



BENEMÉRITA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE PUEBLA

FACULTAD DE CIENCIAS DE LA ELECTRÓNICA

**MAESTRÍA EN INGENIERÍA ELECTRÓNICA, OPCIÓN
INSTRUMENTACIÓN ELECTRÓNICA**

Tesis presentada para obtener el grado de: Maestro en Ingeniería Electrónica

**SENSOR DE PRESIÓN FLEXIBLE BASADO EN
NANOALAMBRES DE PLATA**

Presenta:

Alfredo Gutierrez Nava*

Asesoras:

Dra. Luz del Carmen Gómez Pavón

Dra. Dulce Natalia Castillo López

Agradecimientos

Agradezco infinitamente a mis padres por enseñarme los valores que he seguido a lo largo de mi vida, así como su paciencia, comprensión y apoyo durante toda mi vida académica, por enseñarme y guiarme para ser un hombre de bien y aplicar estas enseñanzas en mi vida profesional, así como alimentar la curiosidad de saber cómo funcionan las cosas a nuestro alrededor que es una de las razones que me han traído hasta este punto, también agradezco a mi hermano y a mi familia por motivarme a seguir aprendiendo cosas nuevas y apoyarme cuando lo he necesitado para culminar esta etapa de mi vida.

A mis asesoras, la Dra. Luz del Carmen Gómez Pavón y la Dra. Dulce Natalia Castillo López, por su apoyo y su guía a lo largo de este proyecto, así como su paciencia ante mis dudas, un agradecimiento muy especial, ya que sin ellas no habría sido posible concluir con este proyecto.

Al Consejo Nacional de Ciencia y Tecnología (CONACYT), por el apoyo económico brindado como uno de sus estudiantes becados.

A los que formaron parte de mi jurado revisor, Dr. Jesús Manuel Muñoz Pacheco, Dr. Arnulfo Ruiz Ramos, Dr. Roberto Carlos Ambrosio Lázaro y Dr. Placido Zaca Moran, por las observaciones y comentarios que contribuyeron en el desarrollo y culminación de este proyecto.

A la coordinadora, Mtra. Ana María Rodríguez Domínguez, por el apoyo incondicional que brinda a los alumnos para realizar los trámites debidos en tiempo y forma.

A la Benemérita Universidad Autónoma de Puebla, por hacer lo necesario para contar con posgrados de calidad y en especial a la Facultad de Ciencias de la Electrónica por darme la oportunidad de ser parte de sus alumnos y que a través de su infraestructura y sus excelentes docentes me permitieron concluir esta etapa en mi vida.

A mis compañeros de generación por su apoyo y consejo cuando lo necesite a lo largo del desarrollo de este trabajo.

Participación en congresos

Algoritmo de Procesamiento de Datos para Sensores de Fuerza Resistivo,
Alfredo Gutiérrez Nava, Luz del Carmen Gómez Pavón, Dulce Natalia Castillo López.
“XVII Semana Nacional de Ingeniería Electrónica” y “II Semana Iberoamericana de Ingeniería Electrónica”, 17 al 19 de Noviembre del 2021.

Resumen

En el presente trabajo se describe el desarrollo de un sensor de presión flexible basado en nanoalambres de plata, como parte de las investigaciones que se están llevando actualmente para el avance de la electrónica flexible y las aplicaciones de nanomateriales como sustitutos de materiales que se utilizan actualmente desde hace varios años en la fabricación de componentes electrónicos rígidos, con el objetivo de implementar en un futuro cercano este tipo de electrónica en dispositivos no solo en la industria sino en la vida cotidiana. Se sintetizaron nanoalambres de plata (NAs-Ag) para ser utilizados en la fabricación de películas resistivas y en la fabricación de los electrodos. Se depositaron NAs-Ag sobre sustratos para posteriormente ser transferidos a una matriz polimérica y obtener así las películas resistivas (nanocompositos); de la misma manera, se fabricaron los electrodos, pero esta vez teniendo los NAs-Ag un patrón establecido. Por último, junto con un separador, se unieron ambas películas poliméricas flexibles fabricadas. .

Por otra parte, se desarrolló una etapa de acondicionamiento, así como la adquisición de datos (DAQ NI-USB 6008 de National Instruments) y un algoritmo para el procesamiento de datos y su visualización en una interfaz (software LabVIEW) de usuario para los sensores fabricados. Los NAs-Ag fueron caracterizados por espectroscopía óptica y por microscopia electrónica de barrido denotando la correcta síntesis de nanoalambres, así como también su tamaño y diámetro. Los sensores fueron caracterizados eléctricamente, y posteriormente conectados a la etapa de acondicionamiento para su posterior procesamiento de datos. De los datos obtenidos se observa una tendencia creciente de voltaje al aumentar el peso, demostrando un comportamiento característico de un sensor piezoresistivo. Además, se obtuvieron varios parámetros característicos como la sensibilidad (4 a 400 g), la resistencia en stand-off ($>50 \text{ M}\Omega$), el tiempo de respuesta (10 – 15 ms), su tiempo de estabilización (12 s) y su valor de histéresis (0.034 %). El sensor fue sometido a flexión y deformación, encontrándose que mantiene una respuesta igual que antes de ser sometido a estas condiciones. Además de un máximo peso detectado antes de perder estabilidad de 200 g bajo estas condiciones.

Índice general

1. Introducción y estado del arte	2
Introducción	2
Justificación	3
Objetivos	4
1. Estado del Arte	4
1.1 Sensores de presión piezorresistivos	4
1.1.1 Parámetros principales de los sensores de presión piezorresistivos	7
1.2 Electrónica flexible	8
1.2.1 Sensores de presión flexibles	9
1.2.2 Sensores de presión piezorresistivos flexibles y su composición	10
1.3 Nanomateriales	11
1.3.1 Nanoalambres de plata	14
1.3.2 Nanocompositos poliméricos	15
Bibliografía	16
2. Desarrollo experimental y caracterización	21
2.1 Síntesis de nanoalambres de Ag	21
2.1.1 Procedimiento realizado para la obtención de los NAs-Ag	23
2.2 Caracterización de los nanoalambres de Ag	28
2.2.1 Caracterización por UV	28
2.2.2 Caracterización por SEM	28
2.3 Fabricación de las películas flexibles nanocompositas poliméricas	29
2.4 Interfaz electrónica para la caracterización del sensor	31
2.4.1 Finalización de puente	32
2.4.2 Excitación	32
2.4.3 Amplificación	33
2.4.4 Seleccionar el nivel óptimo de excitación	33
2.4.5 Sensores remotos	34
2.4.6 Filtrado	34
2.4.7 Calibración	35

2.4.8 Dispositivo de adquisición de datos	35
2.4.9 Acondicionamiento de la señal	36
2.4.10 Algoritmo de adquisición de datos e interfaz de usuario	39
2.5 Caracterización eléctrica del sensor de presión flexible	41
Bibliografía	45
3. Resultados y discusión	48
3.1 Resultados y discusión de la síntesis de NAs-Ag	48
3.2 Resultados y discusión de la caracterización óptica y morfológica	49
3.3 Resultados y discusión de la adquisición y procesamiento de datos en LabVIEW	53
3.3.1 Resultados y discusión de la adquisición y procesamiento de datos en LabVIEW del sensor comercial.	53
3.3.2 Resultados y discusión de la adquisición y procesamiento de datos en LabVIEW del sensor fabricado	60
Bibliografía	70
4. Conclusiones	71
Apéndice A	74
1. Espectrofotómetro UV-Vis-NIR	74
2. Microscopia SEM	76

Índice de figuras

1.1.	Diagrama básico que muestra el principio de un sensor de presión piezorresistivo [14].	5
1.2.	Configuraciones de los sensores de presión piezorresistivos.[14]	6
1.3.	a) Amplificador de señal para pulso arterial estirable [33], b) Prototipo de una piel electrónica basada en matrices de nanoalambres bajo presión, c) Piel electrónica en estado normal (tubular) [34], d) Matriz flexible funcional con aplicación como teclado con comunicación con un teléfono inteligente mediante instrumentación electrónica prototipo para ropa inteligente o piel electrónica [35], e) Sensor medidor de pulso sujetado a la muñeca [31], f) sensor de presión transitoria flexible portátil [36], g) Matriz de sensores cosidas en una prenda para probar resistencia a dobleces y torsiones [32], h) Sensor de presión flexible textil que genera señales específicas a distintos movimientos realizados por una mano mecánica [32].	10
1.4.	Representación esquemática de la estructura general y comportamiento mecánico de los sensores piezorresistivos flexibles [38].	11
1.5.	Esquema relación de dimensiones macro y nanométricas entre distintos objetos [45].	12
1.6.	Diagrama de técnicas utilizadas en el estudio de la nanotecnología [45]. . .	13
1.7.	Esquema de procesos top-down/bottom-up [46].	13
1.8.	Clasificación de los nanomateriales por sus dimensiones.	14
1.9.	Imagen SEM de nanoalambres Ag [49, 50].	15
1.10.	Formación de nanocompositos. [51]	16
2.1.	Esquema del posible mecanismo de crecimiento de los NAs-Ag mediante el método poliol.	23
2.2.	Contenedor metálico con aceite.	23
2.3.	Matraz de bola de 3 bocas con PVP y etilenglicol bajo agitación.	24
2.4.	Solución de cloruro de sodio (NaCl) y etilenglicol bajo agitación.	24
2.5.	Matraz de bola con solución colocado en el soporte listo para ser introducido en el contendor de colocado en el aceite caliente.	25

2.6. Introducción de las soluciones de NaCl y de $AgNO_3$ dentro del matraz (solución de PVP/EG a 170°C).	25
2.7. Cambio de coloración en la mezcla durante el proceso de síntesis.	26
2.8. Solución final obtenida después de haber sido retirada del aceite caliente.	26
2.9. Soluciones finales sin procesos de lavado. Muestras obtenidas de dos procesos de síntesis realizadas bajo los mismos parámetros. a) La solución final del primer proceso de síntesis etiquetadas como A1 y b) la solución final del segundo proceso etiquetada como A2.	27
2.10. Aglomerado del material después de 5 procesos de lavado.	27
2.11. Espectrofotómetro UV-Vis-NIR Shimadzu 3101PC, utilizado para analizar las muestras NAs-Ag.	28
2.12. Representación esquemática del método de fundición por caída [14].	29
2.13. Esquema del proceso de fabricación para las películas nanocompositas flexibles.	30
2.14. a) Película activa o electrodo de NAs de Ag, b) esquema del sensor fabricado, c) imagen del sensor de presión flexible.	31
2.15. Diagrama a bloques del sistema.	31
2.16. Topología para sensor piezorresistivo a) simple, b) diferencial, y c) tipo puente [16].	32
2.17. Esquema de conexión del sistema de un sensor remoto [15].	34
2.18. Esquema de conexión del método calibración de derivación [15].	35
2.19. Tarjeta de adquisición de datos seleccionada.	36
2.20. Sensor de fuerza utilizado FSR 406.	37
2.21. Curvas voltaje/fuerza con diferentes RM que nos indica la hoja de datos del sensor [17].	38
2.22. Circuito implementado para realizar la caracterización del sensor FSR 406.	38
2.23. Algoritmo de adquisición y procesamiento de datos del sensor.	40
2.24. Interfaz de usuario preliminar para la visualización de los datos del sensor.	40
2.25. Imagen del sensor conectado al multímetro registrando las mediciones de resistencia/peso.	41
2.26. Circuito de acondicionamiento de la señal usando la topología tipo puente de Wheatstone.	42
2.27. Imagen del sensor conectado al puente de Wheatstone para la obtención de la gráfica voltaje/peso.	43
2.28. Gráfica peso/voltaje con línea de tendencia y ecuación de la curva.	45
3.1. Soluciones de nitrato de plata y etilenglicol, a) solución del primer proceso de síntesis con más de 15 minutos de agitación, b) solución obtenida en el segundo proceso de síntesis con 15 minutos de agitación.	49

3.2. Espectro de absorción obtenidos de solución final de nanoalambres. El espectro en color negro es el correspondiente a la muestra A1 y el espectro en color rojo es el correspondiente a la muestra A2. Ambas muestras no presentan procesos de lavado.	50
3.3. Espectro de absorción de la muestra A1 después del proceso del lavado. . .	50
3.4. Imágenes SEM de las NAs-Ag sintetizados. a) Muestra A1, b) Muestra A2. Ambas muestras se sometieron a procesos lavado.	51
3.5. Imágenes SEM de las muestras, a) A1 con histograma insertado de la distribución de diámetros de los nanoalambres y b) Muestra A2 con histograma insertado de la distribución de diámetros de los nanoalambres.	52
3.6. Imagen SEM de la muestra sin ningún proceso de lavado.	53
3.7. Curva obtenida con intervalos de 100 gramos de 0 a 1000 gramos.	54
3.8. Curva obtenida con intervalos de 7.07 gramos hasta 300 gramos y posteriormente con intervalos de 50 gramos hasta 1000 gramos.	54
3.9. Comparación entre la curva de referencia que proporciona la hoja de datos del sensor y la curva de mediciones reales.	55
3.10. a) Circuito propuesto implementado, b) circuito conectado la tarjeta DAQ y al multímetro de precisión sin fuerza aplicada en el sensor.	55
3.11. a) Sensor con un peso aplicado y multímetro mostrando el valor correspondiente al peso, b) panel frontal del programa de prueba en LabVIEW mostrando el valor de entrada del canal analógico.	56
3.12. Pruebas con pesos a)600 gramos, b)1000 gramos.	56
3.13. Peso de 100 gramos aproximados compuesto por 14 monedas.	56
3.14. a) Base diseñada para colocar pesos sobre el sensor, b) impresión en 3D de la base, c) presentación de la base sobre el sensor.	57
3.15. Prototipo en pruebas con la base y peso de 100 gramos.	57
3.16. Interfaz de usuario mostrando la respuesta a un peso de 310.999 gramos. .	58
3.17. Prototipo en pruebas con la base y peso de 200 gramos.	58
3.18. Interfaz de usuario mostrando la respuesta a un peso de 300 gramos aproximadamente.	59
3.19. Gráfica resistencia/peso del sensor S1 (6 gotas) a intervalos de 4 g hasta 60 g.	60
3.20. Gráfica resistencia/peso del sensor S2 (12 gotas) a intervalos de 4 g hasta 100 g.	61
3.21. Gráfica resistencia/peso del sensor S3 (3 gotas) a intervalos de 4 g hasta 100 g.	61
3.22. Gráfica resistencia/peso del sensor S1 (6 gotas), S2 (12 gotas) y S3 (3 gotas) en intervalos de 100 gramos hasta 400 g.	62

3.23. Grafica voltaje/peso del sensor S1, en intervalos de 50 gramos y puente de Wheatstone utilizado.	62
3.24. Grafica voltaje/peso del sensor S2, en intervalos de 50 gramos y puente de Wheatstone utilizado.	63
3.25. Grafica de histéresis del sensor S2.	64
3.26. Gráfica de repetibilidad del sensor S2 y barras de error.	64
3.27. Imagen del sensor de presión flexible fabricado conectado al sistema electrónico.	65
3.28. a) Sensor de presión flexible durante la medición de 150 gramos, b) Interfaz de usuario mostrando la respuesta del sensor.	65
3.29. Sensor de presión flexible durante la medición de a) 200 gramos, b) 250 gramos y c)300 gramos.	66
3.30. a) Sensor de presión doblado a 89° sobre un tubo de PVC mantenido durante 60 minutos a) sin peso, b) con un peso de 100 g, y c) con un peso mayor de 150 g.	67
3.31. a) Gráfica de voltaje/peso del sensor S2 sometido a flexión y a peso en un rango de 0 a 250 gramos y b) la calibración del puente de Wheatstone para la configuración de este sensor.	67
3.32. a) Sensor de presión flexible después de someterlo bajo flexión y a deformación por 60 minutos, colocado en una superficie plana y sin ningún peso, indicando resistencia infinita, b) bajo un peso de 50 g correspondiendo a un valor de resistencia de $222.3\text{ K}\Omega$, medido de igual forma antes de la deformación.	68
3.33. Grafica de voltaje/peso del sensor comercial FSR406 y el sensor S2 fabricado.	68
4.1. Esquema de un equipo de espectrofotometría UV-Vis [8, 9].	75
4.2. Esquema de un microscopio SEM [10].	78

Indice de tablas

3.1. Comparación sensor FSR406 y sensor S2	69
--	----

Capítulo 1

Introducción y estado del arte

Introducción

En los últimos años se han desarrollado dispositivos portátiles que puedan medir cuantitativamente una presión externa en respuesta al contacto físico debido a que dicha tecnología podría usarse en aplicaciones futuras como en sistemas robóticos, prótesis y dispositivos médicos portátiles [1,2]. En este contexto, se han desarrollado sensores de efecto piezoeléctrico, piezocapacitivo, triboeléctrico y piezorresistivo [3]. Los sensores de presión piezorresistivo (SPRs) transducen la entrada de presión en un cambio de resistencia del dispositivo [4]. Al ser éste una de las clases de sensores más simples e investigados, puesto que consumen baja potencia y tienen alta sensibilidad en el rango de baja presión [3,5], los esfuerzos continuos se centran en crear dispositivos mejorados con un mayor rendimiento que puedan usarse en muchas aplicaciones comerciales y no comerciales. Sin embargo, la mayoría de los SPRs fabricados presentan baja estabilidad y durabilidad bajo largos tiempos o ciclos de carga, además de ser rígidos lo que limita sus aplicaciones [5], por lo que se han empezado a investigar nuevos materiales que puedan aumentar el ciclo de vida del dispositivo y su versatilidad. Esto ha impulsado el continuo desarrollo de materiales que presenten propiedades novedosas, entre ellos los nanomateriales [6], dando como resultado un gran avance el campo de la nanociencia. La nanociencia es un área emergente que estudia los fenómenos y la manipulación de materiales a nivel nanométrico (1-100 nm), donde las propiedades difieren significativamente de aquellas observadas a gran escala [7]. En otras palabras, la nanociencia estudia los materiales que exhiben destacadas propiedades, funcionalidades y fenómenos debido a sus dimensiones nanométricas. Por otro lado, gran parte de las expectativas de futuras tecnologías se centran en la fabricación de dispositivos basados en nanomateriales. Un claro ejemplo de estos nanomateriales son los nanoalambres de plata (NAs-Ag), debido a sus propiedades térmicas, ópticas y eléctricas, han sido ampliamente estudiados para aplicaciones como, por ejemplo: electrodos transparentes, antenas plasmónicas, polarizadores ópticos, sensores

biomoleculares, catálisis y baterías [6]. Así mismo, aprovechando sus propiedades mecánicas, se han empezado a estudiar para la fabricación de SPRs, hallando características superiores en cuanto a estabilidad, durabilidad y flexibilidad en comparación con los SPRs convencionales [8]; a su vez, permitiendo la fabricación de nuevos dispositivos electrónicos como los son los SPRs flexibles [9]. Los SPRs flexibles son sistemas electrónicos formados por un material compuesto que consiste en una matriz elástica (polimérica) y un material llenador conductivo [3,10]. El desarrollo de SPRs flexibles se centra en la flexibilidad, bajo límite de detección, alta sensibilidad, bajo costo, versatilidad, etc. Por lo que son la opción de material más popular para aplicaciones en la electrónica portátil flexible, entre otras aplicaciones, como monitores de salud portátiles, pieles electrónicas y diagnósticos biomédicos [10]. Con base en lo anterior, en este proyecto de tesis se planea fabricar SPRs flexibles utilizando NAs-Ag incorporados en una matriz polimérica. Los NAs-Ag serán caracterizados morfológicamente, mientras que las películas flexibles serán caracterizadas eléctricamente. Además, se hará la evaluación de la sensibilidad de las películas flexibles por medio de la implementación de una interfaz de adquisición y procesamiento de datos utilizando una tarjeta Raspberry Pi o una tarjeta DAQ mediante el software LabView.

Justificación

Estudios sobre sensores de presión de alto rendimiento que incluyen sensibilidad, capacidad de estiramiento, velocidad de respuesta, estabilidad, costo de fabricación y simplicidad están prosperando actualmente. En estos estudios, el movimiento mecánico provoca cambios en las señales eléctricas de forma piezoeléctrica, triboeléctrica y óptica. Actualmente, los sensores de presión tradicionales como por ejemplo los sensores de silicio, tienen un adecuado efecto piezorresistivo y buenas propiedades lineales, sin embargo, el silicio es duro y quebradizo lo cual es inútil para aplicaciones en dispositivos flexibles [11], los cuales empiezan a ser de gran demanda debido a sus aplicaciones potenciales en la electrónica flexible portátil, indumentaria inteligente, monitores de salud portátiles, pieles electrónicas y pieles robóticas. Para poder realizar estas tecnologías antes mencionadas, se requieren sensores de presión flexibles con alta flexibilidad mecánica y alta sensibilidad que permita migrar o tener una evolución de la electrónica rígida a la electrónica flexible y posteriormente a la electrónica elástica suave, característica de la que carecen los sensores de presión tradicionales a base de silicio. Los nanoalambres de plata (NAs-Ag) tienen una excelente conductividad eléctrica, transparencia y flexibilidad mecánica, el cual, tienen un área potencial de aplicación como electrodos flexibles y sensores flexibles, siendo este último de gran interés, ya que en los últimos años existe una demanda cada vez mayor de sensores de presión flexibles, debido a sus aplicaciones potenciales en la electrónica flexible portátil, indumentaria inteligente, como monitores de salud portátiles, pieles electrónicas,

diagnósticos biomédicos, y pieles robóticas. El caucho de silicona, el polidimetilsiloxano, la poliimida, el PVA (Acetato de polivinilo) y el PET (Tereftalato de polietileno) se han utilizado en la fabricación de dispositivos flexibles. Pero el caucho de silicona y el polidimetilsiloxano no son compatibles con las tecnologías de micro maquinado como la litografía. El PVA (o PET), con su excelente resistencia al calor, resistencia fina, rigidez y compatibilidad con los procesos de micro fabricación, es uno de los mejores materiales de polímeros orgánicos disponibles con un alto rendimiento integral. Por lo que en este trabajo se pretende realizar sensores de presión flexibles (matriz polimérica de PVA) basados en NAs Ag, aprovechando la baja resistencia a la flexión y buena conductividad eléctrica, se evaluará la sensibilidad y el tiempo de respuesta del sensor por una interfaz a la computadora implementada.

Objetivos

■ OBJETIVO GENERAL

Fabricar películas flexibles basadas en nanoalambres de plata como sensor de presión flexible.

■ OBJETIVOS ESPECÍFICOS

1. Sintetizar nanoalambres de plata (NAs - Ag) por método químico (poliol).
2. Caracterizar morfológicamente los nanoalambres por microscopía electrónica de barrido.
3. Fabricar la matriz polimérica que contendrá los nanoalambres de plata.
4. Caracterizar eléctricamente las películas flexibles (NAs-Ag/polímero).
5. Desarrollar una interfaz electrónica para la caracterización del sensor, así como para el monitoreo de su funcionamiento.
6. Desarrollar el sistema de adquisición y análisis de datos del sensor de presión flexible a través del software LabView.

