



"El saber de mis hijos  
hará mi grandeza"

# UNIVERSIDAD DE SONORA

---

---

División de Ciencias Exactas y Naturales

Departamento de Investigación en Física

Maestría en Ciencias en Electrónica

## DISEÑO Y CARACTERIZACIÓN DE UN SISTEMA DE CONTROL ELECTRÓNICO PARA LA SÍNTESIS DE NANOPARTICULAS DE PLATA

### T E S I S

Presentada en cumplimiento de los requisitos para obtener el  
grado de **Maestro en Ciencias en Electrónica**

Presenta:

**ING. BENJAMIN SAID CORONEL GONZALEZ**

**Director:** DR. ANTONIO RAMOS CARRAZCO

**Codirector:** DR. JOSÉ RAFAEL BENITO NORIEGA LUNA

Hermosillo, Sonora. Enero 2022

# Universidad de Sonora

Repositorio Institucional UNISON



“El saber de mis hijos  
hará mi grandeza”



Excepto si se señala otra cosa, la licencia del ítem se describe como openAccess

## RESUMEN

Este trabajo de investigación busca aportar conocimientos en el proceso de síntesis de nanopartículas de plata (AgNPs) por el método de electrólisis. A través de una metodología, se propone el diseño y fabricación de una tarjeta que controle los parámetros más importantes de la síntesis; tales como, el voltaje aplicado entre electrodos, tiempo de conmutación y tiempo de síntesis; los cuales afectan directamente al tamaño de las nanopartículas. A través de un sistema electrónico, se presenta el desarrollo de varios circuitos para controlar dichos parámetros. Estos últimos han sido identificados como: circuito de potencia, de amplificación y de control; los cuales fueron simulados y después ensamblados en una tarjeta de prueba para verificar el funcionamiento deseado. Posteriormente, se fabricó una tarjeta de circuitos impresos (PCB, por sus siglas en inglés) y se realizó la programación correspondiente de la misma, para después realizar pruebas experimentales al sintetizar AgNPs. Con relación al sistema electrónico, se destaca su simplicidad de funcionamiento, bajo costo en la fabricación, la capacidad de trabajar con diferentes volúmenes de agua destilada y tiempos de conmutación. También se destaca el amplio intervalo de trabajo de 0 a  $\pm 30$  V, con resolución mínima de 1 V y una corriente máxima de operación de 33 mA, lo cual permite la obtención de diferentes tamaños, dispersión y concentración de nanopartículas de plata. Como resultados generales de la síntesis de nanopartículas de plata, se describen las caracterizaciones de Dispersión Dinámica de Luz (DLS, por sus siglas en inglés), Espectroscopia UV-Vis y Microscopia de Fuerza Atómica (AFM, por sus siglas en inglés), mediante las cuales se comprueba la obtención de partículas de Ag con tamaños inferiores a los 15 nm de diámetro. Con lo anterior se determinó que las mejores condiciones para la síntesis, fue con los parámetros de 30 V y 80 °C, con los cuales se obtiene una muestra más limpia, en términos de contaminación de óxido de plata, y una disminución considerable en el tiempo de síntesis.

# CONTENIDO

<b>1</b>	<b>INTRODUCCIÓN.....</b>	<b>7</b>
1.1	Antecedentes .....	8
1.2	Hipótesis.....	9
1.3	Justificación.....	9
1.4	Objetivos .....	10
<b>2</b>	<b>MARCO TEÓRICO.....</b>	<b>11</b>
2.1	Nanotecnología .....	11
2.2	Nanopartículas de plata.....	12
2.3	Síntesis de nanopartículas de plata .....	14
2.4	Control de tamaño de nanopartículas de plata.....	16
2.5	Aplicaciones de nanopartículas de plata .....	19
<b>3</b>	<b>DISEÑO E IMPLEMENTACIÓN DE TARJETA DE CONTROL.....</b>	<b>23</b>
3.1	Descripción del circuito electrónico .....	24
3.2	Diseño esquemático de circuito en Kicad.....	29
3.3	Implementación de circuitos en <i>protoboard</i> .....	32
3.4	Programación de circuito con Arduino.....	34
3.5	Pruebas de los circuitos en la síntesis de nanopartículas .....	35
<b>4</b>	<b>RESULTADOS.....</b>	<b>39</b>
4.1	Curvas de voltaje y corriente del circuito en LTspice .....	39
4.2	Representación gráfica del PCB en software KiCAD .....	50
4.3	Medición de señales en circuito del sistema de electrólisis de AgNP's. ....	56
4.4	Configuración de niveles de voltaje en Arduino y LabView .....	64
4.5	Síntesis y caracterización de nanopartículas de plata.....	65
<b>5</b>	<b>CONCLUSIONES.....</b>	<b>87</b>
<b>6</b>	<b>BIBLIOGRAFÍA.....</b>	<b>88</b>

## INDICE DE FIGURAS

Figura 1 Sistema automatizado de electrólisis para la síntesis de nanopartículas de plata. [15].	17
Figura 2 Diagrama esquemático de la preparación de AgNPs: circulación del fluido en el sistema electroquímico pulsado para preparar AgNPs. [36].	18
Figura 3 Esquema del sistema de flujo continuo de la síntesis electrolítica. [37].	19
Figura 4 (a) Patrones conductivos de Ag impresos a chorro de tinta sobre sustratos de poliimida usando nanopartículas de plata. (b) Imágenes confocales de una sola gota de tinta después del secado y líneas impresas. [33].	21
Figura 5 Diagrama de bloques de sistema electrónico para la síntesis de AgNPs.	23
Figura 6 Circuito de potencia de la fuente de voltaje	26
Figura 7 Diagrama de bloques de configuración "Daisy-Chain" [42].	27
Figura 8 Circuito de control de voltaje	28
Figura 9 Circuito de amplificación	29
Figura 10 Circuito esquemático de fuente de alimentación de voltajes capturado en Kicad.	30
Figura 11 Circuito esquemático del control de voltajes para síntesis capturado en Kicad.	31
Figura 12 Esquemático de circuito de amplificación de fuente de voltaje capturado en Kicad	32
Figura 13 Circuito de potencia de fuente de voltaje en protoboard.	33
Figura 14 Circuito de control de fuente de voltaje en protoboard.	34
Figura 15 Circuito de amplificación en protoboard	34
Figura 16 Imagen de arreglo experimental con fuente de voltaje en protoboard.	36
Figura 17 Imagen de arreglo experimental con fuente de voltaje en PCB.	38
Figura 18 Circuito esquemático capturado en LTspice, para la simulación de la operación de las fuentes reguladas de voltaje.	40
Figura 19 Gráfica de voltajes de salida (L1 y L2), de transformador.	41
Figura 20 Gráfica de valor de rizo en voltajes rectificadas $V_p$ y $V_n$ .	42
Figura 21 Gráfica de voltajes regulados $V_{dd}$ y $V_{ee}$ sin capacitores de retardo.	43

Figura 22 Gráfica de voltajes regulados Vdd y Vee con capacitores de retardo (250 ms). .....	44
Figura 23 Gráfica de voltaje de referencia V_ref. ....	45
Figura 24 Gráfica de voltajes de conmutación de DAC's. ....	46
Figura 25 Circuito esquemático capturado en LTspice, para la simulación de la operación de los circuitos de amplificación. ....	48
Figura 26 Voltaje diferencial entre electrodos a diferente selección de voltaje en DAC's (Ve1, Ve2). ....	49
Figura 27 Grafica de barrido de resistencia contra voltaje y corriente. ....	50
Figura 28 Diseño de pistas de la placa electrónica de Módulo DAC. ....	51
Figura 29 Distribución de componentes en tarjeta electrónica del módulo DAC. ....	52
Figura 30 Diseño de pistas de la placa electrónica del sistema de síntesis. ....	53
Figura 31 Distribución de componentes en tarjeta electrónica de sistema de síntesis. ....	54
Figura 32 Diseño 3D de tarjeta electrónica de Módulo DAC. ....	55
Figura 33 Diseño 3D de tarjeta electrónica de sistema de síntesis. ....	56
Figura 34 Voltajes a la salida de transformador con 47.8 y 47.4 Vp-p. ....	57
Figura 35 Voltajes rectificadas sin capacitores de filtrado con 46.6 y 46.2 Vp-p. ....	58
Figura 36 Voltajes rectificadas con capacitores de filtrado con 21.33 y -22.05 V. ....	59
Figura 37 Valor de rizo en voltajes V+ y V-, 159 y 30 mV de amplitud. ....	60
Figura 38 Voltajes con cambio de polaridad en salida de DAC's $\pm 5$ V. ....	61
Figura 39 Voltajes amplificados con cambio de polaridad $\pm 15$ V. ....	62
Figura 40 Voltaje diferencial entre electrodos $\pm 30$ V. ....	63
Figura 41 Valor de ruido en señal amplificada, parte positiva +30 V (arriba), parte negativa -30 V (abajo). ....	64
Figura 42 Experimentos realizados con 5 minutos de conmutación. ....	66
Figura 43 Experimentos realizados con 10 minutos de conmutación. ....	67
Figura 44 Experimentos realizados hasta 5 mA como límite. ....	68
Figura 45 Experimentos realizados hasta 10 mA como límite. ....	69
Figura 46 Experimentos realizados hasta 15 mA como límite. ....	70
Figura 47 Equipo para la medición de absorbancia por el método de espectrofotometría UV-Vis. ....	71

Figura 48 Gráfica de caracterización UV-Vis de muestras de DDE1. ....	72
Figura 49 Gráfica de caracterización UV-Vis a muestras de DDE2. ....	73
Figura 50 Equipo para la medición de tamaños por el método de dispersión dinámica de luz (DLS). ....	74
Figura 51 Distribución de tamaños para las muestras con tiempo de conmutación de 5 min. ....	75
Figura 52 Distribución de tamaños para las muestras con tiempo de conmutación de 10 min. ....	76
Figura 53 Distribución de tamaños para las muestras de los experimentos realizados hasta 5 mA. ....	77
Figura 54 Distribución de tamaños para las muestras de los experimentos realizados hasta 10 mA. ....	78
Figura 55 Distribución de tamaños para las muestras de los experimentos realizados hasta 15 mA. ....	79
Figura 56 Equipo para la determinación de la superficie por el método de Microscopía por Fuerza Atómica (AFM). ....	80
Figura 57 Caracterización AFM de muestra n7, obtenida con el sistema implementado en protoboard. ....	81
Figura 58 Caracterización AFM de muestra n16, obtenida con el sistema ya integrado en PCB. ....	82

# 1 INTRODUCCIÓN

Desde hace décadas el interés por estudiar la materia a escalas mucho más pequeñas ha ido en aumento. Lo cual dio lugar al surgimiento de una nueva área llamada nanotecnología; siendo esta la que permite manipular y modificar los materiales a una escala nanométrica comprendida de 1 nm a 100 nm. La razón de su popularidad se debe principalmente a que los materiales a esta escala presentan propiedades electrónicas, magnéticas, ópticas, termodinámicas y catalíticas, derivadas del confinamiento cuántico, a diferencia de estos a una escala macroscópica [1].

Por esta razón, distintas áreas de estudio tales como la medicina, biología, electrónica y química, están en constante investigación para encontrar aplicaciones y desarrollar dispositivos basados en nanomateriales que beneficien el bienestar de la humanidad. Por mencionar algunas de sus aplicaciones, se destacan el diagnóstico y tratamiento médico, debido a materiales con propiedades antibacterianas [2], usos en imagenología (rayos X) por su interacción con la luz [3], biosensores, ya que los nanomateriales mejoran la transferencia de electrones entre las superficies de electrodos y algunas proteínas [4].

El área de la electrónica no se queda atrás, ya que ha aprovechado las propiedades únicas de los nanomateriales en distintas aplicaciones. Un ejemplo de esto es que se ha demostrado una menor pérdida eléctrica en conductores fabricados con nanopartículas de plata, debido a que estos presentan una menor rugosidad en su superficie, lo cual permite su aplicación en frecuencias mayores a 80 GHz [5]. Por otro lado, se ha visto un aumento en el interés hacia la tecnología aditiva para la fabricación de circuitos y componentes electrónicos por medio de tintas conductoras, la cual ha tomado importancia en el área de la electrónica impresa en 3D [6].

Lo anterior ha motivado al presente proyecto de investigación, con el desarrollo de un sistema electrónico que puedan controlar las condiciones de síntesis para producir nanopartículas de plata en la escala nanométrica.

## 1.1 Antecedentes

Distintas nanoestructuras han sido obtenidas por diferentes métodos químicos y físicos. En particular, las nanopartículas se han obtenido en materiales semiconductores, metales y cerámicos, derivándose múltiples líneas de investigación y desarrollo tecnológico. Las nanopartículas metálicas han alcanzado su auge en las ciencias biomédicas [7], sistemas de almacenamiento de energía eléctrica (baterías) [8], administración de medicamentos [2], celdas solares [9], sensores [4], etc.

En los últimos años, la plata ha ganado interés debido a sus propiedades que incluyen su actividad catalítica, estabilidad química, conducción de electricidad y de calor. Adicionalmente, la plata es considerada como uno de los mejores metales de transición [10] y entre sus principales aplicaciones, la investigación médica ha desarrollado productos tales como apósitos para heridas [11] [12], instrumental quirúrgico [13] y prótesis óseas [14].

Existen diferentes técnicas por las cuales se pueden sintetizar las nanopartículas de plata, las más comunes son la reducción química de una sal metálica, la descomposición térmica, el depósito por vapor químico, la aproximación organometálica y la síntesis electroquímica o electrólisis.

Utilizando este último método, se han obtenido nanopartículas de forma esférica. Una forma de comprobar lo anterior, es por medio de aplicación de la caracterización de espectroscopia ultravioleta-visible (UV-VIS, de sus siglas en inglés) [15]. Reportándose tamaños de nanopartícula, inferiores a 20 nm; con suficiente estabilidad por más de 7 años, incluso en condiciones ambientales [16]. Esto último, dependiendo de las condiciones y parámetros del proceso de síntesis.

La síntesis electroquímica o electrólisis es el proceso que separa los elementos de un compuesto por medio de electricidad. Consiste en aplicar una diferencia de potencial a un par de electrodos sumergidos en una disolución. El electrodo conectado al polo positivo se conoce como ánodo y el conectado al polo negativo se conoce como cátodo. Cada electrodo atrae a los iones de la carga opuesta. Los iones negativos son atraídos y se desplazan hacia el ánodo y los iones positivos hacia el cátodo. La fuente de

alimentación es la encargada de suministrar la energía para separar los iones e incrementar su concentración en los electrodos.

Por lo anterior, las características de la alimentación eléctrica son parte fundamental de los sistemas utilizados para la electrólisis ya que esta debe ser confiable y precisa, además de garantizar bajas fluctuaciones y un voltaje con conmutación de polaridad, esto último para permitir un desgaste uniforme de los electrodos y permitir así una síntesis continua. Por esto, con el paso del tiempo estos sistemas exigen fuentes de alimentación con más prestaciones con el fin de asegurar el correcto, confiable y prolongado funcionamiento de los dispositivos. Un ejemplo de esto es en una investigación donde se diseña una fuente de voltaje altamente estable e independiente de la red eléctrica pública, utilizando una batería de 12 V, con la cual evitan el ruido excesivo y los bucles a tierra [17]. Al utilizar una fuente de este tipo, contamos con la ventaja de que cualquiera que sea el dispositivo alimentado, puede ser transportado de un lado a otro.

## **1.2 Hipótesis**

Por medio de la integración y el control electrónico automatizado de los parámetros de un proceso de electrólisis, se puede controlar la distribución de tamaños de las nanopartículas de plata.

## **1.3 Justificación**

Actualmente, existe una gran variedad de métodos químicos que permiten la obtención de nanopartículas de plata, de los cuales la mayoría implican químicos tóxicos en el proceso, resultando ser costosos y a la vez con residuos con peligro potencial para la salud del ser humano y el medio ambiente [18]. Esto ha justificado la búsqueda de métodos alternativos que sean amigables con el medio ambiente y libres de químicos tóxicos. Además, que cuenten con bajo costo y con una eficiencia comparable a otros métodos.

Lo anterior ha motivado la optimización del proceso de síntesis para las nanopartículas de plata. Por lo cual en este trabajo se propone un sistema electrónico que cuente como principales ventajas su simplicidad de uso y seguridad para el operador, además de no utilizar químicos tóxicos en la síntesis electroquímica, evitando generar residuos

peligrosos para el medio ambiente. El sistema propuesto tendrá una capacidad de sintetizar partículas de Ag (Plata) con tamaño controlado, del orden de nanómetros [15].

## **1.4 Objetivos**

### **1.4.1 Objetivo General**

Desarrollar un sistema automatizado que permita controlar el tamaño de nanopartículas de plata sintetizadas por el método de electrolisis.

### **1.4.2 Objetivos Particulares**

- Identificar los principales parámetros que afectan directamente a la síntesis de nanopartículas de plata.
- Diseñar y fabricar una fuente de voltaje variable para llevar a cabo el desgaste uniforme de los electrodos.
- Integrar un circuito de adquisición de datos para almacenar los valores de corriente durante el proceso de síntesis.
- Caracterizar los circuitos diseñados para el proceso de síntesis de nanopartículas de plata.
- Determinar la absorbancia de las nanopartículas mediante la técnica de UV-Vis para correlacionarla con el tamaño de partículas y sus propiedades ópticas.
- Determinar el tamaño de las nanopartículas obtenidas, usando el método de Dispersión dinámica de luz (DLS).
- Determinar la morfología de las nanopartículas sintetizadas, usando el método Microscopia de fuerza atómica (AFM).
- Analizar el efecto que tienen las diferentes variables en el proceso de la electrolisis.
- Ajustar el sistema para un tamaño específico en función de los parámetros.

## **2 MARCO TEÓRICO**

### **2.1 Nanotecnología**

Richard Feynman es conocido históricamente como la primera persona en hacer referencia al término de “Nanotecnología”. Esto ocurrió en el año 1959 durante su discurso titulado “There is plenty of room at the bottom” (Hay mucho más espacio en el fondo). En este discurso, Feynman, planteo la posibilidad de manipular la materia átomo por átomo. Sin embargo, él no fue el único pionero en esa época, existen algunos otros como Richard Smalley, Harold Kroto y Robert Curl quienes hicieron su aporte con el descubrimiento de un tipo de molécula de carbono, que hasta el día de hoy sigue siendo desconocida y nombraron fullereno (Buckyball), la cual ha sido muy importante en el desarrollo de esta tecnología.

En cuanto a su significado, se puede decir en términos generales que la nanotecnología es el estudio, síntesis, diseño, caracterización, producción y aplicación a niveles atómicos en la escala de 1 nm a 100 nm de estructuras, dispositivos y sistemas. Para darse una idea de la escala de la que se está hablando, tómese en cuenta que el grosor de una hoja de papel mide 100,000 nm.

Según la Organización Internacional de Normalización (ISO, de sus siglas en inglés) en 2015, la nanotecnología es la aplicación del conocimiento científico para manipular y controlar la materia predominantemente a escala nanométrica con el fin de hacer uso de sus propiedades y fenómenos relacionados con su tamaño y estructura, a diferencia de los asociados con átomos o moléculas individuales o con materiales a gran escala [19].

Con respecto a la implementación de esta ciencia, actualmente áreas como química, física, medicina, biología e ingeniería utilizan la nanotecnología como herramienta para encontrar diferentes aplicaciones que puedan contribuir de alguna manera a resolver problemáticas tanto científicas como sociales, tales como en la prevención, diagnóstico y tratamiento de enfermedades, la reducción del consumo de las materias primas, la fabricación dispositivos electrónicos, por mencionar algunos.

Cabe mencionar que todo esto se debe al diseño y desarrollo de productos fabricados a partir de nanomateriales, los cuales les otorgan características diferentes y novedosas.

Estos nanomateriales son generalmente estructuras sintetizadas de manera artificial a base de carbono, silicio y algunos metales como cadmio, selenio, oro, plata y cobre, entre otros. Su morfología se restringe a tamaños que van desde 1 a 100 nm al menos en una dimensión del material.

Estos nanomateriales pueden variar en su tipo y es que existen en diversas formas, como nanocristales, nanofibras, nanocables, nanotubos y nanopartículas, cuyas propiedades electrónicas, ópticas, mecánicas, magnéticas y catalíticas son muy útiles en un sinnúmero de aplicaciones [20]. Cabe resaltar que existe algo interesante en los nanomateriales, ya que sus propiedades físicas como pueden ser idénticas o muy parecidas a las del material en su escala convencional, también pueden cambiar considerablemente.

## **2.2 Nanopartículas de plata**

Este nanomaterial es el más estudiado y difundido debido a su practicidad de penetrar organismos vivos y su capacidad de ser utilizados como vehículos de liberación de fármacos, etiquetas de marcaje celular, etc. Las nanopartículas metálicas se distinguen por ser versátiles, ya que pueden ser utilizadas en distintas áreas como la optoelectrónica [21], procesos de tratamiento de agua [22], biomedicina [23], entre otras. Podríamos decir que las nanopartículas de oro, plata y cobre son las más utilizadas por que son las que muestran una dispersión más estable en suspensión. Incluso, existe una dependencia en las características de las nanopartículas con el método por el cual se sintetizan, ya que este es el que define su tamaño, forma y algunas otras propiedades físicas.

Actualmente, las nanopartículas de plata (AgNPs) sobresalen de las demás debido a su potencial como herramienta en aplicaciones biomédicas por sus propiedades ópticas, eléctricas, mecánicas y estructurales. Las AgNPs son un tipo de partículas metálicas a escala nanométrica que pertenecen al grupo de nanomateriales inorgánicos sintetizados artificialmente por métodos fisicoquímicos. Cabe destacar que han ganado bastante interés en las últimas décadas principalmente por su actividad antimicrobiana. Incluso existen antecedentes históricos de que los romanos utilizaban la plata para purificar el agua que consumían y actualmente se sigue utilizando para la misma aplicación [24] [25]. En el siglo XIX se utilizaba el nitrato de plata ( $\text{AgNO}_3$ ) como cicatrizante de heridas y para la epitelización [26]. De manera similar, cuando la penicilina estaba en su auge en

los años 40, se introdujo la plata como tratamiento de infecciones bacterianas [27] [28] De hecho, en el estudio [29] señalan que las nanopartículas con tamaños en el rango de 1 a 10 nm presentan una mayor interacción con la membrana celular de las bacterias. En cuanto a su forma, en [30] plantean que las nanopartículas triangulares tienen un efecto mayor contra las bacterias a comparación de las esféricas o cilíndricas. Asimismo, debido a su actividad antibacteriana se utilizan en muchos productos, pero también se pretende utilizarlas como parte de biosensores y en estudios sobre su actividad antiviral [31].

En cuanto a las características físicas de las AgNPs como tamaño, forma, tipo de superficie y estado de agregación cambiarán dependiendo de su aplicación futura. Por otro lado, una de las propiedades de las nanopartículas de plata, es que absorben y dispersan de manera muy eficiente la luz, su color depende de su tamaño y la manera en que se sintetizan. Esta interacción se debe a que los electrones de conducción de superficie oscilan colectivamente a longitudes de onda específicas al ser excitados por una fuente de luz. A este fenómeno se le conoce como resonancia de plasmón de superficie. La inmensa dispersión que tienen estas nanopartículas permite que sean visualizadas fácilmente con microscopios convencionales. Las coloraciones características para estos plasmones son azules, para resonancias de plasmón de absorción a 450 nm y amarillo-verde, para nanopartículas esféricas con absorción UV entre 500 y 600 nm.

Para determinar su tamaño y forma, existen distintas técnicas de caracterización que se utilizan en la mayoría de las investigaciones relacionadas con las nanopartículas en general. De las cuales las más utilizadas son la microscopía electrónica de transmisión (TEM, por sus siglas en inglés), microscopía de fuerza atómica (AFM, por sus siglas en inglés), microscopía electrónica de barrido (SEM, por sus siglas en inglés). Por otra parte, si lo que se busca es determinar el estado de agregación se requiere utilizar la dispersión de luz dinámica (DLS, por sus siglas en inglés) para ser analizadas en solución. También es muy útil la espectrofotometría UV-Vis para analizar formas de plasmón y tamaños, ya que dependiendo del diámetro de las nanopartículas el pico de resonancia se desplaza en la escala de longitudes de onda y puede disminuir o ampliarse en su tamaño.

### 2.3 Síntesis de nanopartículas de plata

En cuanto a los métodos por los cuales se sintetizan las nanopartículas de plata, se pueden dividir en dos categorías, las de arriba hacia abajo (*Top Down*) y las de abajo hacia arriba (*Bottom Up*). El primero consiste en la división de sólidos máscicos en porciones más pequeñas. Este enfoque puede involucrar la molienda o el desgaste, métodos químicos, y la volatilización de un sólido seguido por la condensación de los componentes volatilizados. El segundo consiste en la fabricación de nanopartículas a través de la condensación de átomos o entidades moleculares en una fase gaseosa o en solución [32].

Existen ventajas y desventajas de ambas categorías de métodos para la síntesis de materiales, un ejemplo es que en el método *Top Down*, la imperfección de la estructura superficial es un gran problema. Tal es el caso de la litografía, método que pertenece a la categoría *Top Down*, que consiste en la creación de estructuras tridimensionales a escala nanométrica en superficies delgadas mediante un proceso de estampado que puede causar daño cristalográfico significativo. Estas imperfecciones tienen un efecto significativo en las características físicas y químicas del nanomaterial.

Por otra parte, la técnica ascendente se utiliza más a menudo en la literatura sobre nanotecnología. Este tipo de síntesis consiste en crecer el nanomaterial átomo por átomo, por ejemplo, la reducción de sales y de nitratos en la industria química o la deposición de películas en la industria electrónica. El principio de este método consiste en la acumulación de un material átomo por átomo hasta obtener el nanomaterial deseado. Esta técnica juega un papel importante en la fabricación de nanoestructuras y nanomateriales, además de la ventaja de obtener menos defectos y una composición química más homogénea en el producto. Esto se debe a que la técnica es conducida principalmente por la reducción de la energía libre de Gibbs, por lo tanto, las nanoestructuras o nanomateriales producidos están en un estado más cercano al equilibrio termodinámico [32].

Uno de los métodos para la síntesis de AgNPs de mayor uso en la actualidad, por su simplicidad y rapidez en el proceso, es el de síntesis electroquímica o electrolisis. El cual consiste en la aplicación de una corriente eléctrica a un par de electrodos sumergidos en

una disolución. Cada electrodo atrae a los iones de la carga opuesta. En los electrodos se produce una transferencia de electrones entre estos y los iones, lo que produce nuevas sustancias.

El método de electrólisis puede variar ya sea por reducción de sales o erosión. Esta última es mejor conocida como “ánodo de sacrificio”, en la cual las nanopartículas de plata se forman a partir de la erosión de los electrodos del mismo metal, para después ir creciendo conforme se vayan formando pequeñas aglomeraciones de átomos. Son muchos los estudios que utilizan este método. Por ejemplo, en el trabajo [33] proponen la producción de AgNPs utilizando dos placas de plata (5 cm x 10 cm x 2 cm, 99 wt%) como electrodos, posicionados frente a frente a una distancia de 20 mm uno del otro. El electrolito en el que están sumergidas consiste en ácido cítrico ( $C_6H_8O_7$ ), hidracina monohidratada ( $N_2H_4$ ) en agua desionizada (DI, por sus siglas en inglés) y un agente dispersivo que puede ser Polivinilpirrolidona (PVP) o Tween 20. El tamaño promedio de las nanopartículas sintetizadas por este método varía en el rango de 10 a 80 nm y con un rendimiento en la producción de 2.15 g/h. Esto último es debido principalmente al tamaño de los electrodos.

En otra investigación similar, podemos observar el mismo método empleado, donde utilizan PVP y lauril sulfato de sodio (Na-LS) como estabilizador y co-estabilizador respectivamente. En cuanto a la síntesis, ésta es realizada con un generador de corriente de pulso con polaridad alterna y un agitador. Los electrodos utilizados son del 99.999% de pureza y con tamaño de 105 mm x 30 mm, sumergidos en agua desionizada como el medio dispersivo. En relación con los resultados, la espectrometría UV-Vis indica la presencia de la banda de absorción centrada a 420 nm característica de la presencia de nanopartículas en solución coloidal. A través de las caracterizaciones DLS y TEM se observa la formación de nanopartículas esféricas con tamaño promedio dentro del rango de 10 a 55 nm [34].

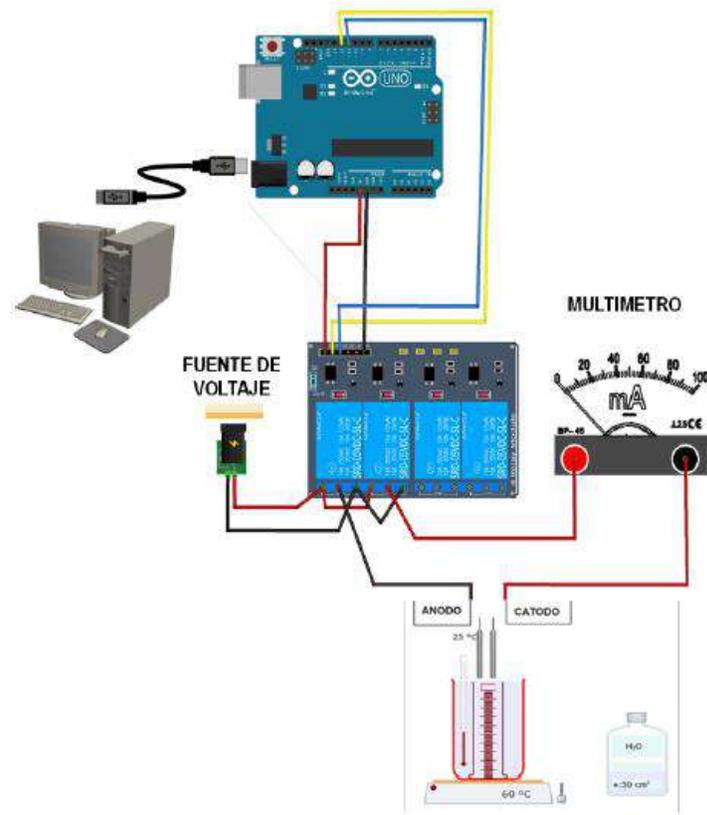
Por otro lado, debido a los cambios climáticos de nuestro planeta, se han implementado algunos cambios en esta técnica para hacer el proceso amigable con el medio ambiente, libres de químicos tóxicos, con el fin de disminuir su impacto en la naturaleza y que también favorece a la utilización de las nanopartículas en el ser humano. Tal es el caso

del trabajo [35], el cual reporta una biosíntesis de AgNPs por de electrólisis utilizando nitrato de plata ( $\text{AgNO}_3$ ) y el extracto de hojas de la planta *Adenium Obesum* o también conocida como “Rosa del Desierto” como el agente reductor de la síntesis. Con este método se llegaron a obtener nanopartículas de plata con un tamaño promedio en el rango de 55.7 a 75.2 nm. Cabe mencionar que este método se diferencia de los anteriores, ya que este consiste en la reducción de nitrato de plata ( $\text{AgNO}_3$ ).

#### **2.4 Control de tamaño de nanopartículas de plata**

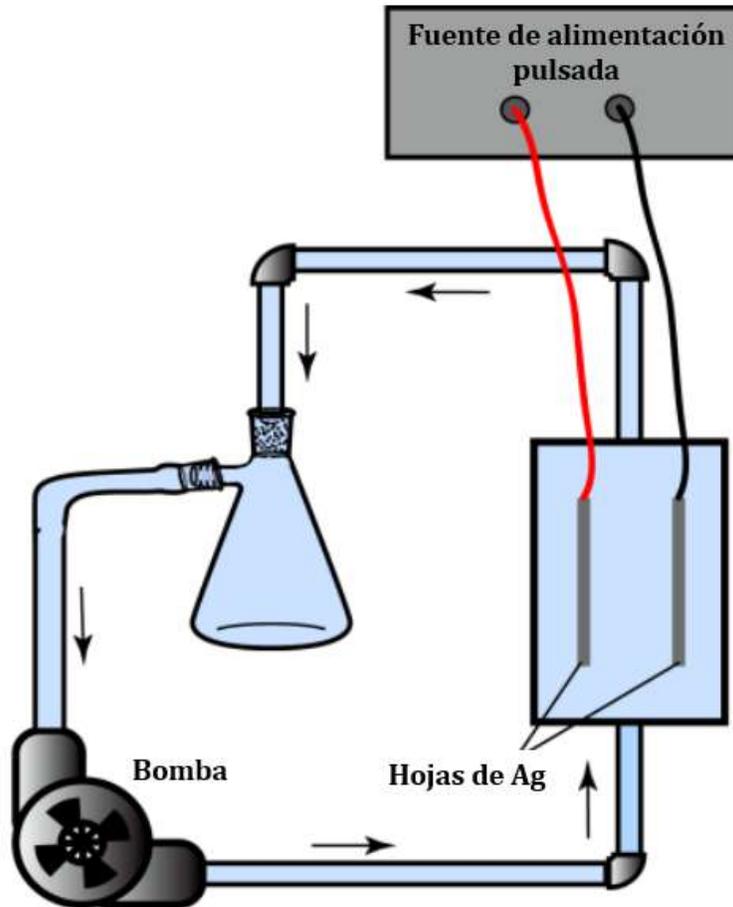
Debido a la popularidad de las AgNPs también se ha incrementado la demanda de estas para encontrar más aplicaciones en donde se puedan aprovechar. Por lo que algunas investigaciones buscan de alguna manera la producción en masa o el control de su tamaño, por el efecto que este tiene en las propiedades lo cual permitiría encontrar aún más aplicaciones en las diferentes áreas de estudio.

