub>3</sub>C<sub>6</sub>H<sub>5</sub>O<sub>7</sub> • 2H<sub>2</sub>O) Peso molecular: 294.1 g/mol</p>		<p>N/A</p>	<p>No son necesarias medidas especiales No respirar el polvo.</p>

<p>Sulfato de Hierro <math>\text{FeSO}_4 \cdot 7 \text{H}_2\text{O}</math></p>		<p>- Nocivo en caso de ingestión normales. Toma un ligero olor picante en caliente - Masa molar: 278 g/mol - Compuesto no reactivo bajo condiciones ambientales normales</p>	<p>Retirar las prendas contaminadas En caso de incendio, no utilizar agua Eliminar y desecharse como residuos peligrosos</p>
<p>Sulfato de Galio <math>\text{Ga}_2\text{H}_2\text{O}_13\text{S}_3</math></p>		<p>Masa molar: 445.63 g/mol Puede ser corrosivo para los metales Nocivo en caso de ingestión</p>	<p>Conservar únicamente en el embalaje original Llevar guantes/gafas de protección</p>
<p>Sulfato de Sodio <math>\text{Na}_2\text{SO}_4</math></p>		<p>Masa molar: 142 g/mol material que es normalmente estable, incluso bajo condiciones de incendio</p>	<p>Utilización de ventilación local y general. Tomar medidas de precaución contra descargas electrostáticas</p>
<p>Cresol</p>		<p>Masa molar: 108.1 g/mol Tóxico en caso de ingestión o en contacto con la piel Este material es combustible, pero no fácilmente inflamable.</p>	<p>Mantener el producto alejado de los desagües y de las aguas superficiales y subterráneas. Prever una ventilación suficiente. Manipúlese y ábrase el recipiente con prudencia. Áreas sucias limpiar bien.</p>