1. Estado del Arte

1.1 Sensores de presión piezorresistivos

La evolución de la ciencia y la tecnología ha permitido el desarrollo de dispositivos que permitan el monitoreo de fenómenos físicos y químicos que suceden a nuestro alrededor, y obtener las lecturas en forma de señales eléctricas que puedan ser interpretadas

por interfaces en un principio mecánicas y posteriormente de forma eléctrica, como las conocemos actualmente. Lo anterior fue el comienzo de una carrera tecnológica que a nuestros tiempos aún continúa y tiene un futuro excepcional en el desarrollo de nuevas tecnologías basadas en los sensores. Posterior al descubrimiento de la electricidad, la humanidad continuó con la adaptación de los sensores a esta nueva forma de energía para su funcionamiento e interpretación, este fue el inicio de una larga y constante evolución en la forma de interpretar los fenómenos que suceden a nuestro alrededor, incluso en la actualidad se detectan fenómenos que no podemos definir de manera tangible, ya sea por las dimensiones de los fenómenos o por las magnitudes que manejan algunas maquinas o ambientes que son dañinos para el ser humano. En particular, los sensores de presión son de los dispositivos más analizados y utilizados a lo largo de la historia moderna, debido a sus múltiples usos en distintas áreas de la ciencia y de la industria. Los primeros sensores de presión empezaron a desarrollarse en la mitad de la década de 1950, cuando se descubrió la piezorresistividad del silicio, desde aquel entonces los sensores de presión basados en silicio fueron extensamente producidos, el principio de funcionamiento consistía en convertir la presión en un movimiento mecánico [12], donde los esfuerzos mecánicos se detectan por un arreglo de resistencias (puente de Wheatstone), obteniendo un voltaje proporcional a la fuerza aplicada en el material [13]. En principio un sensor de presión consistía en una galga extensiométrica usualmente usada en dispositivos basados en diafragma donde la presión se generaba en un lado de la galga y en el opuesto se tenía la presión de referencia (Figura 1.1).

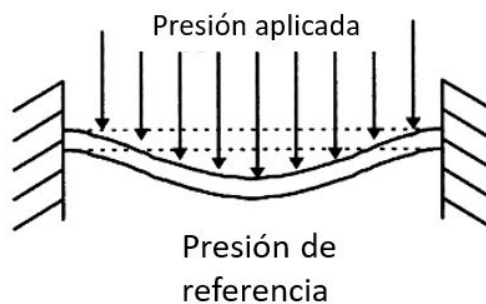


Figura 1.1: Diagrama básico que muestra el principio de un sensor de presión piezorresistivo [14].

Además del modelo base existían otras configuraciones para realizar la medición de presión, las cuales consistían en los modelos basados en diafragma. En la Figura 1.2a se muestra el modelo básico, en la Figura 1.2b es una variación del modelo base con un diafragma corrugado y también se utilizó el modelo de un sensor capacitivo en la Figura 1.2d colocando dos placas en una cápsula que se comprimían y extendían de acuerdo a la presión a la que se sometiera el dispositivo, además se intentó mejorar la capacidad

de deflexión de un diafragma simple encapsulando la galga (Figura 1.2c), también se desarrolló un modelo de sensor que poseía el principio de funcionamiento de un muelle como se observa en la Figura 1.2e, por último los tubos de Bourdon o tubos de paredes rectas permitían la expansión o deflexión de los dispositivos ante el incremento de la presión en el interior (Figura 1.2f-g).

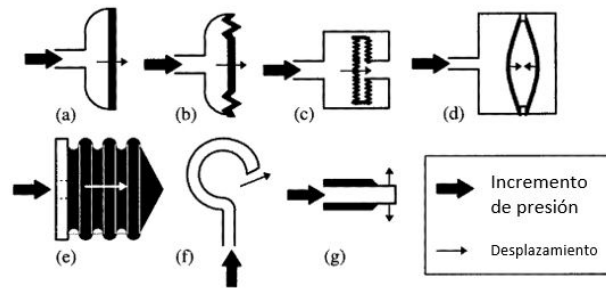


Figura 1.2: Configuraciones de los sensores de presión piezorresistivos.[14]

Algunos problemas que presentaban los sensores piezorresistivos eran la variación que tenían de acuerdo a la temperatura según las características del sensor, así como el valor de offset que se presentaba debido a los esfuerzos residuales en el diafragma, esto se corrigió posteriormente mediante el acondicionamiento de la señal de salida del sensor mediante circuitos bipolares integrados en el mismo chip del sensor, con esto se inició el desarrollo en dirección hacia los Sistemas-Micro-Electro-Mecánicos (MEMS) [15].

Sin embargo, a pesar de que el acondicionamiento integrado en el sensor resolvía los problemas de ajuste debido a fenómenos físicos externos no relacionados con las funcionalidad del sensor, si se requería algún cambio con el sensor, su forma, características, etc., éste requería un completo rediseño para adaptarse a las necesidades que se pedían en el sistema, por lo tanto, los fabricantes decidieron realizar un diseño modular entre el sensor y su etapa de acondicionamiento que permitiera adaptaciones a sistemas especiales, sin embargo esto no impidió las investigaciones para el desarrollo de sistemas que incorporen sensores y circuitos de acondicionamiento en un mismo chip [12]. En los 70's se determinó que los sensores de presión capacitivos eran la alternativa principal sobre los sensores de efecto piezorresistivo, siendo en 1973 cuando se realizó la primera prueba operativa de este efecto [13,16], estos sensores consistían en un sistema completo integrado, por un lado tenemos el circuito de acondicionamiento de señal, además de un electrodo incrustado en un sustrato de vidrio paralelo a la placa del diafragma, que es una placa del condensador y un segundo electrodo de silicio tipo-p, acoplado al sustrato de vidrio, la variación entre la distancia de las placas del electrodo y del diafragma generan un cambio en la

capacitancia que nos da una relación dependiendo de la presión aplicada en el diafragma [15]. Para este tipo de sensor es necesario una etapa de acondicionamiento debido a que las magnitudes generadas son muy pequeñas (picofaradios), con lo anterior también presentan una no linealidad en la señal de salida que debe ser modificada, sin embargo las ventajas que presentaban estos sensores son una mayor sensibilidad, y menor interferencia relacionada con la temperatura. Posteriormente, se propusieron otros métodos de medición de presión, como el prototipo diseñado por Andres, Foulds y Tudor en 1988, que consistía en un resonador mecánico cuya vibración se consideraba como una función de la presión sobre el elemento resonante [17]. En 1990 se propuso un sistema basado en un dispositivo MOSFET que permitía la entrada de aire para la obtención de presión entre el Gate (compuerta) y el Gox (óxido de compuerta), la variación en la corriente dada por la capacitancia entre la compuerta y el silicio y esta corriente depende del aire dando una lectura proporcional a la presión entrante [18]. De manera simultánea en 1986, W.Liam y S. Middelhoek, propusieron usar las propiedades piezorresistivas del silicio para generar la variación de frecuencia de oscilación de anillos osciladores MOS en la entrada del diafragma del sensor, este método permite que la información de la presión recibida esté dentro de la frecuencia de la señal, las ventajas son la baja sensibilidad a interferencias electromagnéticas y facilidad para realizar comunicación con sistemas digitales [19,20].

A principio de la década de 1990, las principales aplicaciones de los sensores de presión eran la industria automotriz [21] y las aplicaciones biomédicas [22], el constante trabajo que los científicos realizaban para mejorar este tipo de sensores se justificaba en que en ambas áreas, las exigencias de seguridad, precisión y tiempo de vida tenían que tener cierta calidad que cumpliera estrictamente los estándares requeridos, algunas de las condiciones que tenían que soportar eran en el caso de la industria automotriz las temperaturas elevadas y las vibraciones [23, 24] y en la parte biomédica se tenían que adaptar a un tamaño pequeño y manejable, además del posible contacto con sustancias que provocaban diversos fenómenos físicos y químicos, como la corrosión u oxidación al contacto con algunos materiales [22]. En cuanto a las dimensiones consideradas en la biomedicina, se determinan de acuerdo con los instrumentos utilizados para realizar operaciones médicas, como catéteres, sondas, así como también las aplicaciones de medición in-situ cardiovasculares, además del aislamiento eléctrico de las sustancias internas del cuerpo humano como la sangre [15].

1.1.1 Parámetros principales de los sensores de presión piezorresistivos

En el diseño de un sensor de presión piezorresistivo los parámetros principales que se deben considerar para describir su funcionalidad, son la sensibilidad medida en (mV/V/kPa) que se define como la mínima magnitud que se requiere para realizar un cambio

en la salida del sensor, el error de linealidad (%) que es la mayor desviación que se puede medir en una línea recta de calibración del sensor, error de histéresis (%) es la desviación máxima de la curva característica en el descenso y el ascenso, y el error de repetibilidad (%) que es la mayor desviación que se obtiene al realizar tres medidas en condiciones idénticas [25]. Por otra parte, los parámetros finales a medir para obtener su caracterización son el voltaje obtenido por la etapa de instrumentación electrónica, por medio de un puente de Wheatstone y la presión aplicada en kPa, por medio de estos parámetros y su interpretación por graficas de las pruebas realizadas al sensor se determinan los parámetros anteriores que otorgarán la descripción del funcionamiento del sensor y su eficiencia [26].

1.2 Electrónica flexible

La electrónica flexible es un área con una larga historia, sin embargo, hace unos años comenzó a ser de interés en la investigación y desarrollo debido a la amplia gama de aplicaciones donde se puede emplear, debido a las funcionalidades que posee por encima de la electrónica rígida actual, como la resistencia a la deformación mecánica [27, 28]. El termino flexible puede indicar varios términos o características como son: flexibilidad, forma confortable, elasticidad, peso ligero, irrompible, manufactura rollo a rollo, o área grande, [27] por lo cual acuñar este término en la electrónica indicó en sus inicios un gran avance que abrió camino a variadas investigaciones para la migración de diferentes dispositivos a la electrónica flexible.

La electrónica flexible se puede definir como una rama de la electrónica que se encarga de diseñar y desarrollar dispositivos cuya característica principal sea la alta flexibilidad y propiedades eléctricas eficientes entre otras características, en esta área influyen ciencias como la electrónica, física, química, ciencias de los materiales, entre otras, con el objetivo de implementar estos dispositivos en sistemas y aparatos de uso cotidiano, aplicaciones industriales y en la medicina que permitan un avance tecnológico amplio. Los dispositivos flexibles deben tener capacidad de permanecer en deformación y sus propiedades deben ser funcionales, además como sus propiedades electrónicas no pueden ser afectadas por la deformación y su respuesta debe ser consistente durante su tiempo de vida, estos dispositivos mantienen similitudes con los sensores de esfuerzo y dispositivos de recolección de energía. Los orígenes de la electrónica flexible datan de la década de 1960, cuando se desarrollaron las primeras matrices flexibles de celdas solares, formados por celdas en obleas adelgazadas de silicio cristalizado de un aproximado de 100 μm ensambladas en un sustrato plástico que permitía flexibilidad; posteriormente estos dispositivos se utilizaron para los paneles solares de la industria aeroespacial para aumentar la eficiencia energética [29, 30].

1.2.1 Sensores de presión flexibles

Los sensores de presión flexibles se pueden dividir de acuerdo con sus características eléctricas como piezoresistivos, capacitivos o piezoeléctricos. Debido a su método de fabricación relativamente sencillo y sus características eléctricas, de flexibilidad y sensibilidad las dos categorías más estudiadas en este tipo de sensores flexibles son los capacitivos y los piezorresistivos.

Estos últimos sensores, tienen su principio en detectar un cambio de presión en su exterior y de acuerdo a este cambio varia el valor resistivo en su salida que se compone de dos electrodos flexibles conectados con estructuras a nivel micrométrico o nanométrico, a lo largo de los años desde que la electrónica flexible empezó a ser investigada, su aplicación en los sensores ha crecido y los estudios parte en su mayoría de mejorar las características de esos sensores, por medio de la implementación de nuevos materiales, estructuras, que permitan generar un sensores flexible con sus dos principales características que lo definen: flexibilidad y exactitud [31]. Existen múltiples aplicaciones de este tipo de sensores flexibles de acuerdo con la revisión más actual consultada [32], las aplicaciones que se describirán tienen origen en las necesidades actuales de los seres humanos y además de que tienden a ser de interés de acuerdo con el avance actual de la tecnología, en este aspecto tenemos los dispositivos de monitoreo de salud (Figura 1.3a-e), dispositivos flexibles (Figura 1.3d-f), pieles electrónicas (Figura 1.3b-c), ropa inteligente (Figura 1.3g-h) entre otros.

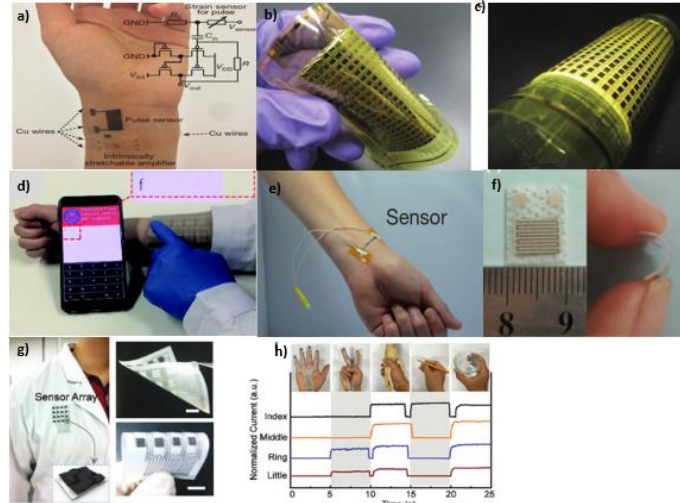


Figura 1.3: a) Amplificador de señal para pulso arterial estirable [33], b) Prototipo de una piel electrónica basada en matrices de nanoalambres bajo presión, c) Piel electrónica en estado normal (tubular) [34], d) Matriz flexible funcional con aplicación como teclado con comunicación con un teléfono inteligente mediante instrumentación electrónica prototipo para ropa inteligente o piel electrónica [35], e) Sensor medidor de pulso sujetado a la muñeca [31], f) sensor de presión transitoria flexible portátil [36], g) Matriz de sensores cosidas en una prenda para probar resistencia a dobleces y torsiones [32], h) Sensor de presión flexible textil que genera señales específicas a distintos movimientos realizados por una mano mecánica [32].

1.2.2 Sensores de presión piezorresistivos flexibles y su composición

Anteriormente se mencionó sobre las principales aplicaciones actuales y a futuro de los sensores de presión piezorresistivos flexibles, ahora se describirá las características, materiales más utilizados y parámetros de sensado en sensores o prototipos de sensores flexibles.

Los sensores piezorresistivos flexibles y estirables se pueden categorizar en tres grupos: Compuestos de polímeros conductores, materiales conductivos porosos y materiales conductores arquitectónicos.

En la Figura 1.4 se muestra de manera gráfica cómo se comportan las diferentes estructuras de los sensores piezorresistivos flexibles, al momento de ser expuestos a presión, los llenadores conductivos esparcidos por toda el área del sensor generan contacto entre ellos y se genera una variación de resistencia (Figura 1.4a), en los materiales porosos no es necesario que se encuentren por toda el área del material base, las estructuras conductivas al momento de exponerse a una presión se generan contactos y por consiguiente una variación de resistencia (Figura 1.4b), los materiales con estructuras arquitectónicas (Figura 1.4c), están diseñados para que las estructuras el momento de presentarse una presión encajen o formen determinadas formas que generen un cambio de resistencia.

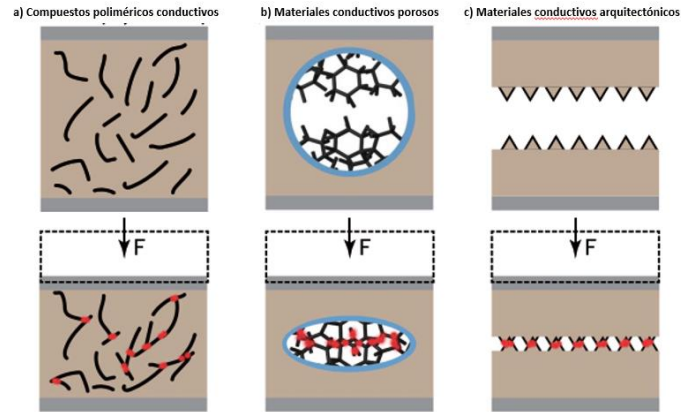


Figura 1.4: Representación esquemática de la estructura general y comportamiento mecánico de los sensores piezorresistivos flexibles [38].

1.3 Nanomateriales

En la década de 1980 describían el futuro de los sistemas electrónicos y de los sensores, en específico de los piezorresistivos de silicio para aplicaciones médicas portátiles, así como en la industria automotriz [37], sin embargo, se presentaban algunas desventajas como la sensibilidad a la interferencia, así también en la flexibilidad de éste. La nanotecnología ya comenzaba a ser estudiada ampliamente y empezó a proponer aplicaciones para utilizar nanomateriales en diferentes ramas de la ciencia. La nanotecnología tiene sus fundamentos en algunos de los artículos y escritos de Richard P. Feynman, alrededor de 1960, proponiendo la idea de controlar los átomos que estructuran la materia para guardar información y transmitirla, esta investigación, abrió un camino que algunos años más tarde, finales de la década de 1980 y principio de la década de 1990, los investigadores estudiaron la premisa de Richard P. Feynman, y comenzaron a desarrollar métodos para controlar las estructuras de la materia, en un reto sin precedentes [39, 40]. Las primeras menciones de los nanomateriales, de manera significativa provienen de algunas investigaciones y descubrimientos del químico británico Thomas Graham, donde en una de sus investigaciones, en 1861, describió que en las soluciones de coloides existían partículas de dimensiones nanométricas entre 1–100 nm [39], en décadas posteriores algunos científicos destacados estudiaron estas soluciones para confirmar la presencia de partículas nanométricas. En 1970, se utilizaron partículas de una aleación magnética para una aplicación real, las cintas magnéticas para almacenamiento de datos, por ejemplo, audio y video [39, 41], para 1980 varios estudios en el área de la química determinaron que los clusters o grupos de átomos contenían átomos en un rango de 40 a 100 nm [40, 42].

En 1991, el físico japonés, Sumio Iijima, publicó un artículo donde describía un método de síntesis similar al utilizado para la formación de fullerenos, pero que permitía

la formación de estructuras de carbono parecidas a una aguja en las paredes de la evaporación de carbono, denominándolos tubos de carbono, posteriormente se nombrarían nanotubos (NTs) de carbono por sus dimensiones [43].

Posterior a las investigaciones descritas anteriormente, la nanociencia y la nanotecnología comenzaron a crecer generando nuevos nanomateriales con diversas estructuras y se empezaron a estudiar sus múltiples características. En la última década se inició la búsqueda aplicaciones a estos materiales en diferentes áreas y actividades: la medicina, física, química, biología; en áreas tecnológicas como la electrónica, mecánica, y en recientes estudios se están aplicando en alimentos [44]. La nanociencia es un área emergente de la ciencia que estudia los fenómenos y la manipulación de materiales a nivel nanométrico (Fig. 1.5), donde las propiedades difieren significativamente de aquellas observadas a gran escala [45]. Siendo el tamaño de los materiales la clave de esta ciencia, ya que las propiedades físicas y químicas de la materia están cambiando a escala nanométrica (Fig. 1.5). En esta escala ya no rigen las leyes clásicas de la física, sino que las propiedades están gobernadas por las leyes de la mecánica cuántica: la conductividad eléctrica, el color, la resistencia, la elasticidad, la reactividad, entre otras propiedades, se comportan de manera diferente que en los mismos elementos en escala macro [45]. Cabe destacar que esta rama de la ciencia es un área sustancialmente multidisciplinaria, por lo que en cada avance que se realiza en este campo en las diversas investigaciones se involucran a varios investigadores de distintos campos de estudio.

En cuanto a la nanotecnología es un conjunto de técnicas multidisciplinarias (Figura 1.6) que se utilizan para el estudio, diseño, creación, síntesis, manipulación, y aplicación de materiales, dispositivos y sistemas funcionales a través del control de la materia a nanoescala, y la explotación de fenómenos y propiedades de la materia a nanoescala [45].

Existen diferentes clasificaciones de los nanomateriales, ya sea por su origen, naturaleza química, o por su forma o dimensión.

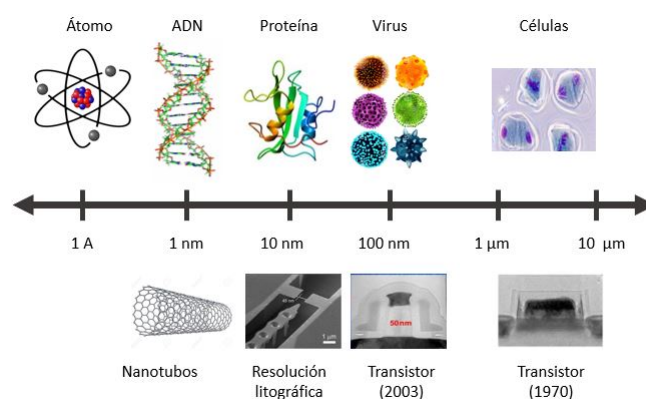


Figura 1.5: Esquema relación de dimensiones macro y nanométricas entre distintos objetos [45].

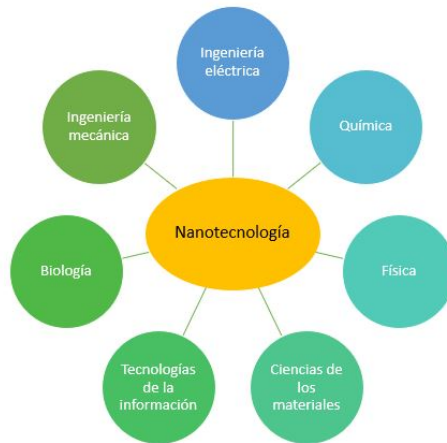


Figura 1.6: Diagrama de técnicas utilizadas en el estudio de la nanotecnología [45].

Su origen puede ser: natural, incidental o pueden ser de origen artificial (sintética), siendo estos últimos nanomateriales los de interés, y que son producidos por diversos procesos de fabricación como top-down/bottom-up (Fig. 1.7). El método top-down consiste en reducir el tamaño de un elemento de manera significativa hasta obtener nanomaterial y dependiendo del método y sus variaciones se le da forma y dimensiones específicas, algunos ejemplos de este método son [46]: Mecánico-sintético, compactación y consolidación, métodos térmicos, giro eléctrico (electrospinnig), métodos de alta energía, abrasión laser y flujo solar, métodos de plasma, métodos químicos, litografía, nanoimpresión litográfica y método de platilla.

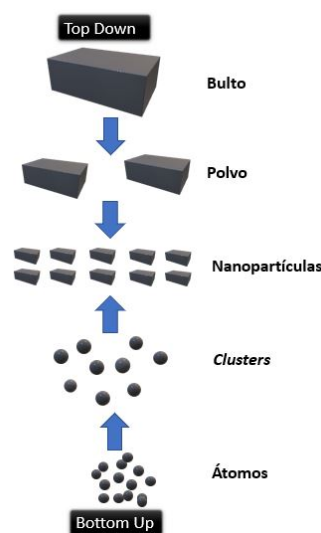


Figura 1.7: Esquema de procesos top-down/bottom-up [46].

El método bottom-up consiste en iniciar las reacciones con átomos o moléculas hasta formar nanomateriales, se inicia de átomos de un material y se crece por distintos métodos hasta forma el material en dimensiones nanométricas, algunos métodos de este origen son:

Deposición química de vapor, epitaxia de haz molecular, métodos de fase líquida, método de sol-gel, método hidrotérmico [46].