En el trabajo de López et al, se emplea un sistema automatizado (Figura 1) para la producción de nanopartículas de plata basado en el método de electrolisis. Utilizando varios elementos como un multímetro para la medición de corriente, una fuente de voltaje, una tarjeta de control Arduino como interfaz e instrumentación virtual con LabVIEW para el control de tiempos de reacción y tiempo de conmutación de polaridad de los electrodos. Los elementos al funcionar conjuntamente conforman un sistema capaz de realizar adquisición, procesamiento y presentación de datos. Su funcionamiento consiste en la aplicación de un voltaje a través de un módulo de relevadores, que alternara la polaridad para diferentes tiempos, hacia 2 electrodos de plata separados por 1 cm, sumergidos en agua destilada a 60°C. Con este sistema se lograron producir nanopartículas de plata con tamaños mayores a 100 nm [15].



*Figura 1 Sistema automatizado de electrólisis para la síntesis de nanopartículas de plata. [15].*

Por otro lado, Yin et al, proponen un nuevo sistema electroquímico pulsado (Figura 2) para la síntesis de tamaño controlado de nanopartículas de plata esféricas en solución coloidal. Utilizan dos hojas de plata (2 cm x 1.5 cm) sumergidas en un reactor que contiene agua ultrapura y desionizada, nitrato de plata ( $\text{AgNO}_3$ ), PVP-K30 y etanol ( $\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$ ), de grado analítico y sin purificación adicional. La polaridad de los electrodos cambia cada 30 segundos y una solución de reacción de 500 mL de 2 g/L de  $\text{AgNO}_3$  fluye por el sistema. El tiempo de la reacción fue de 30 min. Como resultado obtuvieron AgNPs esféricas bien dispersas con un diámetro en el intervalo de 10 a 30 nm. Además, los tamaños se vieron afectados por la corriente pico y por el tiempo del pulso arriba y abajo [36].



*Figura 2 Diagrama esquemático de la preparación de AgNPs: circulación del fluido en el sistema electroquímico pulsado para preparar AgNPs. [36].*

Otro estudio propone un sistema (Figura 3) para la elaboración de nanopartículas de plata con control de tamaño basado en el método de electrólisis y al igual que el anterior es amigable con el medio ambiente. Consiste en una bomba peristáltica que controla el flujo que entra y sale del reactor en donde se producen las AgNPs. De esta forma controlan el crecimiento retirando las nanopartículas del reactor, mientras más lento sea el flujo las nanopartículas tendrán más tiempo de aumentar su tamaño. Dentro del reactor están sumergidos dos bastones de plata con 2 mm de diámetro y 20 mm de longitud, y con una separación de 8 mm. Una fuente regulada de voltaje de corriente directa es la que suministra la energía a través de un dispositivo llamado “Controlador de polaridad alterno” hacia los electrodos. Esto con el fin de mantener una síntesis continua y el desgaste uniforme de los electrodos. Se utiliza una solución acuosa de 5 mg/ml como

electrolito y agente estabilizador. Diferentes tamaños de AgNPs fueron obtenidos con diferentes velocidades de flujo. Para velocidades de 60 ml/h, 80 ml/h y 100 ml/h se obtuvieron tamaños promedio de  $18.5 \pm 4.1$  nm,  $9.4 \pm 1.4$  nm y  $3.0 \pm 0.6$  nm respectivamente, además de contar con una monodispersión alta [37].

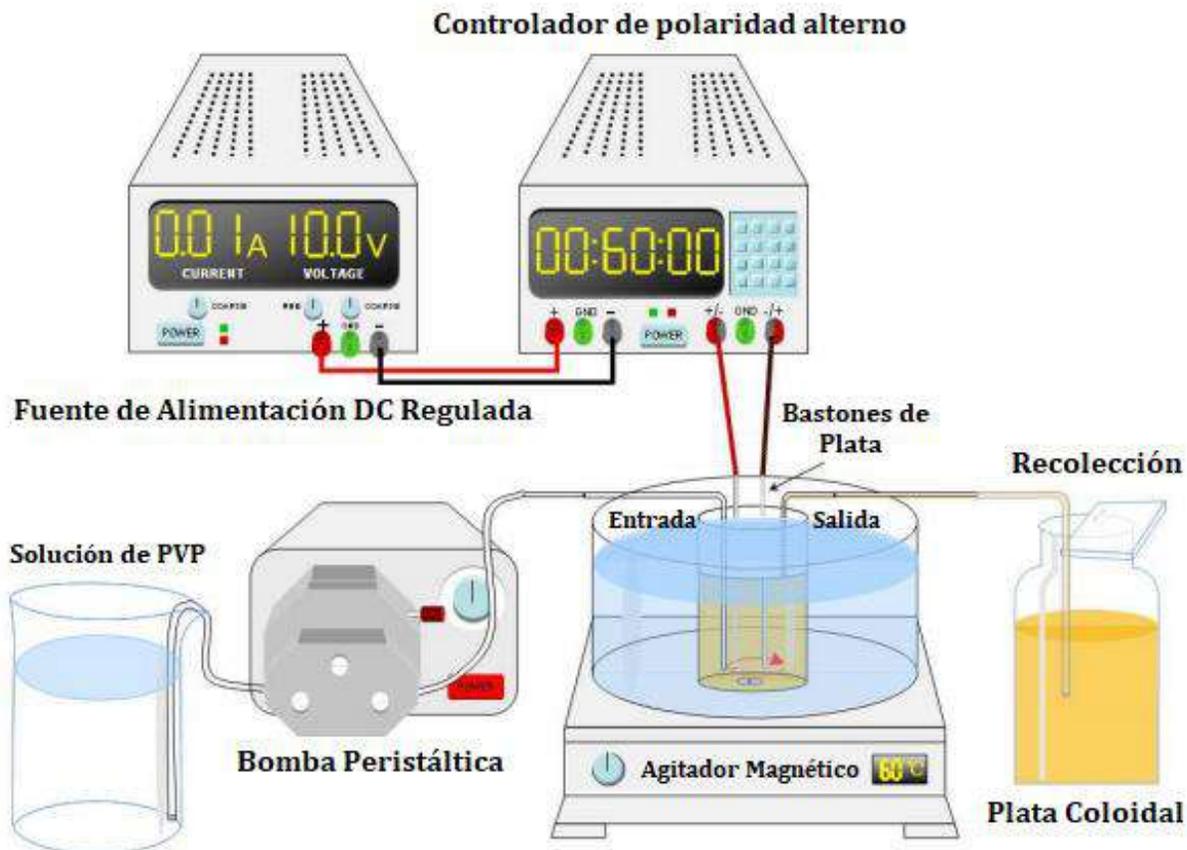


Figura 3 Esquema del sistema de flujo continuo de la síntesis electrolítica [37].

## 2.5 Aplicaciones de nanopartículas de plata

Es importante destacar que el gran interés en los últimos años de las nanopartículas en la ciencia es debido a sus propiedades, y esto ha llevado a diferentes ramas de la ciencia a estudiar su comportamiento y encontrándoles aplicaciones muy útiles para resolver problemas.

Como se mencionó anteriormente, una de las áreas en la que las nanopartículas están en su auge, es en la de medicina, en la cual se aprovechan las propiedades antibacterianas de las nanopartículas. En [23], se propone la síntesis y la implementación

de AgNPs en el ambiente hospitalario, como recubrimiento en los utensilios y vestimenta del personal médico, ya que es muy común que al estar en contacto con pacientes corran el riesgo de adquirir enfermedades infecciosas por la manipulación de material e incluso de su propia ropa, que muy probablemente esté contaminada. Además, se estudia el amplio espectro antimaterial de las nanopartículas de plata y los efectos que podrían producir en el cuerpo humano.

Incluso la empresa Samsung Electronics implementó el recubrimiento con plata, al interior de sus equipos, afectando de manera positiva a la salud de los usuarios. Esta tecnología fue llamada "*Silver Nano Health System*" y consiste en que los iones  $Ag^+$  generados a partir del recubrimiento, actúan como un escudo contra el crecimiento de las bacterias y otros organismos microbianos. Estos iones, debido a sus propiedades antibacterianas, destruyen y evitan una mayor reproducción de estas, lo que resulta en una protección efectiva de los alimentos dentro del refrigerador [38].

Otro ejemplo de la implementación de las nanopartículas de plata se puede observar en el área de la electrónica. En la referencia [33], se propone la producción AgNPs por el método de electrólisis para su uso en la impresión por chorro de tinta de patrones en películas delgadas. La cual puede ser una vía de fabricación de circuitos interesante y con ventajas, donde no habría tanto desperdicio de material, ya que solo se estaría utilizando lo que se está imprimiendo. Podemos observar una imagen de un patrón impreso en una película delgada con este método en la siguiente figura.

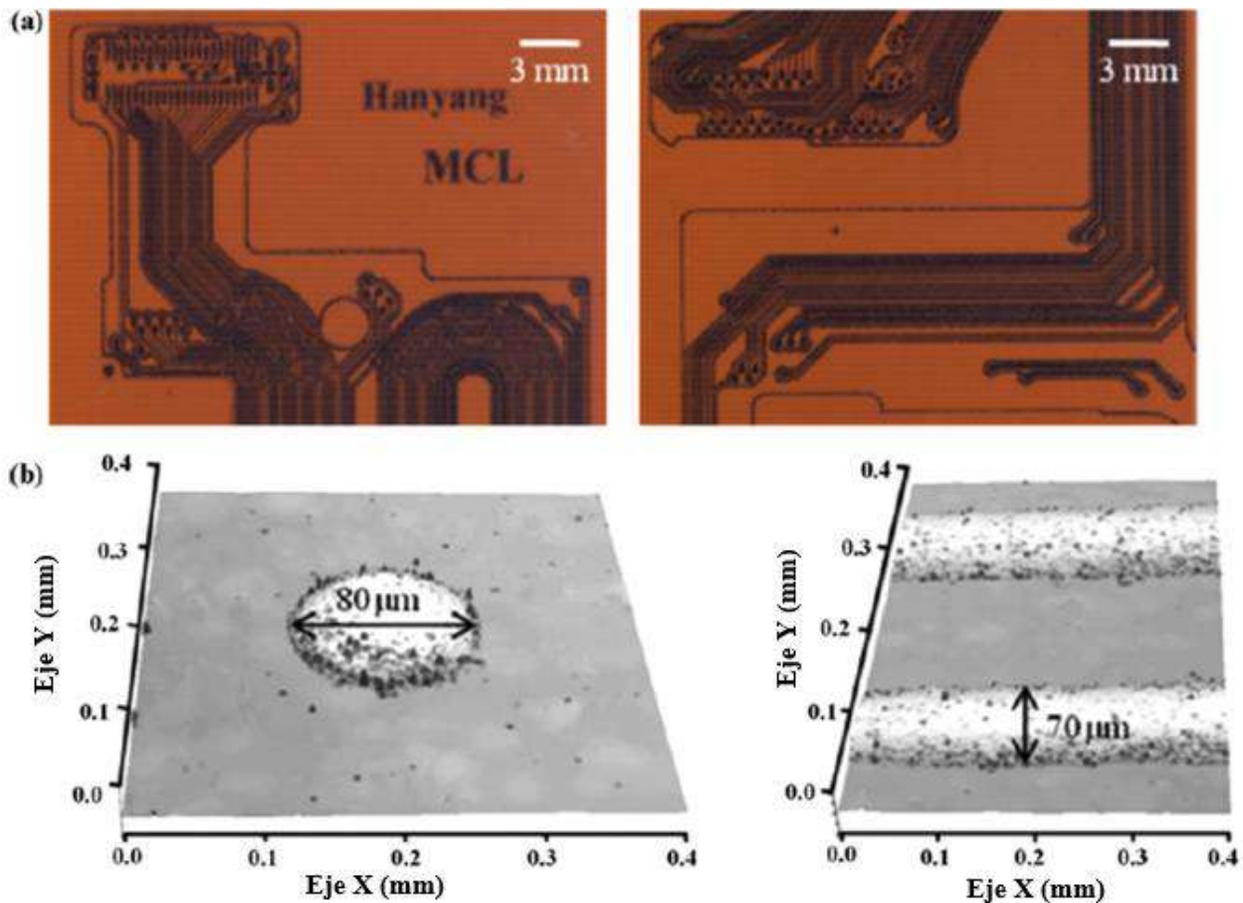


Figura 4 (a) Patrones conductivos de Ag impresos a chorro de tinta sobre sustratos de poliimida usando nanopartículas de plata. (b) Imágenes confocales de una sola gota de tinta después del secado y líneas impresas [33].

De igual forma, en [21] se propone una aplicación en la electrónica. En donde se analiza el efecto del tamaño de la decoración de AgNPs en matrices de nanotubos de dióxido de titanio ( $\text{TiO}_2$  NTAs) y se demuestra que la resonancia de plasmón de superficie localizada (LSPR, por sus siglas en inglés) de  $\text{Ag}/\text{TiO}_2$  depende del tamaño de las AgNPs, lo cual determina la relación de absorción de la dispersión de la luz incidente. Ya que los resultados de espectroscopia de reflectancia difusa UV-Vis y espectrometría de emisión fotoluminiscente de la decoración con AgNPs con tamaños pequeños mejoró de manera significativa la absorción de luz del  $\text{TiO}_2$  NTAs en el rango de espectro visible y también la separación de portadores de carga fotoinducidos en el mismo. Por lo que concluyen que el mejoramiento de estas propiedades tiene una aplicación prometedora en celdas solares fotoelectroquímicas y en otros dispositivos recolectores de luz.

Por otro lado, el tratamiento de aguas es otra de las aplicaciones que se le puede dar a las nanopartículas de plata. Debido a que la mayoría de las técnicas para tratar el agua contra las bacterias utilizan cloro o derivados del mismo. En la referencia [22] se analizan los efectos de las AgNPs como biocida realizando ensayos poniéndolas en contacto con diferentes bacterias como *Escherichia Coli*, *Staphylococcus Aureus* y *Bacillus Subtilis*, y algunos hongos como *Aspergillus Nniger* y *Penicillium Phoeniceum*.

Otra área que aprovecha muy bien las propiedades antibacterianas de las AgNPs es la industria alimentaria. En la cual se están estudiando, desarrollando e incluso implementando en las diferentes etapas de la producción de alimentos, desde su producción hasta el envasado. Algunos ejemplos son los envases inteligentes, nanoalimentos funcionales, biosensores para asegurar la calidad y seguridad de los alimentos, y procesos de alimentos como espumas, emulsiones y gelatinización [39] [40]. Con relación a la preservación de alimentos, se investigó el efecto que tiene un nuevo nanomaterial de envasado para conservar dátiles chinos, empleando un envase agregándole AgNPs, dióxido de titanio y caolín. De esta manera se mantuvo la calidad del fruto por más tiempo a diferencia de envases sin este recubrimiento [41].

### 3 DISEÑO E IMPLEMENTACIÓN DE TARJETA DE CONTROL

El propósito de este capítulo es describir detalladamente lo relacionado con el diseño, implementación, y pruebas del circuito electrónico. Como se mencionó anteriormente, este circuito debe ser capaz de cambiar sus valores de voltaje, tiempo de conmutación y tiempo de síntesis de manera periódica. Además de monitorear la corriente durante el tiempo total de la síntesis de AgNPs.

En Figura 5 se aprecia un diagrama a bloques del sistema, en donde se observan las diferentes partes de este. Con el cual se puede tener una idea más clara del funcionamiento.

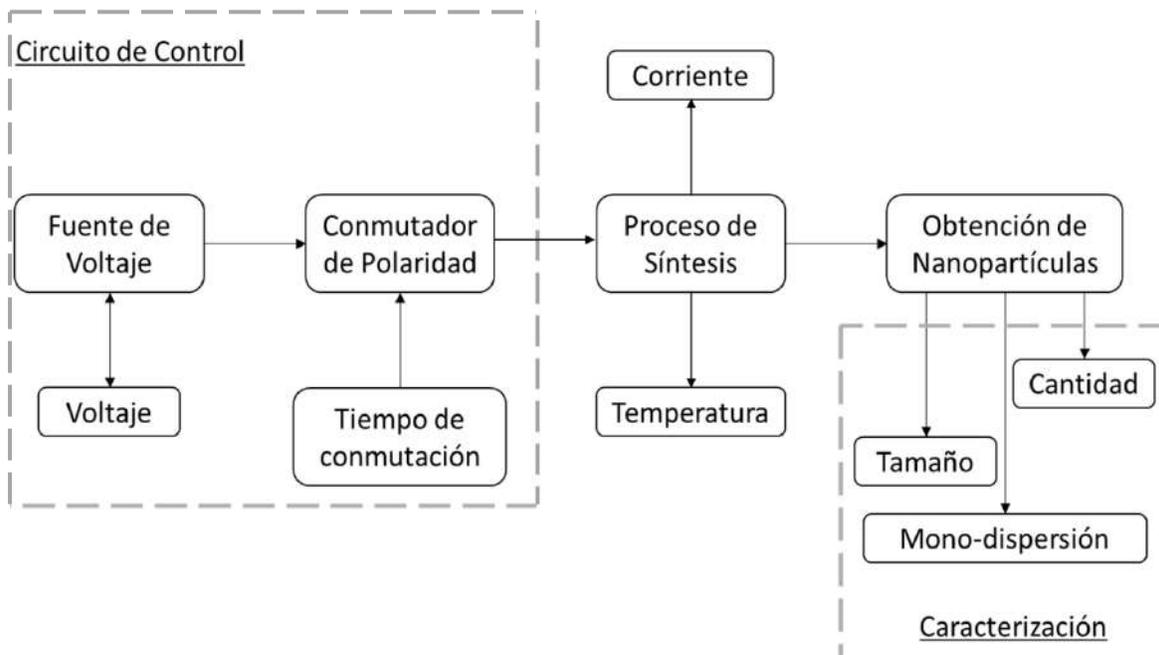


Figura 5 Diagrama de bloques de sistema electrónico para la síntesis de AgNPs.

En el diagrama se puede ver que el voltaje es controlado y cambia su polaridad periódicamente en dependencia del tiempo de conmutación. En cuanto al proceso de síntesis, la corriente se mide y se registra en tiempo real. Con relación a la temperatura, solamente se monitorea para que permanezca en el valor deseado y se controla mediante el ajuste manual del calor entregado por la placa térmica.

### **3.1 Descripción del circuito electrónico**

La electrónica del sistema se compone de tres etapas fundamentales que consiste en el circuito de potencia de la fuente de voltaje, donde se producen los voltajes necesarios para alimentar a los componentes como los amplificadores operacionales, la referencia de voltaje y convertidor digital-analógico (DAC, por sus siglas en inglés); el circuito de control, en donde se producen las señales con cambio de polaridad de -5 V a +5 V; y por último, el circuito de amplificación, en el cual se incrementa el valor de la señal de control además de aumentar la capacidad de entrega de corriente hacia los electrodos mediante búferes de corriente.

Es importante la selección correcta de los componentes para este circuito, ya que se busca precisión, bajo ruido y poca perturbación al momento del cambio de polaridad en la salida de voltaje. Es por esto por lo que se eligieron los siguientes circuitos, los cuales juegan un papel crucial dentro del sistema.

- Regulador de voltaje positivo LM317.
- Regulador de voltaje negativo LM337.
- Convertidor digital analógico AD5761.
- Referencia de voltaje LT1634-5.
- Amplificador operacional LT1881.
- Búfer de corriente LT1010.

#### **3.1.1 Circuito fuente de alimentación**

Una fuente de alimentación es aquella que produce la energía suficiente para energizar la electrónica de un circuito o sistema. Para este caso en específico, es necesario disponer de diferentes voltajes para distintos componentes.

Todo comienza al momento de energizar con corriente alterna (AC, por sus siglas en inglés) a un transformador, el cual la reduce en una proporción 10:1, para manipular de mejor manera esta señal. Una vez reducida, pasa a través de un puente de diodos, comúnmente llamados “diodos rectificadores”, que acondicionan la señal para convertirla en corriente directa (DC, por sus siglas en inglés). A su vez, un par de capacitores electrolíticos, utilizados como filtros, disminuyen el rizo de la señal rectificada DC, para tener una menor variación en el valor del voltaje, tanto positivo como negativo. Cada uno

de los anteriores es regulado con el circuito correspondiente, LM337 o LM317, por medio de un arreglo de resistencias previamente seleccionadas con base en las expresiones ( 1 ) y ( 2 ), respectivamente.

$$V_{OUT\_LM317} = 1.25 V \times \left(1 + \frac{R2}{R1}\right) + (-I_{adj} \times R2) \quad (1)$$

$$V_{OUT\_LM337} = -1.25 V \times \left(1 + \frac{R2}{R1}\right) + (-I_{adj} \times R2) \quad (2)$$

En la Figura 4, se puede apreciar el primer circuito mencionado, el de potencia, el cual se compone por un puente de diodos funcionando como rectificador de onda completa, seguido de un capacitor en ambas salidas (positiva y negativa) para el filtrado de la señal rectificada, lo cual disminuye la variación del voltaje que más adelante será regulado. Los componentes LM317 y LM337 (reguladores ajustables de voltaje), proveen los valores máximo y mínimo de la fuente de voltaje  $\pm 16.35$  V. Además de contar con un capacitor conectado entre la terminal ADJ y GNDA, en paralelo con la resistencia variable (R3, R4) para un encendido lento. Esto con el fin de evitar algún sobrevoltaje que pueda dañar algún componente sensible como el DAC (AD5761) el cual pertenece al circuito de ajuste de voltaje para los electrodos de plata. El regulador fijo LM7812 alimenta de manera directa la referencia de voltaje LT1634-5, para obtener un voltaje preciso de 5 V que posteriormente se divide con dos resistencias del mismo valor para obtener un voltaje de 2.5 V.

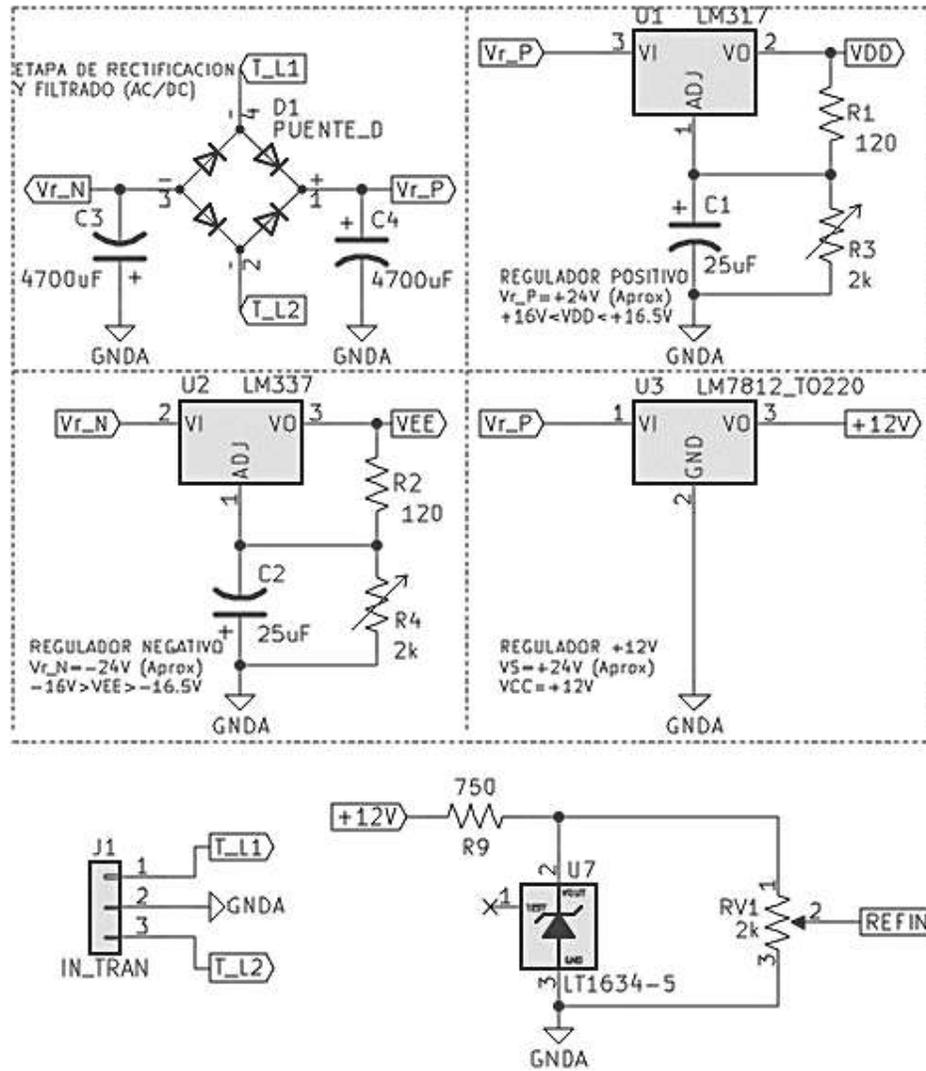


Figura 6 Circuito de potencia de la fuente de voltaje

### 3.1.2 Circuito controlador de voltaje

Con relación al circuito de control, este se compone por 2 DAC's (AD5761) configurados en modo "Daisy Chain" (Figura 7). La configuración de estos encapsulados se hace mediante la comunicación SPI (Serial Peripheral Interface, por sus siglas en inglés), utilizando la tarjeta Arduino Nano, siendo este la interfaz de control.

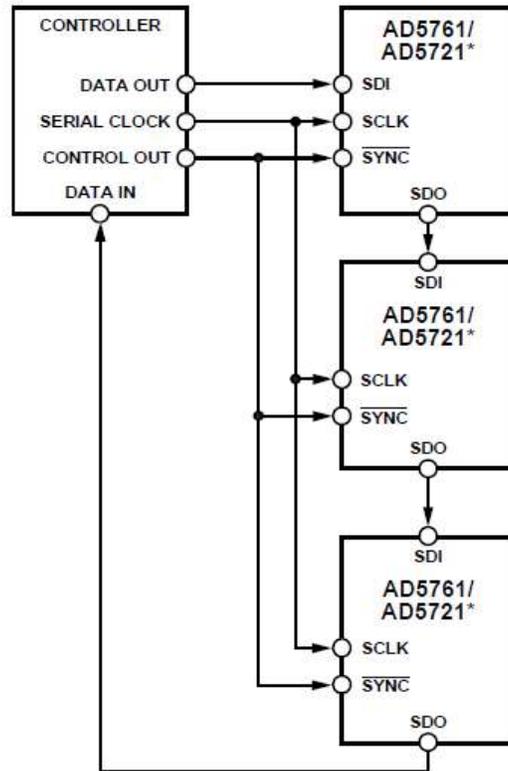


Figura 7 Diagrama de bloques de configuración "Daisy-Chain" [42].

Una vez establecida la conexión SPI con Arduino pueden ser configurados distintos parámetros como:

- rango de voltaje de cada DAC.
- tiempos en alto y bajo de la señal.
- alerta de apagado térmico.
- sobre-rango del 5%.
- voltaje de encendido, entre otros.

En Figura 8 se puede observar la conexión en cascada de los DAC's y su conexión con la tarjeta Arduino Nano.

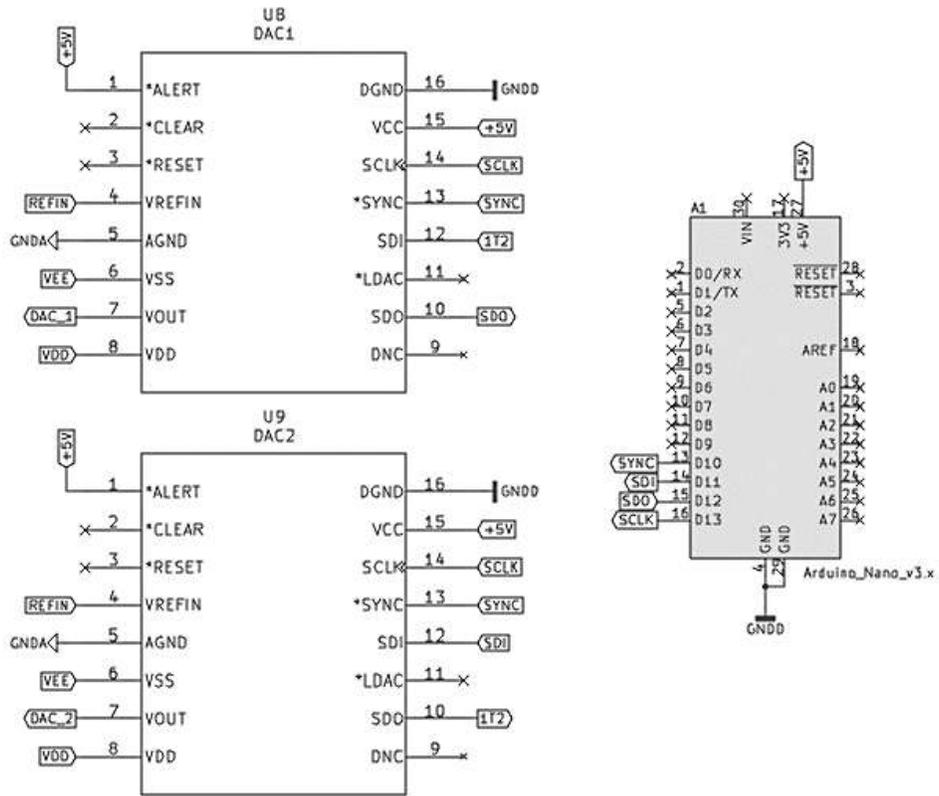


Figura 8 Circuito de control de voltaje

### 3.1.3 Circuito de amplificación de voltaje y corriente

En cuanto a la tercera etapa del circuito, está compuesta por dos circuitos gemelos, cada uno para cada electrodo. Este circuito está diseñado con un amplificador operacional en su configuración no inversora con ganancia de 3.004, debido al arreglo de resistencias, y dentro del mismo lazo de retroalimentación un búfer de corriente con ganancia 1.

Este último suministra toda la corriente requerida por los electrodos hasta un máximo de  $\pm 150$  mA y evita la sobrecarga en el Op Amp (Amplificador operacional, por sus siglas en inglés).

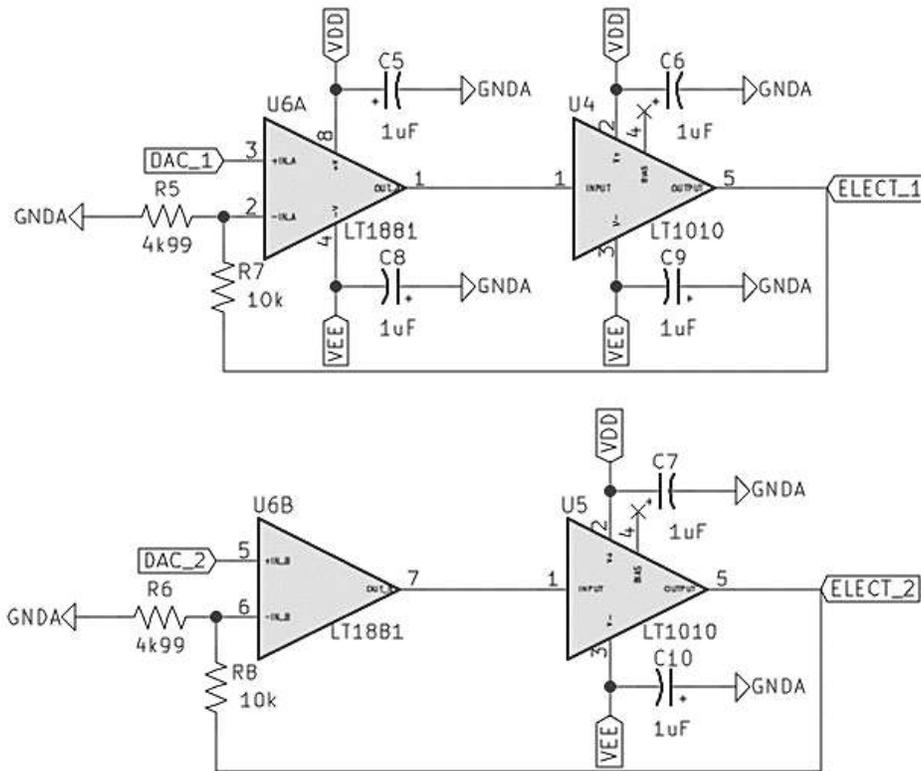


Figura 9 Circuito de amplificación

También se puede observar en Figura 9, capacitores de desacoplamiento conectados en paralelo con las fuentes de voltaje para disminuir el ruido AC.

### 3.2 Diseño esquemático de circuito en Kicad

Para el diseño esquemático de los circuitos se utilizó el software Kicad en su versión 5.1.8. Con este software, se vio en la necesidad de agregar símbolos, huellas y librerías de algunos componentes a la base de datos, para así poder hacer el diseño correctamente del circuito. En las siguientes secciones se desglosan los esquemáticos para cada etapa.

#### 3.2.1 Circuito fuente de alimentación

En Figura 10, se puede observar principalmente el conector J1 que corresponde al transformador que alimenta al puente de diodos D1 por medio de los voltajes T\_L1 y T\_L2. Una vez filtrado el voltaje por C3 y C4, se obtienen los voltajes Vr\_P (Voltaje rectificado positivo) y Vr\_N (Voltaje rectificado negativo). Cada voltaje es regulado por el

componente correspondiente, LM317 para el voltaje positivo y LM337 para el voltaje negativo. Asimismo el voltaje positivo se utiliza para alimentar la referencia LT1634-5 a través del regulador LM7812.

Como consecuencia de lo anterior, se obtienen los voltajes VDD (Voltaje regulado positivo) y VEE (Voltaje regulado negativo) los cuales alimentan directamente a los componentes de las etapas posteriores del circuito. Se aprecia también que se incluyen los disipadores de calor de cada regulador HS1, HS2 y HS3, como protección para sobrecalentamientos que se puedan presentar a la hora de la experimentación.

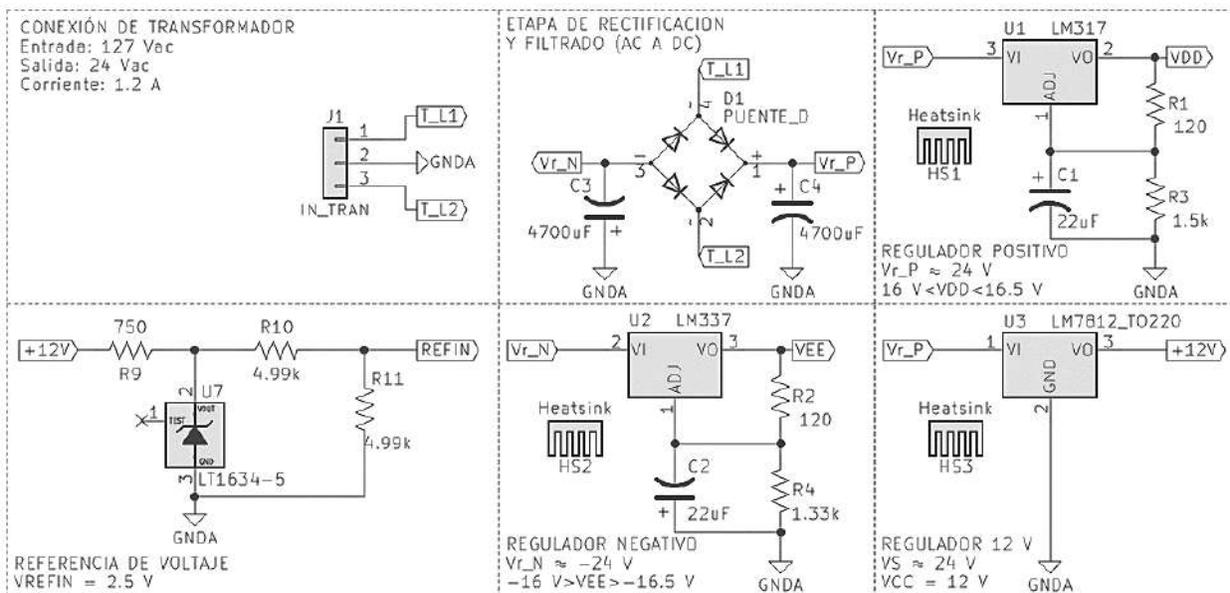


Figura 10 Circuito esquemático de fuente de alimentación de voltajes capturado en Kicad.

### 3.2.2 Circuito controlador de voltaje para los electrodos de plata

En relación con este circuito, se distinguen tres componentes principales, DAC1, DAC2 y Arduino\_nano. Siguiendo las especificaciones de las hojas de datos de los componentes, se realizaron las conexiones necesarias para su correcto funcionamiento como se observa en Figura 7 de la sección 3.1.2. De igual manera, se agregaron capacitores de desacoplamiento en cada una de las terminales de alimentación de ambos DAC's.

Al lado derecho de los convertidores digital-analógicos, se identifican la tarjeta Arduino Nano, que es el controlador de este circuito, y a su lado el conector J4 (CON\_ARDUINO), el cual va a permitir aprovechar en algún futuro las entradas y salidas adicionales del controlador, en caso de ser necesario agregar módulos adicionales al sistema que le permitan mejorar su funcionamiento.

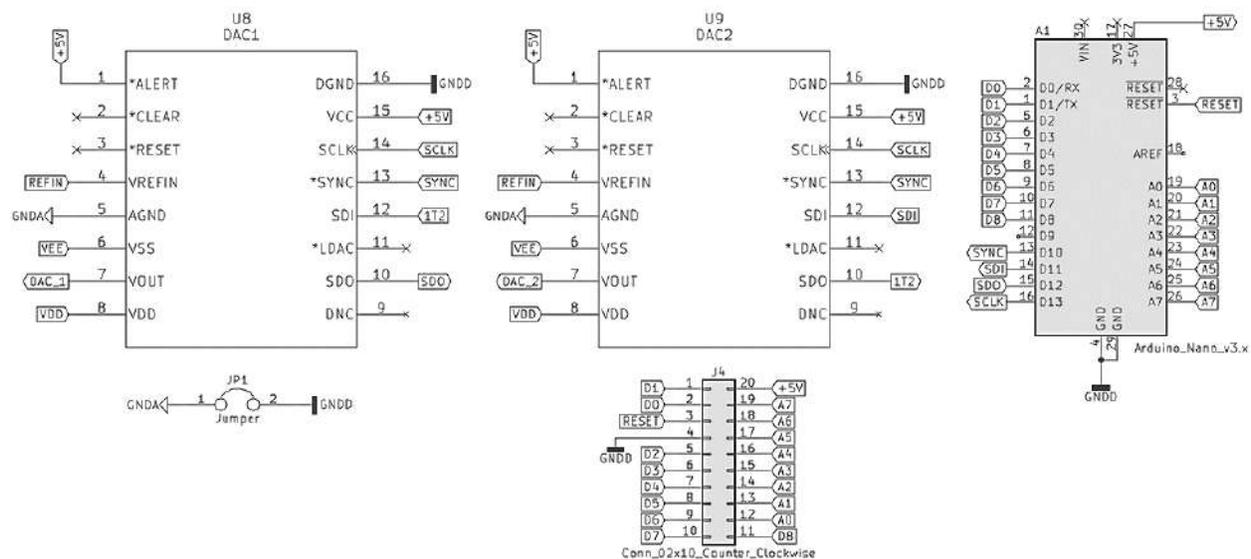


Figura 11 Circuito esquemático del control de voltajes para síntesis capturado en Kicad.

### 3.2.3 Circuito de amplificación de voltaje y corriente

Al igual que en el apartado anterior, en Figura 12 se pueden apreciar elementos como los conectores J3 (MED\_CORRIENTE) y J2 (OUT\_ELECT), que corresponden a las salidas amplificadas dirigidas hacia los electrodos de nuestro sistema (electrodos de plata) y a la medición de la corriente. También se pueden ver los voltajes VDD y VEE, suministrados por la etapa anterior, alimentando al amplificador operacional LT1881 y a los búferes de corriente LT1010, además de incluir los capacitores de desacoplo C5, C6, C7, C8, C9 y C10. Por último HS4 y HS5, representan los disipadores de calor de los búferes de corriente.

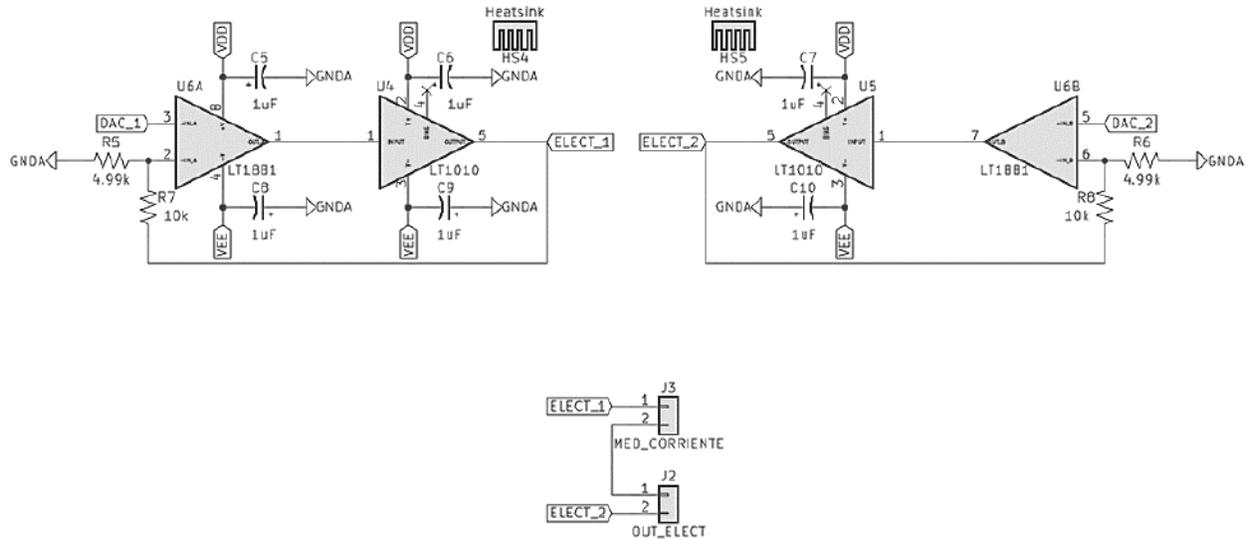


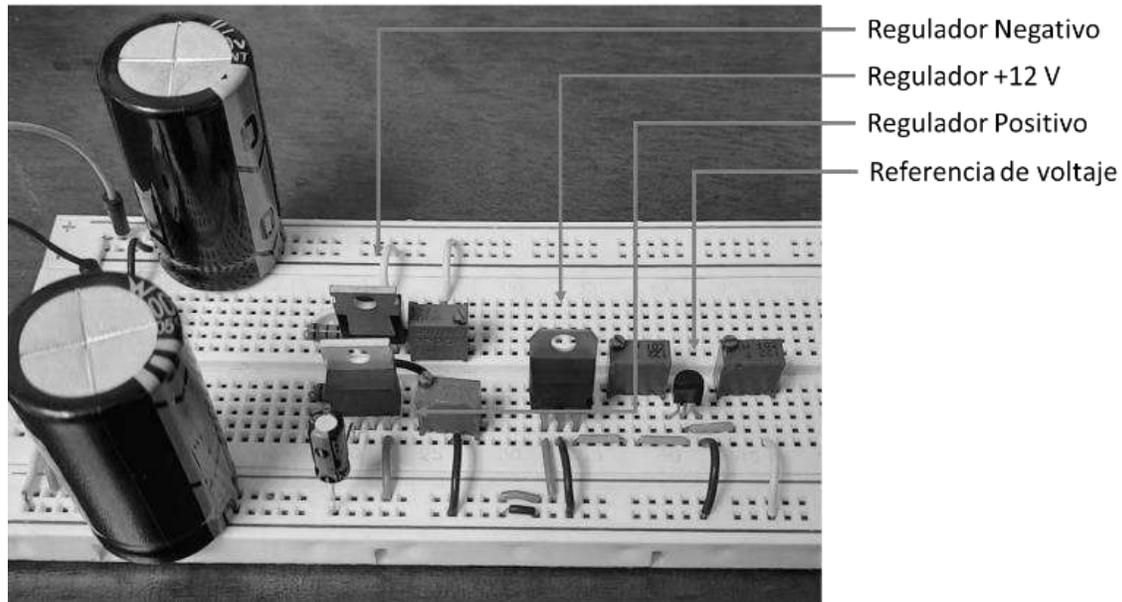
Figura 12 Esquemático de circuito de amplificación de fuente de voltaje capturado en Kicad

### 3.3 Implementación de circuitos en protoboard

Con fines de experimentación, se optó por armar el circuito en *protoboard* (tarjeta de prueba) antes de realizar su fabricación. Con la intención de apreciar las diferencias en su desempeño tanto en *protoboard*; así como, una vez fabricado en la tarjeta de circuitos impresos (PCB, por sus siglas en inglés).

#### 3.3.1 Circuito fuente de alimentación

Se pueden observar en Figura 13 cada uno de los componentes del circuito. Además, se implementaron potenciómetros provisionalmente para hacer el ajuste preciso de los voltajes VDD y VEE. De igual manera, se pueden ver los capacitores de filtrado del lado izquierdo y los capacitores de encendido lento (Capacitores pequeños).



*Figura 13 Circuito de potencia de fuente de voltaje en protoboard.*

### **3.3.2 Circuito controlador de voltaje**

Además del armado del circuito, fue necesario hacer la programación de la tarjeta Arduino nano para la configuración de cada DAC. Véase en sección 3.5. Con el propósito de efectuar pruebas, cada uno fue configurado para entregar una señal cuadrada de  $\pm 5$  V con un periodo de 2 s.

En Figura 14 se puede notar la presencia de 2 módulos exactamente iguales en donde están integrados los DAC's. Estos circuitos fueron fabricados debido a la necesidad de hacer pruebas en *protoboard*, ya que el encapsulado TSSOP-16, que es de montaje superficial, no es compatible con este tipo de placas de pruebas.

En el mismo módulo se encuentran integrados los capacitores de desacoplamiento de cada alimentación y un LED para indicar cuando surja algún problema con nuestro circuito, como podría ser alguna variación de voltaje que no esté dentro de los valores recomendados para el funcionamiento correcto del componente, algún sobrecalentamiento o error de comunicación.

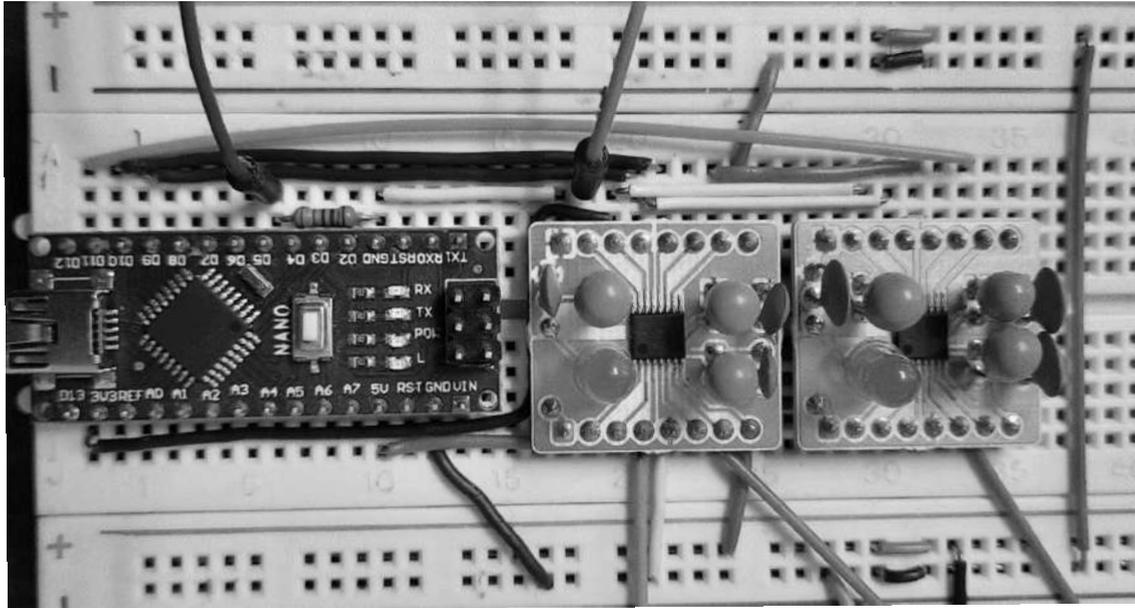


Figura 14 Circuito de control de fuente de voltaje en protoboard.

### 3.3.3 Circuito de amplificación de voltaje y corriente

Por razones de seguridad, se optó por colocar disipadores de calor a los búferes de corriente para evitar algún problema cuando se realicen los experimentos.

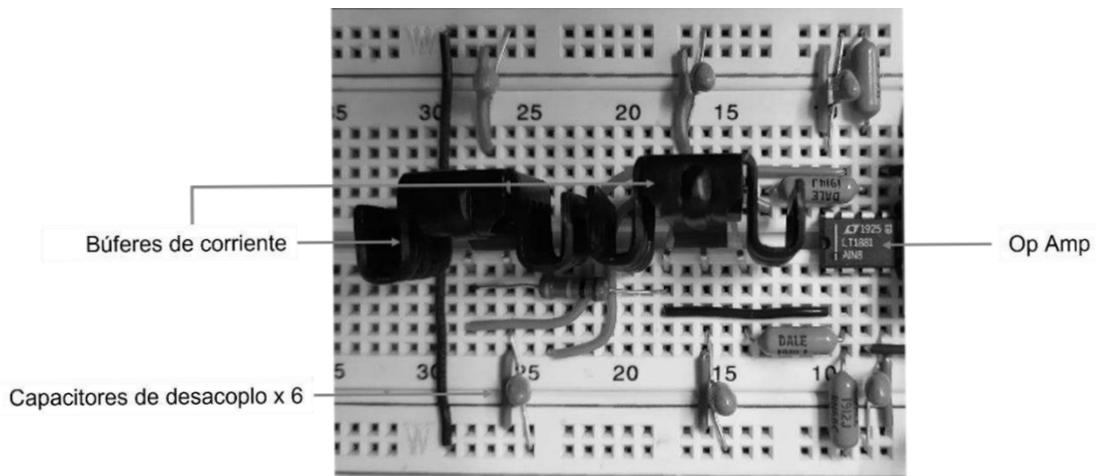


Figura 15 Circuito de amplificación en protoboard

### 3.4 Programación de circuito con Arduino

Es necesaria la programación de la tarjeta Arduino, ya que como se mencionó anteriormente, esta funciona como la interfaz de control para los DAC's. En un principio se utilizó un código de verificación para corroborar el funcionamiento correcto de los

convertidores (Apéndice A). Una vez comprobado, se implementó un código específico para el uso de dos convertidores analógico-digital de manera simultánea, a esta configuración se le llama *Daisy-Chain* (Figura 7). Este código configura los DAC's de manera que operen en un intervalo de voltaje de -5 V a 5 V.

Cabe destacar, que mientras un DAC entrega un valor de +5 V, el otro proporciona -5 V. Estos valores cambian periódicamente invirtiendo la polaridad inicial de cada DAC. De esta forma se obtiene un voltaje diferencial entre ambos DAC's con cambio de polaridad de +10 V a -10 V.

### **3.5 Pruebas de los circuitos en la síntesis de nanopartículas**

Una vez obtenidos todos los circuitos, se procedió a realizar pruebas para la síntesis de nanopartículas. Se hicieron dos diseños de experimentos con el fin de comparar el desempeño del circuito implementado en *protoboard* y en PCB. En las siguientes secciones se describen los detalles experimentales de cada diseño.

#### **3.5.1 Diseño de experimentos 1 (DDE1)**

Este diseño de experimentos consta de 8 síntesis para la obtención de nanopartículas de plata, en las cuales se varían la temperatura del agua destilada, el voltaje entre los electrodos y el tiempo de conmutación de voltaje. Esto con la finalidad de analizar el efecto que tienen las distintas combinaciones de los parámetros.

Cabe destacar que se tomaron como punto de referencia los valores 60 °C y 20 V utilizados en [43], y de manera arbitraria se adicionaron los valores 80 °C y 30 V. Véase la Tabla 1.

Para el tiempo de conmutación se seleccionó 5 min y 10 min, en el cual se estarán invirtiendo los voltajes, y se optó por dejar fijos los valores de tiempo de síntesis en 20 min y el volumen del agua destilada en 100 mL

Tabla 1 Diseño de experimentos 1: Protoboard

n	Experimento	Temperatura	Voltaje	Tiempo de conmutación
0	1	60	20	5
1	2	60	20	10
2	3	60	30	5
3	4	60	30	10
4	5	80	20	5
5	6	80	20	10
6	7	80	30	5
7	8	80	30	10

A continuación, en la Figura 16 se muestra el arreglo experimental utilizado para la síntesis de las muestras de DDE1.

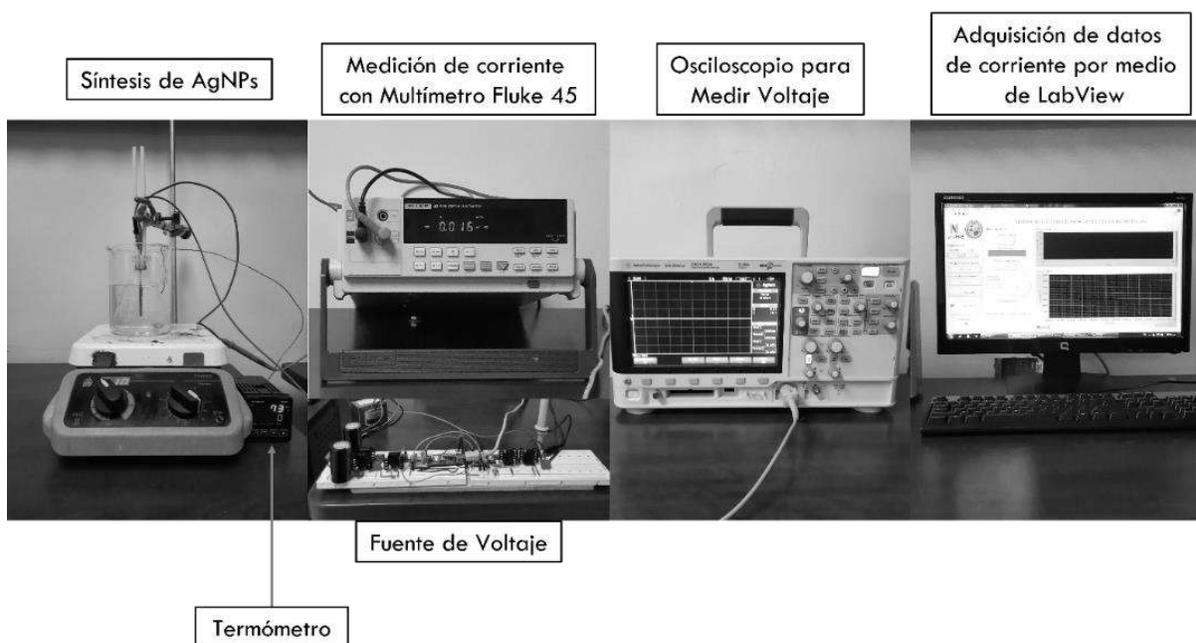


Figura 16 Imagen de arreglo experimental con fuente de voltaje en protoboard.

### 3.5.2 Diseño de experimentos 2 (DEE2)

En este caso se consideró un diseño de 12 experimentos, y al igual que en el diseño anterior, se varían los valores de temperatura del agua destilada en 60 °C y 80 °C y voltaje en 20 V y 30 V, que invierten su polaridad en función al tiempo de conmutación.

Estos experimentos a diferencia del DDE1, se limitan por la corriente máxima de síntesis (I<sub>Max</sub>), la cual se estableció en 5 mA, 10 mA, 15 mA, lo cual corresponde a 4 experimentos por cada valor de corriente, para analizar de qué manera afecta al tamaño de las nanopartículas.

De igual manera, se fijó el volumen del agua destilada en 100 ml y esta vez se estableció un único valor para el tiempo de conmutación a 4 min, debido a que se observó una acumulación significativa de óxido en los electrodos, con tiempos mayores o iguales a 5 min.

*Tabla 2 Diseño de experimentos 2: PCB.*

<b>n</b>	<b>Experimento</b>	<b>Temperatura (°C)</b>	<b>Voltaje (V)</b>	<b>I Max (mA)</b>
8	9	60	20	5
9	10	80	20	5
10	11	60	30	5
11	12	80	30	5
12	13	60	20	10
13	14	80	20	10
14	15	60	30	10
15	16	80	30	10
16	17	60	20	15
17	18	80	20	15
18	19	60	30	15
19	20	80	30	15

A continuación, en Figura 17 se muestra el arreglo experimental utilizado para la síntesis de las muestras de DDE2. Con diferencia de DDE1, se puede notar la ausencia del

circuito en *protoboard*, el cual fue reemplazado por “Fuente de voltaje”, que corresponde a la tarjeta ya fabricada.

En ambos arreglos experimentales, se puede observar la utilización de una placa térmica la cual, calienta el agua destilada y un termómetro para monitoreo manual de temperatura.

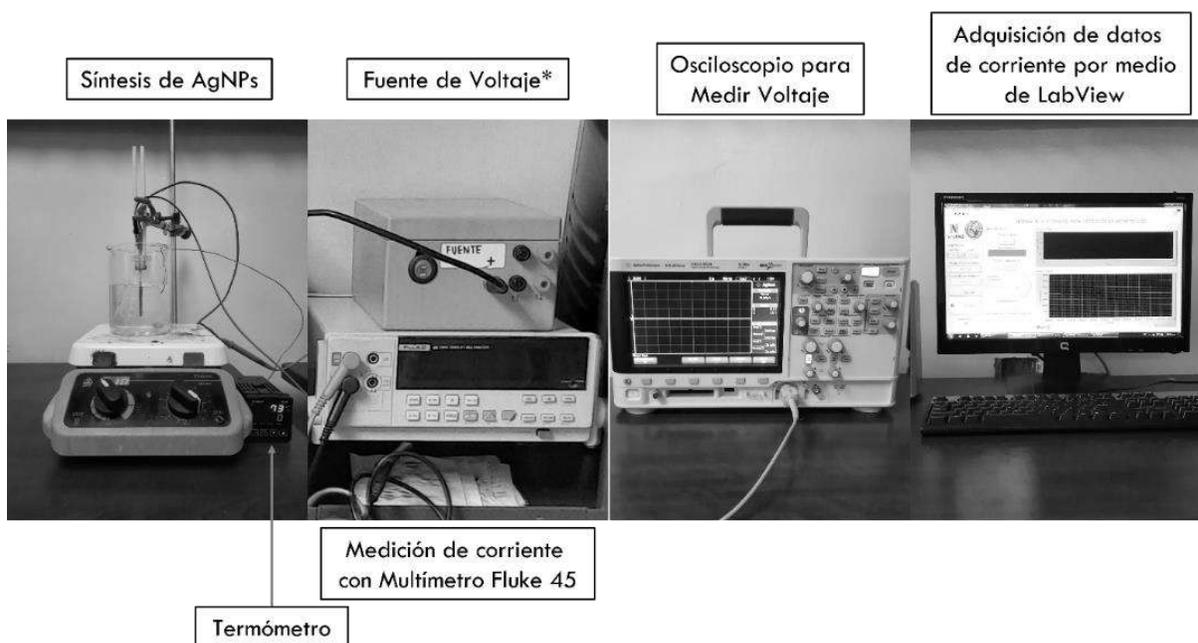


Figura 17 Imagen de arreglo experimental con fuente de voltaje en PCB.

## 4 RESULTADOS

En el siguiente capítulo se describen los resultados eléctricos obtenidos a nivel de simulación e implementación del sistema; así como la caracterización óptica y morfológica de las muestras sintetizadas de AgNPs. Como resultados específicos se muestran las curvas de voltaje y corriente obtenidas en la simulación con LTspice, las mediciones correspondientes a los voltajes del circuito armado en *proto-board*, la representación gráfica del producto final (PCB) y la tarjeta ya fabricada.

Adicionalmente, se presentan los resultados de las síntesis tales como las curvas de corriente en síntesis de los diferentes experimentos, las caracterizaciones para las nanopartículas de plata de absorbancia (UV-Vis), dispersión dinámica de luz (DLS) y Microscopia por fuerza atómica (AFM), con sus correspondientes análisis de resultados.

### 4.1 Curvas de voltaje y corriente del circuito en LTspice

Es muy importante la simulación de los circuitos para tener una referencia del funcionamiento correcto, o de lo contrario, detectar fallas antes de ser implementados o fabricados. En esta ocasión se utilizó el software LTspice.

En esta sección se darán a conocer las curvas de voltajes de cada una de las etapas del sistema. Además de las curvas de calor disipado por los circuitos integrados. Todas las curvas fueron obtenidas con una resistencia de carga de 10 k $\Omega$ .

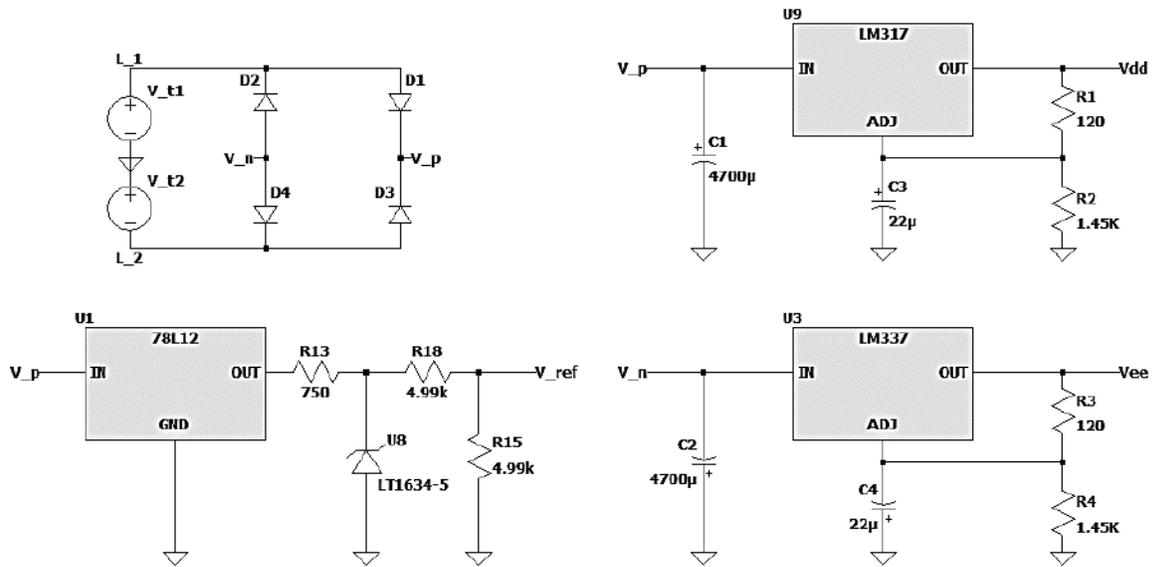
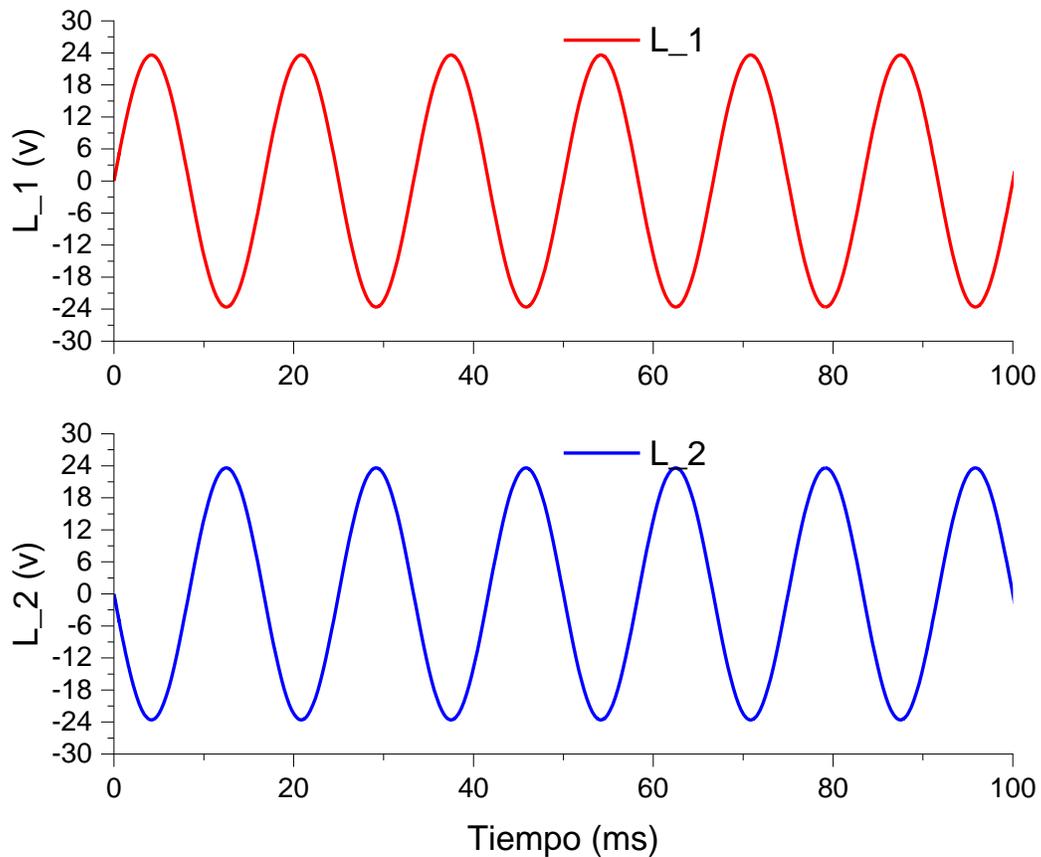


Figura 18 Circuito esquemático capturado en LTspice, para la simulación de la operación de las fuentes reguladas de voltaje.

#### 4.1.1 Simulación del circuito fuente de alimentación de voltaje bipolar

En primer lugar, se tiene el circuito de alimentación. Para éste, es necesario conocer previamente el valor de salida de transformador (L1 y L2). También es necesario tener calculados los valores deseados para la salida regulada positiva (Vdd), salida regulada negativa (Vee) y referencia de voltaje (V\_ref).