La clasificación más conocida de los nanomateriales es por sus dimensiones, en esta encontramos 4 categorías: nanomateriales 0 dimensionales, estos regularmente son nanopartículas en las que ninguna de sus 3 dimensiones se encuentra en el rango macroscópico, estos se incluyen clústers, esferas, prismas entre otros (Figura 1.8a). Nanomateriales unidimensionales (1D), estos se caracterizan por tener una de sus dimensiones en el orden macroscópico, en estos se encuentran los nanoalambres, nanotubos, nanobarras, los cuales tienen sus diámetros (x, y) en el orden nanométrico y su longitud en orden macroscópico (Figura 1.8b). Nanomateriales bidimensionales (2D), son aquellos en los que dos sus dimensiones se encuentran en rangos macroscópicos (ancho y largo) y su espesor en orden nanométrico, esta categoría incluye las nanocintas y hojas donde el espesor es menor a 100 nm y el ancho y largo puede ser mayor (Figura 1.8c). Finalmente, los nanomateriales tridimensionales (3D), son similares a los materiales 0D con la diferencia que tienen libertad de movimiento, estos incluyen materiales nanofásicos que consisten en granos de tamaño nanométrico equiaxial, nanocompositos, estructuras jerárquicas, etc. (Figura 1.8d) [47].

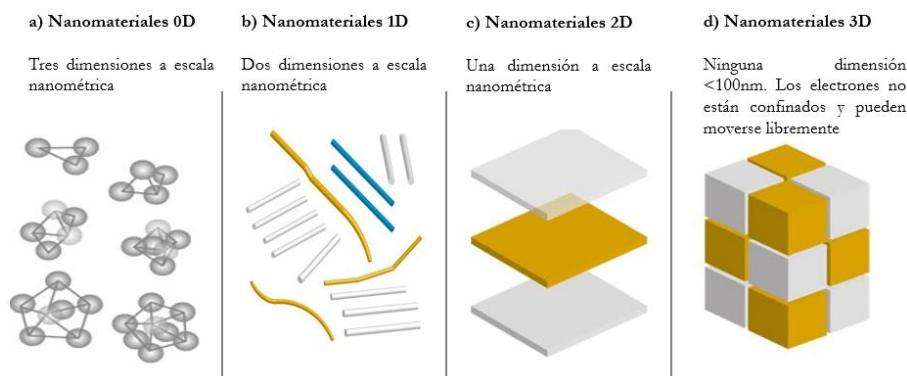


Figura 1.8: Clasificación de los nanomateriales por sus dimensiones.

De acuerdo con los trabajos revisados en el área de electrónica flexible uno de los principales materiales estudiados en esta área son los nanoalambres por su estructura y sus características eléctricas y mecánicas que adquieren en la dimensión nanométrica, por lo cual en este trabajo se han seleccionado para el desarrollo de un sensor de presión flexible.

1.3.1 Nanoalambres de plata

De acuerdo con las investigaciones acerca de los nanoalambres de plata (Figura 1.9) se ha encontrado que este nanomaterial 1D, además de tener una alta relación de aspecto,

resalta por su alta conductividad eléctrica, flexibilidad mecánica y su alta transparencia óptica [48]. Debido a sus características son adecuados para la fabricación de sensores flexibles, además que pueden ser obtenidos por distintas síntesis, tienen una estabilidad a un costo menor que otros metales, con la ventaja de ser posible realizar un número grande de estructuras por procesos de síntesis, la compatibilidad para incorporarse en diversos compositos a base de polímeros y la desventaja que tiene es su oxidación química del material que puede ser evitada recubriéndolos con el material composito.

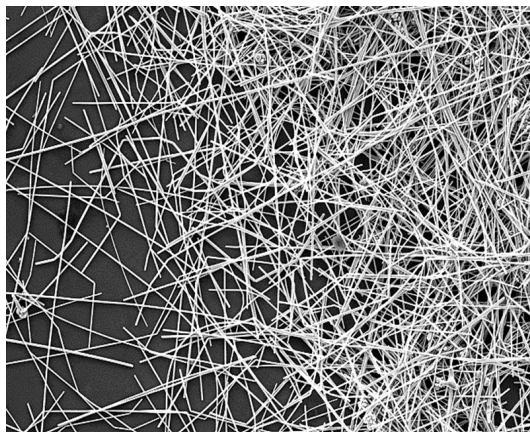


Figura 1.9: Imagen SEM de nanoalambres Ag [49, 50].

1.3.2 Nanocompositos poliméricos

Con el desarrollo de los nanomateriales y sus aplicaciones en diferentes áreas debido a sus múltiples propiedades, se han desarrollado diversas plataformas para utilizar estos materiales dependiendo de sus aplicaciones, como se ha descrito anteriormente se han utilizado principalmente en el desarrollo de nuevos sensores, un ejemplo, son los sensores biomédicos que deben cumplir con ciertas propiedades [51]. Entre las plataformas para el uso de los nanomateriales existen los nanocompositos poliméricos que se pueden definir como un material en el cual se encuentran nanomateriales dispersos en una matriz polimérica [52].

Estos materiales híbridos debido a sus propiedades eléctricas y ópticas, bajo costo estabilidad ambiental y su facilidad para la creación de materiales flexibles y no flexibles se han utilizado ampliamente en la investigación de nuevos dispositivos electrónicos [53]. De manera general los nanocompositos poliméricos son desarrollados dependiendo de la forma de las nanoestructuras que se requieran, posteriormente los nanomateriales se incorporan a un electrodo definido y se integran los componentes a la lámina de polímero donde al producirse un efecto de oxidación se crea el composito (Figura 1.10) [51].

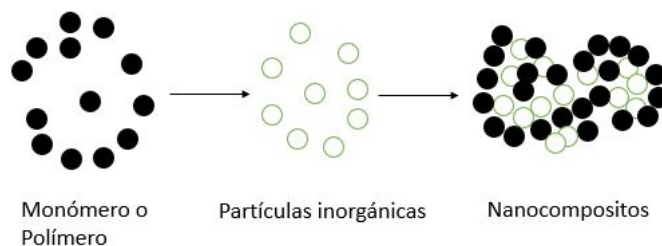


Figura 1.10: Formación de nanocompositos. [51]

Bibliografía

- [1] Segev-Bar, M. y Haick, H. (2013). Flexible Sensors Based on Nanoparticles. *ACS Nano*, 7(10), pp.8366-8378.
- [2] Doshi, S. y Thostenson, E. (2018). Thin and Flexible Carbon Nanotube-Based Pressure Sensors with Ultrawide Sensing Range. *ACS Sensors*, 3(7), pp.1276-1282.
- [3] Gao, L., Zhu, C., Li, L., Zhang, C., Liu, J., Yu, H. y Huang, W. (2019). All Paper-Based Flexible and Wearable Piezoresistive Pressure Sensor. *ACS Applied Materials & Interfaces*, 11(28), pp.25034-25042.
- [4] Huang, Y., Fan, X., Chen, S. y Zhao, N. (2019). Emerging Technologies of Flexible Pressure Sensors: Materials, Modeling, Devices, and Manufacturing. *Advanced Functional Materials*, 29(12), p. 1808509.
- [5] Xu, F., Li, X., Shi, Y., Li, L., Wang, W., He, L. y Liu, R. (2018). Recent Developments for Flexible Pressure Sensors: A Review. *Micromachines*, 9(11), p.580.
- [6] Gong, S. y Cheng, W. (2016). One-Dimensional Nanomaterials for Soft Electronics. *Advanced Electronic Materials*, 3(3), p. 1600314.
- [7] Sanchez Moreno, M. (2017). Nanopartículas de plata: preparación, caracterización y propiedades con aplicación en inocuidad de los alimentos. Maestría. UNED.
- [8] Ali, A., Khan, A., Karimov, K., Ali, A. y Daud Khan, A. (2018). Pressure Sensitive Sensors Based on Carbon Nanotubes, Graphene, and Its Composites. *Journal of Nanomaterials*, 2018, pp.1-12.
- [9] Parameswaran, C. y Gupta, D. (2019). Large area flexible pressure/strain sensors and

arrays using nanomaterials and printing techniques. *Nano Convergence*, 6(1).

[10] Li, H., Ding, G. y Yang, Z. (2019). A High Sensitive Flexible Pressure Sensor Designed by Silver Nanowires Embedded in Polyimide (AgNW-PI). *Micromachines*, 10(3), p.206.

[11] Aigbodion, V. y Hassan, S. (2007). Effects of silicon carbide reinforcement on microstructure and properties of cast Al-Si-Fe/ SiC particulate composites. *Materials Science and Engineering: A*, 447(1-2), pp.355-360.

[12] J.M. Borky, K.D. Wise, Integrated signal conditioning for silicon pressure sensors, *IEEE Trans. Electron. Dev.* ED-26, 1906-1910, (1979).

[13] W.D. Frobenius, A.C. Sanderson, H.C. Nathanson, A Microminiature Solid- State Capacitive Blood Pressure Transducer with Improved Sensitivity, *IEEE Trans, on Bio-med. Eng.* BME-20, 312, (1973).

[14] W. Eaton and J. Smith, "Micromachined pressure sensors: review and recent developments", *Smart Materials and Structures*, vol. 6, no. 5, pp. 530-539, 1997. Available: 10.1088/0964-1726/6/5/004.

[15] Marco, Santiago, Optimización de sensores de presión piezorresistivos de silicio para instrumentación biomédica y aplicaciones a alta temperatura, 2009.

[16] HJ. Kress, F. Bantien, J. Marek, M. Willmann Fully Integrated Silicon Pressure Sensor with On-Chip CMOS Evaluation Circuit and On-Chip Trimming Proc. of the 1st Int. Conf. on Micro-Electro-Opto-Mechanical Systems and Components, Berlin, Alemania, Sept. 1990. pag. 593-598. Ed. H. Reichl. Springer Verlag (1990).

[17] M.V. Andres, K.W.H. Foulds, M.J. Tudor, Sensitivity and mode spectrum of a frequency-output silicon pressure sensor, *Sensors and Actuators*, 15, 417-426, (1988).

[18] J.T. Suminto, W.H. Ko, Pressure-sensitive Insulated Gate Field-Effect Transistor (PSIGFET), *Sensors and Actuators*, A21-A23, 126-132, (1990).

[19] J. Neumeister, G. Schuster, W.V. Munch, A silicon pressure sensor using MOS ring oscillators, *Sensors and Actuators*, 7, 167-176, (1985).

[20] R. Schörner, M. Poppinger, J. Eibl, Silicon Pressure Sensor with Frequency Output, *Sensors and Actuators*, A21-A23, 73-78, (1990).

-
- [21] M.H. Westbrook, Future Developments in automotive sensors and their systems, *Phys. E: Sei. Instrum.* 22 693-699 (1989).
- [22] W.H. Ko, Solid-State Physical Transducers for Biomédical Research, *IEEE Trans. Biomed. Eng.* BME-33 153-162 (1986).
- [23] H. Kobayashi, Development Process for Automotive Sensors, *Sensors and Actuators*, 19 415-426 (1989).
- [24] J.R. Mallon, R.H. Grace, Automotive applications of Solid-State Sensors and Silicon Microstructures, *Sensors Expo Proceedings*, 385-399 (1987).
- [25] Shuang Chen, Ming-quan Zhu, Bing-he Ma and Wei-zheng Yuan, "Design and optimization of a micro piezoresistive pressure sensor", 2008 3rd IEEE International Conference on Nano/Micro Engineered and Molecular Systems, 2008. Available: 10.1109/nems.2008.4484350 [Accessed 11 June 2020].
- [26] C. Ferreira, C. Grinde, R. Morais, A. Valente, C. Neves and M. Reis, "Optimized Design of a Piezoresistive Pressure Sensor with Measurement Span of 1MPa", *Procedia Engineering*, vol. 47, pp. 1307-1310, 2012. Available: 10.1016/j.proeng. 2012.09.395.
- [27] W.S. Wong, A. Salleo (eds.), *Flexible Electronics: Materials and Applications*, *Electronic Materials: Science & Technology*, DOI 10.1007/978-0-387-74363-9_1, Springer Science+Business Media, LLC 2009
- [28] K. Harris, A. Elias and H. Chung, "Flexible electronics under strain: a review of mechanical characterization and durability enhancement strategies", *Journal of Materials Science*, vol. 51, no. 6, pp. 2771-2805, 2015. Available: 10.1007/ s10853-015-9643-3.
- [29] R. CRABB and F. TREBLE, "Thin Silicon Solar Cells for Large Flexible Arrays", *Nature*, vol. 213, no. 5082, pp. 1223-1224, 1967. Available: 10.1038/2131223a0.
- [30] K. Ray, "Flexible Solar Cell Arrays for Increased Space Power", *IEEE Transactions on Aerospace and Electronic Systems*, vol. -3, no. 1, pp. 107-115, 1967. Available: 10.1109/taes.1967.5408720.
- [31] D. Kang et al., "Ültrasensitive mechanical crack-based sensor inspired by the spider sensory system", *Nature*, vol. 516, no. 7530, pp. 222-226, 2014. Available: 10.1038/nature14002.

-
- [32] M. Liu et al., "Large-Area All-Textile Pressure Sensors for Monitoring Human Motion and Physiological Signals", *Advanced Materials*, vol. 29, no. 41, p. 1703700, 2017. Available: 10.1002/adma.201703700.
- [33] S. Wang et al., "Skin electronics from scalable fabrication of an intrinsically stretchable transistor array", *Nature*, vol. 555, no. 7694, pp. 83-88, 2018. Available: 10.1038/nature25494.
- [34] K. Takei et al., "Nanowire active-matrix circuitry for low-voltage macroscale artificial skin", *Nature Materials*, vol. 9, no. 10, pp. 821-826, 2010. Available: 10.1038/nmat2835.
- [35] R. Shi, Z. Lou, S. Chen and G. Shen, "Flexible and transparent capacitive pressure sensor with patterned microstructured composite rubber dielectric for wearable touch keyboard application", *Science China Materials*, vol. 61, no. 12, pp. 1587-1595, 2018. Available: 10.1007/s40843-018-9267-3.
- [36] Y. Guo, M. Zhong, Z. Fang, P. Wan and G. Yu, "A Wearable Transient Pressure Sensor Made with MXene Nanosheets for Sensitive Broad-Range Human-Machine Interfacing", *Nano Letters*, vol. 19, no. 2, pp. 1143-1150, 2019. Available: 10.1021/acs.nanolett.8b04514.
- [37] R. B. Hood, "Sensors, displays, and signal conditioning," in *SAE/IEEE Conf. on Automotive Electronics* (Detroit, MI, Feb. 1974).
- [38] J. Li, L. Fang, B. Sun, X. Li and S. Kang, "Review—Recent Progress in Flexible and Stretchable Piezoresistive Sensors and Their Applications", *Journal of The Electrochemical Society*, vol. 167, no. 3, p. 037561, 2020. Available: 10.1149/1945-7111/ab6828.
- [39] Reed M. A. and Kirk W. P., *Nanostructure Physics and Fabrication* (New York: Academic), (ed) 1989.
- [40] I. Grenthe, *Nobel lectures in chemistry, 1996-2000*. London: World Scientific, 2003.
- [41] *MEMORY OF THE WORLD: Safeguarding the Documentary Heritage. A guide to Standards, Recommended Practices and Reference Literature Related to the Preservation of Documents of All Kinds*. UNESCO. 1998. CII.98/WS/4. Retrieved 12 December 2017.
- [42] Iijima, S. (1991). Helical microtubules of graphitic carbon, *Nature*, 354, pp. 56–58.

-
- [43] H. Shima and M. Sato, Elastic and plastic deformation of carbon nanotubes. Boca Raton, Fla: CRC Press, 2013.
- [44] M. Vance et al., "Nanotechnology in the real world: Redeveloping the nanomaterial consumer products inventory", Beilstein Journal of Nanotechnology, vol. 6, pp. 1769-1780, 2015. Available: 10.3762/bjnano.6.181.
- [45] L. Cornejo Álvarez, Nanotechnology revolution, 1st ed. [Madrid]: Nature Publishing Group Iberoamérica, 2010.
- [46] V. Arole and S. Munde, "Fabrication of nanomaterials by top-down and bottom-up approaches-an overview", JAAST: Material Science, vol. 1, no. 2, pp. 89-93, 2014. [Accessed 12 June 2020].
- [47] P. Sudha, K. Sangeetha, K. Vijayalakshmi and A. Barhoum, "Nanomaterials history, classification, unique properties, production and market", 2020.
- [48] B. Li, C. Xu, J. Zheng and C. Xu, "Sensitivity of Pressure Sensors Enhanced by Doping Silver Nanowires", Sensors, vol. 14, no. 6, pp. 9889-9899, 2014. Available: 10.3390/s140609889.
- [49] L. Hu, H. Kim, J. Lee, P. Peumans and Y. Cui, "Scalable Coating and Properties of Transparent, Flexible, Silver Nanowire Electrodes", ACS Nano, vol. 4, no. 5, pp. 2955-2963, 2010. Available: 10.1021/nn1005232.
- [50] L. Gou, M. Chipara and J. Zaleski, Convenient, Rapid Synthesis of Ag Nanowires", Chemistry of Materials, vol. 19, no. 7, pp. 1755-1760, 2007. Available: 10.1021/cm070160a.
- [51] Rajesh, T. Ahuja and D. Kumar, Recent progress in the development of nanostructured conducting polymers/nanocomposites for sensor applications", Sensors and Actuators B: Chemical, vol. 136, no. 1, pp. 275-286, 2009. Available: 10.1016/j.snb.2008.09.014.
- [52] M. Amjadi, A. Pichitpajongkit, S. Lee, S. Ryu and I. Park, "Highly Stretchable and Sensitive Strain Sensor Based on Silver Nanowire-Elastomer Nanocomposite", ACS Nano, vol. 8, no. 5, pp. 5154-5163, 2014. Available: 10.1021/nn501204t.
- [53] N. Abbasi et al., "Preparation of silver nanowires and their application in conducting polymer nanocomposites", Materials Chemistry and Physics, vol. 166, pp. 1-15, 2015. Available: 10.1016/j.matchemphys.2015.08.056.

Capítulo 2

Desarrollo experimental y caracterización

Existen diversos métodos de síntesis de nanomateriales que varían dependiendo del tipo de material, de las estructuras a obtener, las dimensiones deseadas y la aplicación para la cual se utilizará. Actualmente, los métodos más utilizados son los procesos físicos y químicos y, recientemente los métodos biológicos [1]. En este trabajo se utilizará un método químico debido a la versatilidad que tienen estos métodos, que van desde sintetizar una gran variedad de estructuras (partículas, barras, alambres, etc.) hasta el tener un cierto grado de control sobre los procesos de nucleación y crecimiento, todo esto a partir de la variación de las condiciones de la reacción como son temperatura, concentración de los reactivos y pH.

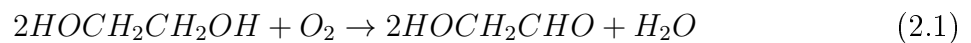
En este capítulo se presenta la metodología experimental llevada a cabo para este trabajo. Se describe primero la síntesis de los nanoalambres de Ag (NAs-Ag) por el método químico poliol y sus procesos de lavado para remover impurezas; seguido del proceso de fabricación de las películas flexibles nanocompositas poliméricas. Por último, se describen las técnicas de caracterización utilizadas para el estudio de los NAs-Ag sintetizados, así como la caracterización eléctrica de las películas flexibles nanocompositas, es decir, del sensor de presión flexible.

2.1 Síntesis de nanoalambres de Ag

El método químico utilizado para la síntesis de los NAs-Ag fue el denominado método poliol. Este método nos permite sintetizar nanomateriales metálicos bien definidos en términos de tamaño, forma, composición y cristalinidad. El proceso de poliol fue introducido por primera vez por Fievet y colaboradores [2] para la síntesis de partículas coloidales de metales y aleaciones como plata (Ag), oro (Au), cobre (Cu), cobalto (Co), paladio (Pd), iridio. (Ir), platino (Pt), rutenio (Ru), aleación de cobalto níquel (CoNi) y aleación de

hierro y níquel (FeNi). El proceso de poliol se basa en la reducción de una sal inorgánica por un poliol a temperatura elevada. Se usa un surfactante para prevenir la aglomeración de las partículas coloidales. Posteriormente, Xia y colaboradores [2] desarrollaron un proceso de poliol adecuado para la síntesis de forma controlada de NA-Ag. En este método, se utilizó etilenglicol (EG) como disolvente y como agente reductor, se utilizó polivinilpirrolidona (PVP) como agente estabilizador y como fuente de Ag se utilizó nitrato de plata (AgNO_3).

En la Figura 2.1, se muestra un diagrama del posible mecanismo de crecimiento de los NAs-Ag mediante el método poliol [3]. Los pasos del mecanismo son: a) la reducción de iones de plata, b) la formación de semillas de cristales de múltiples maclados, y c) el crecimiento de semillas en nanoalambres. En el primer paso, los iones de Ag^+ se reducen a átomos de Ag mediante etilenglicol [3]. En el segundo paso, la absorción de PVP en la Ag pasiva el plano (100) más activo [4] además de que promueve la formación de semillas de cristales penta-maclados; los nanocristales penta-maclados juegan un papel clave en el confinamiento de los diámetros de los nanoalambres y el crecimiento de la dirección longitudinal. En el último paso, debido a la unión química mucho más fuerte entre PVP y el plano (100) en comparación con la de PVP y el plano (111), la faceta (111) permanece activa, lo que resulta en un alambre más largo con una sección transversal pentagonal. Las altas temperaturas son cruciales para la conversión de etilenglicol en glicolaldehído, que reduce los iones Ag^+ a átomos de Ag. Esta conversión (mostrada en la ecuación 2.1) ocurre por encima de 150 °C con la ayuda de oxígeno [4].



El empleo de EG como agente reductor en la síntesis de NPs-Ag estabilizadas por PVP, conduce a la formación de NPs (nanopartículas) esféricas con diámetros pequeños, con un promedio de 10 nm aproximadamente. La temperatura ejerce una influencia importante en el control del tamaño de las estructuras, el tiempo a la temperatura correcta permite crear diversos tipos de estructuras y de su tamaño. Este resultado se debe probablemente a que la temperatura más elevada se produce un proceso de nucleación-crecimiento más adecuado para la formación homogénea de nanoalambres. Así, la etapa de nucleación es mucho más rápida a altas temperaturas y genera una gran cantidad de núcleos de crecimientos de Ag (nanoclusters) que permiten que la etapa de crecimiento de los nanoalambres transcurra de manera homogénea dando lugar a nanoalambres de un tamaño, así como partículas residuales del proceso de nucleación, así mismo durante la etapa de crecimiento de los nanoalambres de plata el cloruro de sodio (NaCl), limita el crecimiento de nanopartículas en la solución y obtener mayor cantidad de nanoalambres [3, 5].

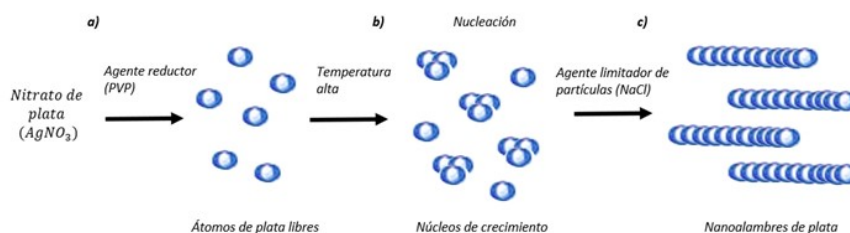


Figura 2.1: Esquema del posible mecanismo de crecimiento de los NAs-Ag mediante el método poliol.

2.1.1 Procedimiento realizado para la obtención de los NAs-Ag.

El proceso realizado por el método poliol para la síntesis de NAs consta de varias etapas que iremos explicando. Antes de comenzar con la síntesis de los NAs-Ag, todo el material de vidrio fue lavado con agua y jabón, después enjuagado con agua desionizada y etanol y finalmente es secado con aire comprimido. Como primer paso de este proceso, un contenedor metálico con aceite se llevó a una parrilla para su calentamiento a una temperatura de 180 °C (Figura 2.2), temperatura requerida para la síntesis. La temperatura del aceite fue monitoreada todo el tiempo por medio de un termómetro.



Figura 2.2: Contenedor metálico con aceite.