Para el circuito de Figura 18, se utilizaron dos fuentes de voltaje,  $V_{t1}$  y  $V_{t2}$ , conectadas en serie para simular el funcionamiento del transformador de entrada, configuradas como fuentes sinusoidales con una amplitud de 23.6 V y una frecuencia de 60 Hz. En Figura 19 se puede observar la señal simulada.



*Figura 19 Gráfica de voltajes de salida (L1 y L2), de transformador.*

Una vez que la señal es rectificadora, se puede observar en Figura 20 que se simula el valor de rizo de las señales resultantes, tanto positiva como negativa, teniendo un valor de rizo de 75.51 mV, con un valor promedio de voltaje de 22.82 V, para la señal positiva, y 48.48 mV para la señal negativa con un promedio de 22.85 V.

Cabe destacar que mientras menor sea el valor de rizo, también lo será el “estrés” que reciban los componentes durante el proceso de regulación de voltaje. Esto se verá reflejado en un menor calentamiento y a su vez prolongará el tiempo de vida útil de los mismos.

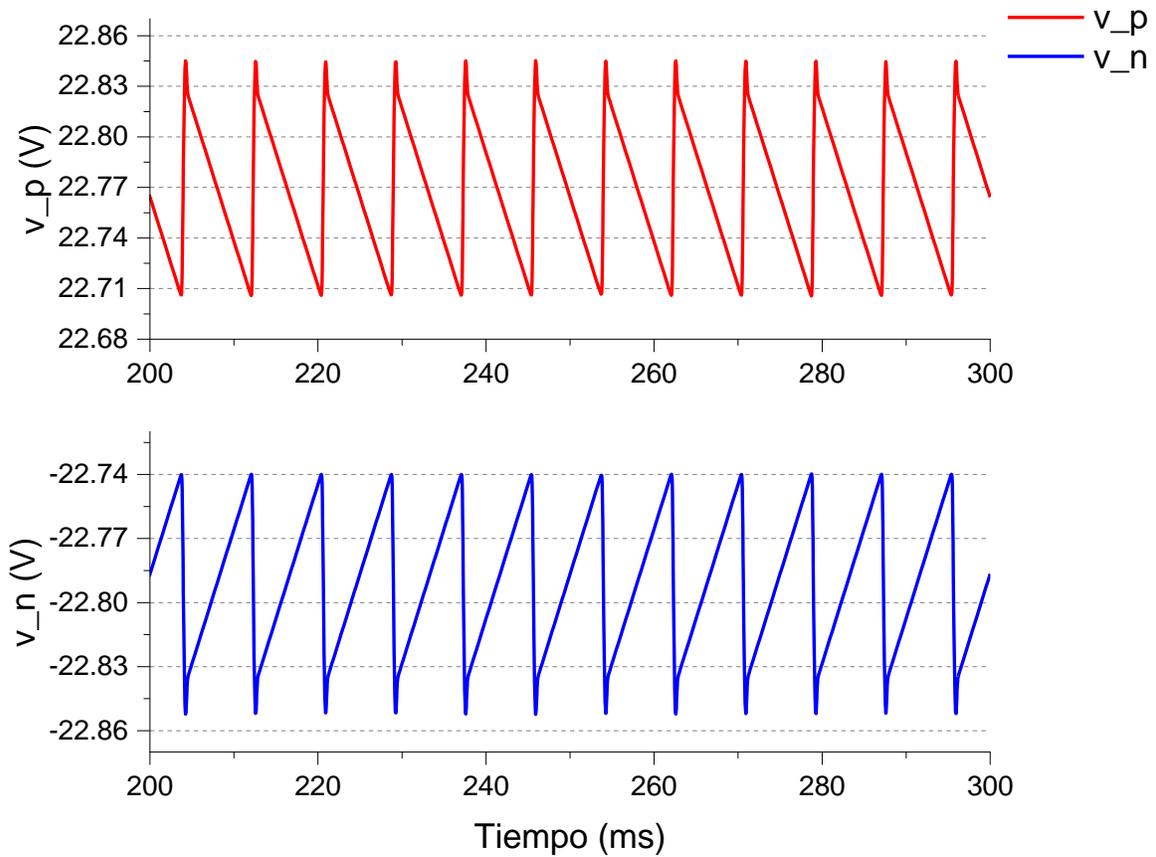
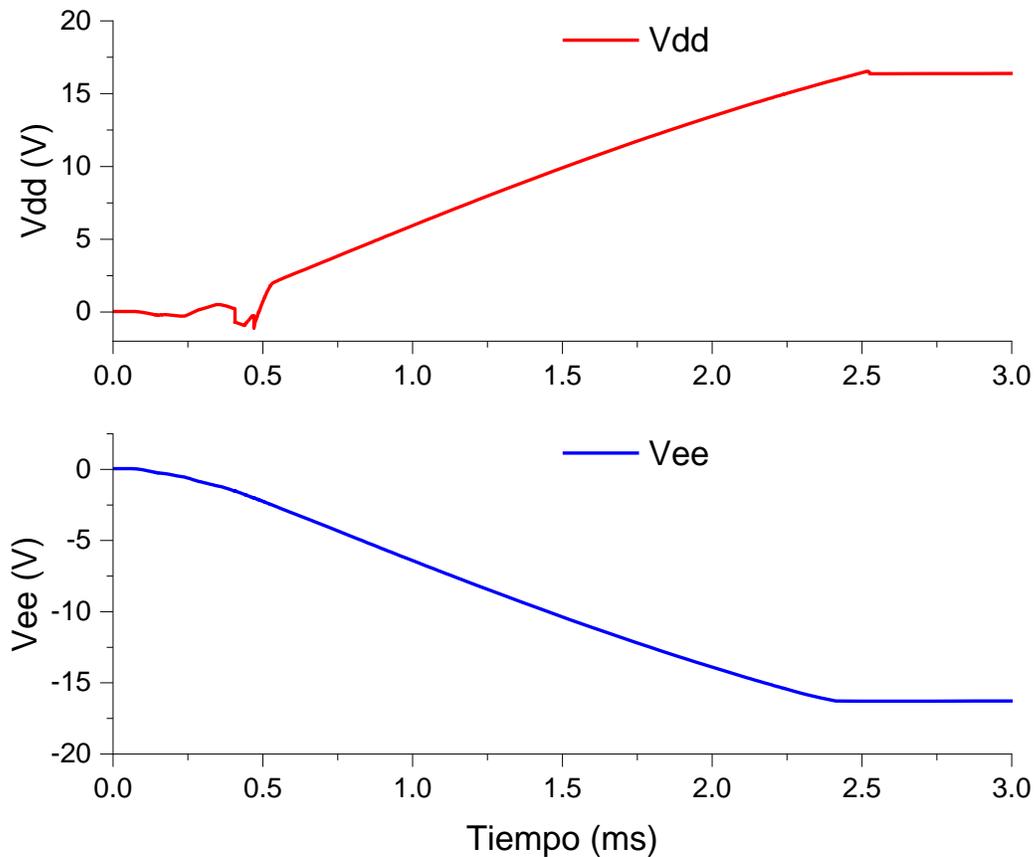


Figura 20 Gráfica de valor de rizo en voltajes rectificadas  $V_p$  y  $V_n$ .

También se puede observar en el circuito de la Figura 18, los componentes LM317 y LM337. Estos se encargan de la regulación del voltaje rectificado. Debido a que algunos circuitos tienen valores máximos de operación y sobrepasarlos podría provocar un fallo considerable en el sistema, es muy importante mantener un control preciso del voltaje.



*Figura 21 Gráfica de voltajes regulados Vdd y Vee sin capacitores de retardo.*

Por lo anterior, se adicionaron los capacitores  $C3$  y  $C4$ , entre las terminales  $ADJ$  y  $GND$  de ambos reguladores, con el fin de retardar el tiempo que le toma al voltaje estabilizarse al valor configurado por los pares de resistencias  $R1$ ,  $R2$  y  $R3$ ,  $R4$ . Se puede apreciar esto de mejor manera comparando las Figura 21 y Figura 22, donde los tiempos de estabilización son 2.5 ms y 250 ms respectivamente, teniendo una diferencia considerable de 2 órdenes de magnitud.

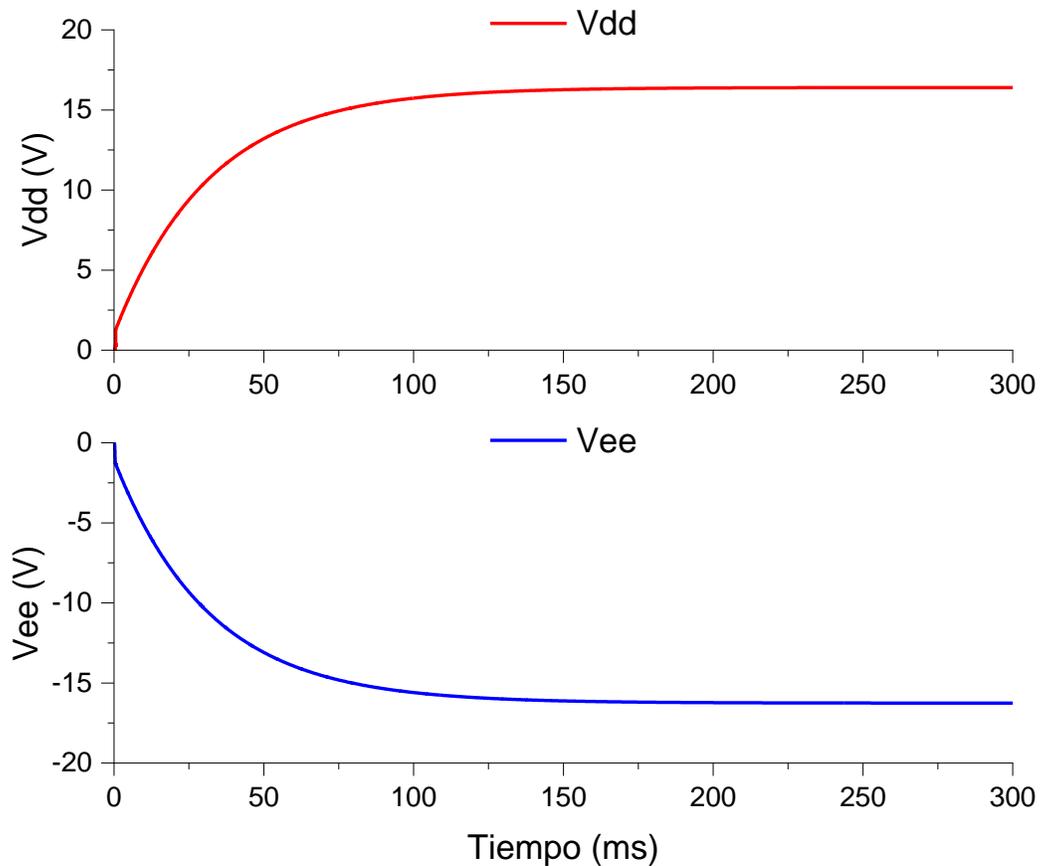


Figura 22 Gráfica de voltajes regulados Vdd y Vee con capacitores de retardo (250 ms).

Adicionalmente, es necesario generar un voltaje de referencia, el cual tiene como objetivo alimentar la parte lógica de los convertidores analógico-digitales, con un valor de 2.5 V. Este valor se obtiene utilizando los componentes LM7812 y LT1634-5. El primero es un regulador de voltaje a 12 V. El segundo es una referencia de voltaje a 5 V y se coloca en paralelo con el primero, funcionando como un diodo “Zener”, el cual limita el voltaje regulado para despues reducirlo a la mitad con un divisor a base de las resistencias R18 y R15. En Figura 23, se puede apreciar de mejor manera lo anteriormente descrito.

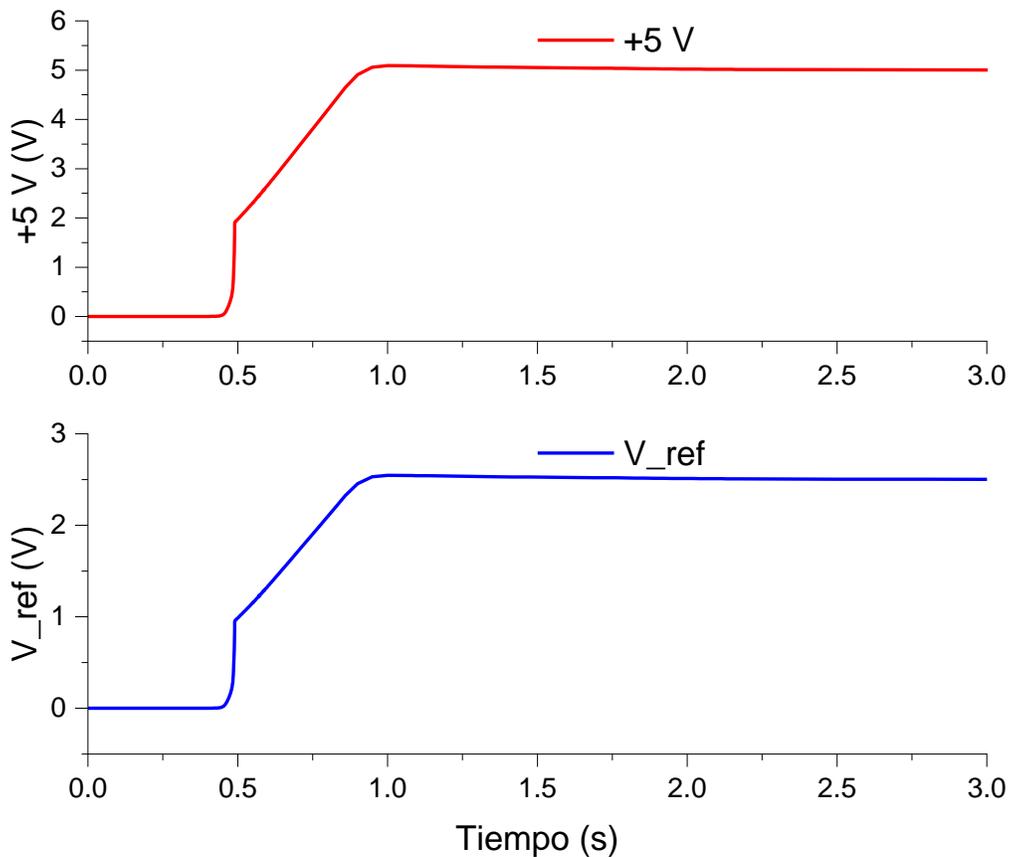


Figura 23 Gráfica de voltaje de referencia  $V_{ref}$ .

#### 4.1.2 Circuito controlador de voltaje con convertidores analógico-digitales (DAC's)

En relación con este circuito, en Figura 25 se pueden apreciar dos fuentes de voltaje  $VDAC1$  y  $VDAC2$ , que por motivos de practicidad solo simulan la señal que proveerán los convertidores digital-analógicos.

Estos voltajes fueron simulados con el uso de directivas de LTspice. En este caso se utilizó "step param", la cual nos permite realizar un incremento por escalones, por eso su nombre, de los parámetros de voltaje de las fuentes.

Se agregaron 2 directivas, una para cada fuente, como se muestra a continuación:

```

.step param VDAC1 1 5 1
.step param VDAC2 -5 -1 1

```

Valor inicial  
 Valor final  
 Incremento

La primera corresponde al voltaje entregado por *VDAC1*, la cual asigna valores que van desde 1 V a 5 V con un incremento de 1 V. La segunda configura a *VDAC2* para tomar valores desde -5 V a -1 V, con el mismo paso de voltaje.

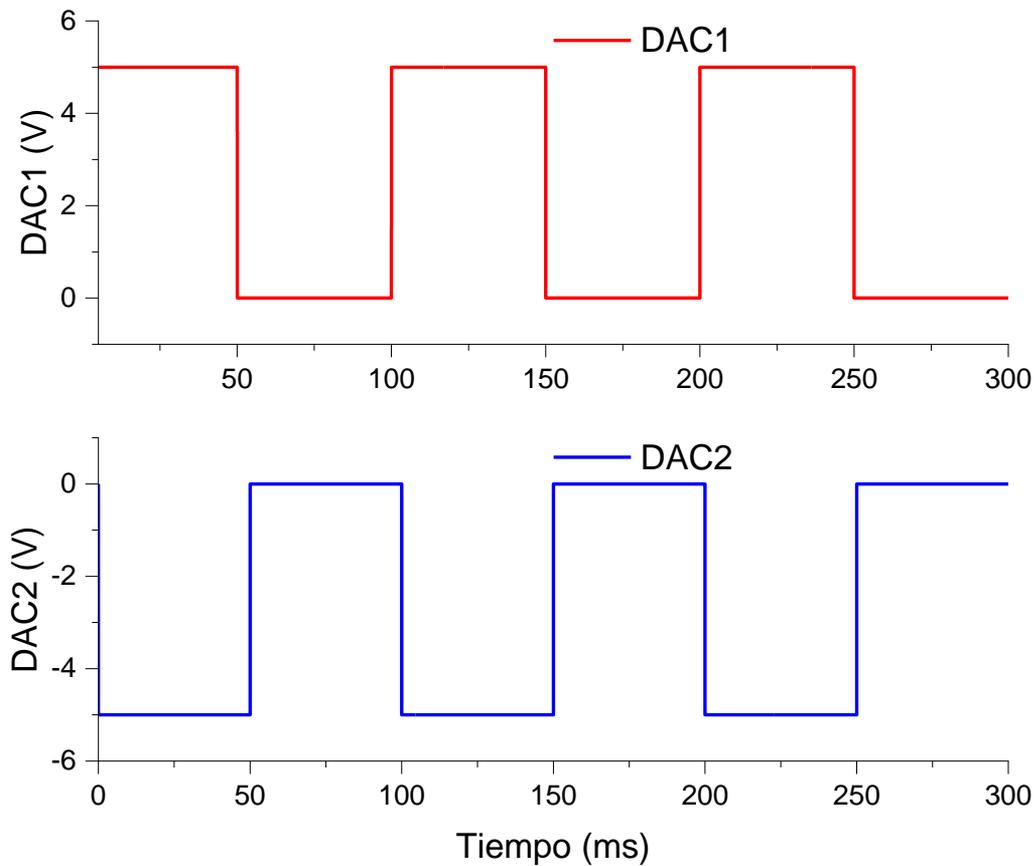


Figura 24 Gráfica de voltajes de conmutación de DAC's.

En Tabla 3, se observa *V\_diferencial*, el cual será aplicado a los electrodos, y también los diferentes valores que toman *VDAC1* y *VDAC2* para producirlo. No esta demás recordar que los voltajes de los DAC's son opuestos, como se observa en la misma tabla y en la Figura 24.

Tabla 3 Configuración de voltajes para la simulación de VDAC1, VDAC2 y V\_diferencial

Voltaje VDAC1 (V)	Voltaje VDAC2 (V)	V_diferencial (Ve1, Ve2)
1	-1	6.008 V
2	-2	12.016 V
3	-3	18.024 V
4	-4	24.032 V
5	-5	30.040 V

#### 4.1.3 Circuito de amplificación de voltaje y búfers de corriente

Finalmente, se tiene el circuito de la Figura 25, el cual se encarga de suministrar el voltaje y la corriente necesaria a los electrodos de plata durante la síntesis de nanopartículas. Este circuito es energizado con los valores entregados con la fuente de alimentación y depende directamente de los voltajes producidos con los DAC's.

Cada circuito consta de un amplificador LT1881, en su configuración no inversora con una ganancia de 3.004, dada por el arreglo de resistencias (R5, R7) y (R6, R8). Dentro del lazo de retroalimentación se añade un búfer de corriente LT1010, que su función es redirigir a través de él toda la corriente de salida, ya que el Op Amp no tiene la capacidad de producirla por sí mismo.

En esta parte de la simulación, lo importante es conocer el comportamiento del voltaje de salida  $Ve1$  y  $Ve2$ , que se da en los electrodos. Además de predecir las corrientes en función de la carga  $R_L$ . Todo esto con el propósito de conocer las limitaciones del circuito en cuanto a valores máximos de operación y así evitar un fallo por una sobrecarga.

Se puede observar en la gráfica de la Figura 26, el voltaje diferencial entre electrodos, con diferente selección de valores en los DAC's, de la Tabla 3.

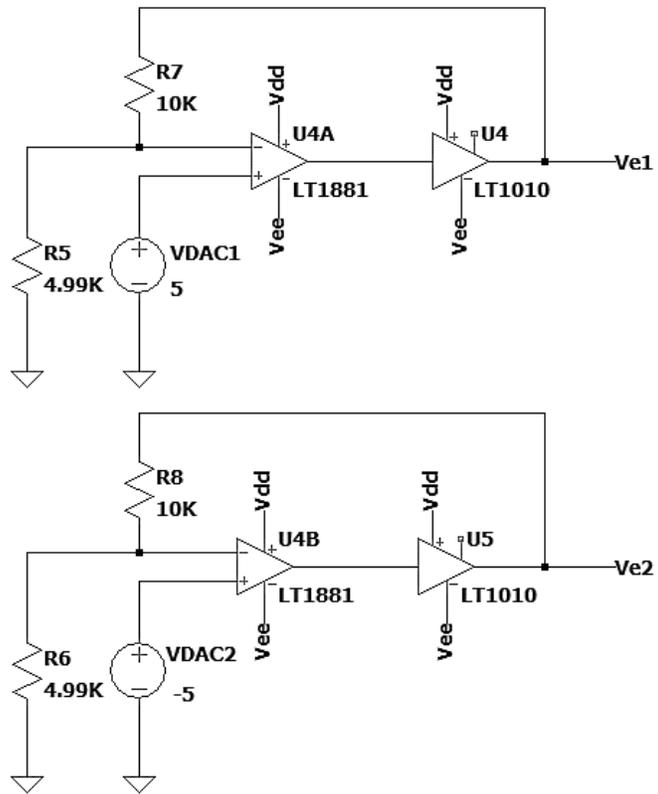


Figura 25 Circuito esquemático capturado en LTspice, para la simulación de la operación de los circuitos de amplificación.

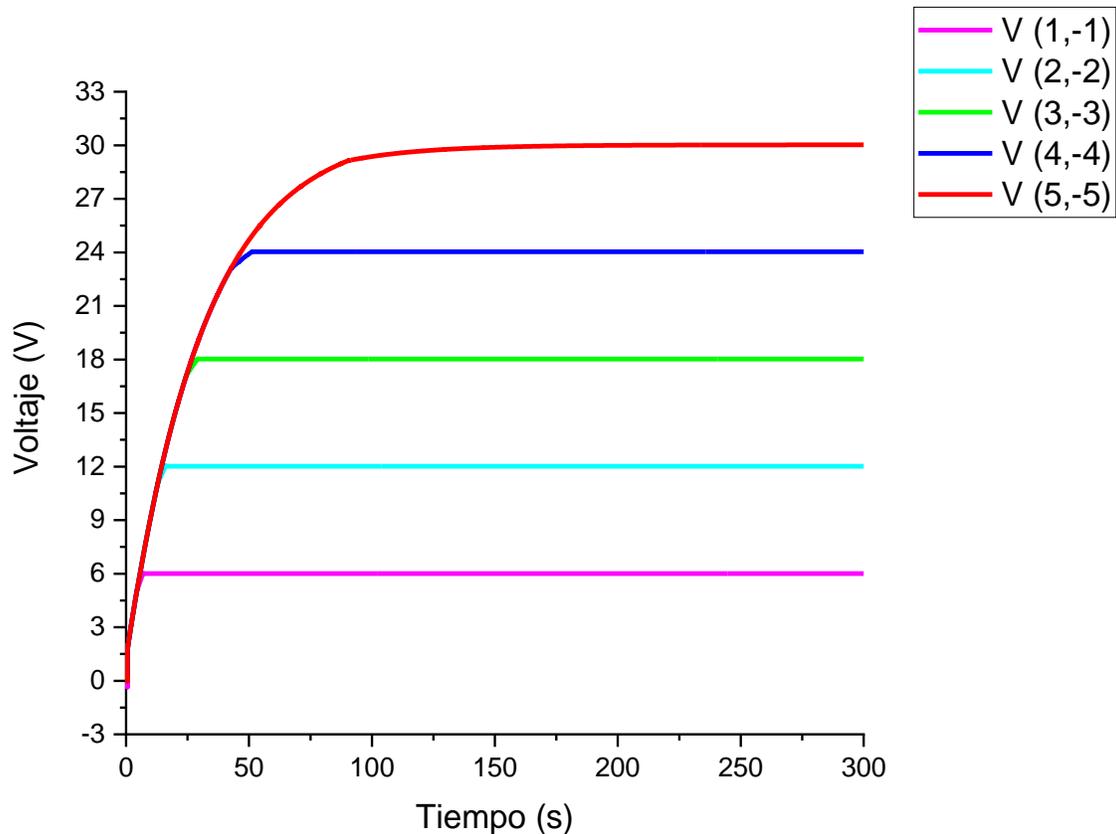


Figura 26 Voltaje diferencial entre electrodos a diferente selección de voltaje en DAC's (Ve1, Ve2).

En la gráfica de la Figura 27, se pueden apreciar 2 curvas, el rojo corresponde al voltaje y el azul a la corriente, ambas en función de la resistencia de carga. Esta grafica indica que el voltaje empieza a decaer a una resistencia menor a los 900  $\Omega$ . Con esta informacion se puede identificar la corriente máxima del circuito de amplificación, que es a 33.37 mA.

Esta simulación está basada en el proceso de síntesis. En un principio, la resistencia entre electrodos sumergidos en agua destilada es considerablemente alta, por lo que la corriente que circula a través de ellos es mínima. Conforme avanza la producción de nanopartículas de plata, la resistencia en la solución disminuye, lo que conlleva un aumento en la corriente.

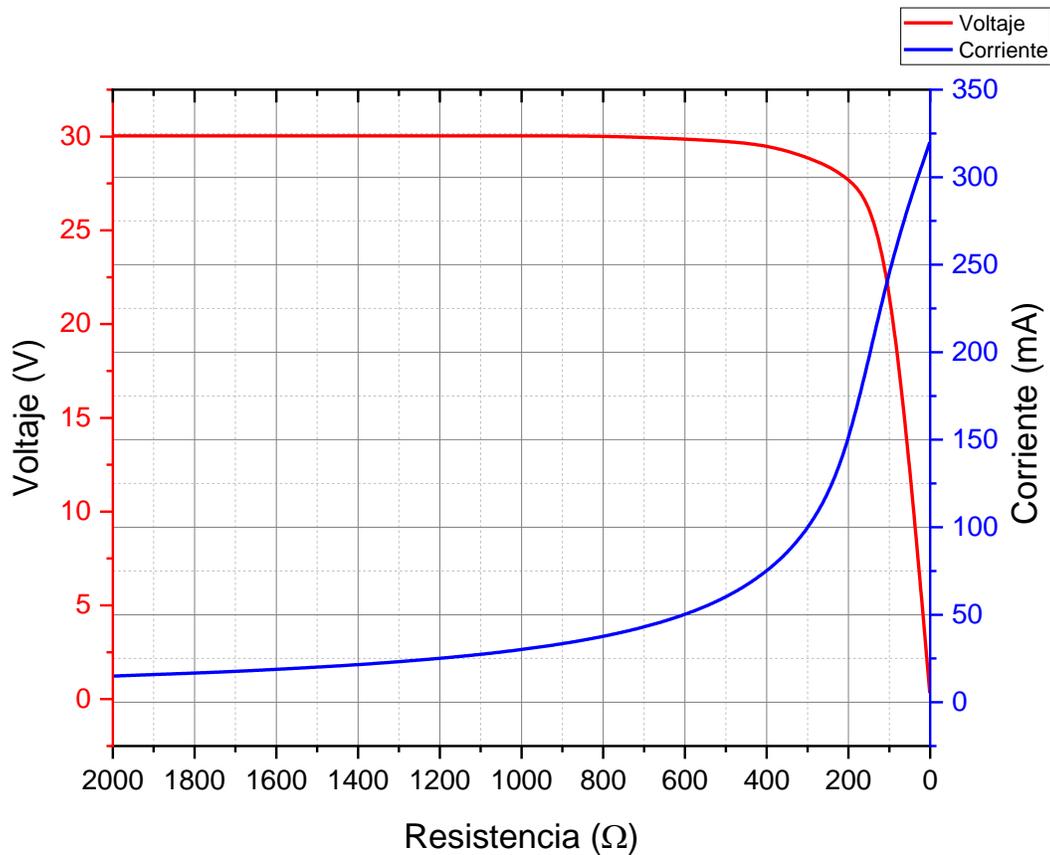


Figura 27 Grafica de barrido de resistencia contra voltaje y corriente.

#### 4.2 Representación gráfica del PCB en software KiCAD

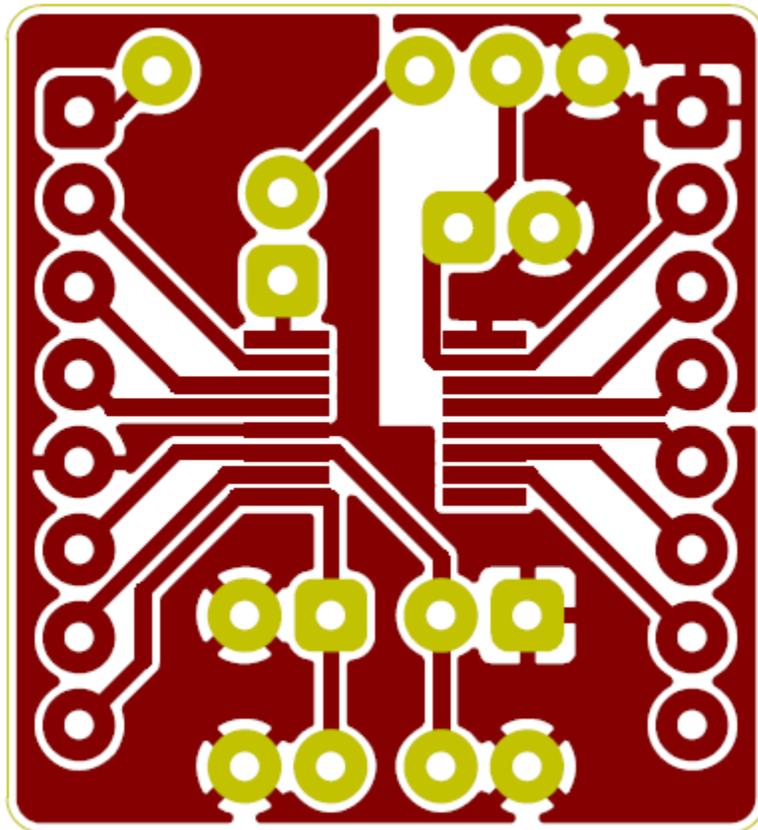
En esta sección se darán a conocer los resultados referentes al producto final. La lista de componentes, esquemáticos, el diseño del circuito PCB y el prototipo en 3D.

Los componentes se dividen en dos listas diferentes. Una con los utilizados para la fabricación de la tarjeta de los módulos DAC's, Apéndice B, y otra para la del sistema de síntesis Apéndice C, la cual incluye la primera tarjeta mencionada (Módulo DAC). En estas tablas podemos encontrar información como cantidad, referencia, valor/nombre y la descripción de cada componente, como el voltaje de operación, encapsulado y modelo.

Todos los componentes de las listas de las anteriores pueden ser identificados con su número de referencia en el esquemático del circuito. Puede referirse a los apéndices D y E, para ver con más detalle los esquemáticos.

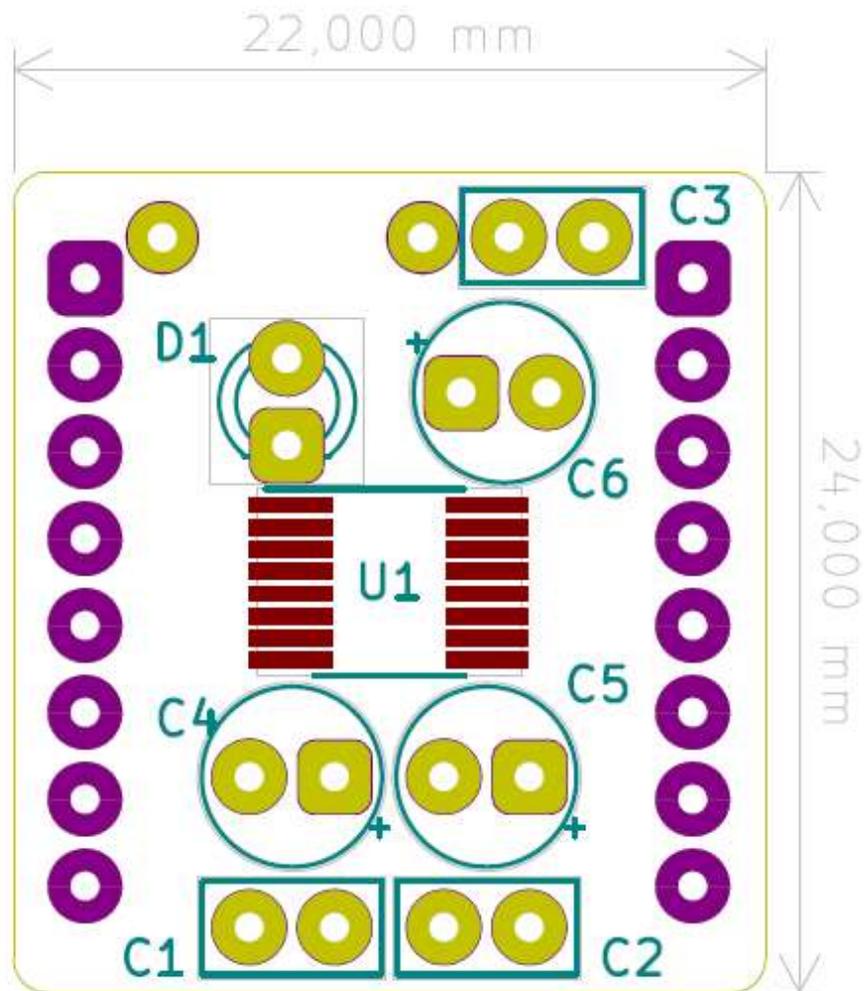
#### 4.2.1 Diseño de placas electrónicas

El diseño de las tarjetas electrónicas es importante. Este debe estar orientado a las necesidades o a la aplicación que tendrá el circuito. Parámetros como ancho y separación de pistas, distancia entre componentes, tamaños y grosor de “pad”, diámetro de orificios de taladro, numero de capas, etc., incluso los voltajes, frecuencia y tipo de señal, analógica o digital, de las diferentes etapas del sistema, deben ser considerados para un diseño y funcionamiento correcto. Cabe mencionar que para este trabajo, los diseños fueron realizados para tarjetas de una sola capa.



*Figura 28 Diseño de pistas de la placa electrónica de Módulo DAC.*

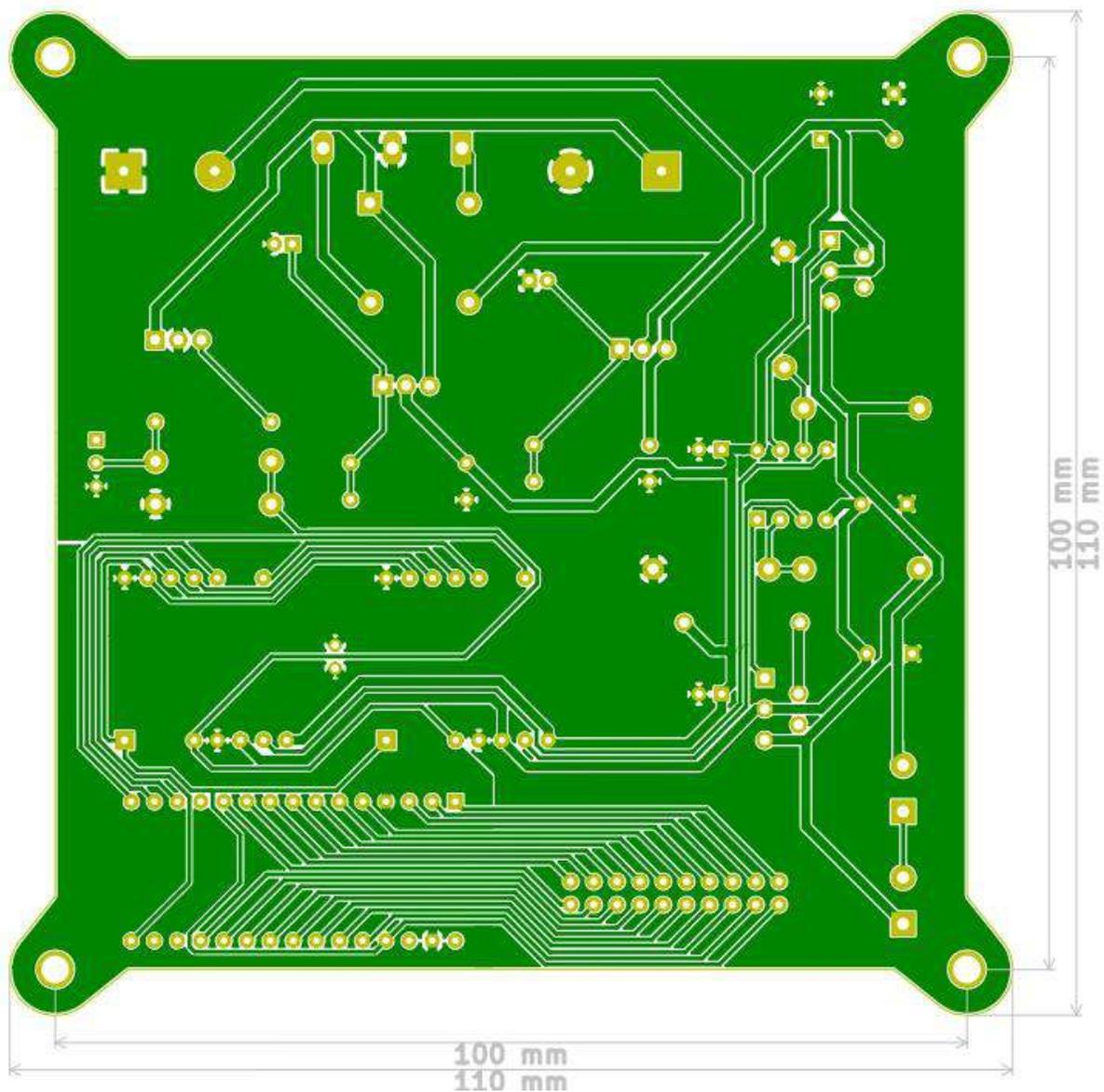
También puede ser de gran ayuda tomar como referencia hojas de datos de componentes, ya que los fabricantes dan recomendaciones acerca de estas cuestiones. Incluso se presentan ejemplos de diseño PCB para su fabricación.



*Figura 29 Distribución de componentes en tarjeta electrónica del módulo DAC.*

Para el circuito de la Figura 28, se utilizaron los siguientes parámetros, considerando las limitaciones por la herramienta de fabricación del laboratorio: 0.25 mm de ancho de pista, 0.2 mm de separación entre pistas como mínimo y 0.8 mm de diámetro para los orificios de taladro. Cabe mencionar que esta tarjeta fue diseñada para incorporar componente U1, que es de montaje superficial. En la Figura 29, se puede observar la distribución de componentes del módulo DAC y también sus dimensiones, que son 22x24 mm. Puede

consultar más detalles sobre los componentes utilizados en los apéndices antes mencionados.



*Figura 30 Diseño de pistas de la placa electrónica del sistema de síntesis.*

En la Figura 30, se utilizaron dos diferentes clases de parámetros de diseño: “Default” y “Power”. La única diferente entre estas es el ancho de pista, el cual se seleccionó 0.45 mm y 1 mm, respectivamente. La separación mínima y diámetro de taladro fueron los mismos que se utilizaron en la tarjeta de módulo DAC.

Se puede observar en la Figura 31, la distribución de los componentes de esta tarjeta. Los elementos “HS”, corresponden al espacio requerido por los disipadores de calor utilizados como método de enfriamiento, de los reguladores de voltajes y los búferes de corriente. También se pueden notar 4 orificios en las esquinas de la tarjeta, esto con el fin de tener un punto de fijación. De igual manera en la misma figura se indican las dimensiones de la tarjeta, que son 110x110 mm.

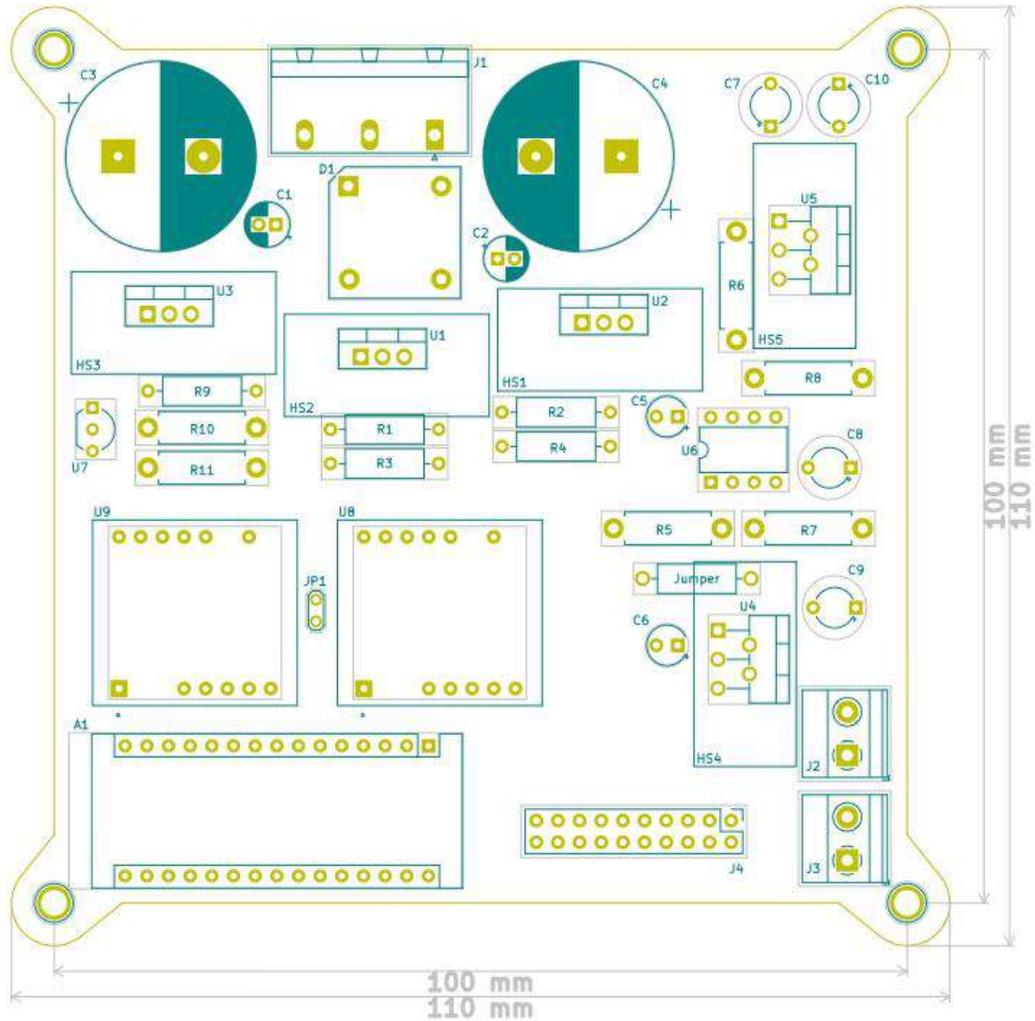
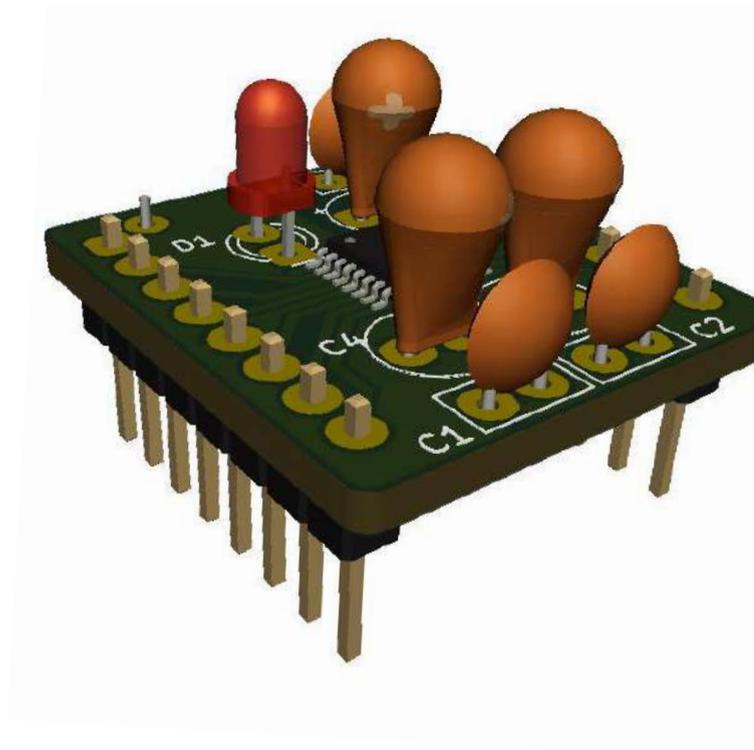


Figura 31 Distribución de componentes en tarjeta electrónica de sistema de síntesis.

#### 4.2.2 Vista en 3D de las tarjetas electrónicas en Kicad

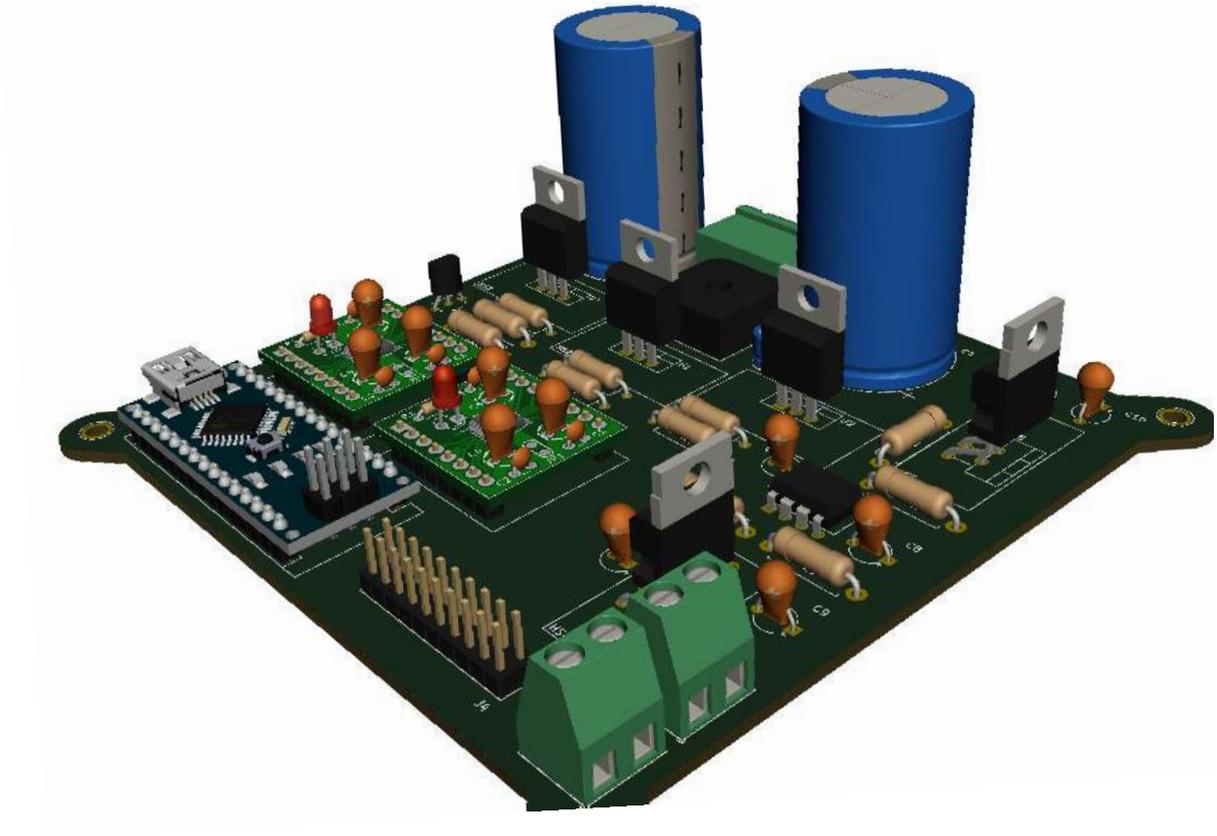
Esta herramienta es utilizada para obtener una representación “real”, de nuestro diseño electrónico. Con ella es posible saber si se cumplen las características o criterios requeridos para el circuito, incluso el método más adecuado para su fabricación.



*Figura 32 Diseño 3D de tarjeta electrónica de Módulo DAC.*

También pueden ser analizados los espacios entre componentes, para una posible reducción de tamaño de la misma tarjeta. Esto es utilizado principalmente en la industria, para cuestiones de reducciones de costos. Otra cuestión para considerar, son las herramientas disponibles para la fabricación del circuito.

Con la Figura 32, se tiene una idea más clara de cómo es el circuito de los módulos DAC's. Se pueden observar los capacitores de desacoplo, el led indicador de fallas y al centro el convertidor analógico-digital.



*Figura 33 Diseño 3D de tarjeta electrónica de sistema de síntesis.*

En la Figura 33, se tiene el resultado del diseño de la tarjeta del sistema completo. En ella se pueden apreciar todos los componentes utilizados, como los capacitores electrolíticos de la etapa de rectificación, los reguladores de voltajes, la tarjeta controladora Arduino, conectores de entrada y salida, los módulos DAC's, entre otros.

#### **4.3 Medición de señales en circuito del sistema de electrólisis de AgNP's.**

Una vez que el circuito es implementado en la práctica, se pueden observar diferencias entre los valores medidos teóricamente, mediante una simulación, con respecto a las mediciones reales empleando el circuito. Parámetros como temperatura, señales de ruido o variaciones de voltaje, pueden ser las que afecten en las lecturas.

En esta sección se muestran las mediciones realizadas con el circuito armado, utilizando un osciloscopio de la marca Agilent, para comparar las formas de onda y niveles de voltaje de las diferentes etapas del sistema, contra lo simulado en computadora.

### 4.3.1 Circuito de la fuente de alimentación

Inicialmente se tienen las mediciones realizadas a la salida del transformador. En la Figura 34 se puede observar la onda “sinusoidal”, con un voltaje menor a 48 Vp-p y una frecuencia de 60 Hz.

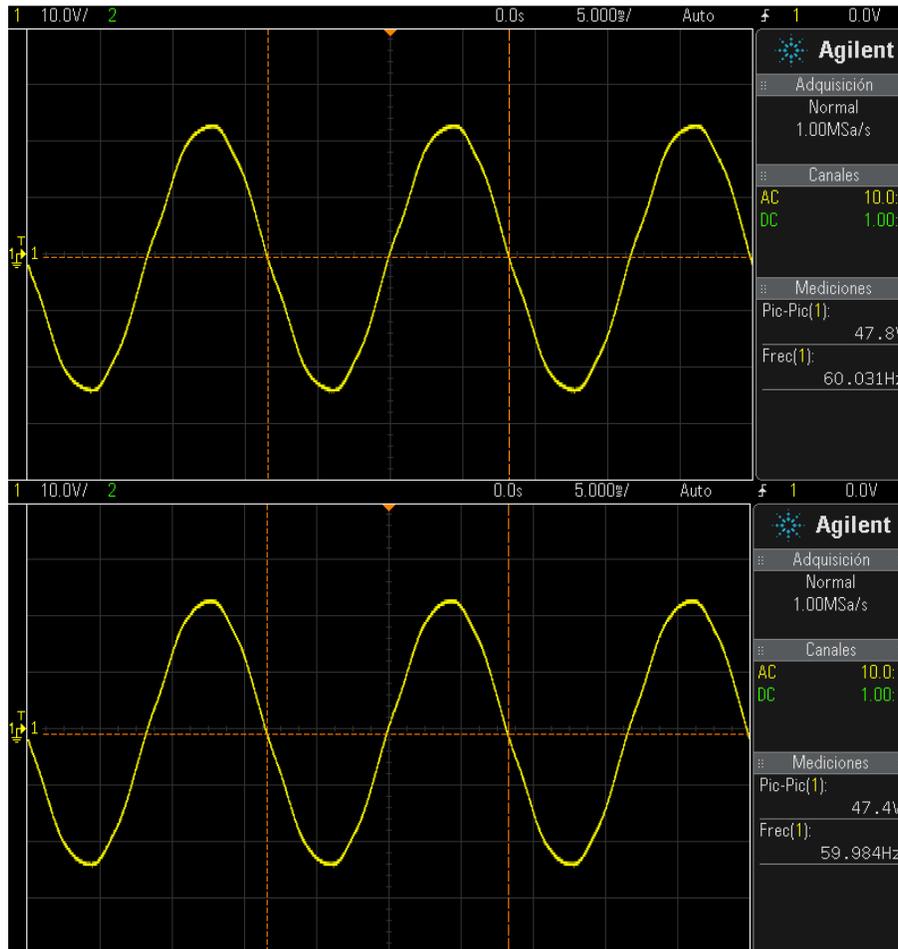
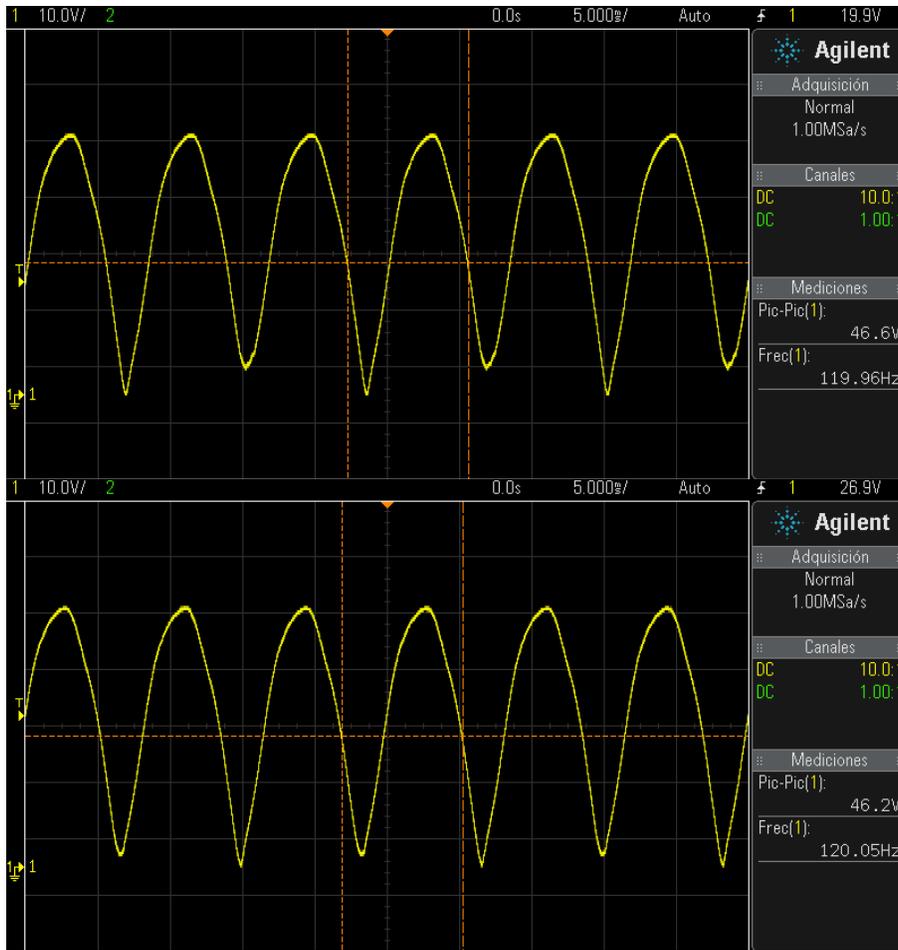


Figura 34 Voltajes a la salida de transformador con 47.8 y 47.4 Vp-p.

Una vez que la señal pasa a través del puente de diodos, se puede observar en la Figura 35, que el voltaje se reduce a la mitad, 23.3 Vp-p y la frecuencia dobla su valor, 120 Hz. Lo anterior, producto de la rectificación de onda completa, siendo básicamente la conversión de la señal de corriente alterna (CA) a corriente directa (CD). Este proceso se aplica para ambas señales.



*Figura 35 Voltajes rectificadas sin capacitores de filtrado con 46.6 y 46.2 Vp-p.*

En la Figura 36, se puede observar el voltaje ya filtrado por los capacitores electrolíticos, lo cual nos da los valores de voltaje 21.33 V y -22.1 V. También se puede observar que la señal de voltaje positiva se muestra más “guesa” en la medición. Esto se debe al valor

del rizo de la señal. Se puede ver con más detalle en la Figura 37; en la cual los valores son 159 mVp-p y 30 mVp-p, respectivamente.



Figura 36 Voltajes rectificadas con capacitores de filtrado con 21.33 y -22.05 V.

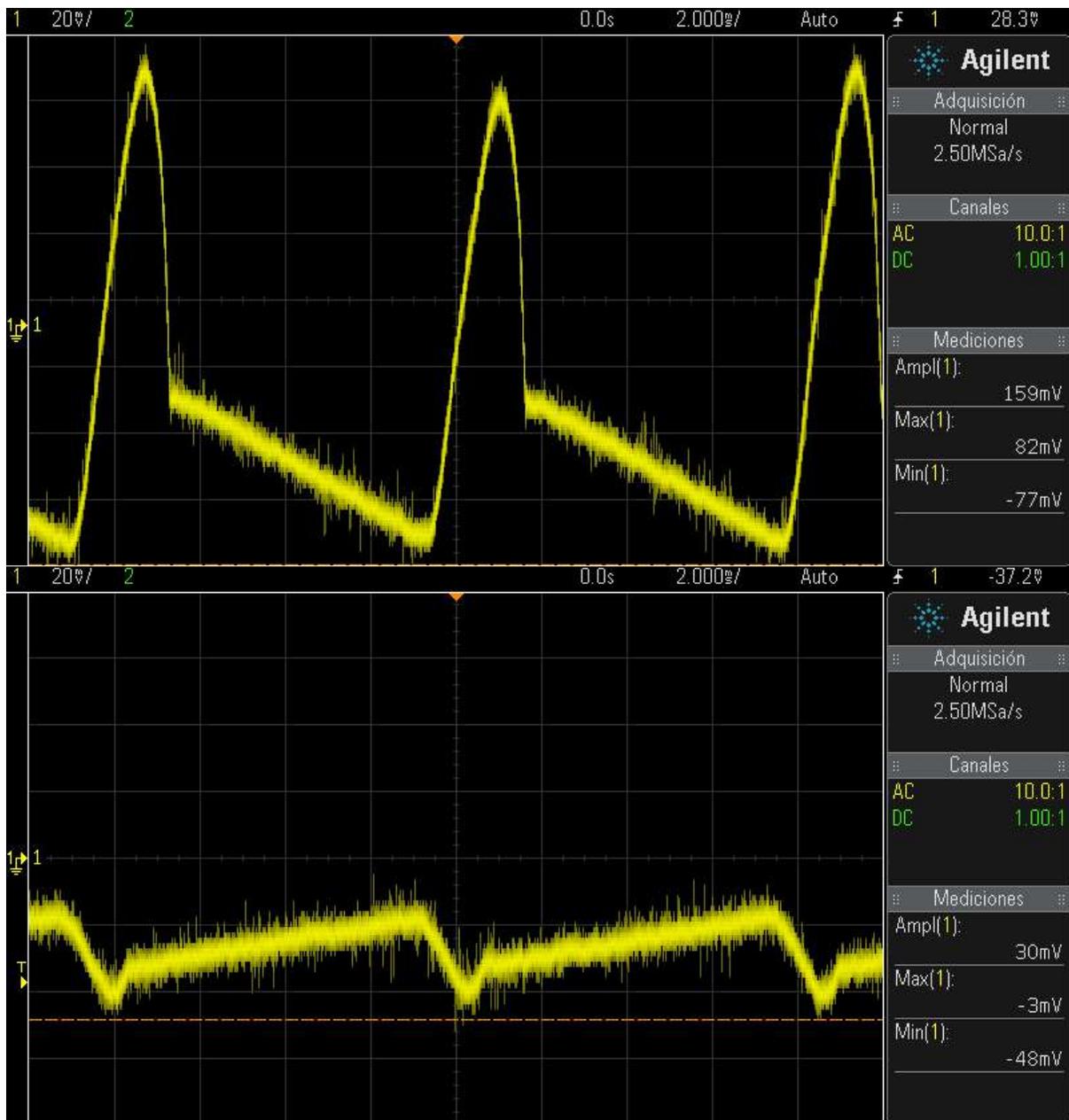


Figura 37 Valor de rizo en voltajes  $V_+$  y  $V_-$ , 159 y 30 mV de amplitud.

#### 4.3.2 Circuito controlador de voltaje con convertidores analógico-digitales (DAC's)

Para las mediciones de este circuito, Figura 38, se requirió la configuración de los DAC's. Para ambos, se seleccionaron los niveles de voltaje de 0 a 5 V, para el DAC positivo (DAC1), y de 0 a -5 V, para el DAC negativo (DAC2), con un tiempo de conmutación de 200 ms, por cuestiones prácticas, para que pudiera ser medible con el osciloscopio. De

igual manera que en la simulación en LTspice había un desfase entre las señales, el cual fue ajustado a la mitad del tiempo de conmutación, para tener un voltaje diferencial que cambiara su polaridad con cada ciclo. También se puede notar un ligero nivel de DC, de aproximadamente -0.4 V para la señal amarilla y -0.2 V para la señal verde, los cuales pueden ser ajustados mediante la misma configuración en Arduino.

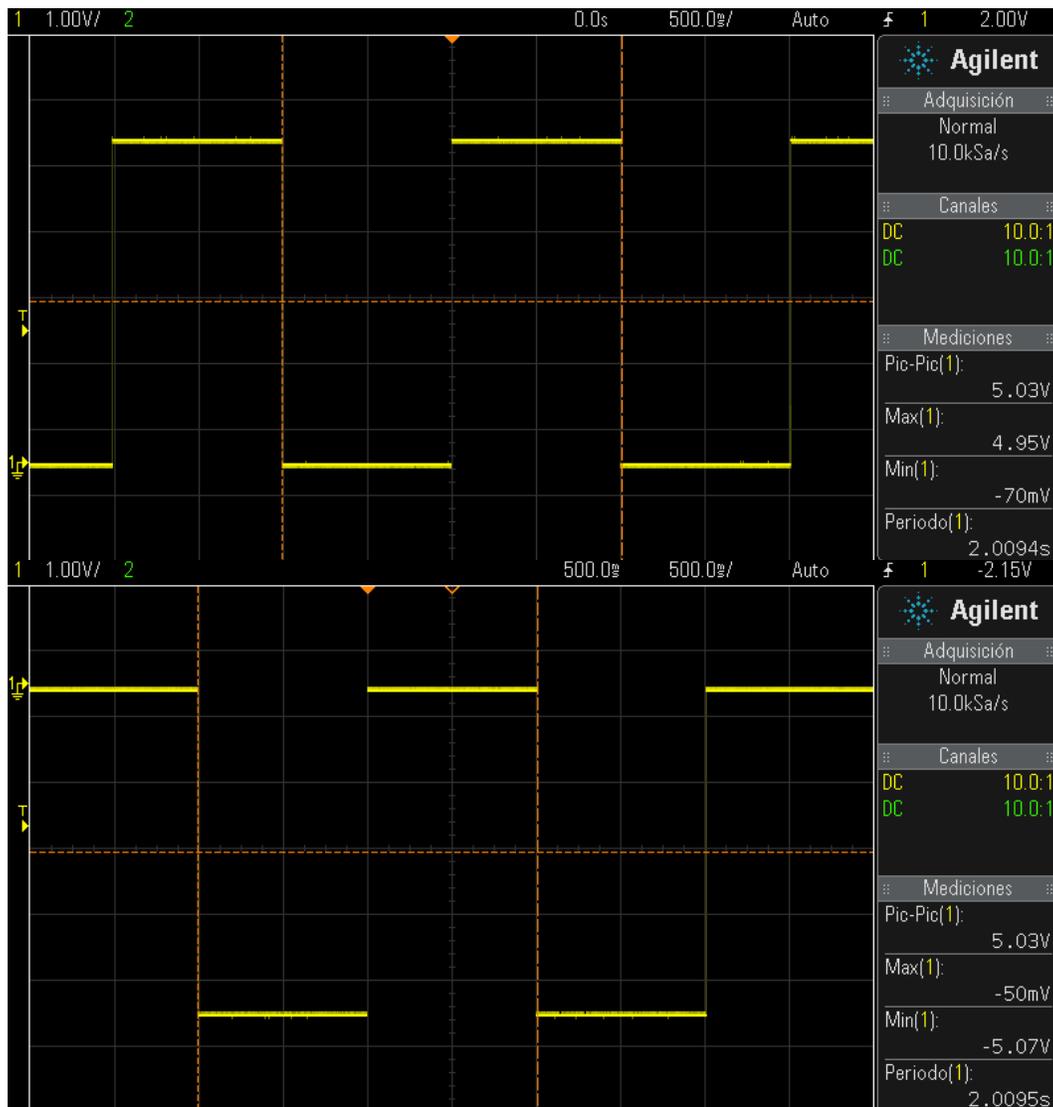
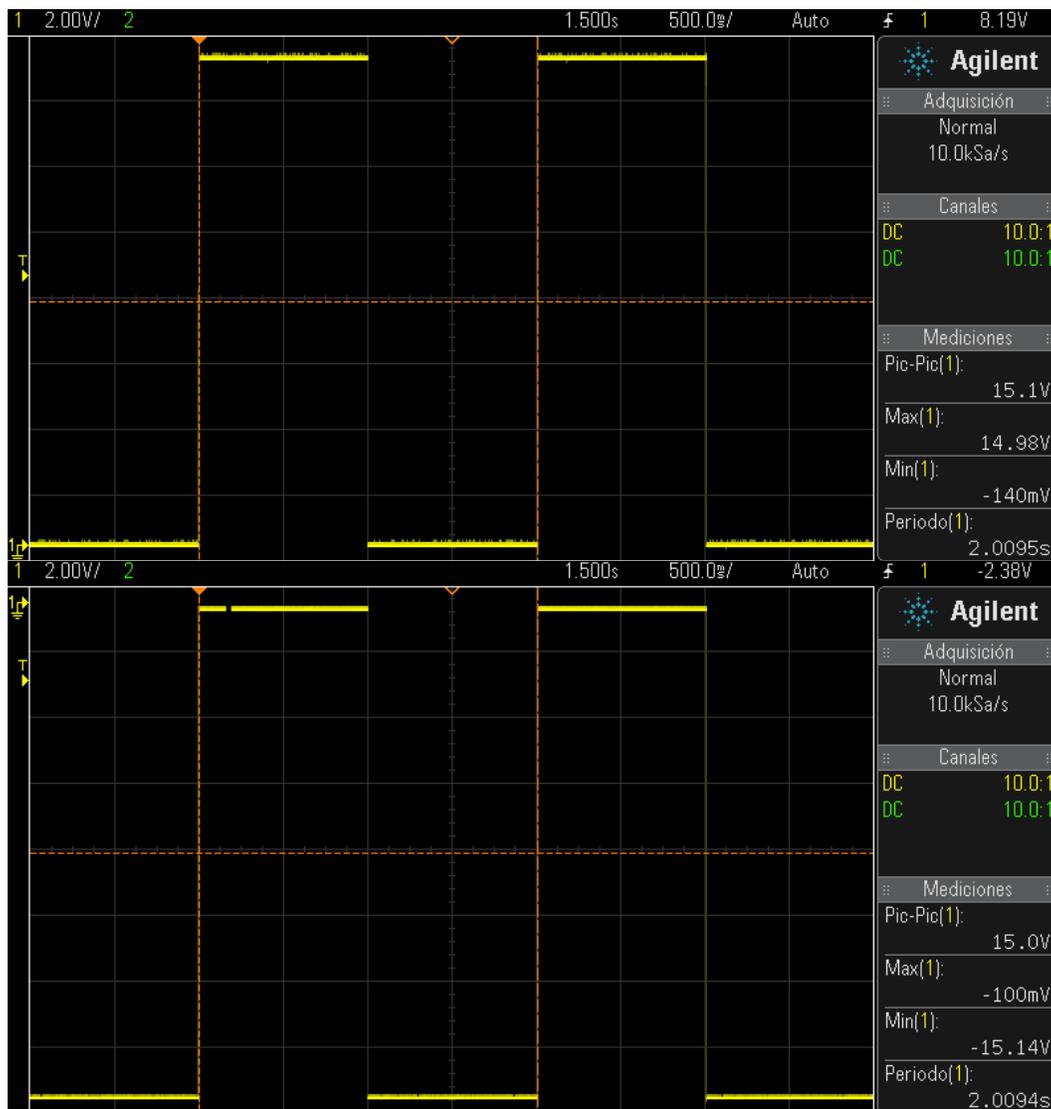


Figura 38 Voltajes con cambio de polaridad en salida de DAC's  $\pm 5$  V.