Posteriormente, en un matraz de bola de 3 bocas se vertieron los siguientes reactivos:

- 100 mg PVP
- 15 ml de etilenglicol

Esta solución se puso bajo agitación magnética constante por 15 minutos (Figura 2.3).



Figura 2.3: Matraz de bola de 3 bocas con PVP y etilenglicol bajo agitación.

Mientras esta solución se encuentra bajo agitación, se prepara una solución de NaCl en 0.4 mg/mL de EG, esta solución de NaCl se vierte en un vial y se coloca en una parrilla magnética bajo agitación constante por 15 minutos (figura 2.4). Después, se pesan 90 mg del precursor de Ag, que en este caso, se utilizó nitrato de plata (AgNO_3) que fueron disueltos en 5 ml de EG. Esta última solución se colocó dentro de un vial, y de igual manera se puso bajo agitación magnética por 15 minutos.



Figura 2.4: Solución de cloruro de sodio (NaCl) y etilenglicol bajo agitación.

Una vez que el aceite alcanza la temperatura de $180\text{ }^{\circ}\text{C}$ y cada una de las soluciones preparadas mencionadas arriba, estén mezcladas homogéneamente, se comienza el proceso final de mezclado. El matraz de bola (con la solución de PVP/EG) es colocado dentro

del contenedor con aceite, y se pone bajo agitación magnética, y con un termómetro se monitorea la temperatura de la solución contenida en el matraz y se espera hasta que la temperatura de la solución llegue a los 170°C (temperatura reportada para formación del glicolaldehído) donde será mantenida durante toda la reacción. Un soporte universal con dos pinzas ajustables fue necesario para el montaje del experimento (figura 2.5).



Figura 2.5: Matraz de bola con solución colocado en el soporte listo para ser introducido en el contenedor de colocado en el aceite caliente.

Ya que la solución tenga la temperatura de 170°C , se vierten la solución de NaCl y de AgNO_3 con cuidado (Figura 2.6) Inmediatamente después de verter la última solución se comienza un conteo de 1 hora para retirar del aceite la solución. Es importante en todo momento mantener la temperatura de la solución final a 170°C .



Figura 2.6: Introducción de las soluciones de NaCl y de AgNO_3 dentro del matraz (solución de PVP/EG a 170°C).

Durante este tiempo, se notará un cambio de color en la mezcla, el cambio será gradual y de diferentes colores(figura 2.7), en una primera etapa al ser todas las soluciones transparentes este se mantendrá por unos minutos, posteriormente cambiara a un color

blanco, mientras la mezcla continua, pasará por un color amarillo, naranja, morado, gris oscuro, para finalmente después de 1 hora adquirir una tonalidad de gris claro, que como se reporta en la literatura, este color es un indicador de la presencia de nanoalambres de plata en la mezcla.

Una vez cumplido el tiempo de una hora, se retira el matraz del aceite, se retira el termómetro y se deja enfriar (Figura 2.8), ya sea a temperatura ambiente o se realiza un quenching (enfriamiento rápido). Con esto se termina el proceso de síntesis.



Figura 2.7: Cambio de coloración en la mezcla durante el proceso de síntesis.

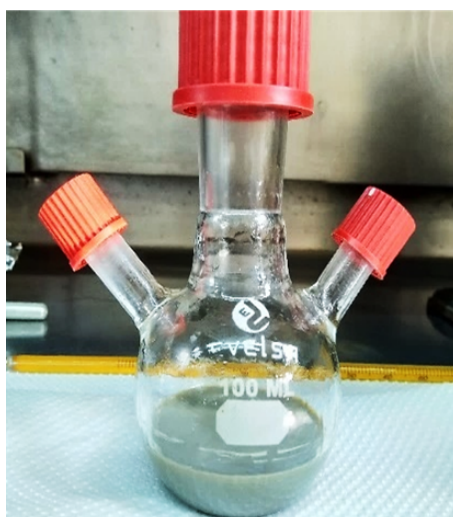


Figura 2.8: Solución final obtenida después de haber sido retirada del aceite caliente.

Proceso de limpieza de la solución.

La solución obtenida es vaciada en viales y se preparan para comenzar con la limpieza (figura 2.9). Un poco de la solución es colocada en un vaso de precipitado, el cual después se agrega acetona, se agita y se deja reposar para lograr la precipitación de los nanoalambres al fondo del recipiente por el efecto de la gravedad, dejando en la superficie líquido que

contiene en su mayoría nanopartículas, que en nuestro caso no nos es de interés. Una vez observada la separación de sustancias, con una pipeta se comienza a extraer el líquido superior, después al tener solo los nanoalambres al fondo se incorporan 10 ml de solución PVP/agua desionizada previamente agitada, se disuelven los nanoalambres con el PVP, se agrega acetona y se repite el proceso de agitación y precipitación y extracción de solución de nanopartículas al menos 4 veces o hasta que el líquido en la parte superior sea ligeramente transparente. Después de esto se obtiene un aglomerado del material sintetizado como se muestra en la figura 2.10.

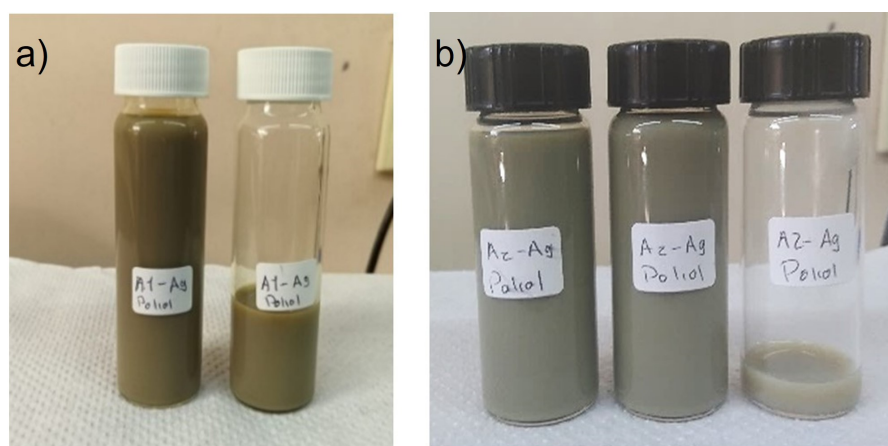


Figura 2.9: Soluciones finales sin procesos de lavado. Muestras obtenidas de dos procesos de síntesis realizadas bajo los mismos parámetros. a) La solución final del primer proceso de síntesis etiquetadas como A1 y b) la solución final del segundo proceso etiquetada como A2.

También se recomienda que para tener una mejor precipitación se puede introducir nuestra solución a la centrifugadora, para obtener un resultado idóneo de separación de nanopartículas y nanoalambres.



Figura 2.10: Aglomerado del material después de 5 procesos de lavado.

El aglomerado de material obtenido se disuelve con un poco de acetona y se resguarda en un vial listo para ser utilizado. Finalmente, el proceso de síntesis y lavado a concluido.

2.2 Caracterización de los nanoalambres de plata

A continuación, se describen brevemente las técnicas de caracterización óptica y morfológica utilizadas para el estudio de los NA-Ag.

2.2.1 Caracterización por UV - Vis

Los NAs de plata sintetizados fueron caracterizados óptica y morfológicamente. Para la caracterización óptica, se utilizó un espectrofotómetro UV-Vis, donde podemos conocer la presencia de NAs de plata debido al pico asociado a la resonancia del plasmón superficial. Los pasos que se siguieron para esta caracterización, así como la descripción y funcionamiento del equipo se encuentra en el Apéndice A.

Para la caracterización óptica de nuestro material sintetizado por espectroscopia UV-Vis-NIR se utilizó el espectrofotómetro UV – 3101PC de la marca Shimadzu (Figura 2.11), basado en un sistema UV-VIS-NIR (ultravioleta – visible – infrarrojo cercano), que es un sistema de medición de relación directa de doble haz. Este equipo proporciona soluciones en el análisis de películas, polvos, recubrimientos, plásticos y líquido.



Figura 2.11: Espectrofotómetro UV-Vis-NIR Shimadzu 3101PC, utilizado para analizar las muestras NAs-Ag.

2.2.2 Caracterización por SEM

La microscopia SEM es una técnica para analizar de manera topográfica, estructural y composicional muestras de sustancias [10, 11]. Esta técnica se ha utilizado ampliamente en diferentes ramas de la ciencia para el estudio de semiconductores, nanomateriales, películas delgadas entre otros.

Con esta caracterización, podemos confirmar los resultados obtenidos por la caracterización óptica sobre la presencia de NAs-Ag. Después de ello, podemos obtener información de los NAs-Ag de manera morfológica, el cual consiste en obtener de manera gráfica, la forma, dimensiones y dispersión de los nanoalambres.

El microscopio electrónico de barrido utilizado para la caracterización morfológica de los NAs-Ag fue un SEM de bajo vacío, modelo JSM-5300 (EUA) con una diferencia de potencial de 10KV, detectando electrones retro dispersados y con ampliaciones de 5,000, 10,000 y 20,000X.

El funcionamiento básico de esta técnica se describe en el apéndice A.

2.3 Fabricación de las películas flexibles nanocompositas poliméricas

En la fabricación de películas delgadas existen diferentes métodos como Langmuir-Blodgett, Spin-Coating, Drop-casting, Monocapas Auto ensambladas (SAM de Self Assembled Monolayers), Electroposición y Capa por capa (LbL de Layer by Layer) [12, 13]. La técnica que utilizamos para la fabricación de las películas flexibles compositas poliméricas, es el Drop-Casting, esta técnica se basa en la formación de una película fina sobre un sustrato que consiste en depositar varias gotas de la disolución del material sobre la superficie del sustrato y dejar secar por volatilidad el disolvente para que quede una monocapa (Fig. 2.12) [14]. Aunque con esta técnica no se tiene un control preciso del espesor de la película, reduce la cantidad de material necesario para fabricar las películas flexibles [13].

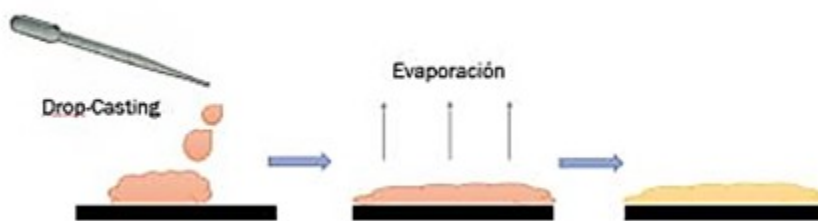


Figura 2.12: Representación esquemática del método de fundición por caída [14].

El proceso que se siguió para la fabricación de las películas flexibles nanocompositas

poliméricas, consistió en fabricar la película resistiva como se describe a continuación: primero se lavaron sustratos de PET previamente recortados (Figura 2.13a), después se tomó una predeterminada cantidad de nanoalambres de Ag dispersados en etanol, muestras etiquetadas como S1: 198 μL (6 gotas), S2: 396 μL (12 gotas) y S3: 99 μL (3 gotas) y se depositaron sobre los sustratos de PET (Figura 2.13b), éstas películas se colocaron a una temperatura de 65°C por 10 minutos. Mientras tanto, se preparó una solución de PVA (10 wt %) en agua. Una vez disuelto el PVA en agua, se procedió a colocar unos mililitros de esta solución sobre las películas de NAs-Ag/PET (Figura 2.13c) y se pusieron a secar a una temperatura de 30 °C por 8 horas. Por último, se despegaron de los sustratos las películas de PVA con los nanoalambres de Ag incorporados (nanocomposito) (Figura 2.13d).

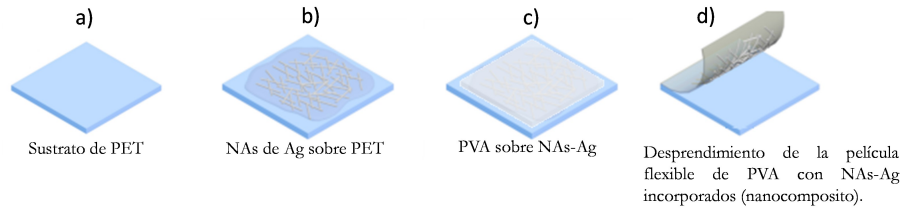


Figura 2.13: Esquema del proceso de fabricación para las películas nanocompositas flexibles.

Para fabricar el área activa o electrodo se procedió igual que en el proceso descrito anteriormente para fabricar la película resistiva, con una cantidad fija de NAs en todos los electrodos (396 μL), sólo que aquí la película de NAs-Ag tiene un patrón establecido como se muestra en la imagen de la Figura 2.14a, el cual después fue cubierto por cinta de cobre, así también se muestran las dimensiones totales del sensor que son 40mm $\times$ 36mm.

Por último, para armar el sensor se unen las 2 películas (área activa y resistiva) junto con un separador de acetato como se muestra en el esquema de la figura 2.14b, obteniendo el sensor de presión flexible (Figura 2.14c), también se muestra las dimensiones del área sensible del sensor que es de 28mm $\times$ 27mm. Así, al haber contacto entre el nanocomposito y el electrodo debido a una fuerza aplicada, se obtendrá una medición de resistencia entre los terminales del electrodo; donde un incremento en la fuerza aplicada mostrará aún más una disminución en la resistencia medida debido a un mayor contacto entre los nanoalambres.

Se eligió esta configuración después de la revisión bibliográfica y diferentes pruebas que se realizaron en el proceso de la fabricación del sensor, además que esta configuración es más receptiva a un amplio rango de fuerzas. Las dimensiones del sensor fueron las

necesarias para su fácil manipulación para realizar las caracterizaciones.

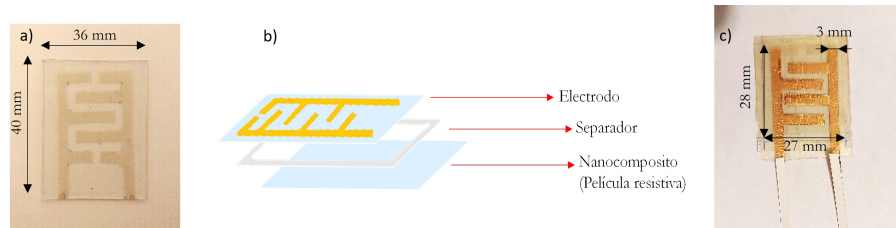


Figura 2.14: a) Película activa o electrodo de NAs de Ag, b) esquema del sensor fabricado, c) imagen del sensor de presión flexible.

2.4 Interfaz electrónica para la caracterización del sensor

Posterior a la fabricación sensor, se desarrolla una interfaz electrónica para su caracterización digital, así como para realizar la lectura de éste, calibración y visualización por medio de una tarjeta de adquisición de datos y el software LabView, para esto se ha planteado el diagrama a bloques de la figura 2.15 para obtener y procesar la señal obtenida del sensor.

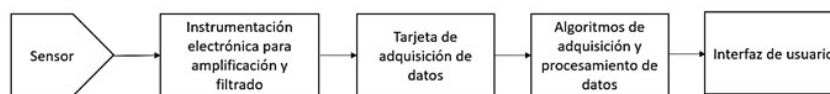


Figura 2.15: Diagrama a bloques del sistema.

La película flexible por desarrollar pertenece al área de sensores piezorresistivos, por lo que se utilizarán los métodos de caracterización para sensores piezorresistivos, en concreto el método para galgas extensiométricas y sensores basados en puente.

El método para galgas extensiométricas y sensores basados en puente puede ser afectado por diversos factores, como los problemas de acondicionamiento de la señal, ruido eléctrico, fluctuaciones de temperatura y calibración incorrecta, por lo cual se realizan diversas consideraciones en la adquisición y procesamiento de la señal para obtener mediciones fiables.

Las etapas por considerar se describen a continuación.

2.4.1 Finalización de puente

Dependiendo del dispositivo que proporcionara la señal, los circuitos de adquisición de datos proporcionan medio o cuarto puente por medio de resistencias de referencia de alta precisión, esto permite proporcionar un voltaje de referencia estable en el canal de medición y ayuda a minimizar el consumo de corriente en el voltaje de excitación.

Existen 3 topologías principales para el puente, la simple que es un dispositivo que equivale a una resistencia que de acuerdo con la variación física que detecta su valor de resistividad cambia y se compara con una resistencia de referencia para determinar el cambio de resistencia (Fig. 2.16a).

La segunda es la topología diferencial resistiva en la que se implementan dos sensores como en la figura 2.16b, en este caso las mediciones se dan mediante las variaciones en ambos sensores, cuando uno incrementa el otro disminuye y viceversa, por lo cual esta topología es utilizada para mediciones de lineales o angulares de posición/ desplazamiento o presión, sin embargo, se requiere para mayor eficiencia que ambos componentes sean sensores.

La tercera topología (figura 2.16c), consiste en un tipo puente de Wheatstone, donde uno, dos o los cuatro elementos pueden ser sensores, que pueden determinar es a cuarto puente, medio puente o puente completo, en la figura se muestra un puente completo con los cuatro elementos variables, sin embargo esto puede variar de la aplicación, este tipo de topología se implementa para la medición de peso, presión y campo magnético [16].

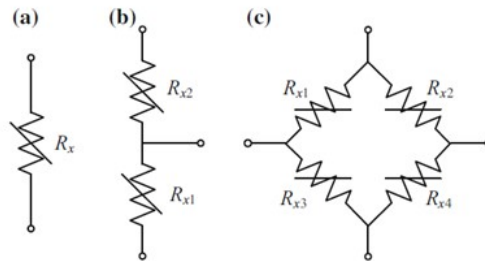


Figura 2.16: Topología para sensor piezorresistivo a) simple, b) diferencial, y c) tipo puente [16].

2.4.2 Excitación

Los sensores basados en puentes requieren un voltaje constante para alimentar el puente. Los acondicionadores de señal de puente generalmente incluyen una fuente de voltaje, no se reconoce ningún nivel de voltaje estándar en toda la industria, pero los niveles de voltaje de excitación de alrededor de 3 V y 10 V son comunes. Aunque un voltaje de excitación más alto genera un voltaje de salida proporcionalmente más alto, también puede causar errores mayores debido al autocalentamiento. De manera similar,

pequeñas fluctuaciones en el voltaje de excitación debido a fuentes de excitación inestables pueden afectar la precisión de sus mediciones [15].

2.4.3 Amplificación

Los sensores que utilizan puentes generalmente generan voltajes bajos, aproximadamente 10 mV/V, es decir genera 10 mV (milivolts) por cada volt inducido al puente en la etapa de excitación, por lo cual es necesario una etapa de amplificación para aumentar el nivel de la señal, así como la resolución y mejorar la relación señal – ruido.

Los sensores de carga, presión y torque pueden generar voltajes de nivel bajo o alto, según sus requisitos de excitación. Los sensores de bajo nivel suelen estar alimentados por un dispositivo de medición y emiten señales de milivoltios. Los sensores de alto nivel (o sensores acondicionados) requieren fuentes de energía externas más altas para funcionar y emiten señales de ± 5 V, ± 10 V o 4–20 mA [15].

2.4.4 Seleccionar el nivel óptimo de excitación

El objetivo principal de seleccionar un nivel óptimo de excitación es balancear la relación señal – ruido y minimizar los efectos del calentamiento que puede producirse en los conductores o los elementos resistivos del sistema. Idealmente se utilizarían niveles de excitación altos debido a que entre mayor nivel de salida obtenido es posible tener una mejor precisión de los cambios generados en el puente de Wheatstone, logrando una mejor medición en entornos con mucho ruido externo o cuando se utilizan conductores largos, sin embargo, un alto nivel de excitación genera en los conductores y laminillas de conexión calentamiento que afecta el sistema al cambiar la resistividad y la sensibilidad de los componentes del puente, así como la estructura polimérica del sensor o dispositivo de medición que concluye habitualmente con una degradación del rendimiento.

Debido a los múltiples factores que pueden afectar la selección el nivel ideal de excitación no es posible estandarizar un nivel de voltaje para los diferentes tipos y tamaños de dispositivos y sensores por lo cual las recomendaciones en la literatura y de fabricantes de sistemas de adquisición de datos es ajustar el nivel mediante un procedimiento experimental, esto se realiza sin carga aplicada y aumentar progresivamente el voltaje de excitación, cuando se observe inestabilidad en el punto cero de carga se tiene que bajar el voltaje hasta que se vuelva a estabilizar la medición. Esta prueba se debe realizar en ambientes con altas temperaturas, alta cantidad de ruido y distintas longitudes de conductores para determinar las configuraciones y parámetros de funcionamiento del dispositivo sin afectar la precisión [15].

2.4.5 Sensores remotos

El sensado remoto se realiza cuando el sensor se encuentra a una distancia considerable del acondicionador y de la fuente de excitación y esto puede provocar errores en la medición debido a la resistencia generada por la longitud de los cables de la fuente de excitación, por lo que el voltaje que se suministra no llega completo al puente de Wheatstone. Para solucionar este problema se ha desarrollado una función llamada detección remota (figura 2.17), que consiste en conectar cables de detección adicionales a los puntos de conexión de excitación del puente que permiten monitorear el voltaje que llega al puente y regulan el suministro de excitación a través de amplificadores de retroalimentación negativa para compensar las pérdidas de los cables y entregar el voltaje necesario en el puente [15].

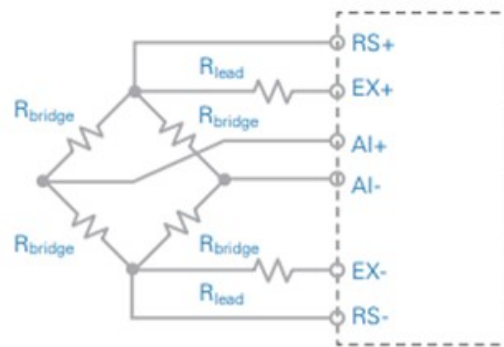


Figura 2.17: Esquema de conexión del sistema de un sensor remoto [15].

2.4.6 Filtrado

Comúnmente los dispositivos de sensado se utilizan en ambientes con ruido externo que pueden alterar las mediciones, principalmente cuando se utiliza una fuente de excitación independiente, por lo cual el ruido que genera la fuente altera la medición introduciendo frecuencias que ya son específicas y es posible eliminarlas mediante métodos de procesamiento digital de las señales por software, esto debido a que las señales de interferencia de red eléctrica principalmente se muestran como ruido de 50 Hz o 60 Hz [15].

Además de lo anterior existen métodos para evitar la interferencia de ruido en las mediciones.

Reducir la longitud de los cables conductores y usar pares trenzados o cables de señal combinados para garantizar que el ruido ambiental se conduce ambientalmente en los cables.

Utilizar técnicas de protección adecuadas como conectar correctamente las señales de referencia a los blindajes en caso de existir, así como adecuar los potenciales entre el blindaje y las señales de la placa en el caso de los dispositivos aislados.

Aumentar la amplitud de la señal al aumentar el voltaje de excitación considerando los parámetros que se definen para evitar los errores de calentamiento.

2.4.7 Calibración

Para calibrar este tipo de acondicionamientos se usa utiliza un método llamado calibración de derivación, este método permite utilizar la diferencia entre la medición calculada y la medición medida para obtener el factor de calibración, esto se realiza colocando una resistencia de valor grande en paralelo con el brazo donde se encuentra el sensor en el puente de Wheatstone (figura 2.18), esto al conocer el valor de la resistencia se puede medir la deformación mecánica del sensor y compararla con la caída de tensión en la salida y comparar los valores de las mediciones con los calculados para verificar si existe algún error y corregir los errores de ganancia en todo el sistema de medición [15].