### 4.3.3 Circuito de amplificación de voltaje y búfers de corriente

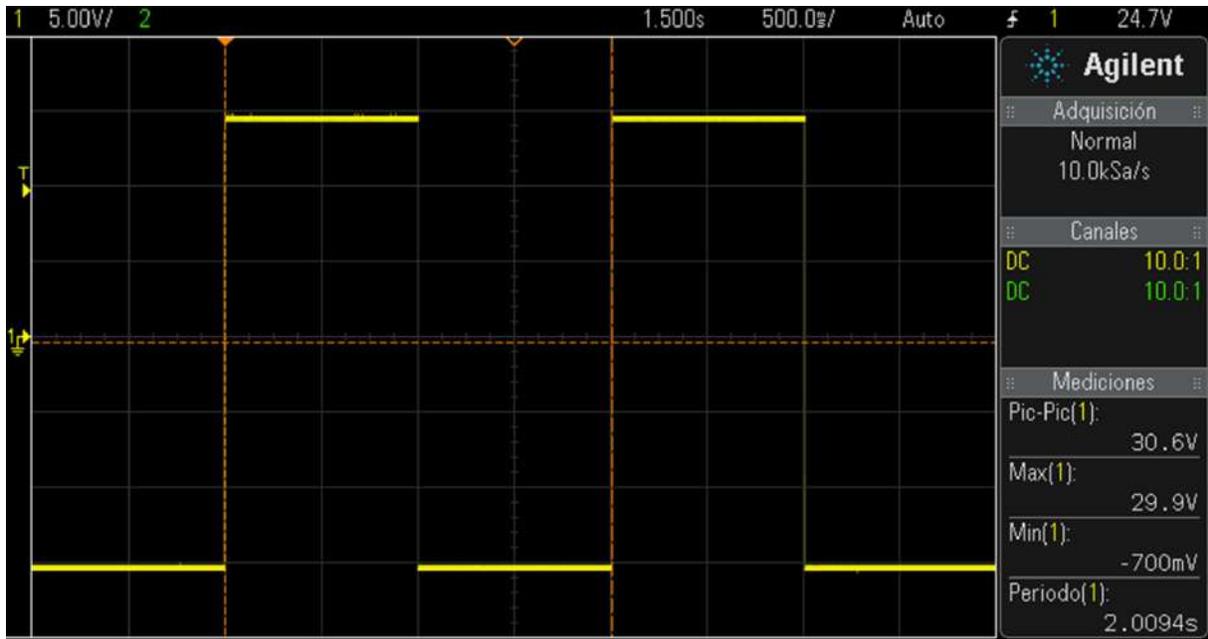
Con relación a las mediciones del circuito de amplificación, en la Figura 39, se puede observar el voltaje amplificado a su valor máximo, el cual es 15 V de amplitud en ambas señales, con la diferencia de que una tiene un valor de 0 a 15 V, y la otra de -15 a 0 V.

Esta figura, difiere gráficamente de la anterior en cuestión con el tiempo de desfase de las señales, debido a que no fueron capturadas en el mismo momento.



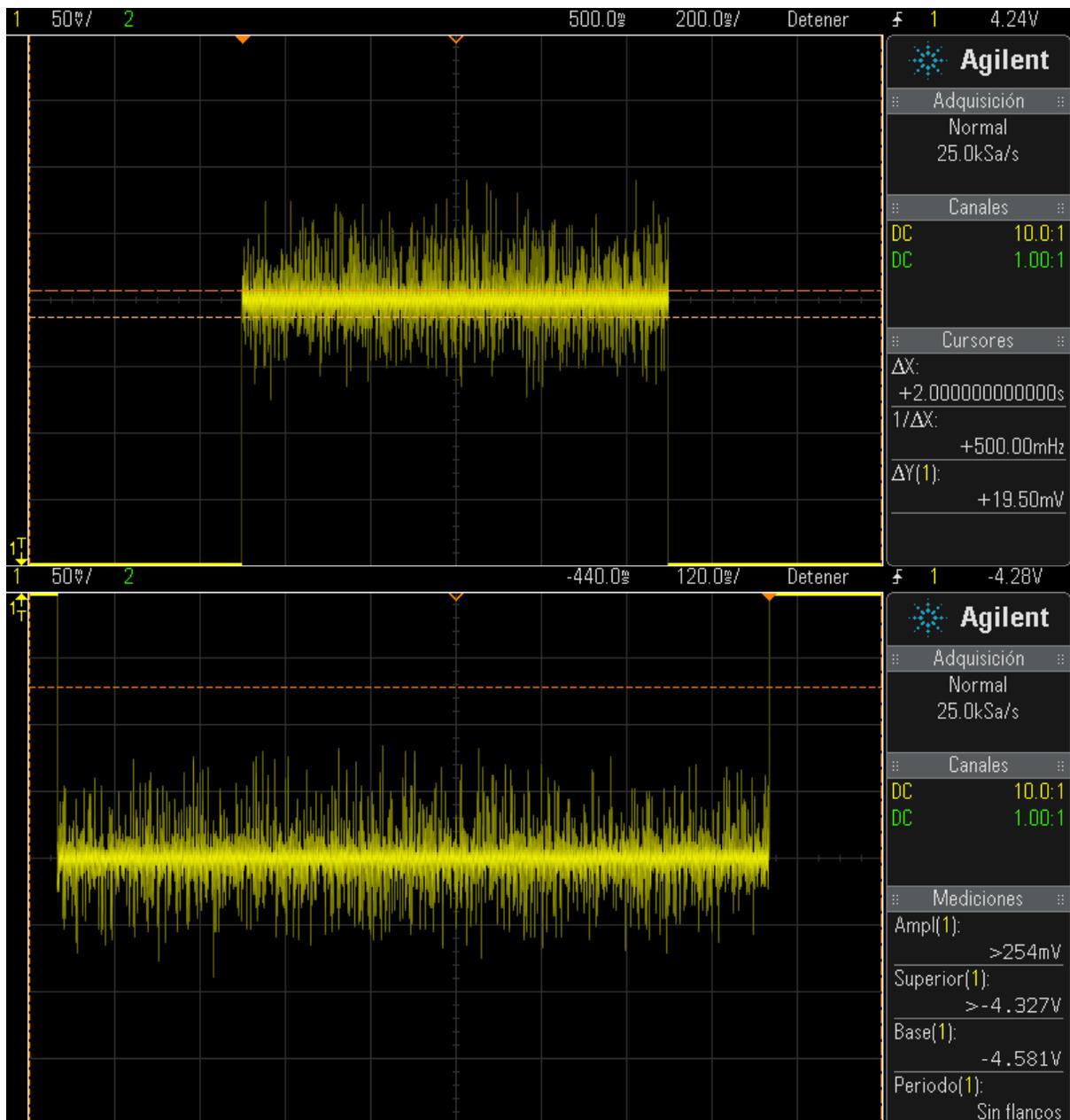
*Figura 39 Voltajes amplificados con cambio de polaridad  $\pm 15$  V.*

En la captura de la Figura 40, se muestra la medición del voltaje que se suministrará a los electrodos de plata. Se puede observar una señal que cambia su valor de 0 a 30 V. Esta amplificación de las señales no sólo aumenta el voltaje, también lo hace con el ruido y con su nivel de DC; parámetros no deseados en nuestro sistema, con relación a la ganancia de nuestro circuito. Lo cual significa que si se tuviese un valor de ruido de 10 mV, este triplicará su amplitud y obtendremos un ruido amplificado de 30 mV.



*Figura 40 Voltaje diferencial entre electrodos  $\pm 30$  V.*

En la Figura 41, se pueden observar dos pulsos de la señal, tanto el positivo como el negativo. Se puede notar que en ambas mediciones se muestra un ruido de amplitud aproximada de 100 mV y considerando que el voltaje del pulso es de 30 V, se puede decir que la variación del voltaje en cada pulso, debido a la presencia de esta señal de ruido, es del 0.33 % del valor que se espera en la salida de los electrodos de plata.



*Figura 41 Valor de ruido en señal amplificada, parte positiva +30 V (arriba), parte negativa -30 V (abajo).*

#### 4.4 Configuración de niveles de voltaje en Arduino y LabView

Una parte esencial del circuito es la programación encargada de hacer funcionar todo el sistema, configurando los niveles de voltaje a los que van a trabajar los convertidores digital-analógicos, su tiempo de conmutación y la duración del proceso de síntesis electroquímica.

El código del Apéndice A: Código de verificación, fue utilizado inicialmente para corroborar el funcionamiento correcto, de los DAC's en su modo "Daisy chain" *Figura 7*, el cual permite que ambos convertidores trabajen simultáneamente o en cascada.

Una vez realizada esta verificación, se adecuó el código de tal manera que fuera compatible con una interfaz elaborada en LabView, misma que fue utilizada en [15]. Esta interfaz, establece una conexión tipo serial con Arduino Nano y el multímetro Fluke, de la siguiente manera: envía los valores de voltaje, tiempo de conmutación y de síntesis hacia Arduino, el cual los lee y realiza la configuración de los DAC's, en el momento en que inicia el proceso de síntesis, la conexión entre LabView y el multímetro Fluke, permite la adquisición de los datos de corriente medidos en los electrodos de plata.

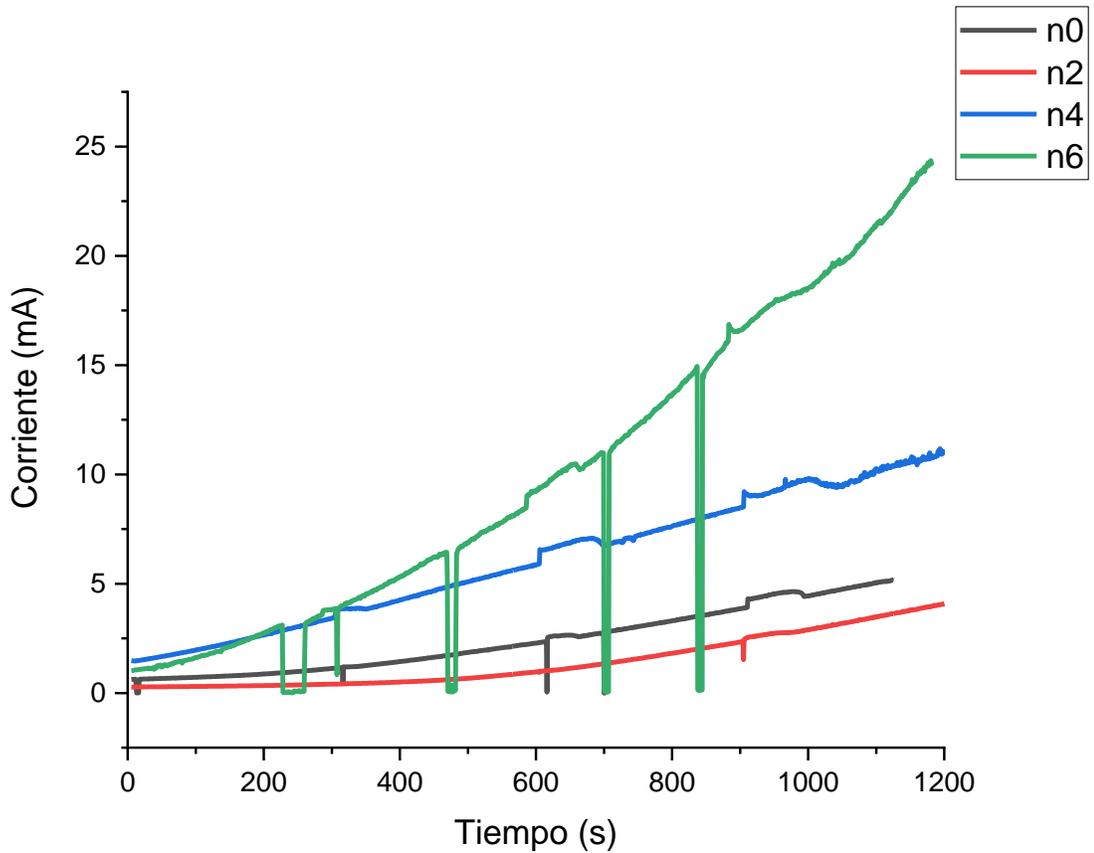
En el Apéndice F, se puede ver la apariencia de la interfaz gráfica, la cual contiene 4 "pantallas" que corresponden al inicio, donde se aprecia a) el nombre y el laboratorio donde se utilizará el sistema; b) controles, en la cual se configuran los valores enviados a Arduino (voltaje y tiempos); c) estado, donde se puede visualizar la información del tiempo transcurrido, corriente promedio y máxima, una barra de progreso de síntesis y la corriente en actual; d) por último se tiene la pantalla de gráfica, la cual muestra el comportamiento gráfico de la corriente en tiempo real del proceso.

#### **4.5 Síntesis y caracterización de nanopartículas de plata**

En esta sección se dan a conocer los resultados obtenidos de las síntesis de plata por el método de electrólisis, como lo son las curvas de corriente consumida durante el proceso. Así como las caracterizaciones realizadas a cada muestra de cada diseño de experimentos factorial (DDE1 y DDE2). Como se mencionó antes, las caracterizaciones realizadas fueron: la espectrofotometría UV-VIS, la Dispersión Dinámica de Luz (DLS) y la Microscopía de Fuerza Atómica (AFM)

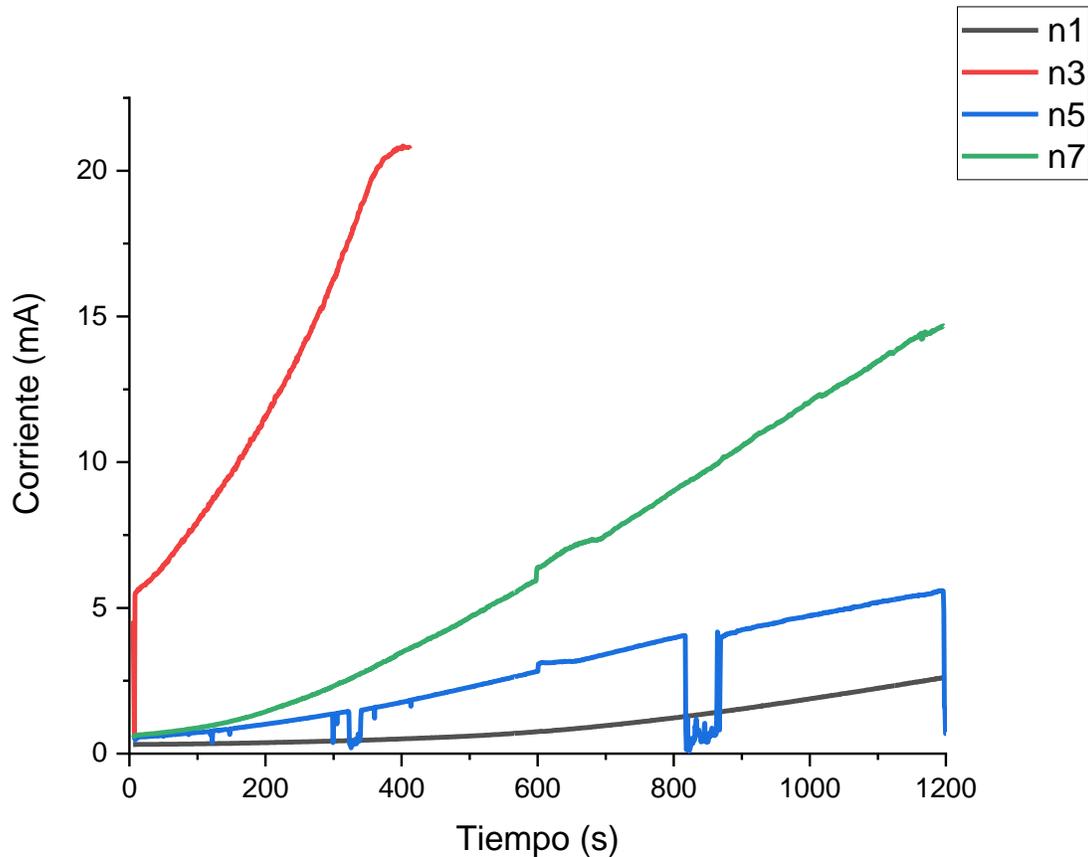
##### **4.5.1 Curvas de corriente DDE1: Protoboard**

Con relación a las curvas de corriente obtenidas en DDE1, tenemos en la *Figura 42*, los experimentos realizados con 5 minutos de conmutación. En los cuales se puede observar que inician en un valor de corriente menor a 2.5 mA y como máximo se registra una corriente inferior a 25 mA en el experimento que corresponde a la muestra n6, en color verde.



*Figura 42 Experimentos realizados con 5 minutos de conmutación.*

En la Figura 43, se pueden ver las curvas de corriente para los experimentos realizados con 10 minutos de conmutación, los cuales presentaron inestabilidad en la medición debido a la acumulación excesiva de óxido de plata, lo que produjo una adquisición deficiente de los datos de la corriente. Se registró una corriente mínima inferior a 1 mA, y un valor máximo superior a 21 mA.



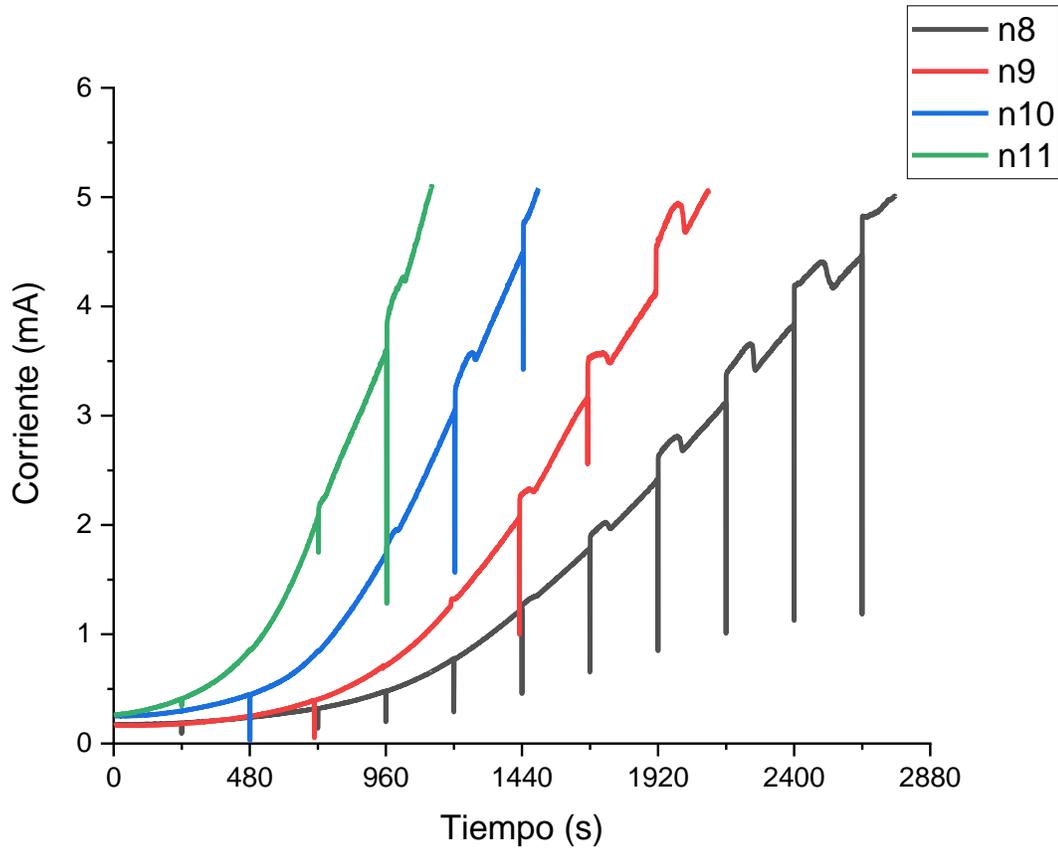
*Figura 43 Experimentos realizados con 10 minutos de conmutación.*

#### 4.5.2 Curvas de corriente DDE2: Tarjeta PCB

La adquisición de los datos de la variación de corriente, con los circuitos ya integrados en la tarjeta PCB, mostraron un comportamiento más definido. Esto se considera que se debe a la eliminación de efectos no deseados (capacitancia generada entre pines, ruido, entre otros), en el circuito.

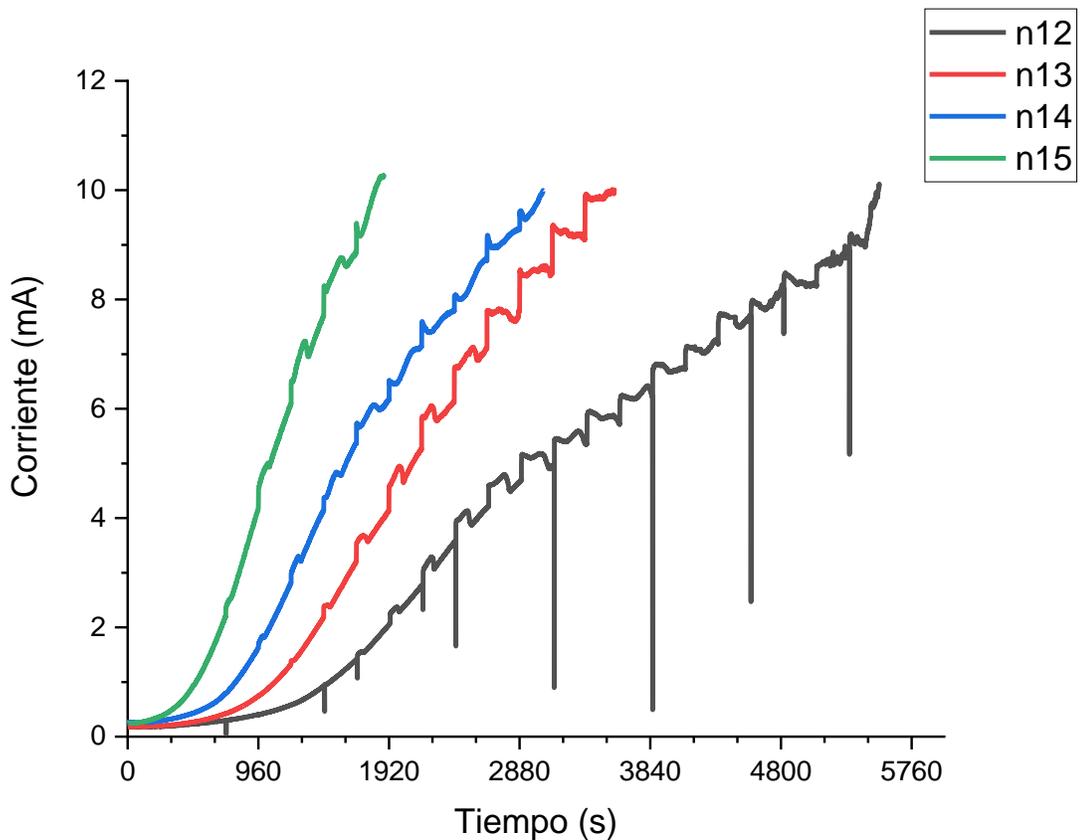
En la gráfica de la Figura 44, se puede apreciar de mejor manera lo mencionado anteriormente, donde se muestran las curvas de corriente de los experimentos realizados con un límite de corriente de 5 mA. Se puede notar mayor consistencia en las curvas tanto en su forma como en su crecimiento. La corriente mínima registrada para esta gráfica fue de 0.17 mA, en el experimento de la muestra n8 y como máximo se registró un valor de 5.1 mA, correspondiente al experimento de la muestra n11. Con relación al

tiempo que demoró alcanzar el límite de corriente, se tiene un registro de tiempo mínimo de 19 min, de la muestra n11 y como máximo 46 min que corresponden la muestra n8.



*Figura 44 Experimentos realizados hasta 5 mA como límite*

De igual manera, en la gráfica de la Figura 45, se pueden observar los registros de las mediciones de corriente de los experimentos realizados con un límite de 10 mA. Teniendo una corriente mínima registrada para esta gráfica de 0.17 mA, en el experimento de la muestra n12 y un máximo de 10.15 mA, correspondiente al experimento de la muestra n15. También se puede observar el aumento considerable del tiempo de síntesis que corresponde a 10 mA. Con un máximo de tiempo para la muestra n12 de 92 min y un mínimo de 32 min, para el experimento de la muestra n15.



*Figura 45 Experimentos realizados hasta 10 mA como límite.*

Con relación a las curvas de corriente de los experimentos realizados con un límite de 15 mA, Figura 45. Se puede observar una corriente mínima registrada para esta grafica de 0.16 mA, en el experimento de la muestra n16 y un máximo de 15.8 mA, correspondiente al experimento de la muestra n19. También se puede observar un tiempo de síntesis incluso más amplio para alcanzar 15 mA. Con un mínimo de tiempo de tiempo para la muestra n19 de 60 min y un máximo de 120 min, para el experimento de la muestra n16, que no alcanza durante este periodo de tiempo tan prolongado, el límite de 15 mA

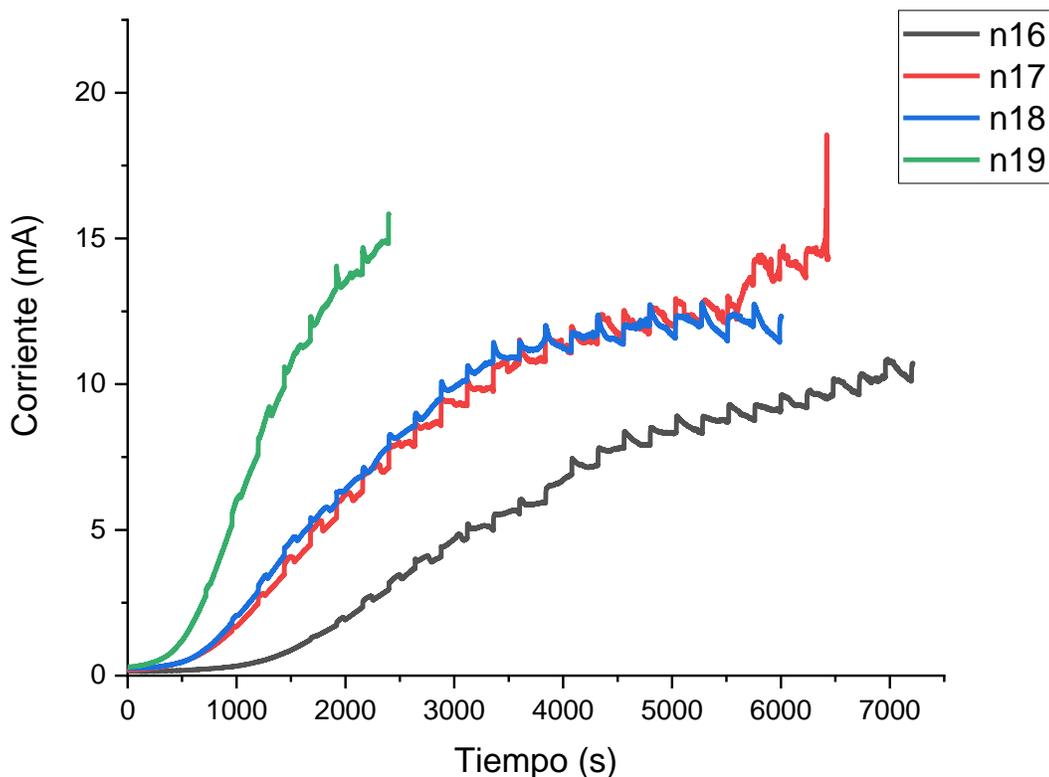


Figura 46 Experimentos realizados hasta 15 mA como límite.

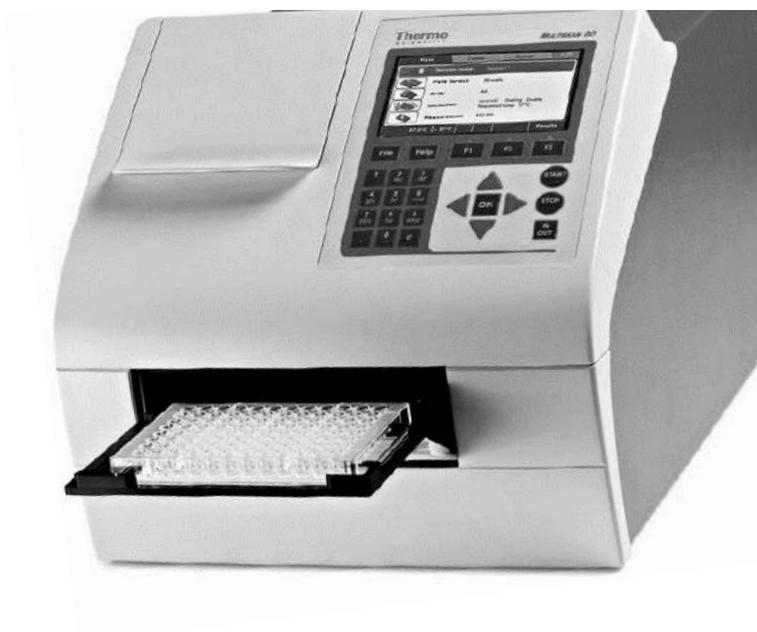
### 4.5.3 Técnicas de caracterización de nanopartículas de plata

Es de suma importancia conocer las características del material estudiado, como lo son el tamaño, cantidad, concentración de las nanopartículas; así como su morfología. Además de que de estas dependen sus propiedades fisicoquímicas.

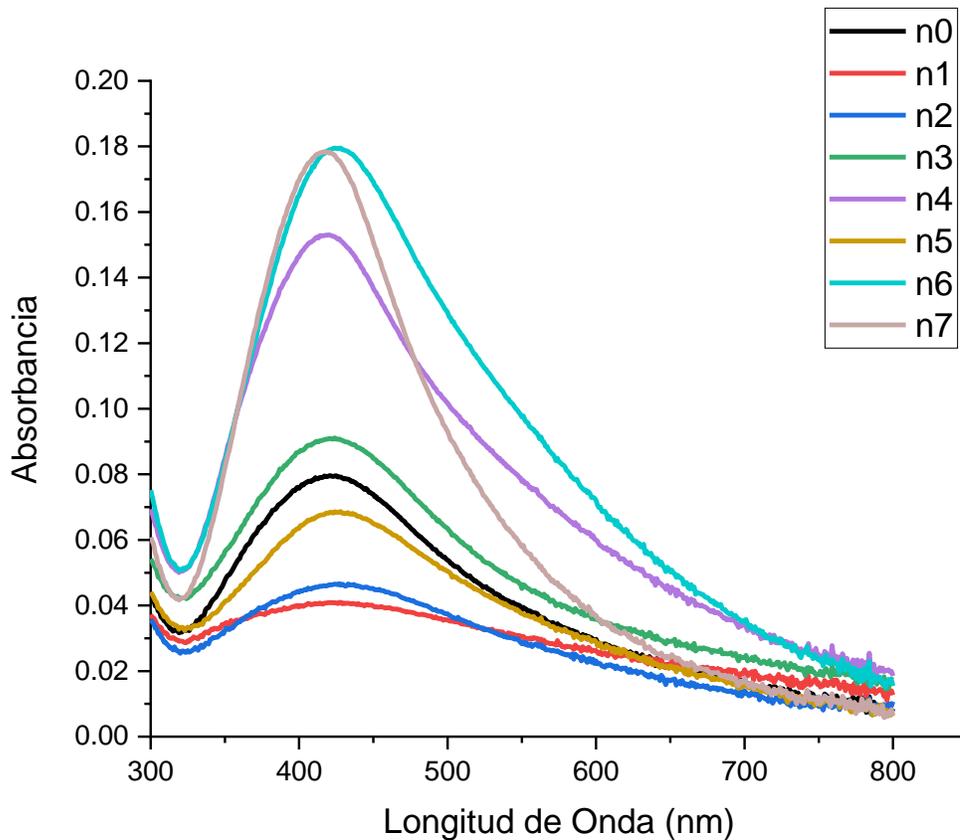
#### 4.5.3.1 Espectrofotometría UV-Visible

Para determinar la concentración del material en la solución, se utilizó la técnica de espectrofotometría UV-Visible. Esta técnica se basa en la característica de absorción de radiación electromagnética de las moléculas, además de tomar en cuenta que la cantidad de luz absorbida por la solución depende linealmente de su concentración. El equipo para realizar esta medición es llamado espectrofotómetro, el cual permite la selección de un rango de longitudes de onda, o en su defecto, solamente una, que atraviesan la solución para así medir la cantidad de luz es absorbida por esta.

Para la medición por este método, se utilizó el equipo Miltiskan Go, de la marca Thermo Scientific de la Figura 47



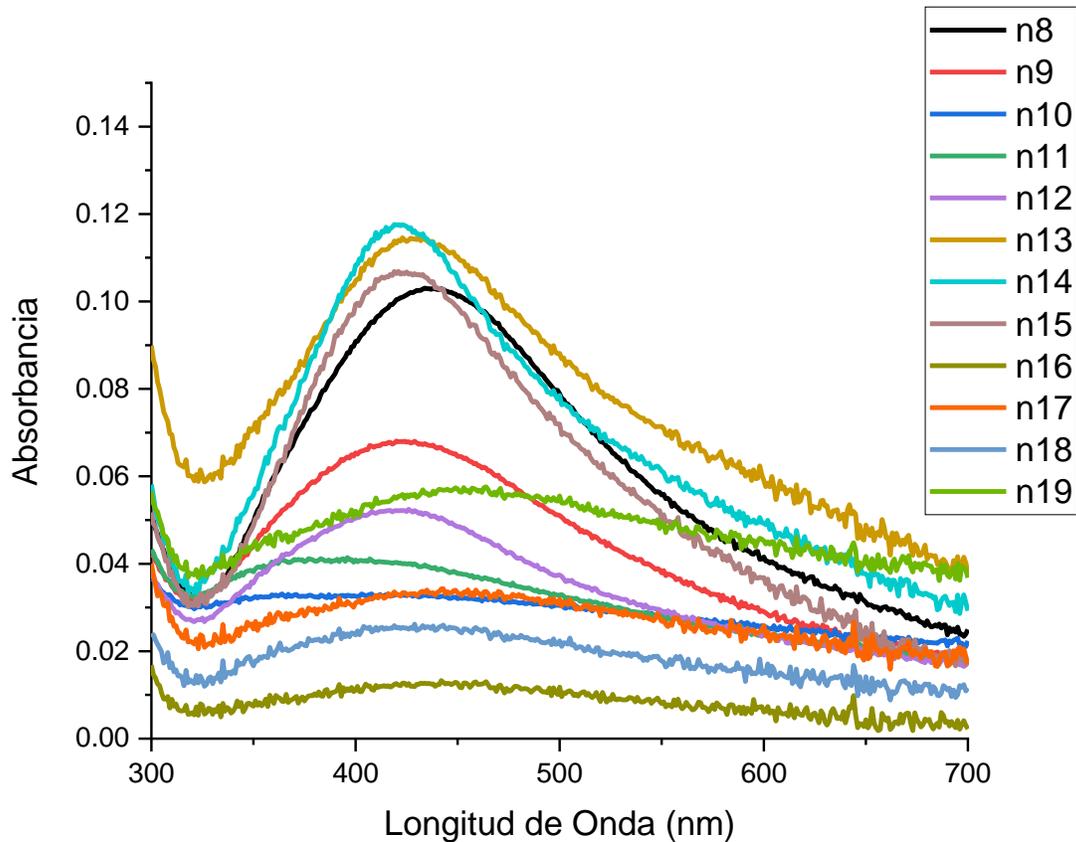
*Figura 47 Equipo para la medición de absorbancia por el método de espectrofotometría UV-Vis.*



*Figura 48 Gráfica de caracterización UV-Vis de muestras de DDE1.*

En la gráfica de la Figura 48, se pueden observar las curvas de absorbancia, para los experimentos realizados con el sistema implementado en protoboard. De acuerdo con la literatura [44], la plata en suspensión registra una absorbancia en un intervalo de 395 a 445 nm de longitud de onda. Con lo cual, en primera instancia, permite afirmar que las muestras contienen nanopartículas de plata con diferente concentración, la cual se refleja directamente en la absorción de luz de la muestra. A mayor concentración la absorbancia aumenta.

Se puede observar un máximo en absorbancia de 0.18, correspondiente a la muestra n6 y una absorbancia mínima de 0.04 para la muestra n1.



*Figura 49 Gráfica de caracterización UV-Vis a muestras de DDE2.*

En la gráfica de la Figura 49, se tienen los resultados UV-VIS de los experimentos realizados una vez fabricada la tarjeta del sistema. En la cual se puede observar que de igual manera los máximos de cada curva están dentro del intervalo de 395 a 445 nm de longitud de onda, lo cual corresponde a las nanopartículas de plata en suspensión.

#### **4.5.3.2 Dispersión dinámica de luz (DLS)**

En esta sección se muestran la caracterización de tamaño de las nanopartículas de plata, empleando la técnica dispersión dinámica de luz (DLS). Un método fisicoquímico empleado para la determinación de la distribución de tamaños de partículas en suspensión, la cual implica enviar un haz de luz láser a través de la solución de muestra y monitorear los fotones dispersados en ángulos específicos durante intervalos de tiempo muy cortos (microsegundos).

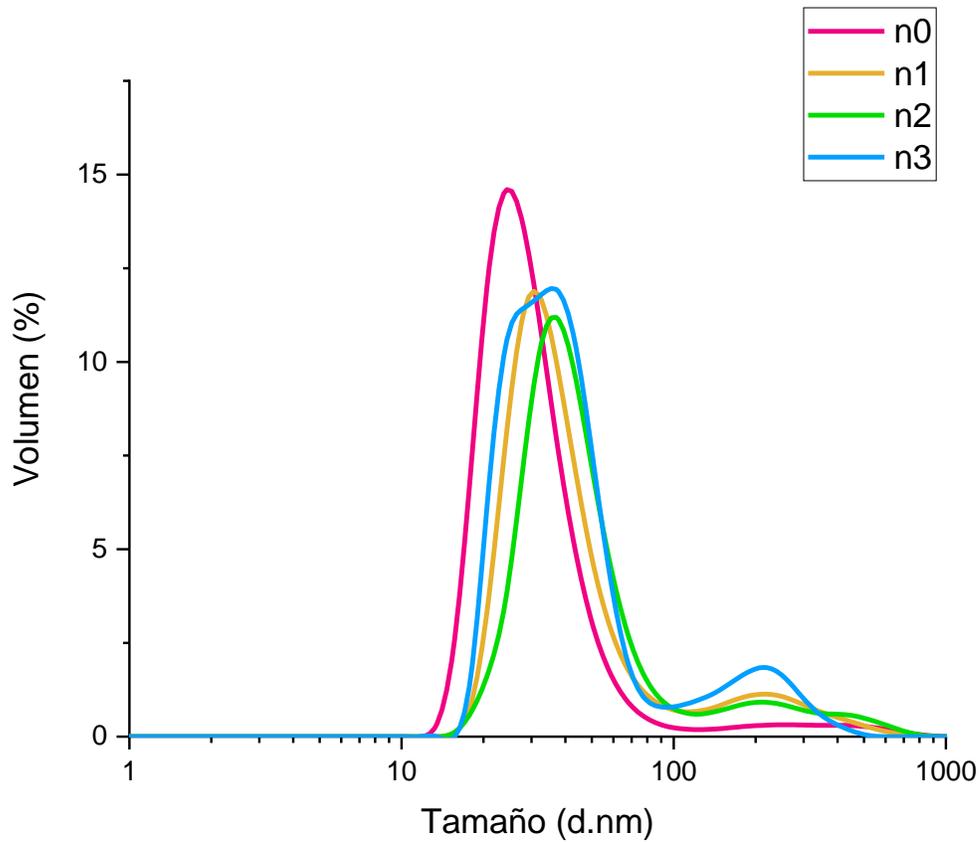
Para esta medición fue utilizado el equipo Zetasizer Nano ZS de la marca Malvern Figura 50 Equipo para la medición de tamaños por el método de dispersión dinámica de luz (DLS)., el cual es un analizador de tamaño de partícula y tamaño molecular de dos ángulos de alto desempeño para la detección mejorada de agregados y la medición de muestras pequeñas o diluidas, y de muestras a una concentración muy baja o alta utilizando la dispersión de luz dinámica con óptica "NIBS".



*Figura 50 Equipo para la medición de tamaños por el método de dispersión dinámica de luz (DLS).*

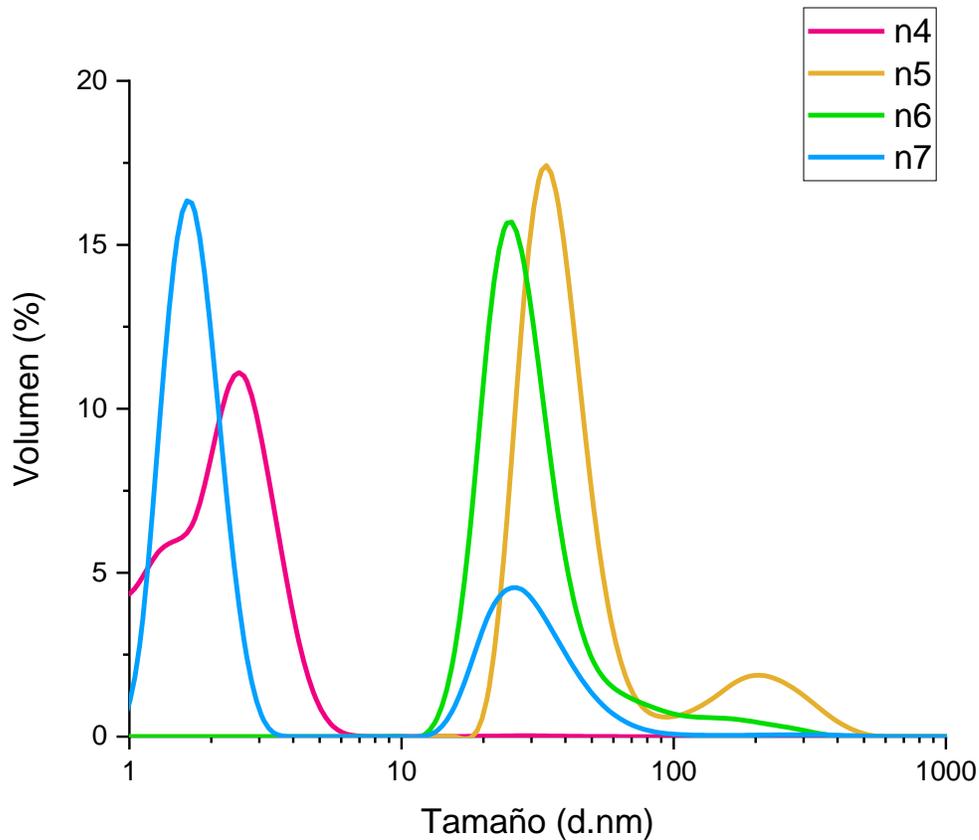
#### **4.5.3.2.1 DDE1**

Las siguientes gráficas muestran la distribución de tamaños de los experimentos realizados con el circuito implementado en protoboard.



*Figura 51 Distribución de tamaños para las muestras con tiempo de conmutación de 5 min.*

En la gráfica de la Figura 51, se puede observar la distribución de los tamaños de las nanopartículas de plata, para los experimentos con 5 minutos de conmutación, las cuales presentan una dispersión dentro del rango de los 20 a 50 nm de diámetro, en la mayoría de cada muestra.

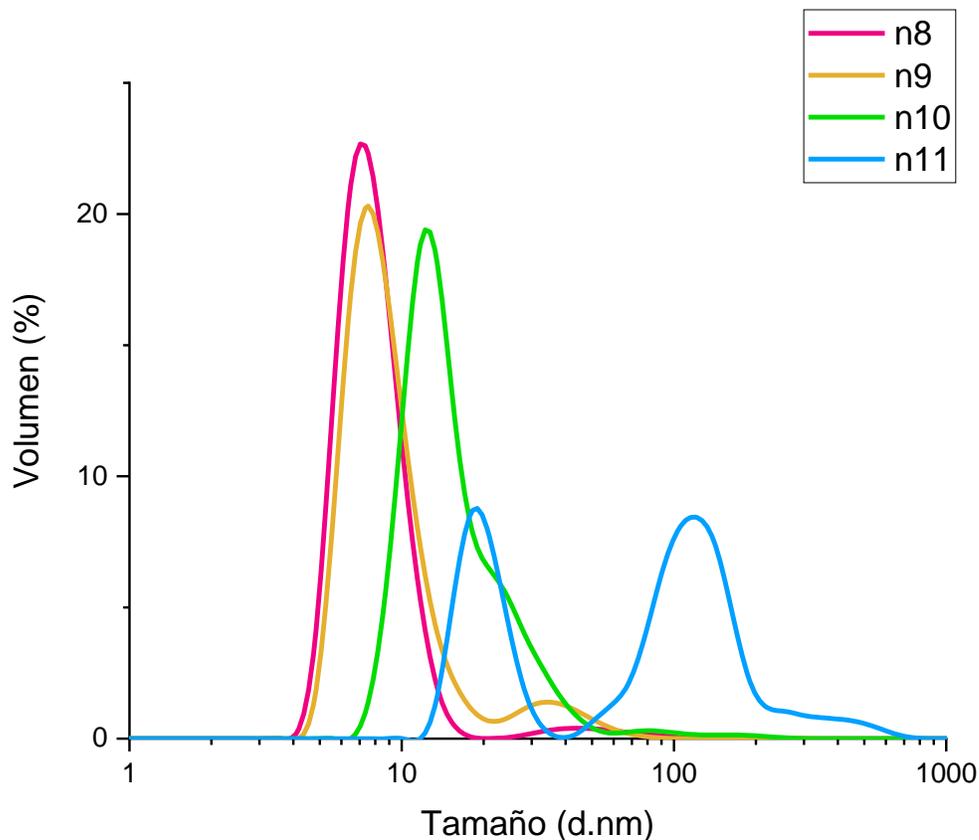


*Figura 52 Distribución de tamaños para las muestras con tiempo de conmutación de 10 min.*

Con relación a las distribuciones de los experimentos realizados con 10 minutos de conmutación de la Figura 52, se tienen 2 familias de tamaños dentro de los intervalos de 1 a 10 nm de diámetro; mientras que presentan una poli-dispersión dentro del intervalo de 10 a 100 nm de diámetro. Se puede observar que la muestra n7, presenta 2 familias con tamaños diferentes.

#### **4.5.3.2.2 DDE2**

Con relación a los experimentos realizados con la tarjeta ya fabricada del sistema de síntesis de nanopartículas de plata, se muestran también las gráficas de distribución de tamaños, para los distintos límites de corriente.



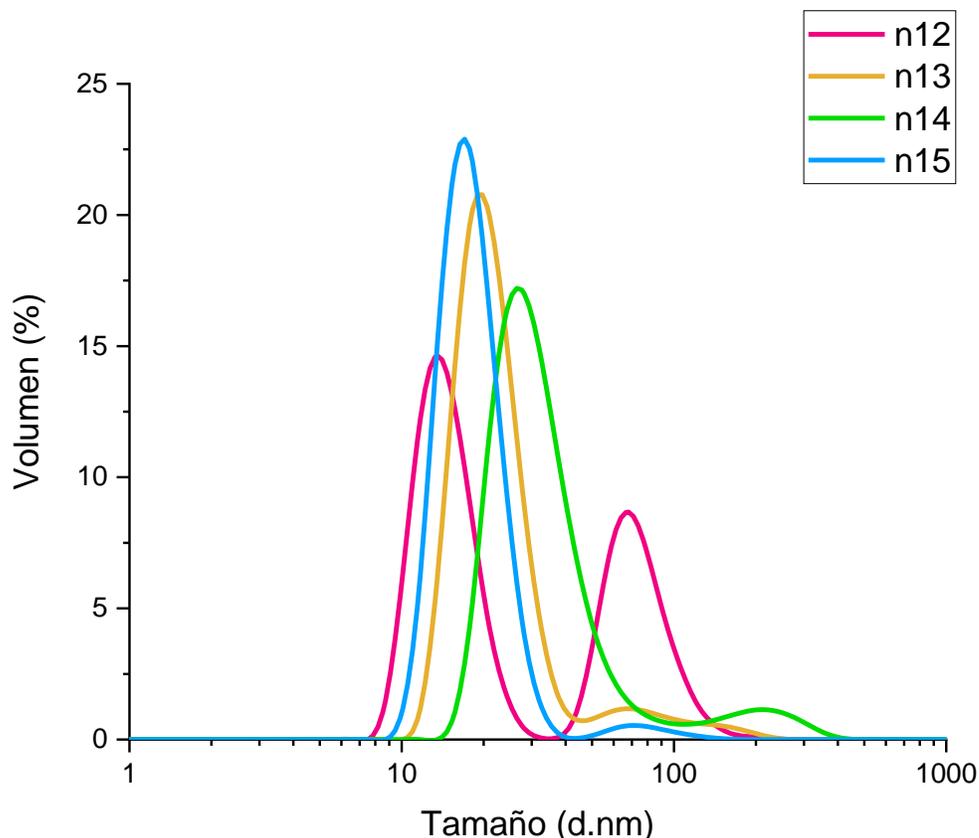
*Figura 53 Distribución de tamaños para las muestras de los experimentos realizados hasta 5 mA.*

En la Figura 53, se tiene la distribución de tamaños de los experimentos con un límite de corriente de 5 mA. Se aprecian nanopartículas de Ag con tamaños un mínimo de 8 nm de diámetro, y con un máximo de tamaño del orden de los 100 nm de diámetro, lo cual corresponde contaminación por óxido de plata tras tiempos prolongados de síntesis.

También se puede observar un ligero aumento en el tamaño de las nanopartículas, conforme se aumenta el voltaje y la temperatura, de la síntesis.

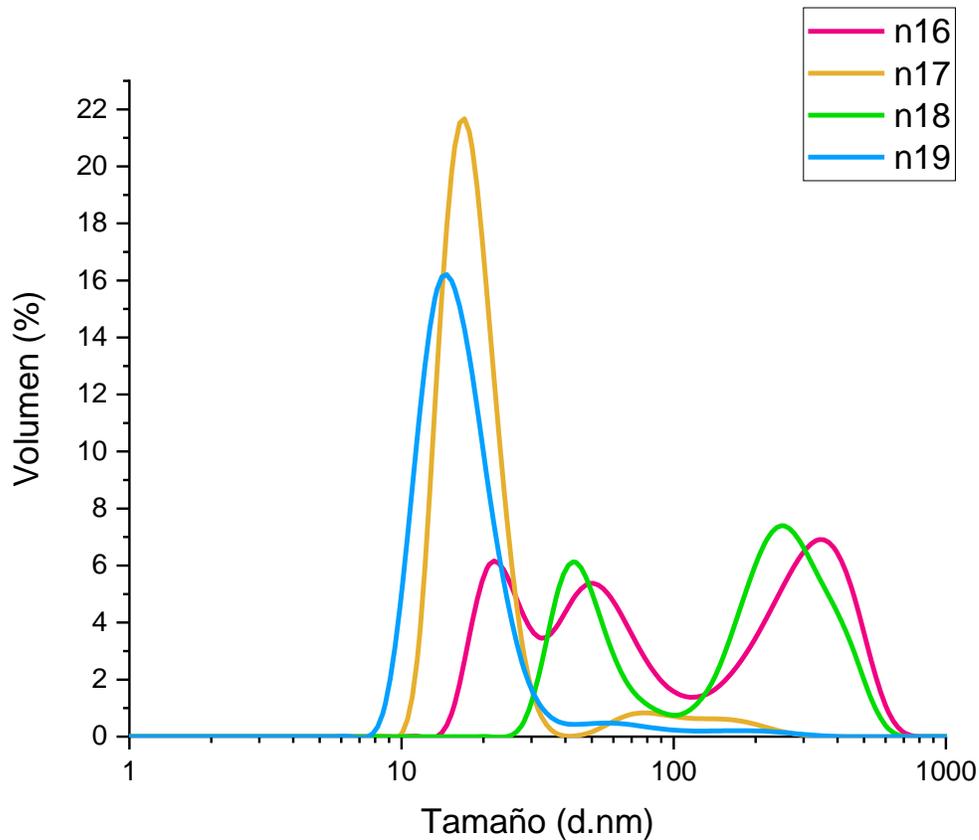
Con relación a los experimentos con un límite de corriente de 10 mA, en la Figura 54, se tienen las distribuciones de tamaños para estas muestras. Aquí se puede observar parcialmente un patrón similar a los resultados de los experimentos de 5 mA, a excepción de la muestra n15, la cual disminuye en su tamaño.

Además se tiene una prevalencia de tamaños dentro del intervalo de 10 a 100 nm de diámetro, despreciando las pequeñas familias que se observan alrededor de los 200 nm.



*Figura 54 Distribución de tamaños para las muestras de los experimentos realizados hasta 10 mA.*

Por último se tienen las distribuciones de tamaños de las muestras de los experimentos realizados con un límite de corriente de 15 mA. En la cual se puede observar un comportamiento un poco errático, sin definir un patrón de crecimiento de nanopartículas de plata. De igual manera que en las anteriores figuras, se nota una predominancia en el intervalo de 10 nm a 100 nm, con la diferencia que en estos experimentos, si se presentan distribuciones considerables de tamaños mayores a los 200 nm, lo cual puede explicarse por el tiempo prolongado de síntesis, donde se observaban cantidades excesivas de óxido de plata.



*Figura 55 Distribución de tamaños para las muestras de los experimentos realizados hasta 15 mA.*

#### **4.5.3.3 Microscópica por fuerza atómica (AFM)**

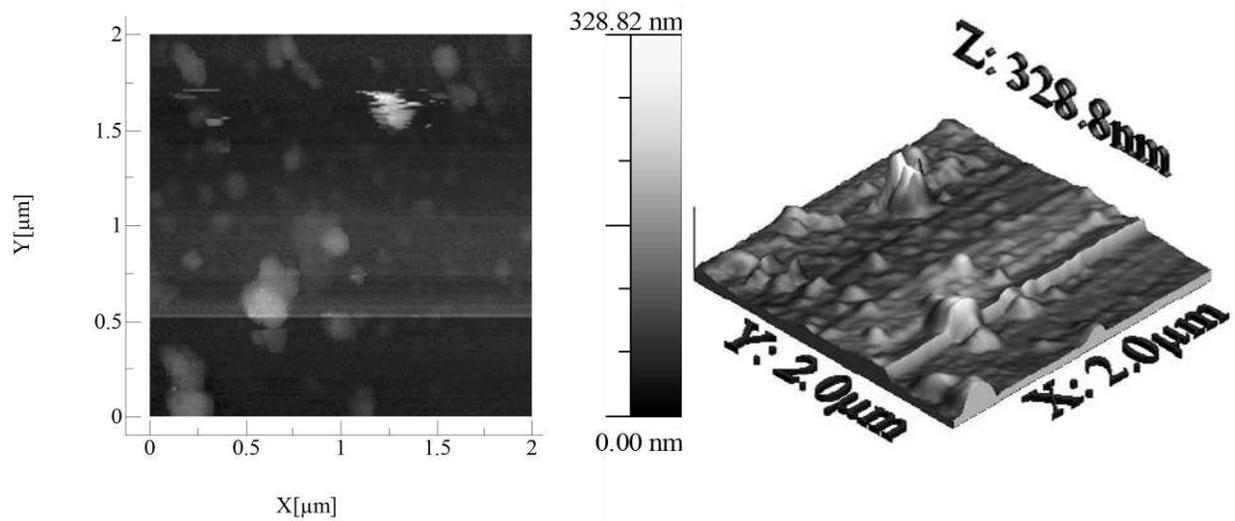
En esta última sección de resultados, se muestran los resultados obtenidos mediante la caracterización de microscopio por fuerza atómica (AFM), la cual es una técnica de medida superficial que se basa en la interacción de una punta con la superficie de la muestra, que permite el análisis superficial de muestras con resolución nanométrica o incluso atómica y como principal ventaja tiene la posibilidad de hacer medidas sin ningún tratamiento previo de la muestra a medir, y sin la necesidad de emplear vacío.

Para esta medición se utilizó el microscopio de fuerza atómica XE-70, de la marca Park Systems que se observa en la Figura 56.



*Figura 56 Equipo para la determinación de la superficie por el método de Microscopía por Fuerza Atómica (AFM).*

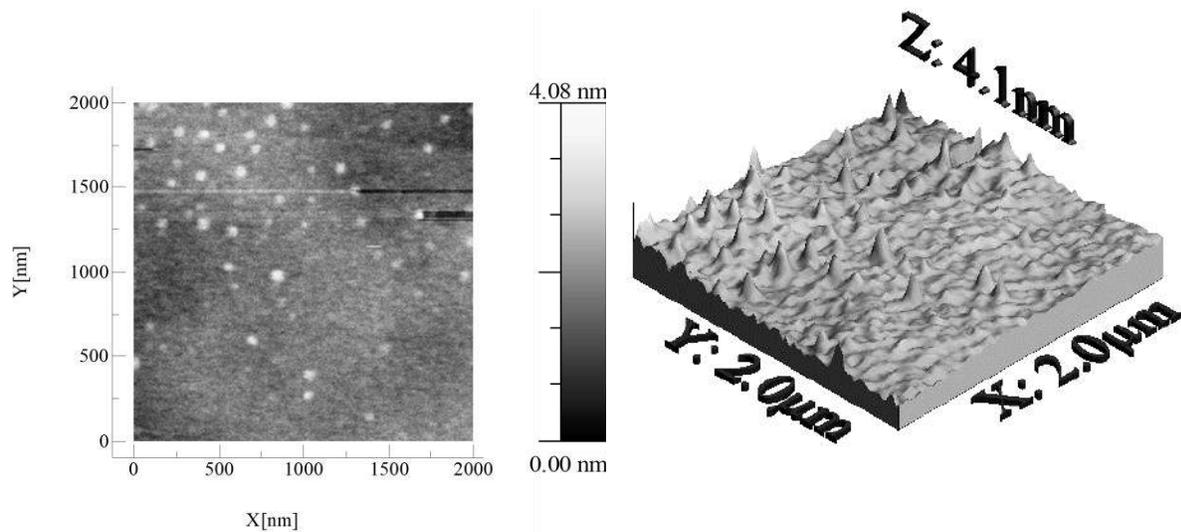
En la Figura 57 se puede observar el resultado de la caracterización por AFM de la muestra n7, la cual resultó con la mejor calidad. Se pueden notar la presencia de partículas de diferentes tamaños en forma de esferas de aproximadamente 100 nm de diámetro.



*Figura 57 Caracterización AFM de muestra n7, obtenida con el sistema implementado en protoboard.*

Se puede apreciar de mejor manera la superficie de la muestra en la figura 55, en donde los colores más claros resaltan los puntos más elevados de la muestra y los más oscuros, los más profundos.

En la figura 58, se puede apreciar la caracterización AFM de la muestra n16, donde se aprecia una mejor distribución de las nanopartículas de plata, en la superficie, con un menor tamaño en la altura de los puntos más altos medidos, que corresponden a 4.08 nm.



*Figura 58 Caracterización AFM de muestra n16, obtenida con el sistema ya integrado en PCB.*

#### **4.5.4 Discusión general de resultados**

Para culminar el capítulo de los resultados, a continuación, se discute de manera general los resultados obtenidos de los diseños de experimentos usando el sistema de control electrónico y la caracterización de las nanopartículas de plata obtenidas.

##### **A. Diseño de experimentos 1**

A partir del circuito en “protoboard”, se observaron deficiencias debido a la incorporación de capacitancias parasitas. Adicionalmente, al contar con conductores demasiado largos, las señales de ruido externas son más susceptibles para el circuito. De la caracterización del circuito de prueba, se identificó que los falsos contactos entre terminales y pines producen errores en la comunicación de la tarjeta, en particular, para la adquisición de datos de corriente.

Con relación a los parámetros de síntesis propuestos, los tiempos de 5 min y 10 min resultaron ser muy largos, provocando la acumulación excesiva de óxido de plata en los electrodos y, por lo tanto, la contaminación de la muestra. Por otro lado, se observó que el voltaje y la temperatura afectaron en la pendiente de la curva, lo cual se puede relacionar con un aumento de la densidad de Nps de plata obtenidas en la síntesis.

## **B. Diseño de experimentos 2**

A diferencia del primer diseño de experimentos, con el circuito fabricado en una tarjeta electrónica, se pudo observar una mejor adquisición en los datos y una disminución significativa en las variaciones de corriente. Esto se debe a que la fuente de voltaje se integró en una tarjeta PCB, eliminando en gran medida los efectos no deseados en “protoboard”.

Con relación a los parámetros de síntesis utilizados, se estableció que el tiempo de conmutación a 4 minutos, produjo una menor acumulación de óxido en los electrodos de plata. También, se analizó el efecto que tienen el voltaje y la temperatura sobre la velocidad de la síntesis. Como resultado, se obtuvo una corriente máxima para la síntesis de nanopartículas a un menor tiempo, cuando se utilizaron los valores máximos.

En cuestión de la corriente, se pudo observar que, para el grupo de experimentos realizados con una corriente de 15 mA, los valores mínimos de voltaje y temperatura (20 V y 60 °C), prolongaron excesivamente el tiempo de síntesis. Por lo cual, se recomienda la síntesis a valores de voltaje y temperatura utilizando los niveles altos del presente diseño de experimentos.

Un punto importante para asegurar una experimentación exitosa es la implementación de un protocolo de manipulación y limpieza de los utensilios utilizados en la síntesis de nanopartículas, como los recipientes de agua destilada, los electrodos de plata, pipetas, jeringas, vasos precipitados, entre otros. Además de utilizar guantes y cubrebocas en todo momento.

## **C. Absorbancia por Espectrofotometría UV-Vis**

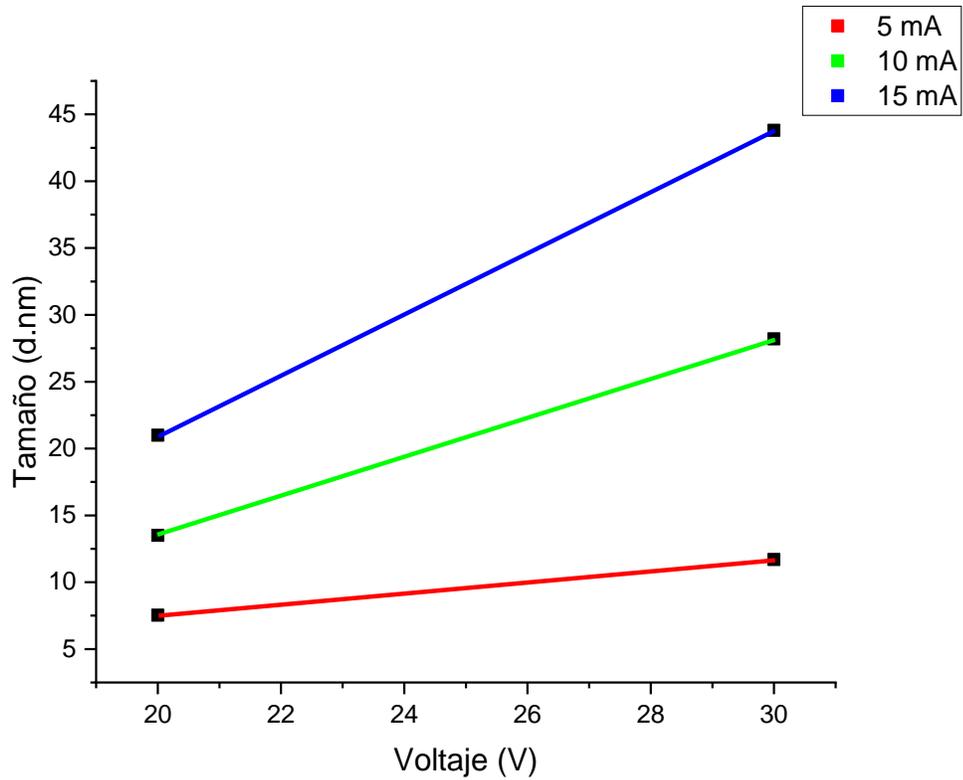
Con relación a las caracterizaciones de las AgNPs, la absorbancia brinda información sobre las características ópticas de las muestras, como la banda de resonancia del plasmon de superficie. Además, se puede tener una idea de la concentración obtenida por el método de electrolisis. Según la literatura [44]., a mayor absorbancia, mayor es la cantidad de nanopartículas presentes en la muestra. También, es posible obtener información sobre la dispersión de las distintas familias de tamaños, curvas más angostas indican una mono-dispersidad en las muestras.