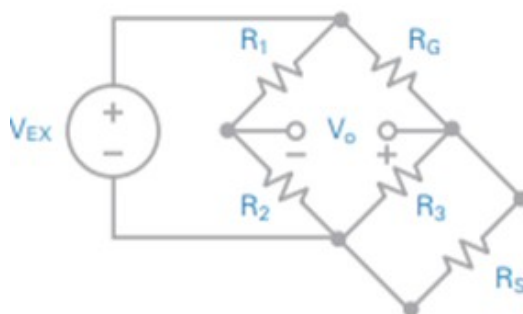


Figura 2.18: Esquema de conexión del método calibración de derivación [15].

2.4.8 Dispositivo de adquisición de datos

Para este proyecto se ha seleccionado el DAQ NI-USB 6008 (figura 2.19), por sus aplicaciones funcionales para el registro de datos, permite realizar medidas portátiles, así como para la realización de pruebas de prototipos.

Las características que posee este dispositivo son las siguientes:

Dispositivo USB de Entradas/Salidas Multifunción

8 entradas analógicas (12 Bits, 10 kS/s)

2 salidas analógicas (150 Hz)

12 entradas/salidas digitales

DAQ multifunción de bajo costo

Entradas/Salidas analógicas y digitales

Contador de 32 bits.

El dispositivo tiene una cubierta mecánica ligera y es energizado por bus para fácil portabilidad. Puede conectar fácilmente sensores y señales. Además de su compatibilidad con el software LabView que permite realizar la adquisición de datos, su procesamiento digital y almacenamiento de estos para un análisis.



Figura 2.19: Tarjeta de adquisición de datos seleccionada.

2.4.9 Acondicionamiento de la señal

Para realizar el acondicionamiento de la señal inicialmente se ha utilizado un sensor similar al que se fabricará, este es el sensor de fuerza FSR 406 (figura 2.20), es un sensor resistivo de fuerza, que es una película delgada de polímero y carbono que a mayor fuerza aplicada más baja es su resistencia. Su rango de medición está optimizado para aplicaciones de control por toque humano. El sensor posee las siguientes características:

- Rango de fuerza: 0.1 N a 10 N (10 g a 1 kg)
- Resistencia sin actuación: $>10\text{ M}\Omega$
- Repetibilidad (mismo elemento): $\pm 2\%$ Repetibilidad (entre diferentes elementos): $\pm 6\%$
- Tiempo activación: $<3\text{ }\mu\text{s}$
- Histéresis: $+10\%$ en promedio
- Lado total: 43.7 mm
- Lado área sensible: 39.6 mm
- Ultradelgado: grosor de 0.46 mm
- Recorrido para activarse: 0.15 mm
- Auto adhesivo
- Vida útil: 10 000 000 de activaciones
- No genera EMI (interferencia electromagnética), no es sensible a ESD (descarga electrostática).

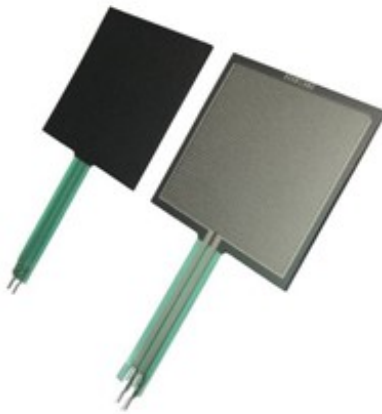


Figura 2.20: Sensor de fuerza utilizado FSR 406.

Como se mencionó anteriormente, este sensor tiene características similares a las del sensor a fabricar, sin embargo, el diseño electrónico se ha considerado para adaptarse a las características electrónicas del sensor fabricado.

Como se describe en la sección 2.4, dependiendo de las características del sensor a utilizar se deben considerar diferentes tipos de etapas para la adquisición de la señal, a pesar de describir varias etapas siendo los sensores piezorresistivos estables en cuanto a detección de ruido o sensibilidad a ondas electromagnéticas, por lo cual solo en casos específicos etapas como el filtrado son requeridas, sin embargo para el sensor utilizado para las pruebas de adquisición de la señal, no requiere filtrado ni amplificación debido a los niveles de voltaje que maneja, así mismo la etapa de acondicionamiento es la terminación de puente, en este caso para este tipo de sensores de presión o fuerza la topología diferencial es la recomendada, por lo cual es la que se utilizó, como complemento se utilizó un amplificador operacional como seguidor de voltaje para mantener el voltaje de la salida del puente en la entrada de la tarjeta de adquisición de datos.

Según la hoja de datos, el sensor nos permite obtener diferentes curvas voltaje/fuerza (figura 2.21) dependiendo de la resistencia R_M que se utilice, en este caso en particular se utilizó la resistencia R_M , de 10 K para reproducir la curva correspondiente y tomar de referencia estos valores para la interfaz electrónica.

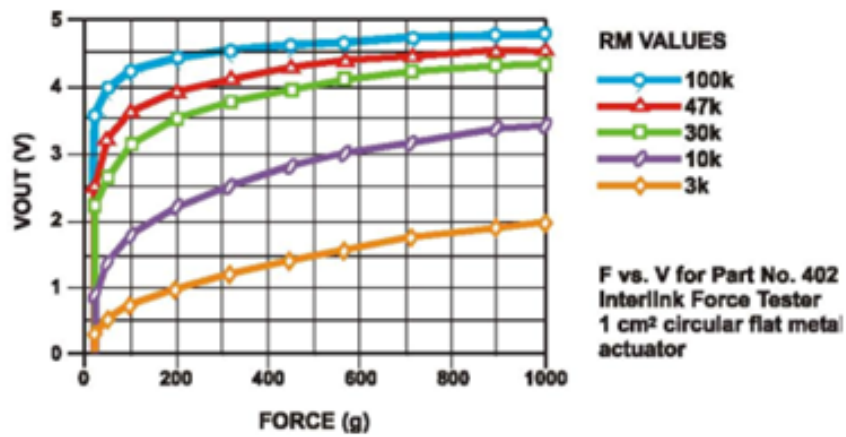


Figura 2.21: Curvas voltaje/fuerza con diferentes RM que nos indica la hoja de datos del sensor [17].

Como se mencionó anteriormente se realizó el circuito de acondicionamiento de la señal por medio de un puente diferencial y un seguidor de tensión por medio de un amplificador operacional LM741 para mantener el voltaje obtenido por el puente y tenerlo intacto en la entrada analógica de la tarjeta de adquisición de datos (Fig. 2.22).

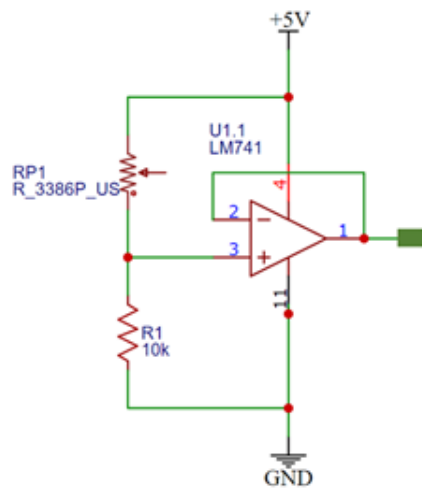


Figura 2.22: Circuito implementado para realizar la caracterización del sensor FSR 406.

Para obtener la curva de voltaje/fuerza se realizó mediante la medición del voltaje con un multímetro de precisión en la salida del seguidor de tensión, y colocando pesos diferentes de entre 0 gramos a 1 kilogramo, para esta caracterización se utilizaron inicialmente monedas de 10 centavos y para los pesos superiores de 100 gramos se utilizaron monedas

de 5 pesos, en cuentas de 50 gramos, para mayor precisión se utilizó una báscula para la comprobación de los pesos que se utilizaron en la caracterización del sensor.

2.4.10 Algoritmo de adquisición de datos e interfaz de usuario

Como se ha descrito anteriormente debido a que se utiliza la tarjeta DAQ NI USB-6008 de National Instruments como el dispositivo de adquisición de la señal del sensor, se utiliza el software LabVIEW como sistema para el algoritmo de adquisición y procesamiento de datos así mismo como interfaz de usuario.

Para la adquisición y procesamiento de la señal se diseñó un algoritmo que permite la lectura de voltaje del canal analógico AO0 del DAQ, así como la escritura de voltaje en la salida analógica AI0, en este caso para alimentar el puente del sensor y el circuito de acondicionamiento de la señal, que se alimenta con 5 volts.

Posteriormente con los datos de voltaje obtenidos en la entrada analógica, se procede a procesarlos por una ecuación de tercer grado, que proporciona puntos específicos de la curva de voltaje/fuerza, esto para tener referencias de los valores que se van registrando de acuerdo con el voltaje de entrada y por medio de operaciones y sumas y al final un selector booleano detecta si el valor medido no es mayor al que el sensor es capaz de registrar, si está en el rango permite mostrar el peso que procesa el algoritmo (figura 2.23).

La medición solo se lleva a cabo si en la interfaz de usuario se presiona el botón "Medir", para que comience a mostrar el peso detectado, así mismo desde el inicio de la ejecución del programa se puede observar el voltaje que esta recibiendo del sensor el DAQ, que se muestra en una gráfica.

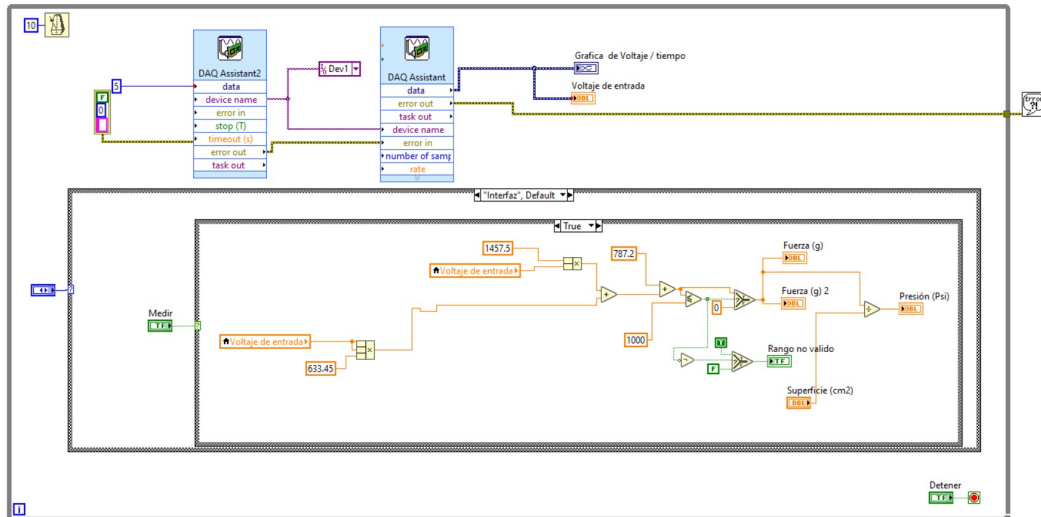


Figura 2.23: Algoritmo de adquisición y procesamiento de datos del sensor.

La interfaz de usuario preliminar que se ha diseñado para las pruebas con el sensor FSR406 (figura 2.24), muestra un panel frontal que consta de dos controles, uno para iniciar a medir y otro para detener el programa, como indicadores se tienen una graficadora que dibuja la señal de voltaje de entrada contra el tiempo, un indicador de 8 dígitos que muestra el valor con mayor exactitud, un indicador luminoso que indica cuando el peso que se le coloca al sensor es mayor al que es capaz de soportar en este caso 1 Kg, y dos indicadores para mostrar la fuerza en kilogramos a la que es sometido el sensor, un indicador es numérico y otro de tipo manecilla, de manera inicial el usuario tiene que iniciar el programa con un ejecutable en LabVIEW y posteriormente oprimir el botón "Medir" y el programa comenzara a mostrar la fuerza a la que se le esté sometiendo al sensor.



Figura 2.24: Interfaz de usuario preliminar para la visualización de los datos del sensor.

2.5 Caracterización eléctrica del sensor de presión flexible

Para la caracterización eléctrica de los sensores fabricados, primero se realizaron mediciones de resistencia/peso, esto mediante la conexión directa de las terminales del sensor a las puntas de un multímetro de precisión (Figura 2.25), y posteriormente con pesos seleccionados, en este caso monedas que tienen un peso neto establecido (además que cada peso de las monedas fue comprobado). Se realizó la caracterización de cada sensor, [S1 (6 gotas de la solución de NAS-Ag), S2 (12 gotas de la solución de NAS-Ag) y S3 (3 gotas de la solución de NAS-Ag)], y se registraron los cambios de resistencia de acuerdo con cada peso que se fue agregando. Estas caracterizaciones de resistencia se hicieron en un rango de bajo peso de 0 a 60 gramos en intervalos de 4 gramos, así como también la caracterización para pesos más grandes de 0 a 400 gramos en intervalos de 100 gramos.

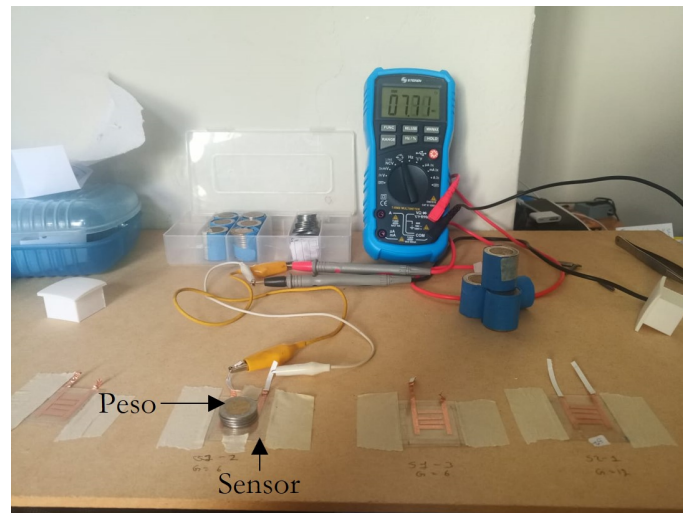


Figura 2.25: Imagen del sensor conectado al multímetro registrando las mediciones de resistencia/peso.

Cabe mencionar que para las pruebas de funcionalidad del sensor fabricado y su conexión a la interfaz desarrollada en la sección anterior (para el sensor comercial) se realizaron algunas modificaciones, ya que la etapa de acondicionamiento de la señal que inicialmente se consideró utilizar (topología de puente diferencial) no era la óptima, por lo que se cambió por la topología puente de Wheatstone (Figura 2.26). Para desarrollar este circuito se utilizaron potenciómetros de precisión o trimpots de un rango de $2\ \Omega$ a $100\ \text{k}\Omega$, esto para permitir la calibración del sensor de acuerdo con los valores de voltaje de salida que son requeridos para la lectura de la tarjeta de adquisición de datos. El nivel de excitación para el circuito fue de 5 volts permitiendo así tener un voltaje adecuado para la lectura de la tarjeta de adquisición de datos.

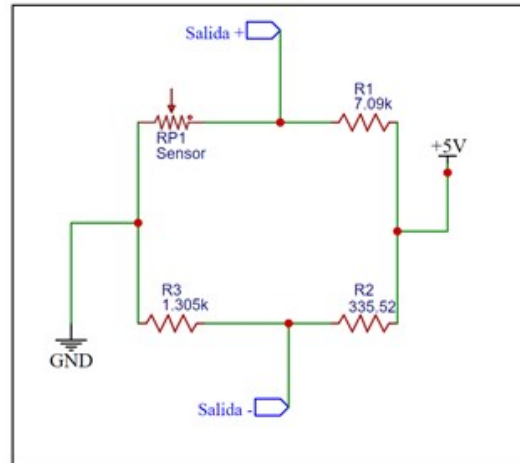


Figura 2.26: Circuito de acondicionamiento de la señal usando la topología tipo puente de Wheatstone.

Anteriormente se explicó que dependiendo del rendimiento del sensor se determina si son necesarias etapas de amplificación y filtrado de la señal, en este caso, después de las diversas pruebas y de determinar que los niveles de voltaje que se obtienen en la salida del puente de Wheatstone son adecuados para la tarjeta de adquisición de datos, se determinó que la parte del filtrado no es requerida, ya que en las pruebas experimentales realizadas las variaciones mínimas que se observan son debidas al sensor y no a la fuente de alimentación ni a condiciones externas al sistema.

Después de lo anterior, se obtuvieron las curvas de voltaje/peso en un rango de 0 a 400 gramos en intervalos de 50 gramos, esto basado en su respuesta en resistencia/peso.

Se procedió a caracterizar los sensores en función del voltaje, los cuales se conectaron al puente de Wheatstone (Figura 2.27). Primeramente se calibró el puente para obtener el mejor rendimiento del sensor, en este caso el procedimiento es calibrar los 3 potenciómetros del puente a 0 ohm, el circuito se conecta a la fuente de alimentación, y las terminales de la salida del puente se conectan al multímetro para observar las variaciones, realizado lo anterior se debe ir subiendo el valor de cada uno de los potenciómetros y verificar para el sensor iniciando con un peso de 4 gramos, la variación de voltaje en la salida hasta obtener un valor de voltaje que no se eleve a más de 2 volts, después se verifica colocando más pesos de 4 gramos y se debe verificar que el voltaje con poco peso no se eleve a su máximo valor en este caso 5 volts, realizando múltiples calibraciones hasta tener los valores de puente con mejor rendimiento se procedió a realizar la caracterización inicialmente en el rango de 0 a 60 gramos en intervalos de 4 gramos y en el rango de detección de 0 a 400 gramos, con intervalos de 50 gramos.



Figura 2.27: Imagen del sensor conectado al puente de Wheatstone para la obtención de la gráfica voltaje/peso.

Los resultados y gráficas obtenidas se encuentran en el apartado de resultados y discusión.

De acuerdo con las pruebas de voltaje/peso del sensor, se procedió en determinar los parámetros de funcionamiento y características generales del sensor, esto sólo se obtuvo para el sensor S2 (12 gotas) ya que fue el sensor más estable. A continuación, se describe la definición de cada parámetro.

La fuerza de actuación se obtiene como la mínima fuerza que genera un cambio en la salida del sensor, posteriormente se determina el rango de sensibilidad, el cual establece el rango entre la mínima y la máxima fuerza que soporta el sensor, esto se realizó mediante las pruebas de resistencia/peso anteriormente descritas analizando las curvas obtenidas y verificando cual es el valor mínimo de detección y hasta que valor el sensor es capaz de leer antes de perder estabilidad o que su rendimiento sea afectado.

La resistencia en stand-off del sensor se define como la resistencia que posee el sensor cuando no es sometido a ninguna fuerza en su área sensible. Así mismo, un parámetro

importante son las dimensiones del sensor, en este caso se obtuvieron mediante el uso de un calibrador vernier.

El tiempo de respuesta es el tiempo mínimo en que el sensor registre un cambio en su salida después de ejercer una fuerza sobre éste, y el tiempo de estabilidad se define como el tiempo que el sensor después de registrar una fuerza actuando sobre su salida se estabiliza, es decir, las variaciones en la salida del sensor son nulas o mínimas en comparación a las mediciones registradas inmediatamente al ejercer la fuerza sobre el sensor.

Uno de los parámetros importantes para determinar el rendimiento del sensor es la linealidad, esta indica la constancia de la sensibilidad del sensor y se determina al encontrar el error de linealidad que es la máxima desviación de la curva del sensor con respecto a la recta proporcional y está dada en porcentaje, por la ecuación 2.3. Donde el fondo de escala se define como el máximo valor de lectura en la escala en uso.

$$\text{Error de linealidad} = \frac{\text{valor real} - \text{valor medido}}{\text{fondo de escala}} \times 100 \quad (2.2)$$

Para determinar la histéresis del sensor se utilizó la ecuación 2.4, este parámetro se define como la diferencia entre mediciones en sentidos opuestos, es decir, se considera una respuesta del sensor a ciertas condiciones de entrada en sentido ascendente y después se toma los mismos valores, pero en sentido descendente, y se expresa en términos de porcentaje.

$$\text{Histéresis} = \frac{\text{maxima diferencia}}{\text{rango de medición}} \times 100 \quad (2.3)$$

La repetibilidad indica la proximidad entre medidas realizadas consecutivamente en las mismas condiciones ambientales.

Y la sensibilidad se define como la relación entre la variación observada en la señal de salida del sensor (U) y la variación real a partir de una condición estable o de reposo (M), este parámetro se puede obtener mediante la ecuación 3.

$$\text{Sensibilidad} = \frac{U_2 - U_1}{M_2 - M_1} \quad (2.4)$$

Los resultados de los parámetros del sensor S2 se muestran en el capítulo de resultados y discusión.

También se realizó el algoritmo de procesamiento de datos e interfaz de usuario para este mismo sensor. Se utilizó la gráfica de peso/voltaje de la figura 2.28 para la obtención de la línea de tendencia y su ecuación. La línea de tendencia obtenida se muestra en esta misma figura (línea en rojo) así como su ecuación (polinómica de grado 5). Esta ecuación se implementó en el algoritmo diseñado para realizar las pruebas del sensor con la interfaz.

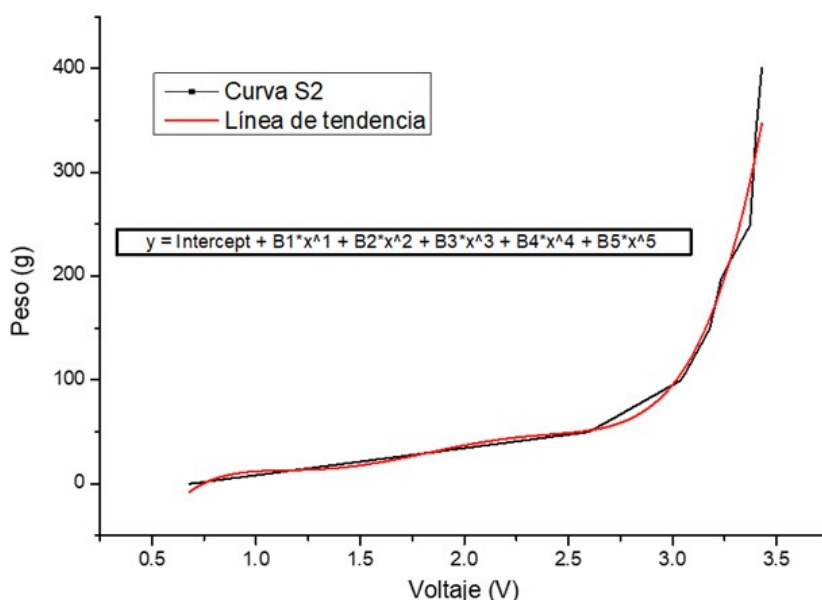


Figura 2.28: Grafica peso/voltaje con línea de tendencia y ecuación de la curva.

Bibliografía

- [1] KP, V. S., & Savithramma, N. (2013). "Synthesis of silver nanoparticles and anti microbial activity from cadaba fruticosa an important ethnomedicinal plant to treat vitiligo of kurnool district, andhra pradesh, india". Journal of Pharm Research, 3(12).
- [2] C. Rao and A. Govindaraj, Nanotubes and nanowires. Bangalore: Royal Society of Chemistry, 2005.
- [3] M. Rycenga et al., "Controlling the Synthesis and Assembly of Silver Nanostructures for Plasmonic Applications", Chemical Reviews, vol. 111, no. 6, pp. 3669-3712, 2011. Available: 10.1021/cr100275d.
- [4] Y. Wang, Y. Zheng, C. Huang and Y. Xia, "Synthesis of Ag Nanocubes 18–32 nm in Edge Length: The Effects of Polyol on Reduction Kinetics, Size Control, and Reproducibility", Journal of the American Chemical Society, vol. 135, no. 5, pp. 1941-1951, 2013.

Available: 10.1021/ja311503q.

[5] L. Gou, M. Chipara and J. Zaleski, "Convenient, Rapid Synthesis of Ag Nanowires", *Chemistry of Materials*, vol. 19, no. 7, pp. 1755-1760, 2007. Available: 10.1021/cm070160a.

[6] S. Menolasina, *Fundamentos y Aplicaciones de Electroquímica*, 1st ed. CDCHT, Consejo de Estudios de Postgrado y FUDACITE Mérida, 2004.

[7] E. Olsen, *Métodos ópticos de análisis*. Barcelona [etc.]: Reverté, 2003.

[8] L. Hernández Hernández and C. González Pérez, *Introducción al análisis instrumental*, 1st ed. Barcelona: Ariel, S.A., 2002.

[9] I. Kostova, S. Nachkoba, D. Tonchev and S. Kasap, "Synthesis, UV-VIS spectroscopy and conductivity of silver nanowires", *Nanoscience Advances in CBRN Agents Detection, Information and Energy Security*, pp. 177-179, 2014. Available: 10.13140/2.1.1007.8722 [Accessed 22 October 2020].

[10] J. Clavijo, "Caracterización de materiales a través de medidas de microscopía electrónica de barrido (SEM)", *ELEMENTOS*, vol. 3, no. 3, 2013. Available: 10.15765/e.v3i3.420.

[11] Y. Bi, H. Hu and G. Lu, "Highly ordered rectangular silver nanowire monolayers: water-assisted synthesis and galvanic replacement reaction with HAuCl_4 ", *Chem. Commun.*, vol. 46, no. 4, pp. 598-600, 2010. Available: 10.1039/b911777f [Accessed 22 October 2020].

[12] I. Izcarra Sanz, "Sensores y biosensores nanoestructurados basados en nanoarcilla para la detección de catecol", *Licenciatura*, Universidad de Valladolid, 2019.

[13] G. Gaines, "An introduction to ultrathin organic films from Langmuir-Blodgett to self-assembly", *Journal of Colloid and Interface Science*, vol. 147, no. 1, p. 289, 1991. Available: 10.1016/0021-9797(91)90158-5.

[14] G. Bussetti et al., "Controlling drop-casting deposition of 2D Pt-octaethyl porphyrin layers on graphite", *Synthetic Metals*, vol. 195, pp. 201-207, 2014. Available: 10.1016/j.synthmet.2014.06.011.

[15] National Instruments, "Engineer's Guide to Accurate Sensor Measurements", White Paper, 2016, [Online], Available: https://download.ni.com/evaluation/daq/25188?_Sen

sor_WhitePaper_IA.pdf

[16] B. George, J. Roy, J. Kumar and S. Mukhopadhyay, Advanced Interfacing Techniques for Sensors.

[17] Interlink Electronics, I., 2021. Datasheets | Force Sensing Resistors, HMI, and Other Sensors. [online] Interlinkelectronics.com. Available at: <[https:// www.interlinkelectronics.com/datasheets](https://www.interlinkelectronics.com/datasheets)>[Accessed 18 May 2021].

Capítulo 3

Resultados y discusión

En este apartado se exponen los resultados obtenidos de la síntesis de los NAs-Ag así como de los resultados de las caracterizaciones realizadas al sensor de presión flexible.

3.1 Resultados y discusión de la síntesis de NAs-Ag

Un parámetro importante de señalar en la síntesis de los NAs-Ag, se encuentra en el tiempo de agitación de la solución de nitrato de Ag y EG. En la figura 3.1 se observan dos imágenes tomadas de las soluciones de nitrato de plata diluido en el etilenglicol, ocupadas en dos procesos de síntesis de NAs-Ag. En la primera imagen (Figura 3.1a) se observa el nitrato de Ag diluido en EG con más de 15 minutos de agitación, lo que provoca una mayor formación de partículas de Ag, por lo que la solución presenta un tono amarillo (Figura 3.1a). En la segunda imagen (Figura 3.1b) se tiene otra solución de nitrato de plata diluida en el etilenglicol después de someterse a una agitación de 15 minutos, donde se observa una solución transparente, es decir, aquí la cantidad de iones es menor.

En un principio durante la síntesis, esto no presenta ningún inconveniente, sin embargo, en la caracterización UV-Vis, como lo veremos, se observarán las diferencias entre los dos procesos de síntesis; uno utilizando la solución de nitrato de Ag en EG agitada por 15 minutos (muestra A1) y otra misma solución, pero agitada por más de 15 minutos (muestra A2). Así también, como veremos, los procesos de limpiezas o lavados después de finalizar la síntesis es otro parámetro importante que considerar.

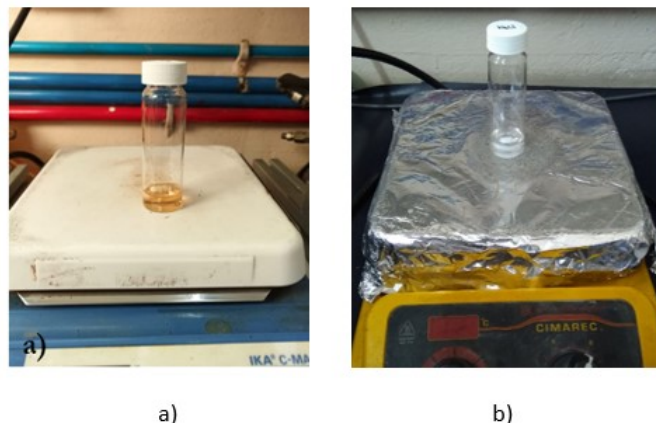


Figura 3.1: Soluciones de nitrato de plata y etilenglicol, a) solución del primer proceso de síntesis con más de 15 minutos de agitación, b) solución obtenida en el segundo proceso de síntesis con 15 minutos de agitación.

3.2 Resultados y discusión de la caracterización óptica y morfológica

En la figura 3.2 se muestran dos espectros de absorbancia que corresponden a las muestras A1 (espectro color negro) y A2 (espectro color rojo) sin ningún ciclo de lavado. Se puede observar que ambos espectros presentan dos picos de absorción. El pico localizado en 379 nm corresponde a la resonancia del plasmón superficial transversal de los NA-Ag con sección transversal, mientras que el pico alrededor de 352 nm ha sido adscrito al modo longitudinal de los NA-Ag similar al de la Ag en bulto [1]. Se sabe que las nanopartículas de Ag exhiben un máximo de absorción UV-visible en el rango de 400 a 500 nm debido a su resonancia de plasmón superficial [2], los cuales se pueden observar en ambos espectros.

Por otra parte, en el caso de la muestra A2, se puede notar que la intensidad relativa del pico alrededor de 430 nm es mayor que la del pico localizado en 379 nm a diferencia de la muestra A1 que muestra lo contrario. Como se mencionó anteriormente durante el proceso de síntesis, la muestra A2 se preparó a partir de una solución de nitrato de Ag en EG que había sido agitada por más de 15 minutos, esto ocasiona que el EG empiece a reducir a algunos iones Ag^+ a átomos de Ag los cuales empezaran a formar partículas (color amarillo de la solución (Figura 3.1a)), las cuales a su vez no pueden participar en la formación de nanoalambres; dando como resultado una baja cantidad de nanoalambres sintetizados en comparación con nanopartículas.

En la Figura 3.3 se muestra el espectro de absorbancia de la muestra A1 después de

que se llevó a cabo el proceso de lavado; se puede observar que los picos localizados por arriba de 400 nm (correspondientes a nanopartículas) han desaparecido, lo que nos indica que los NAs-Ag se encuentran sin una gran cantidad de impurezas.

Con la caracterización anterior se puede determinar de manera inmediata posterior a la síntesis la existencia de nanoalambres para más tarde realizar una caracterización morfológica por medio de microscopia SEM como se realizó en este caso.

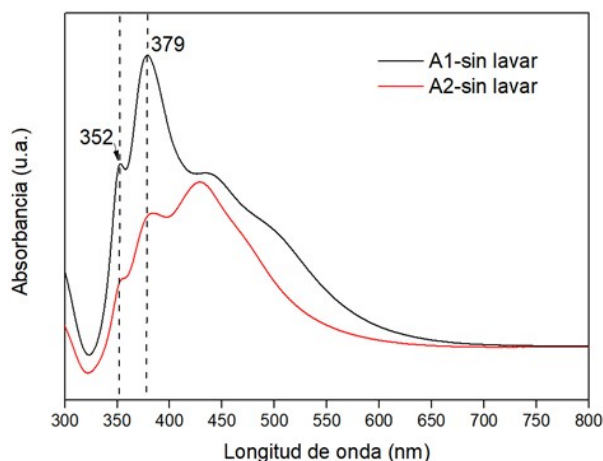


Figura 3.2: Espectro de absorción obtenidos de solución final de nanoalambres. El espectro en color negro es el correspondiente a la muestra A1 y el espectro en color rojo es el correspondiente a la muestra A2. Ambas muestras no presentan procesos de lavado.

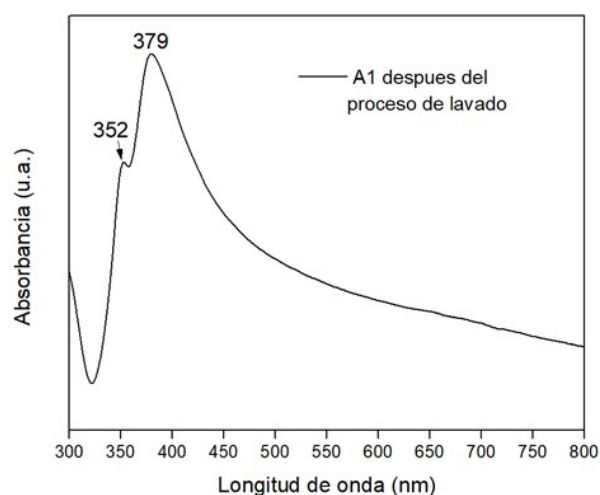
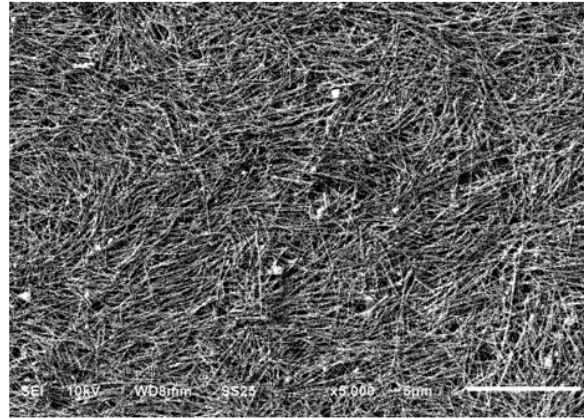


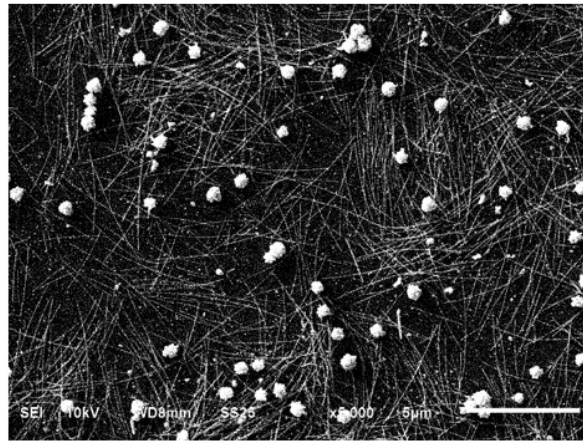
Figura 3.3: Espectro de absorción de la muestra A1 después del proceso del lavado.

Para la verificación visual de la síntesis de los NAs-Ag, así como de la caracterización morfológica de los mismos, se analizaron por SEM.

En la figura 3.4 se muestran dos imágenes SEM que corresponden a la muestra A1 y A2, ambas muestras sometidas al mismo proceso de lavado.



a)



b)

Figura 3.4: Imágenes SEM de las NAs-Ag sintetizados. a) Muestra A1, b) Muestra A2. Ambas muestras se sometieron a procesos lavado.

Se puede observar de ambas imágenes la presencia de NAs-Ag, así como su gran densidad. También existe la presencia de nanopartículas en ambas muestras, aunque en la muestra A1 es mucho menor y estas partículas son de menor tamaños a diferencia de la muestra A2, en esta última muestra, que también se obtiene una gran densidad de NAsAg, la presencia de nanopartículas es mayor, así como su tamaño, lo que significa que hubo un crecimiento de partículas antes del proceso de síntesis como se mencionó anteriormente y que concuerda con los estudios de espectroscopía UV-VIS.

En la Figura 3.5 se presentan imágenes SEM de las muestras A1 y A2, donde se realizaron mediciones de NAs-Ag para determinar su diámetro los cuales se obtuvieron de sus histogramas de distribución de tamaño (inserciones en Figura 3.5 a y b). La muestra A1 presentó un diámetro promedio de nanoalambre de 40 nm, mientras que la muestra A2 presentó un diámetro promedio de 42 nm.

De los análisis estadísticos de los diámetros se puede observar que en las 2 síntesis

realizadas el diámetro promedio de ambas muestras es relativamente el mismo.

En la figura 3.6, se tiene la micrografía de una muestra sin ningún proceso de lavado, es decir, el material "sucio". A pesar de que la imagen sea de baja amplificación, se nota una gran aglomeración del material. Se trato de obtener una imagen con una mayor amplificación, pero esta se distorsionaba, esto debido a la presencia del PVP que no fue quitado.

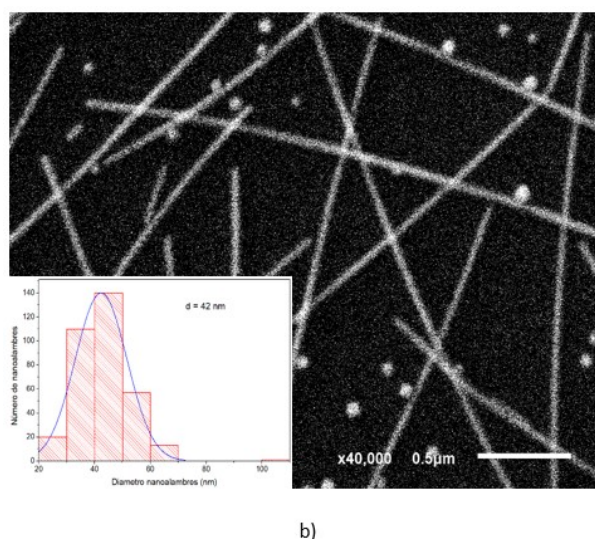
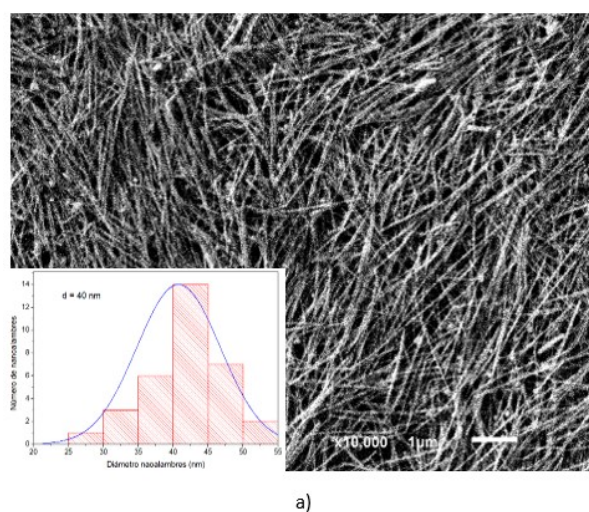


Figura 3.5: Imágenes SEM de las muestras, a) A1 con histograma insertado de la distribución de diámetros de los nanoalambres y b) Muestra A2 con histograma insertado de la distribución de diámetros de los nanoalambres.

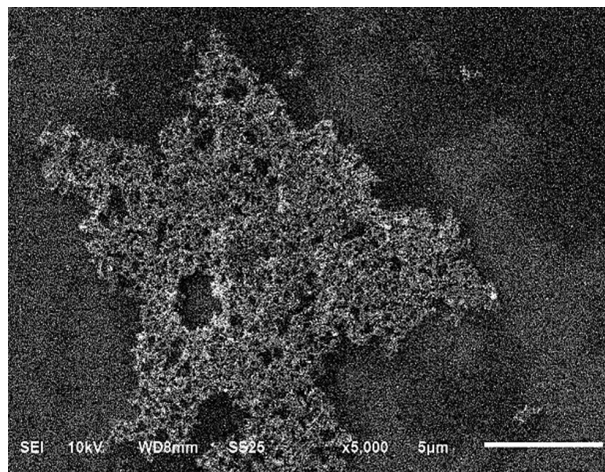


Figura 3.6: Imagen SEM de la muestra sin ningún proceso de lavado.

3.3 Resultados y discusión de la adquisición y procesamiento de datos en LabVIEW

En este apartado se muestran los resultados obtenidos en la adquisición y procesamiento de datos en LabVIEW para el sensor comercial y el sensor fabricado.

3.3.1 Resultados y discusión de la adquisición y procesamiento de datos en LabVIEW del sensor comercial.

En la figura 3.8 se muestra la curva obtenida con pesos de 100 gramos en 100 gramos aproximadamente (ya que con una balanza se comprobaron los pesos), se puede notar que debido a que el voltaje de excitación no son exactamente 5v y las tolerancias de la resistencia de 10 K Ω , no llega al máximo voltaje que la hoja de datos marca como referencia, sin embargo, su comportamiento es bueno y es funcional para el algoritmo diseñado en LabVIEW. Debido a que se utilizó la tarjeta DAQ NI USB-6008, como fuente de alimentación del circuito de acondicionamiento para evitar la presencia de ruido en la señal por una fuente externa y de que teóricamente otorga un voltaje de 5 volts, el voltaje real que otorga su salida analógica es de 4.843 volts, teniendo esto de referencia debido a las discrepancias con la curva que nos muestra la hoja de datos del sensor de voltaje/fuerza.

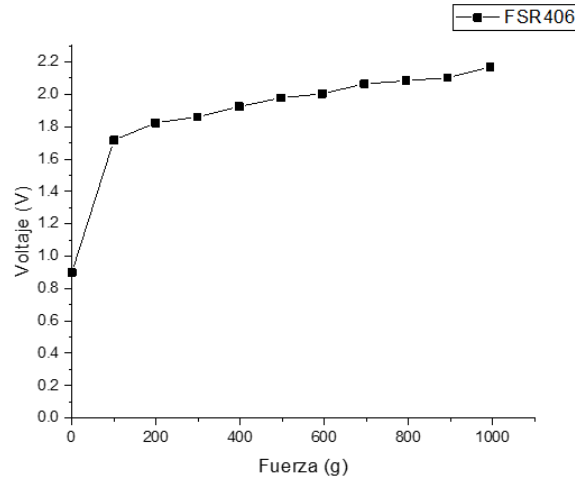


Figura 3.7: Curva obtenida con intervalos de 100 gramos de 0 a 1000 gramos.

En la siguiente curva se muestra una cantidad mayor de puntos medidos hasta los 300 gramos se midió en intervalos de 7.07 gramos en 7.07 gramos, sin embargo, debido a las condiciones físicas del sensor en cuanto al área se refiere, se tomaron muestras de 50 en 50 gramos hasta obtener el kilogramo de peso, obteniendo una curva más clara del comportamiento del sensor.

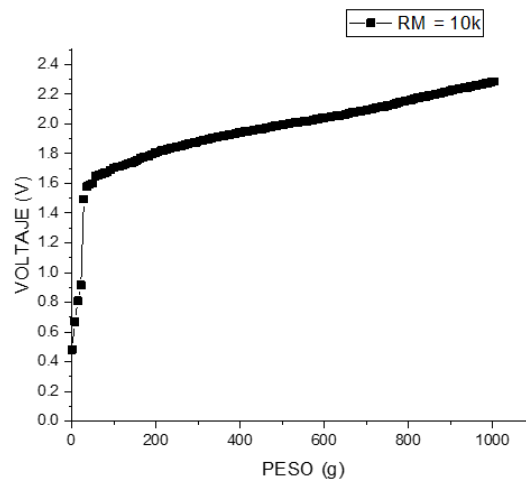


Figura 3.8: Curva obtenida con intervalos de 7.07 gramos hasta 300 gramos y posteriormente con intervalos de 50 gramos hasta 1000 gramos.

Finalmente se tiene la comparación entre las dos curvas (figura 3.9), la gráfica dada por la hoja de datos (curva roja), y la gráfica obtenida por la caracterización con pesos (curva negra), se nota la diferencia en el voltaje debido al voltaje real que otorga la tarjeta DAQ y a las tolerancias de la resistencia RM, sin embargo, al tener una curva eficiente modificando la ecuación del algoritmo es posible tener un funcionamiento ideal

del sistema.

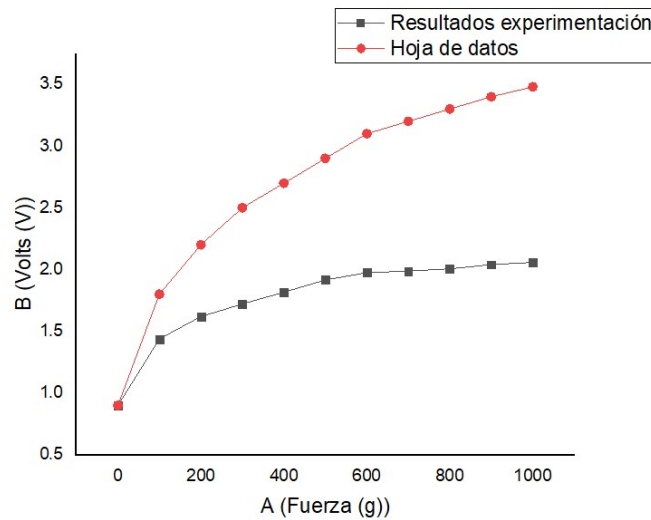


Figura 3.9: Comparación entre la curva de referencia que proporciona la hoja de datos del sensor y la curva de mediciones reales.

En la figura 3.10a se muestra el circuito propuesto para el acondicionamiento de la señal, con el sensor de prueba, y en 3.10b se observa el circuito conectado a la tarjeta de adquisición de datos y el multímetro de precisión leyendo el valor sin fuerza aplicada, y con la ecuación de la curva nos permitirá obtener el peso dentro del algoritmo diseñado en LabView.

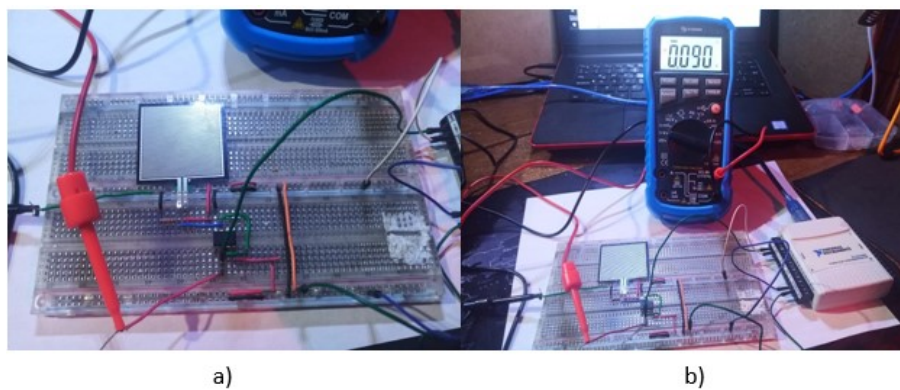


Figura 3.10: a) Circuito propuesto implementado, b) circuito conectado la tarjeta DAQ y al multímetro de precisión sin fuerza aplicada en el sensor.

En la figura 3.11a, se observa un peso aplicado en el sensor y su valor de voltaje obtenido en la salida del seguidor de tensión que ingresa a la tarjeta DAQ, y en 3.11b se muestra la pantalla de LabVIEW que mediante indicadores muestra el valor de entrada correspondiente, para esta prueba se realizó un algoritmo para verificar que la lectura de la tarjeta en su canal analógico fuera correcta.