Por lo tanto, a partir de este resultado, es posible demostrar la presencia de nanopartículas de plata, con tamaños inferiores a los 100 nm, debido a que las curvas de las gráficas tienen su valor máximo dentro del intervalo de 395 a 445 nm de longitud de onda, lo cual ya ha sido reportado previamente [44].

En conclusión, usando el diseño de experimentos 2, se establece que, para menores tiempos de síntesis usando la tarjeta PCB, se obtuvo una menor absorbancia de las muestras, lo que permite afirmar que la concentración está en función del tiempo total del experimento.

#### **D. Distribución de tamaños por Dispersión Dinámica de Luz (DLS)**

De la caracterización DLS de las nanopartículas, se determinó el diámetro dentro de un intervalo desde 7.53 a 50.7 nm, lo cual representa una dispersión de tamaños aceptable. Cabe resaltar que la variación de los parámetros de voltaje y temperatura afectaron en diferente medida al tamaño de las AgNps, con una tendencia notable en el aumento del tamaño con el incremento del voltaje a una temperatura de 60 °C, como se puede ver en la gráfica de la Figura 59.



*Figura 59 Grafica de efectos del diseño de experimentos para una temperatura de 60 °C.*

Con los experimentos realizados del diseño de experimentos a un voltaje de 30 V, se observó una tendencia para los tamaños más pequeños con mayor temperatura. Esto se debe a que la corriente máxima se alcanzó en un menor tiempo de síntesis. Por lo tanto, la temperatura impacta directamente en la velocidad de síntesis, como se aprecia en la Figura 60.

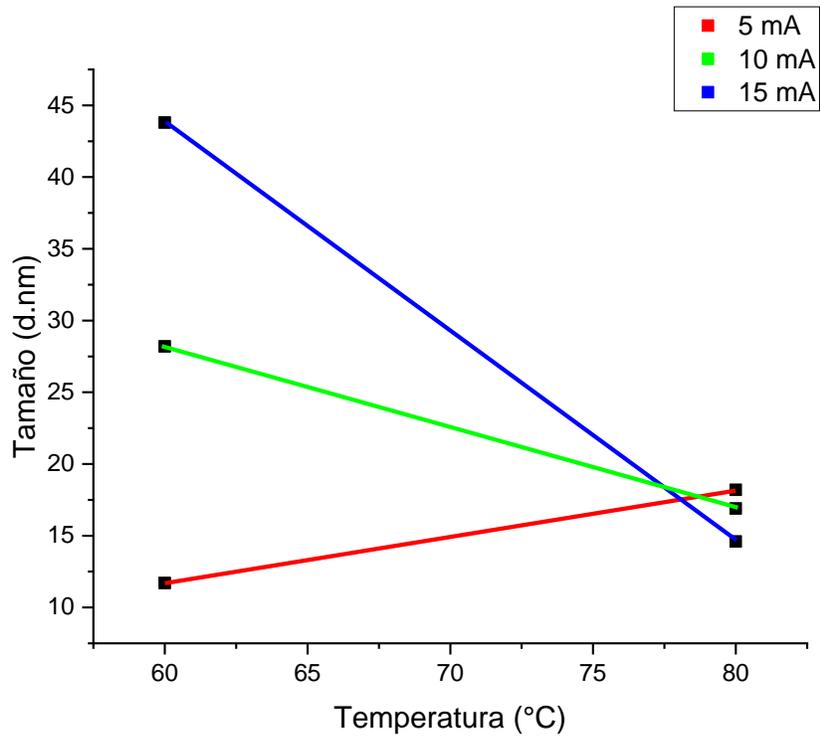


Figura 60 Grafica de efectos del diseño de experimentos para un voltaje de 30 V.

Con relación a las gráficas de efectos del diseño de experimentos para una temperatura de 80 °C y un voltaje de 20 V, no se encontró un comportamiento coherente en los datos, lo cual no permitió una correlación de los parámetros con los tamaños de nanopartículas.

## 5. CONCLUSIONES

De acuerdo con el presente trabajo de investigación, donde se analizó el efecto de los parámetros de voltaje, temperatura y tiempo de conmutación para la síntesis de nanopartículas de plata, se resumen las siguientes conclusiones. Se diseñó una fuente capaz de variar su voltaje desde 0 V hasta 30 V y su polaridad en función al tiempo de conmutación, con una corriente de operación máxima de 33 mA. Se realizaron mediciones para conocer las curvas de voltaje y corriente, señales de ruido y valores de rizo; esto para garantizar la correcta operación de la fuente durante la síntesis de nanopartículas. Además, se realizó la integración de un sistema de adquisición de datos externo, con una interfaz gráfica de LabVIEW y un multímetro FLUKE, para la recolección de valores de corriente durante el proceso de síntesis. Se ensambló un sistema de electrolisis para producir nanopartículas de plata adaptando la fuente fabricada y se propusieron dos diseños de experimentos.

Con relación a los diseños de experimentos, se obtuvieron diferentes muestras con diferentes condiciones de síntesis. Se llevo a cabo la caracterización por el método de Espectrofotometría UV-Vis, con la cual se obtuvieron las bandas de absorción del plasmon de superficie. Como resultado principal, se obtuvo una respuesta en el intervalo de 395 a 445 nm reportada en nanopartículas de plata en tamaños de 1 nm hasta 100 nm.

Lo anterior se confirmó mediante la caracterización por DLS, demostrando que el sistema de electrolisis con la fuente fabricada en este proyecto produce nanopartículas dentro del intervalo de tamaños con un diámetro entre 7.53 nm a 50.7 nm. Además, por medio de la caracterización AFM, se obtuvo que la morfología de las nanopartículas sintetizadas es cuasi-esférica.

Por último, se realizó el análisis de los resultados de la caracterización, se determinó que la temperatura juega un papel importante en el aumento de la corriente de saturación, lo cual permite un tiempo de síntesis más extenso y un tamaño de nanopartículas mayor. Con relación al voltaje, a medida que se incrementa, también aumentan los tamaños de las nanopartículas. Con lo que podemos concluir de manera general que se obtuvo un sistema de síntesis exitoso dentro de los parámetros deseados.

## BIBLIOGRAFÍA

- [1] G. Schmid, *Nanoparticles: From Theory to Application*, 2nd ed., Wiley-VCH, 2010.
- [2] S. Prabhu y E. K. Poulouse, «Silver nanoparticles: mechanism of antimicrobial action, synthesis, medical applications, and toxicity effects,» *International Nano Letters*, vol. 2, 2012.
- [3] R. A. Sperling, P. Rivera Gil, F. Chang, M. Zanella y W. J. Parak, «Biological applications of gold nanoparticles,» *Chemical Society Reviews*, vol. 37, nº 9, pp. 1896-1908, 2008.
- [4] X. M. A. K. A. a. S. M. Luo, «Application of Nanoparticles in Electrochemical Sensors and Biosensors,» *Electroanalysis*, vol. 18, pp. 319-326, 2006.
- [5] M. J. A. M. M. H. D. R. Ali H. Alshehri, «Enhanced Electrical Conductivity of Silver Nanoparticles for High Frequency Electronic Applications,» *ACS Applied Materials & Interfaces*, nº 4, pp. 7007-7010, 2012.
- [6] H. W. T. T. & C. C. K. Tan, «Review of 3D printed electronics : metallic nanoparticles inks,» *Proceedings of the 3rd International Conference on Progress in Additive Manufacturing*, p. 139-144, 2018.
- [7] N. T. a. T. J. Webster, «Magnetic nanoparticles: biomedical applications and challenges,» *Journal of Materials Chemistry*, vol. 20, pp. 8760-8767, 2010.
- [8] G. P. S.-H. R. a. H.-Y. J. Sadhasivam Thangarasu, «Nanoconfinement and Interfacial Effect of Pb Nanoparticles into Nanoporous Carbon as a Longer-Lifespan Negative Electrode Material for Hybrid Lead–Carbon Battery,» *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*, vol. 8, nº 23, pp. 8868-8879, 2020.

- [9] K. V. A. C. M. A. J. L. N. M. Marco Notarianni, «Plasmonic effect of gold nanoparticles in organic solar cells,» *Solar Energy*, vol. 106, pp. 23-37, 2014.
- [10] D. C. Tien, C. Y. Liao, J. C. Huang, K. H. Tseng, J. K. Lung, T. T. Tsung, W. S. Kao, T. H. Tsai, T. W. Cheng, B. S. Yu, H. M. Lin y L. Stobinski, «Novel technique for preparing a nano-silver water suspension by the arc-discharge method,» *Reviews on advanced materials science (RAMS)*, vol. 18, nº 8, pp. 750-756, 2008.
- [11] R. y. D. L. Demling, « Effects of silver on wound management,» *Wounds*, vol. 13, pp. 4-15, 2001.
- [12] C. y. M. S. Fox, «Mechanism of silver sulfadiazine action on burn wound infections,» *Antimicrobial Agents and Chemotherapy*, , vol. 5, pp. 582-588, 1974.
- [13] M. K. J. J. M. y. A. W. Balazic, « Review: titanium and titanium alloy,» *International Journal of Nano and Biomaterials*, vol. 1, pp. 3-34, 2007.
- [14] C. Y. Flores, «Nanopartículas de plata con potenciales aplicaciones en materiales implantables: síntesis, caracterización fisicoquímica y actividad bactericida,» *La Plata*, 2014.
- [15] C. I. López Dórame , J. I. Valdez Díaz, F. Romo García, H. J. Higuera Valenzuela y A. Ramos Carrasco, «Diseño y construcción de un sistema de electrólisis para la síntesis de nanopartículas de plata utilizando instrumentación virtual con LABVIEW,» *Pistas Educativas*, vol. 41, nº 133, pp. 431-445, 2019.
- [16] R. A. Khaydarov, R. R. Khaydarov, O. Guparova, Y. Estrin y T. Scheper, «Electrochemical method for the synthesis of silver nanoparticles,» *Journal of Nanoparticle Research*, nº 11, pp. 1193-1200, 2009.
- [17] A. Wagner, S. Sturm, B. Schabringer, K. Blaum y W. Quint, «A battery-based, low-noise voltage source,» *Review of Scientific Instruments*, pp. 1-7, 2010.

- [18] T. Fernández Bueno, «Estudio de las aplicaciones biomédicas de las nanopartículas de plata,» Sevilla, 2017.
- [19] ISO, «Online Browsing Platform,» 2015. [En línea]. Available: <https://www.iso.org/obp/ui/#iso:std:iso:ts:80004:-1:ed-2:v1:en>. [Último acceso: Julio 2020].
- [20] C. R. Henry, «Morphology of supported nanoparticles,» *Progress in Surface Science*, vol. 80, pp. 92-116, 2005.
- [21] K. Chen, X. Feng, R. Hu, Y. Li, K. Xie, Y. Li y H. Gu, «Effect of Ag nanoparticle size on the photoelectrochemical properties of Ag decorated TiO<sub>2</sub> nanotube arrays,» *Journal of Alloys and Compounds*, vol. 554, pp. 72-79, 2013.
- [22] R. Khaydarov, R. Khaydarov, O. Gaporuva, I. Garipov y M. Firdaus, «Silver Nanoparticles as a Biocide for Water Treatment Applications: A Study in Large Companies,» pp. 407-419, 2019.
- [23] S. Nakamura, M. Sato, Y. Sato, N. Ando, T. Takayama, M. Fujita y M. Ishihara, «Synthesis and Application of Silver Nanoparticles (Ag NPs) for the Prevention of Infection in Healthcare Workers,» *Int J Mol Sci*, vol. 20, nº 15, p. 3620, 2019.
- [24] J. P. Hegggers, J. W. Richard, B. A. Spencer, L. F. McCoy, E. Carino, J. W. Washington, P. L. Edgar, J. Rosenblatt y R. Goodheart, «Acticoat versus Silverlon: The Truth,» *The Journal of Burn Care & Rehabilitation*, vol. 23, p. S115, 2002.
- [25] M. Hiro, Y. Pierpoint, F. Ko, T. Wright, M. Robson y W. Payne, «Comparative Evaluation of Silver-Containing Antimicrobial Dressings on In Vitro and In Vivo Processes of Wound Healing,» *Eplasty*, vol. 12, p. e48, 2012.
- [26] H. J. Klansen, «Historical review of the use of silver in treatment of burns,» *Burns: journal of the International Society for Burn Injuries*, vol. 2, nº 26, pp. 117-130, 2000.

- [27] I. Chopra, «The increasing use of silver-based products as antimicrobial agents: a useful development or a cause for concern?,» *The Journal of antimicrobial chemotherapy*, vol. 4, nº 59, pp. 587-890, 2007.
- [28] R. Demling y L. Santi, «Effects of Silver Wound Management,» *Wounds*, vol. 13, pp. 4-9, 2001.
- [29] A. I. Freeman, L. J. Halladay y P. Cripps, «The effect of silver impregnation of surgical scrub suits on surface bacterial contamination,» *The Veterinary Journal*, vol. 192, nº 3, pp. 489-493, 2012.
- [30] J. R. Morones, J. L. Elechiguerra, A. Camacho, K. Holt, J. B. Kouri, J. Tapia Ramírez y M. J. Yacaman, «The bactericidal effect of silver nanoparticles,» *Nanotechnology*, vol. 10, nº 16, pp. 2346-2353, 2005.
- [31] S. Gaikwad, A. Ingle, A. Gade, M. Rai, A. Falanga, N. Incoronato, L. Russo y M. Galdiero, «Antiviral activity of mycosynthesized silver nanoparticles against herpes simplex virus and human parainfluenza virus type 3,» *Int J Nanomedicine*, vol. 1, nº 8, pp. 4303-4314, 2013.
- [32] C. N. R. Rao, A. Muller y A. K. Cheetham, *The Chemistry of Nanomaterials: Synthesis, Properties and Applications*, Weinheim: WILEY-VCH, 2004.
- [33] J. M. Cheon, J. H. Lee, Y. Song y J. Kim, «Synthesis of Ag nanoparticles using an electrolysis method and application to inkjet printing,» *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, vol. 389, pp. 175-179, 2011.
- [34] L. Anicai, N. Dobre, A. Petica, M. Buda y T. Visan, «Electrochemical Synthesis of Silver Nanoparticles in Aqueous Electrolytes,» *UPB Scientific Bulletin, Series B: Chemistry and Materials Science*, vol. 76, p. 127, 2014.
- [35] Y. Li, S. Chen, M. Ajmal Ali y F. AlHemaid, «Biosynthesis and Electrochemical Characterization of Silver Nanoparticles from Leaf Extract of *Adenium obesum*

and Its Application to Antibacterial Effect,» *International Journal of Electrochemical Science*, vol. 8, pp. 2691-2701, 2013.

- [36] D. Yin, «Controllable Synthesis of Silver Nanoparticles by the Pulsed Electrochemical Deposition in a Forced circulation Reactor,» *International Journal of Electrochemical Science*, pp. 3469-3478, 2020.
- [37] Z. Huang, H. Jiang, P. Liu, J. Sun, D. Guo, J. Shan y N. Gu, «Continuous synthesis of size-tunable silver nanoparticles by a green electrolysis method and multi-electrode design for high yield,» *J. Mater. Chem. A*, vol. 3, pp. 1925-1929, 2015.
- [38] «Nanotecnología: Samsung Recubre Los Equipos Con Una Nanoprotección de Plata Para Una Vida Más Limpia,» 2005. [En línea]. Available: [http://www.informativos.net/salud/nanotecnologia-samsung-recubre-los-equipos-con-una-nanoproteccion-de-plata-para-una-vida-maslimpia\\_45603.aspx](http://www.informativos.net/salud/nanotecnologia-samsung-recubre-los-equipos-con-una-nanoproteccion-de-plata-para-una-vida-maslimpia_45603.aspx). [Último acceso: Julio 2020].
- [39] M. Berekaa, «Nanotechnology in Food Industry; Advances in Food processing, Packaging and Food Safety,» *International Journal of Current Microbiology and Applied Sciences*, vol. 4, pp. 345-357, 2015.
- [40] L. Almengor, «Nanotecnología en la industria alimentaria,» *Revista Electrónica de Universidad Rafael Landívar*, nº 13, pp. 35-52, 2009.
- [41] H. Li, F. Li, L. Wang, J. Sheng, Z. Xin, L. Zhao, H. Xia, Y. Zheng y Q. Hu, «Effect of nano-packing on preservation quality of Chinese jujube (*Ziziphus jujuba* Mill. var. *inermis* (Bunge) Rehd),» *Food Chemistry*, vol. 114, pp. 547-552, 2009.
- [42] Linear Technology, «Analog Devices,» 1991. [En línea]. Available: <https://www.analog.com/media/en/technical-documentation/data-sheets/LT1010.pdf>. [Último acceso: Mayo 2020].

- [43] R. A. K. R. R. G. O. E. Y. & S. T. Khaydarov, «Electrochemical method for the synthesis of silver nanoparticles.,» *Journal of Nanoparticle Research*, vol. 11, nº 5, p. 1193–1200, 2008.
- [44] R. H.-U. ,. J. R.-S. M. Á.-B. F. C.-B. A. P.-A. A. Slistan-Grijalva, «Classical theoretical characterization of the surface plasmon absorption band for silver spherical nanoparticles suspended in water and ethylene glycol.,» *Physica E*, vol. 27, pp. 104-112, 2005.
- [45] Linear Technology, «Analog Devices,» 1991. [En línea]. Available: <https://www.analog.com/media/en/technical-documentation/data-sheets/LT1010.pdf>. [Último acceso: Mayo 2020].
- [46] Linear Technology, «Analog Devices,» 2000. [En línea]. Available: <https://www.analog.com/media/en/technical-documentation/data-sheets/18812fb.pdf>. [Último acceso: Mayo 2020].
- [47] Linear Technology, «Analog Devices,» 1998. [En línea]. Available: <https://www.analog.com/media/en/technical-documentation/data-sheets/1634ff.pdf>. [Último acceso: Mayo 2020].
- [48] J. A. G. Sanchez, «Physics Puerto Rico,» [En línea]. Available: <http://www.physicspr.com/PCBs.html#:~:text=En%201925%2C%20Charles%20Ducas%20de,Printed%20Circuit%20Board%E2%80%9D%20en%20ingl%C3%A9s..>
- [49] KiCad, «Getting Starter in KiCad,» Dicimebre 2020. [En línea]. Available: [https://docs.kicad.org/5.1/en/getting\\_started\\_in\\_kicad/getting\\_started\\_in\\_kicad.pdf](https://docs.kicad.org/5.1/en/getting_started_in_kicad/getting_started_in_kicad.pdf).
- [50] Linear Technology, «Analog Devices,» 2000. [En línea]. Available: <https://www.analog.com/media/en/technical-documentation/data-sheets/18812fb.pdf>. [Último acceso: Mayo 2020].

- [51] Linear Technology, «Analog Devices,» 1998. [En línea]. Available: <https://www.analog.com/media/en/technical-documentation/data-sheets/1634ff.pdf>. [Último acceso: Mayo 2020].
- [52] J. A. B. R. E. F. R. A. G. C. J. J. N. J. P. P. F. T. M.-V. I. T. F. Nieves Abril Díaz, «Espectrofometría: Espectros de absorción y cuantificación colorimétrica de biomoléculas,» Universidad de Córdoba, Córdoba , 2005.

## Apéndice A: Código de verificación Arduino-DAC

//References: <https://wiki.analog.com/resources/tools-software/uc-drivers/ad5761r>

```
/* Input Shift Register Commands */
#define CMD_NOP          0x0
#define CMD_WR_TO_INPUT_REG  0x1
#define CMD_UPDATE_DAC_REG  0x2
#define CMD_WR_UPDATE_DAC_REG 0x3
#define CMD_WR_CTRL_REG     0x4
#define CMD_NOP_ALT_1      0x5
#define CMD_NOP_ALT_2      0x6
#define CMD_SW_DATA_RESET  0x7
#define CMD_RESERVED       0x8
#define CMD_DIS_DAISSY_CHAIN 0x9
#define CMD_RD_INPUT_REG    0xA
#define CMD_RD_DAC_REG      0xB
#define CMD_RD_CTRL_REG     0xC
#define CMD_NOP_ALT_3      0xD
#define CMD_NOP_ALT_4      0xE
#define CMD_SW_FULL_RESET   0xF

#include <SPI.h> // Include the Arduino SPI library

const int ssPin = 10;
static byte SPI_Buff[3]; // read data ???

void setup()
{
  Serial.begin(9600);
  pinMode(ssPin, OUTPUT); // Set the SS pin as an output
  digitalWrite(ssPin, HIGH); // Set the SS pin HIGH
  SPI.begin(); // Begin SPI hardware
  SPI.setClockDivider(SPI_CLOCK_DIV64); // Slow down SPI clock
  SPI.setDataMode(SPI_MODE2);
  // software reset
  ad5761r_write(CMD_SW_FULL_RESET, 0);
```

```

// read control register
ad5761r_read(CMD_RD_CTRL_REG);
ad5761r_read(CMD_RD_CTRL_REG);

Serial.println("Readback from control register before setting:");
printRegisterData();

// write control register
// [23:21][20][19:16] [15:11] [10:9] 8 7 6 5 [4:3] [2:0]
// |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |  |
// X X X 0 0 1 0 0 X X X X X CV OVR B2C ETS IRO PV RA
//
// CV : Clear voltage selection 00=zero, 01=midscale, 10,11=full scale
// OVR : 5% overrange 0=5% overrange disabled, 1=5% overrange enabled
// B2C : Bipolar range 0=DAC input for bipolar range is straight binary coded
//          1=DAC input for bipolar output range is twos complement code
// ETS : Thermal shutdown alert 0=does not power down when die temperature exceeds 150degC
//          1=powers down when die temperature exceeds 150degC
// IRO : Internal reference 0=off, 1=on
// PV : Power up voltage 00=zero scale, 01=midscale, 10,11=full scale
// RA : Output range
// 000=-10 to +10
// 001=0 to +10
// 010=-5 to +5
// 011=0 to +5
// 100=-2.5 to +7.5
// 101=-3 to +3
// 110=0 to +16
// 111=0 to +20
ad5761r_write(CMD_WR_CTRL_REG, 0b0000000101000);

// read control register
ad5761r_read(CMD_RD_CTRL_REG);

```

```

ad5761r_read(CMD_RD_CTRL_REG);

Serial.println("Readback from control register after setting:");
printRegisterData();

}

void printRegisterData() {
    Serial.print("CMD:");
    Serial.print(SPI_Buff[0], HEX);
    Serial.print(" DATA:");
    Serial.print(SPI_Buff[1], HEX);
    Serial.print(" ");
    Serial.println(SPI_Buff[2], HEX);
}

void loop()
{
    ad5761r_write(CMD_WR_UPDATE_DAC_REG, 0x0000);
    delay(5000);
    ad5761r_write(CMD_WR_UPDATE_DAC_REG, 0xffff);
    delay(5000);
}

void ad5761r_write(uint8_t reg_addr_cmd, uint16_t reg_data)
{
    uint8_t data[3];
    delay(1);
    digitalWrite(ssPin, LOW);
    delay(1);

    data[0] = reg_addr_cmd;
    data[1] = (reg_data & 0xFF00) >> 8;
    data[2] = (reg_data & 0x00FF) >> 0;
}

```

```
for (int i=0; i<3; i++)
{
    SPI.transfer(data[i]);
}
delay(1);
digitalWrite(ssPin, HIGH);
delay(1);
}
void ad5761r_read(uint8_t reg_addr_cmd)
{
    delay(1);
    digitalWrite(ssPin, LOW);
    delay(1);
    SPI_Buff[0] = SPI.transfer(reg_addr_cmd);
    SPI_Buff[1] = SPI.transfer(0xFF); // dummy
    SPI_Buff[2] = SPI.transfer(0xFF); // dummy
    delay(1);
    digitalWrite(ssPin, HIGH);
}
```

**Apéndice B:** Lista de componentes de Modulo DAC.

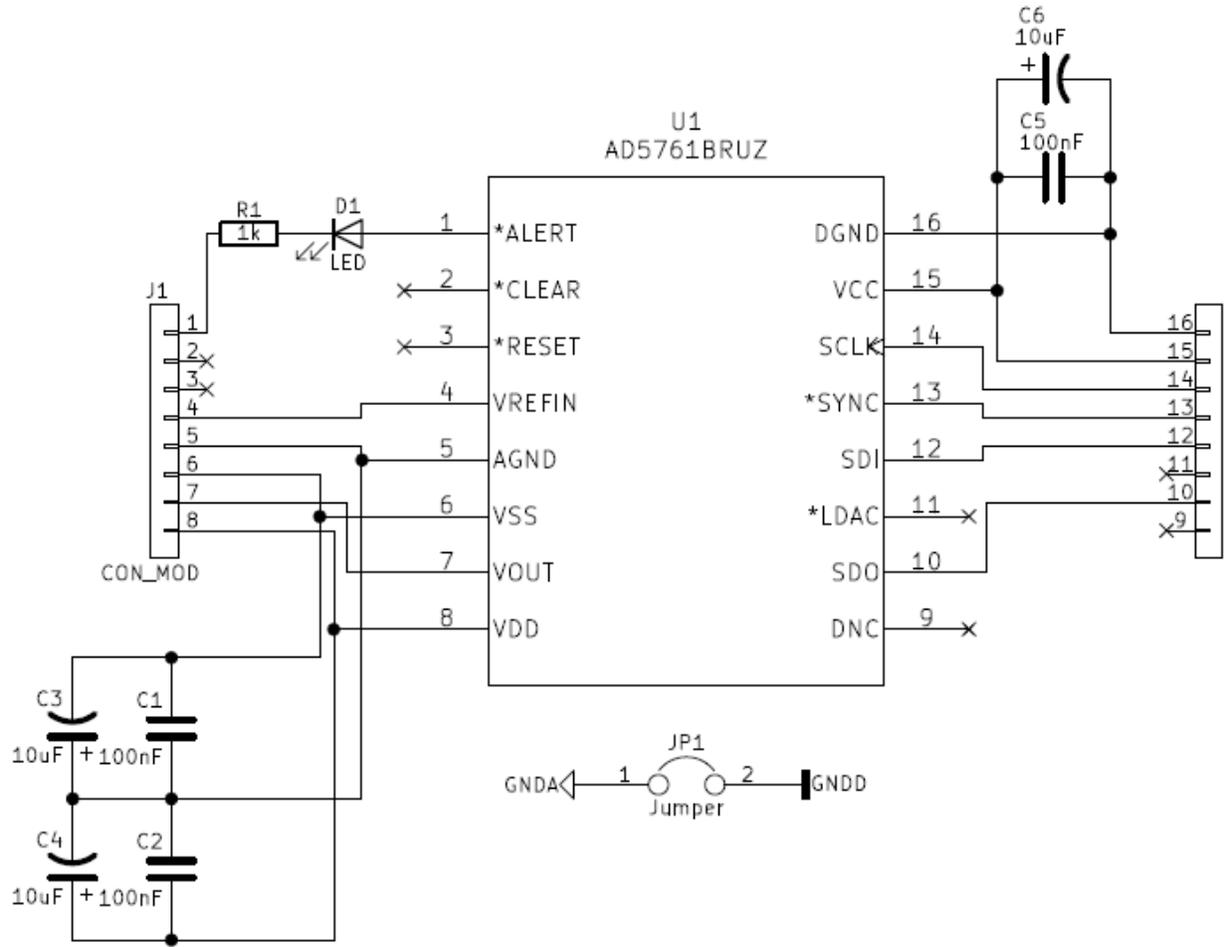
Ref.	Valor/Nombre	Descripción
C1	100nF	Capacitor cerámico- 100nF
C2	100nF	Capacitor cerámico- 100nF
C3	10uF	Capacitores de tantalio - Emplomado sólido 35V 10uF 20% ESR=2 Ohm
C4	10uF	Capacitores de tantalio - Emplomado sólido 35V 10uF 20% ESR=2 Ohm
C5	100nF	Capacitor cerámico- 100nF
C6	10uF	Capacitores de tantalio - Emplomado sólido 35V 10uF 20% ESR=2 Ohm
D1	LED	Diodo emisor de luz
J1	CON_MODULO	Conector "dual in line" 2x8
JP1	CON_GNDD_G NDA	Jumper
R1	1k	Resistencia de película metálica - 1/4watt 1kohms 10%
U1	AD5761BRUZ	Convertidor analógico-digital - DAC 16-BIT 8LSB, No Reference

**Apéndice C:** Lista de componentes de tarjeta electrónica del sistema de síntesis de nanopartículas de plata.

Ref.	Valor/Nombre	Descripción
A1	ARDUINO_NA NO	Tarjeta Arduino Nano
C1	22 uF	Capacitor electrolítico 16volts
C2	22 uF	Capacitor electrolítico 16volts
C3	4700 uF	Capacitor electrolítico 50volts
C4	4700 uF	Capacitor electrolítico 50volts
C5	1 uF	Capacitor de tantalio - Emplomado sólido 35volts 5%
C6	1 uF	Capacitor de tantalio - Emplomado sólido 35volts 5%
C7	1 uF	Capacitor de tantalio - Emplomado sólido 35volts 5%
C8	1 uF	Capacitor de tantalio - Emplomado sólido 35volts 5%
C9	1 uF	Capacitor de tantalio - Emplomado sólido 35volts 5%
C10	1 uF	Capacitor de tantalio - Emplomado sólido 35volts 5%
D1	PUENTE_D	Puente de Diodos KBPC310
HS1	DISIPADOR	Disipador de calor para encapsulado TO-220
HS2	DISIPADOR	Disipador de calor para encapsulado TO-220
HS3	DISIPADOR	Disipador de calor para encapsulado TO-220
HS4	DISIPADOR	Disipador de calor para encapsulado TO-220
HS5	DISIPADOR	Disipador de calor para encapsulado TO-220
J1	IN_TRAN	Conector genérico 3-pines
J2	OUT_ELECT	Conector genérico 2-pines
J3	MED_CORRIE NTE	Conector genérico 2-pines
J4	CON_ARDUIN O	Conector "dual in line" 2x10
JP1	CON_GNDD_ GNDA	Jumper
R1	120 $\Omega$	Resistencia de película metálica - 1/4watt 120ohms 10%

<b>R2</b>	120 $\Omega$	Resistencia de película metálica - 1/4watt 120ohms 10%
<b>R3</b>	1.5 k $\Omega$	Resistencia de película metálica - 1/4watt 1.5kohms 10%
<b>R4</b>	1.33 k $\Omega$	Resistencia de película metálica - 1/4watt 1.33kohms 10%
<b>R5</b>	4.99 k $\Omega$	Resistencia de película metálica - a través de orificio 1/8watt 4.99Kohms 1% 50ppm
<b>R6</b>	4.99 k $\Omega$	Resistencia de película metálica - a través de orificio 1/8watt 4.99Kohms 1% 50ppm
<b>R7</b>	10 k $\Omega$	Resistencia de película metálica - a través de orificio 1/8watt 10Kohms 1% 50ppm
<b>R8</b>	10 k $\Omega$	Resistencia de película metálica - a través de orificio 1/8watt 10Kohms 1% 50ppm
<b>R9</b>	750 $\Omega$	Resistencia de película metálica - 1/4watt 750ohms 10%
<b>R10</b>	4.99 k $\Omega$	Resistencia de película metálica - a través de orificio 1/8watt 4.99Kohms 1% 50ppm
<b>R11</b>	4.99 k $\Omega$	Resistencia de película metálica - a través de orificio 1/8watt 4.99Kohms 1% 50ppm
<b>U1</b>	LM317	Regulador de tensión lineal 3 Pin 1.5A Adj Neg Vltg Reg
<b>U2</b>	LM337	Regulador de tensión lineal 3-TERMINAL ADJ REG
<b>U3</b>	LM7812	Regulador de tension lineal 3 Pin Fix 12V
<b>U4</b>	LT1010	Amplificador operacionales - Op Amps High Speed Búfer
<b>U5</b>	LT1010	Amplificador operacionales - Op Amps High Speed Búfer
<b>U6</b>	LT1881	Amplificador de precisión Dual R-to-R Output Picoamp OA
<b>U7</b>	LT1634-5	Referencia de voltaje Prec Shunt Volt Ref 5V
<b>U8</b>	DAC1	Modulo DAC
<b>U9</b>	DAC2	Modulo DAC

**Apêndice D:** Esquemático de circuito de Modulo DAC.





## Apéndice F: Interfaz gráfica de LabView