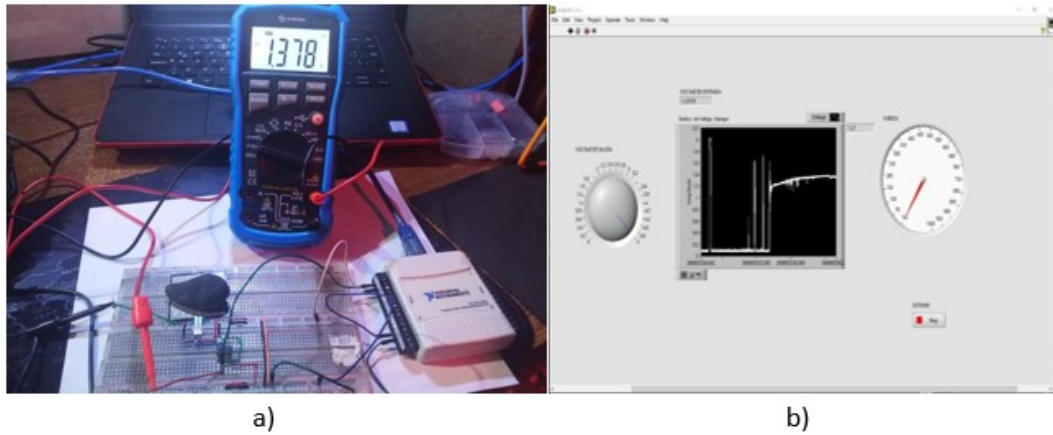


Figura 3.11: a) Sensor con un peso aplicado y multímetro mostrando el valor correspondiente al peso, b) panel frontal del programa de prueba en LabVIEW mostrando el valor de entrada del canal analógico.

En la figura 3.12 se muestran pruebas que se realizaron con pesos aproximados realizados con monedas de 5 pesos mexicanos, las cuales cada una pesa 7.07 gramos, se realizaron pesos de aproximadamente 100 gramos compuestos por varias monedas (figura 3.13).



Figura 3.12: Pruebas con pesos a)600 gramos, b)1000 gramos.



Figura 3.13: Peso de 100 gramos aproximados compuesto por 14 monedas.

Posterior a las primeras pruebas realizadas con los pesos de monedas y la complicación física de colocar varios pesos para mediciones de más de 500 gramos se optó por diseñar una base a medida que ocupara toda el área activa del sensor donde en su parte superior se colocaran con mayor facilidad los pesos, el diseño de muestra en la Figura 3.14a-b se realizó mediante impresión 3D, en la Figura 3.14c se muestra la base colocada sobre el sensor.

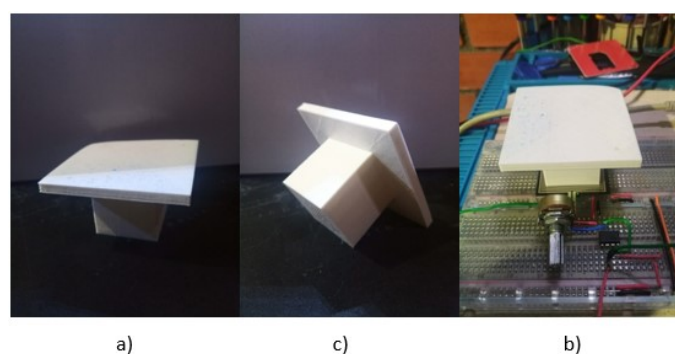


Figura 3.14: a) Base diseñada para colocar pesos sobre el sensor, b) impresión en 3D de la base, c) presentación de la base sobre el sensor.

Con el algoritmo preliminar que se explicó anteriormente y la base para el sensor se realizaron pruebas para comprobar la funcionalidad del sistema, en las Figuras 3.15 y 3.17 se muestran pesos de 100 g y 200 g respectivamente donde se observa el valor de voltaje en el multímetro y en las Figuras 3.16 y 3.18 se muestran su respuesta en la interfaz de usuario en LabVIEW, se muestra el voltaje de entrada así como el peso en gramos que detecta, el sistema en general es prototipo por lo cual posteriormente se arreglarán los defectos de precisión y calibración para que se adapte al sensor a construir.



Figura 3.15: Prototipo en pruebas con la base y peso de 100 gramos.

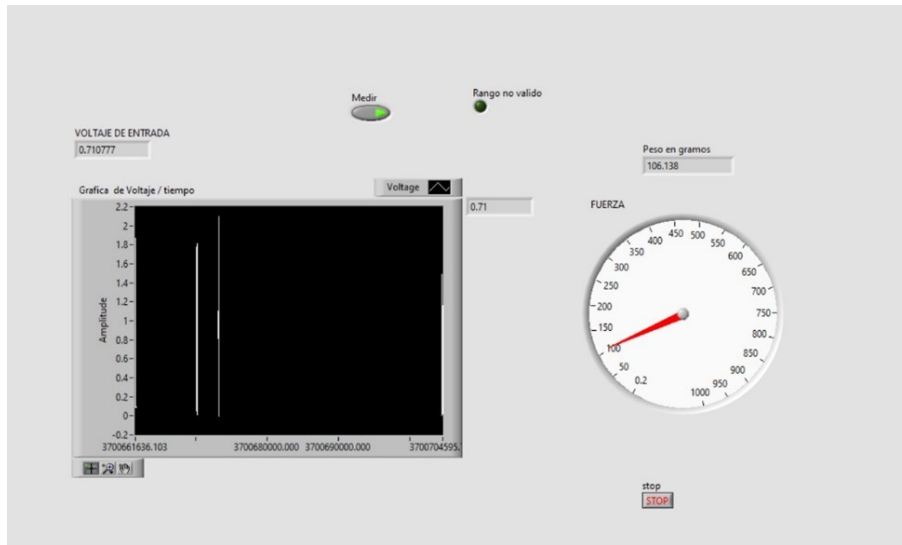


Figura 3.16: Interfaz de usuario mostrando la respuesta a un peso de 310.999 gramos.



Figura 3.17: Prototipo en pruebas con la base y peso de 200 gramos.

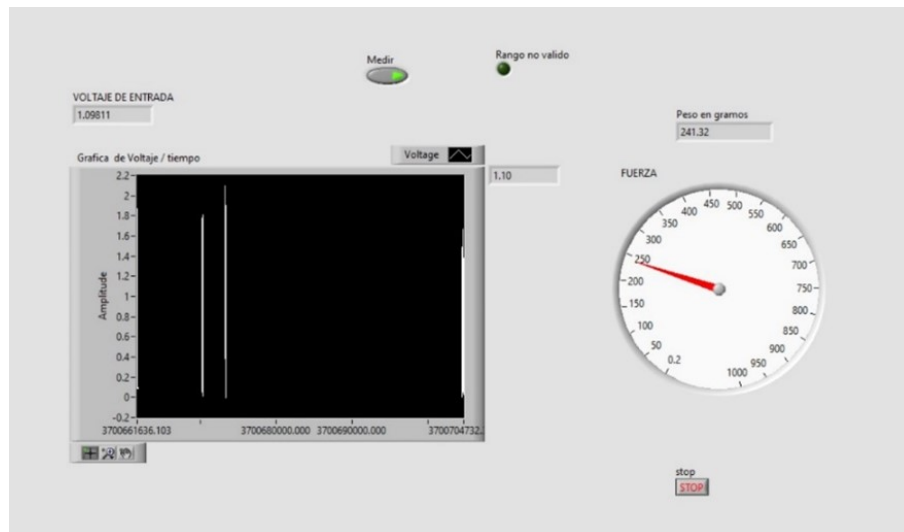


Figura 3.18: Interfaz de usuario mostrando la respuesta a un peso de 300 gramos aproximadamente.

3.3.2 Resultados y discusión de la adquisición y procesamiento de datos en LabVIEW del sensor fabricado

En la Figura 3.19, se muestra la curva de resistencia/peso del sensor S1 (6 gotas). Se puede observar el primer cambio de resistencia a un peso de 4 g, a partir de este peso el valor de resistencia disminuye gradualmente conforme el peso aumenta llegando hasta los 60 g. Esta gráfica fue obtenida para una caracterización de 0 a 60 g en intervalos de 4 g. Las Figuras 3.20 y 3.21 muestran las curvas de resistencia/peso de los sensores S2 y S3, respectivamente. Se pueden observar en ambas gráficas una tendencia similar que en el sensor S1: una resistencia decreciente al aumentar el peso, y un primer cambio de resistencia con un peso de 4 g. Sin embargo, en el caso del sensor S3 estas variaciones de resistencia a partir de los 4 g son de magnitudes muy pequeñas, lo que lo hacen ineficiente para obtener niveles de tolerancia adecuados al realizar las pruebas de voltaje.

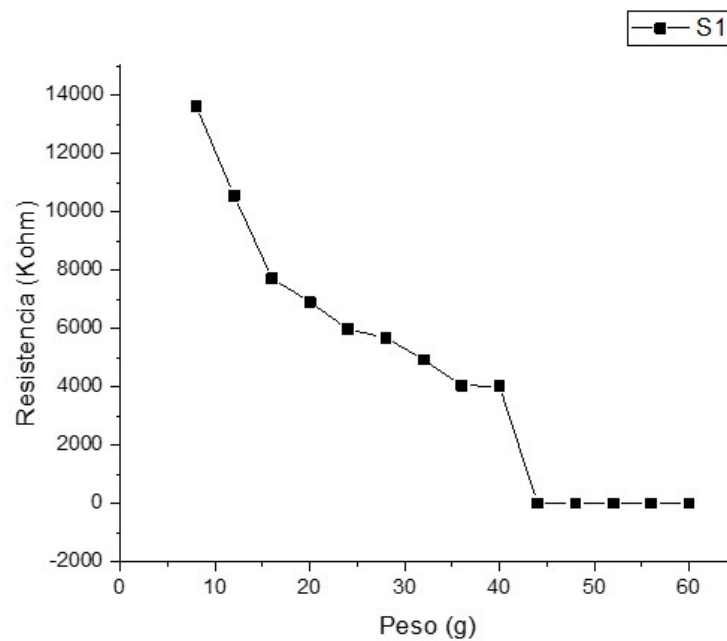


Figura 3.19: Gráfica resistencia/peso del sensor S1 (6 gotas) a intervalos de 4 g hasta 60 g.

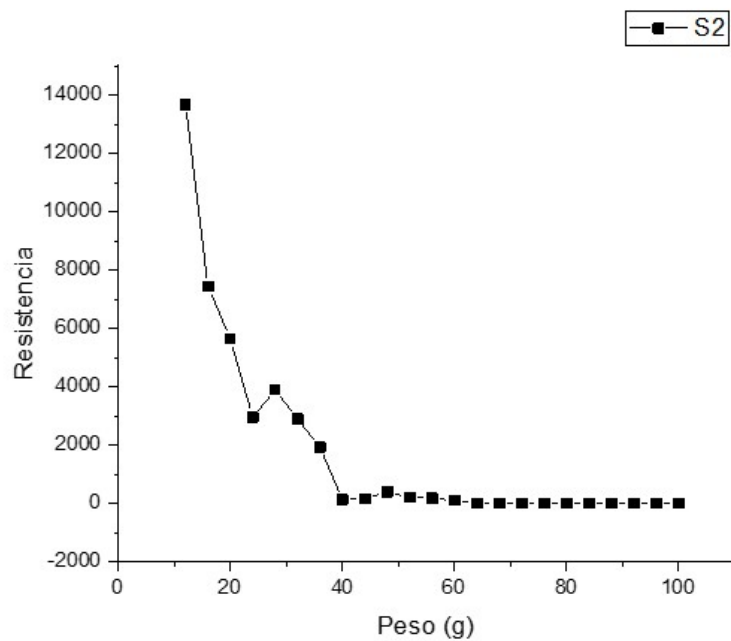


Figura 3.20: Gráfica resistencia/peso del sensor S2 (12 gotas) a intervalos de 4 g hasta 100 g.

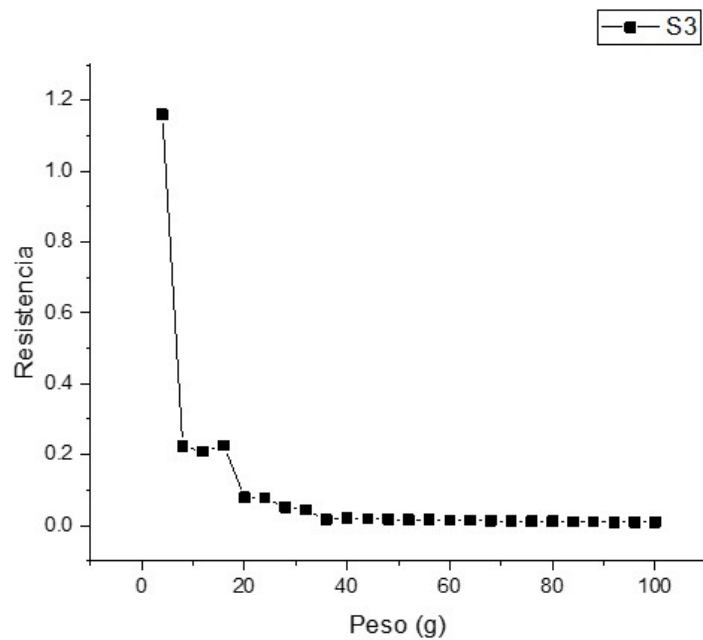


Figura 3.21: Gráfica resistencia/peso del sensor S3 (3 gotas) a intervalos de 4 g hasta 100 g.

Posterior a la caracterización anterior se realizaron pruebas para determinar el peso máximo donde el sensor muestra cambios de resistencia notables (mismos ordenes de

magnitud). Para lo anterior, se realizó la caracterización en intervalos de 100 a 400 g de los tres sensores fabricados S1, S2 y S3 ((Figura 3.22). Se observa que los sensores S1 y S2 siguen mostrando variaciones de resistencia hasta los 400 g a diferencia del sensor S3, que sigue mostrando cambios de resistencia muy pequeños. Después de retirar los pesos los sensores S1, S2 y S3 regresaron a su estado inicial.

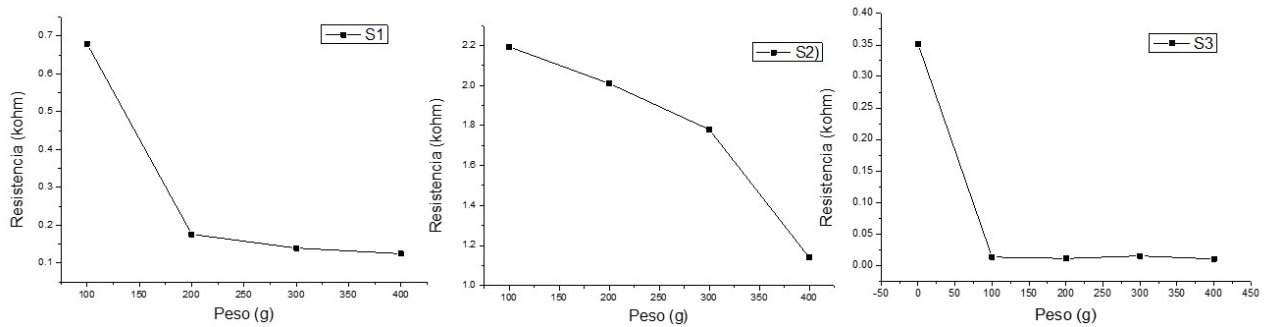


Figura 3.22: Gráfica resistencia/peso del sensor S1 (6 gotas), S2 (12 gotas) y S3 (3 gotas) en intervalos de 100 gramos hasta 400 g.

A continuación, se muestran las gráficas de voltaje/peso obtenidas de los sensores fabricados, el rango de detección se consideró de 0 a 400 gramos, con intervalos de 50 gramos. En la Figura 3.23a se observa la gráfica de la muestra S1, en el cual se visualiza una tendencia creciente de voltaje al aumentar el peso. En la Figura 3.23b se presentan los valores de resistencia del arreglo del puente de Wheatstone para la obtención de la curvas voltaje/peso. En la Figura 3.24a se presenta la gráfica de voltaje/peso en intervalos de 50 g hasta 400 g del sensor S2, en este caso el puente de Wheatstone (Figura 3.24b) se recalibró, ya que se tienen niveles de resistencia diferentes al sensor S1. La gráfica presenta el mismo comportamiento que el sensor S1.

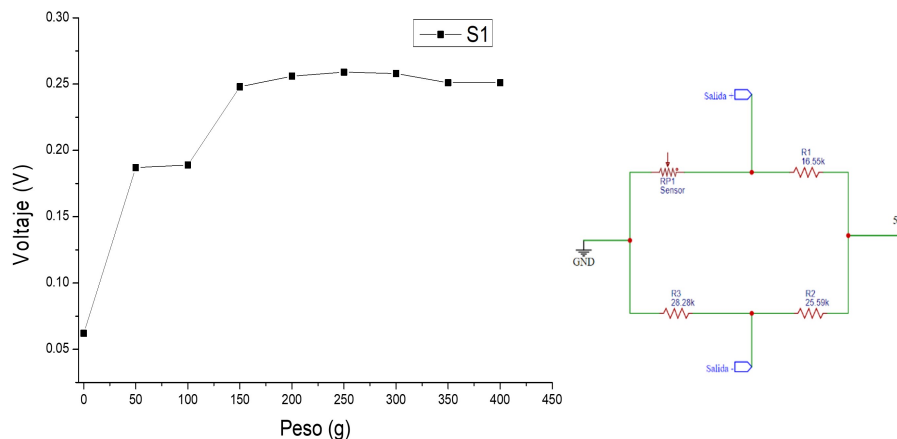


Figura 3.23: Grafica voltaje/peso del sensor S1, en intervalos de 50 gramos y puente de Wheatstone utilizado.

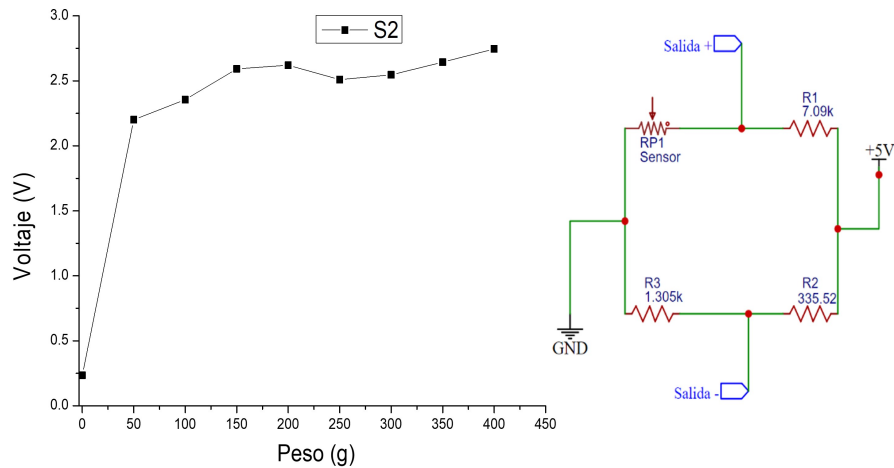


Figura 3.24: Grafica voltaje/peso del sensor S2, en intervalos de 50 gramos y puente de Wheatstone utilizado.

En el caso del sensor S3, al conectarlo en la interfaz desarrollada se calentó inmediatamente, lo que dañó al sensor, ya que no regresó a su estado inicial (resistencia infinita sin peso). Esto debido a la resistencia más grande que presenta el sensor en comparación con los sensores S1 y S2. Por lo que ya no fue posible obtener su gráfica de voltaje/peso y seguir con la caracterización de este sensor.

A continuación, se presentan los parámetros obtenidos del sensor S2.

La fuerza de actuación se determina como la mínima fuerza que genera un cambio en la salida del sensor, en este caso la fuerza de actuación es de 4 gramos, posteriormente se determina el rango de sensibilidad, el cual establece el rango entre la mínima y la máxima fuerza que soporta el sensor, esto se realizó mediante las pruebas de resistencia/peso anteriormente descritas analizando las curvas obtenidas y verificando cual es el valor mínimo de detección y hasta que valor el sensor es capaz de leer antes de perder estabilidad. Para este sensor la sensibilidad es de 4 a 400 g.

La resistencia en stand-off del sensor tiene un valor $>50 \text{ M}\Omega$, sus dimensiones son de $36 \times 40 \text{ mm}$ de ancho y largo respectivamente, y el espesor es de $50 \text{ }\mu\text{m}$. En cuanto al tiempo de respuesta del sensor se encuentra en un rango de 10 – 15 ms, y su tiempo de estabilización es de 12 s, la temperatura de operación se ha obtenido realizando mediciones en un rango de 9°C a 27°C . Para el cálculo de la histéresis se utilizó la gráfica de la Figura 3.25 y se obtuvo su valor mediante la ecuación 2, resultando en una histéresis de 0.034

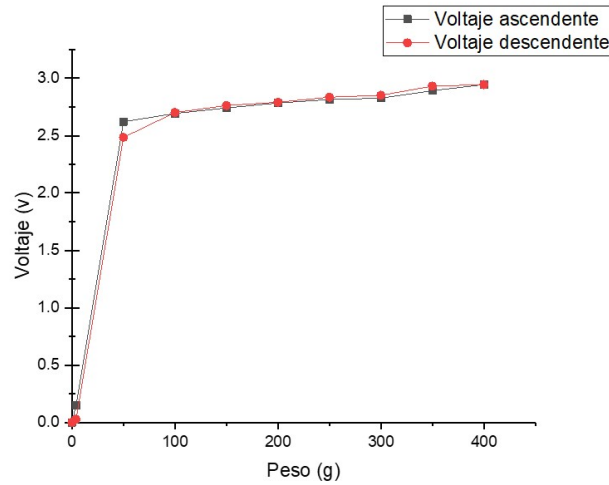


Figura 3.25: Grafica de histéresis del sensor S2.

La repetibilidad fue otro parámetro obtenido, que nos permite determinar la proximidad entre resultados en mediciones sucesivas en el mismo ambiente, éste se puede observar de manera grafica en la Figura 3.26, la tendencia es igual a pesar de existir ligeras variaciones en el voltaje.

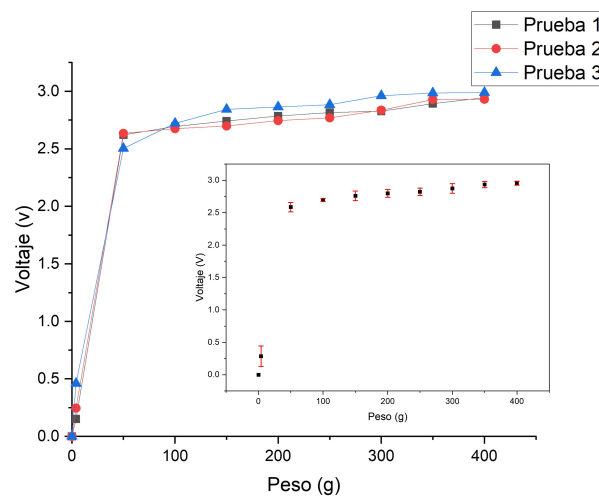


Figura 3.26: Gráfica de repetibilidad del sensor S2 y barras de error.

En la figura 3.27se muestra una imagen del sensor S2 conectado a todo el sistema electrónico. En la Figura 3.28a se muestra una imagen del sensor durante una medición, mientras que en la Figura 3.28b se muestra la interfaz de usuario durante la misma medición, en la que se observa un peso aplicado en el sensor y su valor de voltaje obtenido en la salida del puente de Wheatstone que ingresa a la tarjeta DAQ, el cual se despliega en la pantalla de LabVIEW que mediante indicadores muestra el valor de entrada correspondiente.

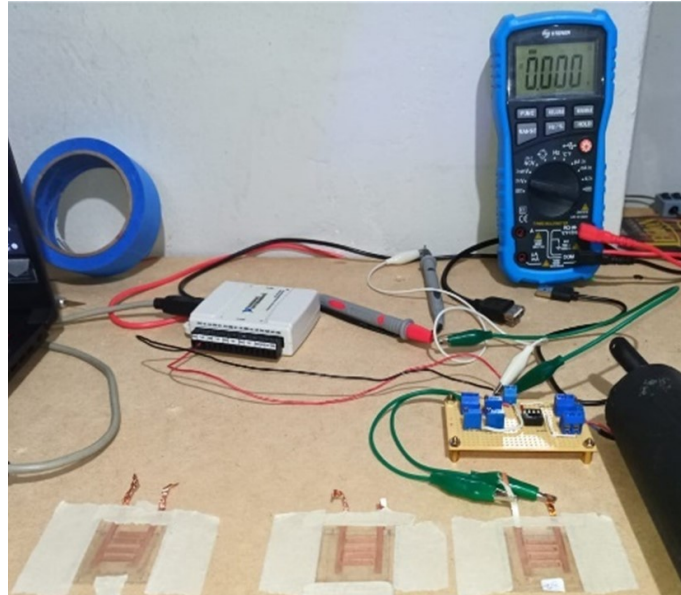
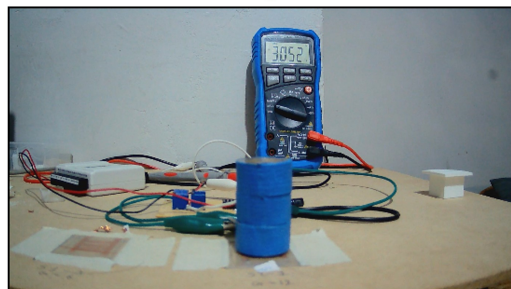


Figura 3.27: Imagen del sensor de presión flexible fabricado conectado al sistema electrónico.

a)



b)

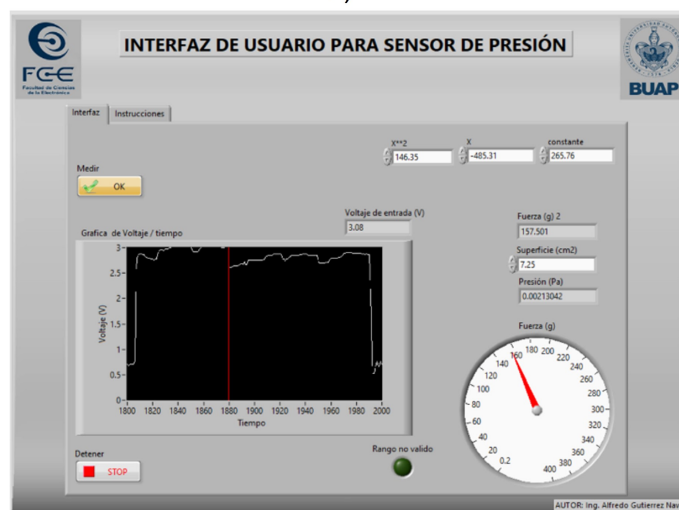


Figura 3.28: a) Sensor de presión flexible durante la medición de 150 gramos, b) Interfaz de usuario mostrando la respuesta del sensor.

En adición a lo anterior en la figura 3.29, se muestran 3 pruebas consecutivas donde se fueron colocando pesos hasta obtener 200 gramos (figura 3.29a), 250 gramos (figura 3.29b) y 300 gramos en la figura 3.29c respectivamente, y se muestra en el multímetro como aumenta el voltaje de acuerdo con el aumento de peso sobre el sensor.

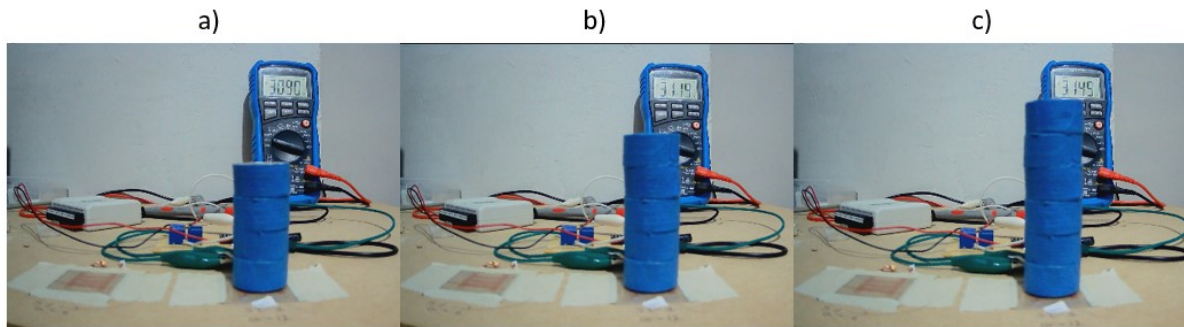


Figura 3.29: Sensor de presión flexible durante la medición de a) 200 gramos, b) 250 gramos y c) 300 gramos.

Además de los parámetros obtenidos del sensor S2, se realizó una prueba sobre la flexibilidad del sensor, ya que como la electrónica flexible lo define, los dispositivos flexibles deben tener capacidad de permanecer en deformación y sus propiedades deben ser funcionales, no pueden ser afectadas por la deformación a la que estén sometidos. Así también, después de ser sometido a alguna deformación el sensor no debería cambiar su respuesta. Con base en esto, el sensor fue doblado con un ángulo de 89° y mantenido así por 60 minutos (Figura 3.30) sometido a flexión y a esfuerzos (ya que fue estirado durante la fijación del sensor al tubo de PVC). Durante este tiempo se realizaron mediciones de presión sobre el sensor llegando a medir hasta los 200 g, esto debido a que era difícil mantener los pesos sobre el sensor doblado. En la figura 3.30a se muestra el sensor de presión doblado y sin peso, donde se puede observar que el multímetro mide un valor de voltaje (0.690 V) debido a que el sensor está siendo deformado, lo que hace que exista un contacto entre las películas del sensor. Al colocar un peso (Figura 3.30b) se puede observar un aumento en el voltaje, y si aumentamos más el peso, el voltaje está aumentando, lo que nos habla de la funcionalidad del sensor a pesar de que se encuentra flexionado.

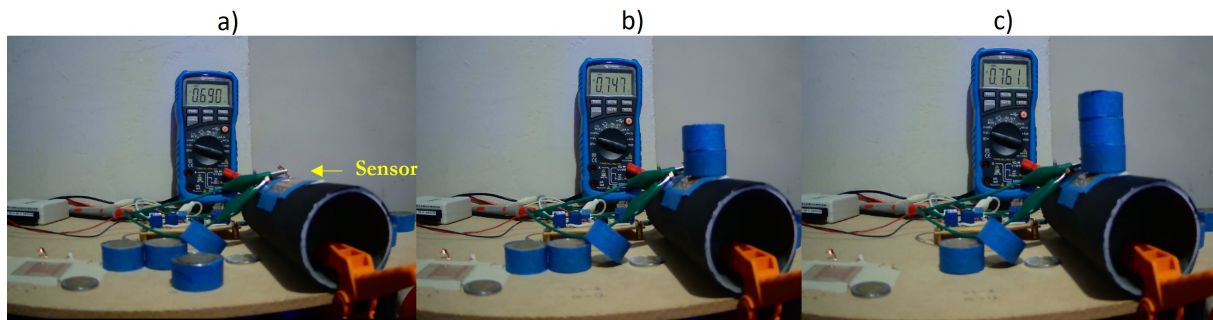


Figura 3.30: a) Sensor de presión doblado a 89° sobre un tubo de PVC mantenido durante 60 minutos a) sin peso, b) con un peso de 100 g, y c) con un peso mayor de 150 g.

En la figura 3.31a, se muestra la gráfica generada por el sensor S2 en flexión colocando pesos en intervalos de 50 hasta 200 g, el máximo peso detectado antes de que el sensor pierda estabilidad es de 200 g, ya que como se observa en la gráfica un peso de 250 g ocasiona una disminución significativa de voltaje. En la Figura 3.31b se muestra la calibración del puente de Wheatstone que se utilizó para esta configuración del sensor S2.

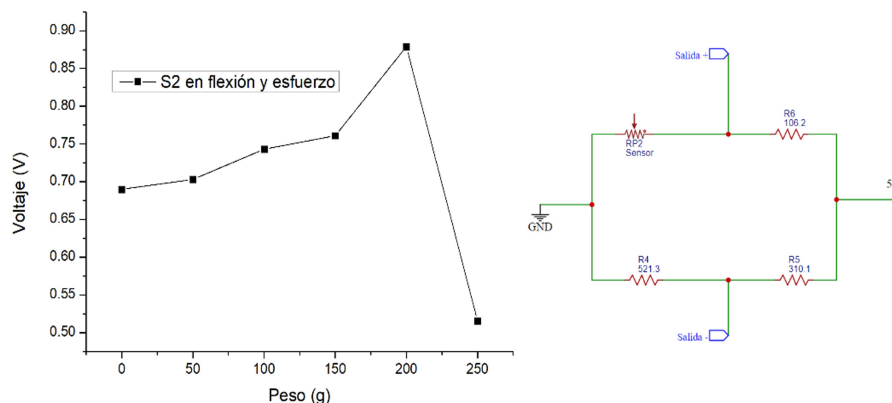


Figura 3.31: a) Gráfica de voltaje/peso del sensor S2 sometido a flexión y a peso en un rango de 0 a 250 gramos y b) la calibración del puente de Wheatstone para la configuración de este sensor.

En la Figura 3.32 se muestra el sensor después de ser doblado durante 60 minutos. El sensor fue colocado sobre una superficie plana para la comprobación de su funcionamiento y respuesta, esperando que sea igual que antes de someterlo a flexión y a deformaciones. Cuando a éste se le coloca un peso (Figura 3.32b) de 50 g, el sensor mide una resistencia 222.3 K Ω lo cual corresponde al mismo valor medido antes de la flexión.

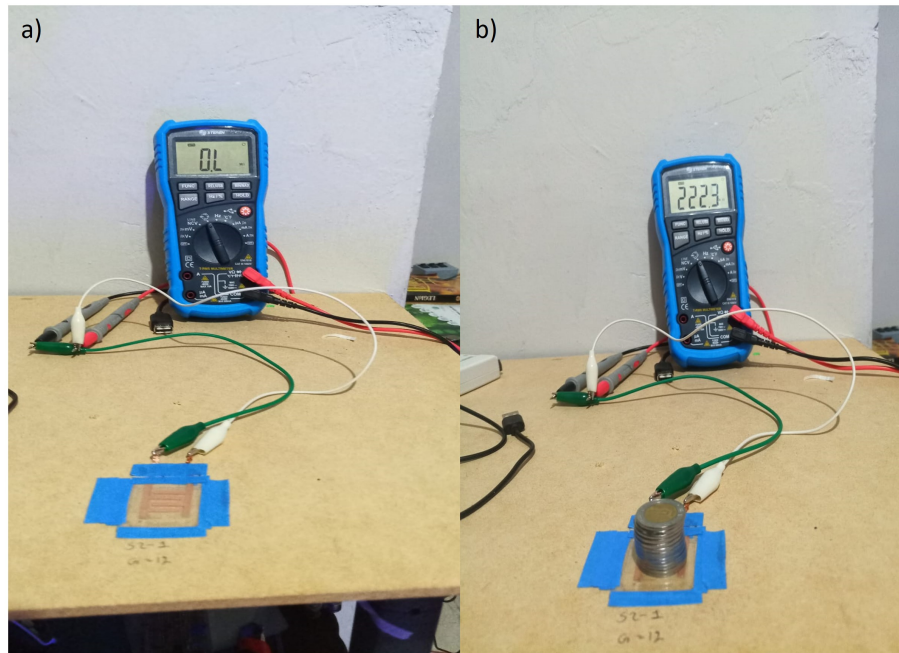


Figura 3.32: a) Sensor de presión flexible después de someterlo bajo flexión y a deformación por 60 minutos, colocado en una superficie plana y sin ningún peso, indicando resistencia infinita, b) bajo un peso de 50 g correspondiendo a un valor de resistencia de 222.3 K Ω , medido de igual forma antes de la deformación.

Finalmente se muestra una gráfica de voltaje/peso del sensor comercial (FSR406) y el fabricado (S2), con la intención de mostrar el comportamiento similar y típico de los sensores de fuerza piezoresistivo, finalmente se muestra en la tabla 3.1, los parámetros principales entre el sensor comercial FSR406 y el sensor desarrollado S2, esto con el fin de tener una referencia del rendimiento del sensor S2 en comparación con el sensor comercial.

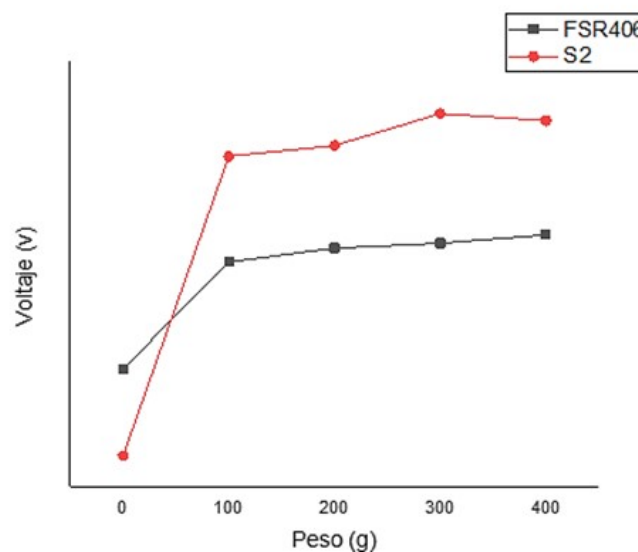


Figura 3.33: Grafica de voltaje/peso del sensor comercial FSR406 y el sensor S2 fabricado.

Tabla 3.1: Comparación sensor FSR406 y sensor S2

Parametro	FSR406	S2
Fuerza de actuación	0.1 Newtons	0.039 Newtons
Rango de sensibilidad	0.1 - 10^2 Newtons	0.039 Newtons - 3.9227 Newtons
Repetibilidad	$\pm 5\%$	$\pm 1.1488\%$
Resistencia sin actuación	$> 10\ \Omega$	$> 50\ \Omega$
Dimensiones del sensor	$43.69 \times 43.69\text{ mm}$	$40 \times 36\text{ mm}$
Espesor	0.5 mm	0.5 mm
Histeresis	10 %	0.03 %
Tiempo de respuesta	$< 3\ \mu s$	10 - 15 ms
Temperatura de operación	-30 - 70 °C	9 - 27 °C
Area sensible	$40 \times 40\text{ mm}$	$28 \times 27\text{ mm}$

Bibliografía

- [1] D. A. Cruz, M. C. Rodríguez, J. M. Lopez, V. M. Herrera, A. G. Orive and A. H. Creus, "NANOPARTÍCULAS METÁLICAS Y PLASMONES DE SUPERFICIE: UNA RELACIÓN PROFUNDA", *Avances en Ciencias e Ingeniería*, vol. 3, no. 2, 2011. [Accessed 23 November 2020].
- [2] I. Kostova, S. Nachkoba, D. Tonchev and S. Kasap, "Synthesis, UV-VIS spectroscopy and conductivity of silver nanowires", *Nanoscience Advances in CBRN Agents Detection, Information and Energy Security*, pp. 177-179, 2014. Available: 10.13140/2.1.1007.8722 [Accessed 22 October 2020].

Capítulo 4

Conclusiones

En el trabajo presentado se realizó la fabricación de películas flexibles basadas en NAs-Ag para la fabricación de sensores de presión flexibles. Se sintetizaron NAs-Ag utilizando el método poliol, los cuales fueron caracterizados óptica y morfológicamente, exhibiendo dos picos de absorción debido a su plasmón superficial localizados en 352 y 379 nm, los cuales son asociados a los modos transversal y longitudinal, respectivamente. Los NAs-Ag sintetizados tienen un diámetro promedio de 42 nm y unidades de micrómetros de largo.

Utilizando un sensor de presión comercial se desarrolló la etapa de acondicionamiento de señal y el algoritmo e interfaz de usuario, esto con la intención de tener una referencia ya que son bien conocidos los parámetros de tal sensor. Se utilizó una configuración diferencial para el acondicionamiento de la señal y para la etapa de adquisición de datos se utilizó una tarjeta DAQ. El software LabVIEW fue empleado para desarrollar el algoritmo de adquisición y procesamiento de datos, así como también la interfaz de usuario. Se obtuvieron curvas de voltaje contra peso utilizando la interfaz electrónica desarrollada, donde la tendencia de las gráficas obtenidas fue similar a las reportada en la hoja de datos del sensor comercial. Demostrando entonces un adecuado funcionamiento de la interfaz implementada.

Se fabricaron los sensores de presión flexibles al unir películas nanocompositas con electrodos, ambas flexibles. Como película resistiva se utilizó un nanocomposito que consiste del polímero PVA y NAs-Ag, mientras que el electrodo se fabricó a base del mismo polímero y un patrón definido de NAs-Ag recubierto con cinta de cobre. El funcionamiento del sensor se basa en el cambio de resistencia en las terminales del electrodo al existir una fuerza o presión aplicada sobre el sensor, donde un incremento en la fuerza aplicada mostrará una disminución en la resistencia medida, debido a un mayor contacto entre los nanoalambres de las películas resistiva y el cobre en el electrodo. Se fabricaron tres sensores, donde la diferencia entre ellos fue la cantidad de NAs-Ag de la película resistiva,

etiquetadas como S1, S2 y S3 con 198 uL (6 gotas), 396 uL (12 gotas) y 99 uL(3 gotas), respectivamente.

Se realizó la caracterización eléctrica de los sensores fabricados, para esto se generaron las gráficas de resistencia/peso, donde se observó que el primer cambio de resistencia en los tres sensores aparece con un peso de 4 g, y a partir de este peso el valor de resistencia disminuye. Estos cambios de resistencia suceden de forma gradual en los sensores S1 y S2, mientras que en el sensor S3 estas variaciones de resistencia a partir de los 4 g son de magnitudes muy pequeñas, lo que lo hacen ineficiente para obtener niveles de tolerancia adecuados al realizar las pruebas de voltaje. Se obtuvieron de igual forma las gráficas de voltaje/peso para los sensores S1 y S2 obteniendo curvas típicas de sensores piezo-resistivos tanto en resistencia/peso como en voltaje/peso. Para esto, se utilizó la etapa de acondicionamiento de la señal y el algoritmo e interfaz de usuario previamente desarrollada con el sensor comercial, aunque con algunas modificaciones, ya que la etapa de acondicionamiento de la señal que inicialmente se consideró utilizar (topología de puente diferencial) no era la óptima, por lo que se cambió por la topología puente de Wheatstone. Así también, con la gráfica de peso/voltaje del sensor se obtuvo la línea de tendencia y su ecuación (polinomio de grado 5). Esta ecuación se implementó en el algoritmo previamente diseñado para realizar las pruebas del sensor con la interfaz. En las curvas de voltaje/peso obtenidas de los sensores fabricados se visualiza una tendencia creciente de voltaje al aumentar el peso en general. Los valores de resistencia del arreglo del puente de Wheatstone para la obtención de la curvas voltaje/peso fueron diferentes para ambos sensores.

Se obtuvieron los parámetros característicos de un sensor piezoresistivo para el sensor fabricado (S2). Se determinó que la sensibilidad del sensor es de 4 a 400 g, la resistencia en stand-off del sensor tiene un valor $>50\text{ M}\Omega$, el tiempo de respuesta se halló en un rango de 10 – 15 ms, su tiempo de estabilización fue de 12 s, el valor de histéresis fue de 0.034 % y se obtuvo un buen parámetro de repetibilidad. Por otra parte, la temperatura de operación se ha obtenido realizando mediciones en un rango de 9°C a 27°C.

El sensor fue sometido a flexión y deformación al doblarlo en un ángulo de 89° y manteniéndolo así por una hora, durante este tiempo fueron colocados pesos sobre el sensor y se observó su respuesta. Se encontró que el máximo peso detectado antes de perder estabilidad fue de 200 g, ya que se observó que un peso de 250 g ocasiona una disminución significativa de voltaje. Así también, después de someter el sensor a flexión y deformación se realizó nuevamente la medición de resistencia/peso para comprobar que el sensor mantuviera su respuesta, dando como resultado un comportamiento en respuesta igual al observado antes de su deformación.

Se ha realizado la fabricación de un primer prototipo de un sensor de presión flexible a base de NAs-Ag, el cual fue caracterizado eléctricamente, obteniendo además los parámetros de este sensor piezoresistivo. De este trabajo hemos visto que al tener un valor menor de resistencia en la capa resistiva muestra una estabilidad y robustez, para la caracterización eléctrica de las mismas.

Se ha realizado la fabricación de un primer prototipo de sensor de presión flexible a base de NAs-Ag, el cual fue caracterizado eléctricamente, obteniendo además los parámetros de este sensor piezoresistivo. Con base en los resultados obtenidos en este trabajo, se tiene como trabajo futuro el de fabricar sensores de presión flexibles modificando algunas características del sensor como es la cantidad de NAs-Ag en las películas resistivas más allá de la mostradas en este trabajo. Por otra parte, un estudio en la variación del diámetro de los NAs-Ag nos permitiría cambiar la resistividad de las películas sin necesidad de variar la cantidad de NAs-Ag utilizados. Por último, una característica importante a seguir estudiando es con respecto a la flexibilidad del sensor y que tiene que ver principalmente con el polímero utilizado, ya que en un principio al variar el espesor de las películas poliméricas sus propiedades mecánicas cambian, sin embargo, se pueden estudiar nuevos materiales que se puedan emplear para cambiar sus propiedades; todo esto con la intención de variar el rango de detección o para aumentar el número de aplicaciones en las que puedan ser utilizados.

Apéndice A

1. Espectrofotómetro UV–Vis–NIR

La espectroscopia UV–Vis, es una de las técnicas más utilizadas en la caracterización de nanopartículas de plata ya que tiene una alta sensibilidad a los coloides de plata debido a que estos presentan un pico de absorción intenso debido a la excitación de plasmones superficiales, dependiendo de las dimensiones y forma de las partículas de plata [6].

Cuando una onda electromagnética de longitud de onda definida incide sobre un sólido o sustancia, sufrirá una absorción. La fracción de radiación absorbida sin considerar las pérdidas debidas a reflexiones y disipación de energía depende de la naturaleza del material y del espesor de la muestra. Basado en la ley de Beer, la absorbancia A , de una muestra coloidal está relacionada con la intensidad de la luz incidente I_0 , y la intensidad transmitida I_t , la concentración de una muestra en solución c , la longitud de la trayectoria de la muestra l , el coeficiente de absorción α , y la absortividad molar ε , por la siguiente ecuación [6, 7, 9]:

$$A = \log(I_0/I_t) = \varepsilon lc = \alpha c \quad (4.1)$$

La absortividad es la propiedad de una sustancia absorbente que depende de la longitud de onda determinada, para lo cual se utiliza el espectro de absorción, que es la fracción de radiación electromagnética que absorbe la sustancia en una longitud de onda [8].

Las partes esenciales de un espectrofotómetro UV – Vis (figura 4.1), constan de una fuente de energía radiante, un monocromador para aislar las longitudes de onda deseadas que inciden desde la fuente y obtener una luz monocromática, consta de un divisor de luz que permite incidir el haz de luz en la muestra y en la muestra, el detector para medir la energía radiante que pasa a través de la muestra.

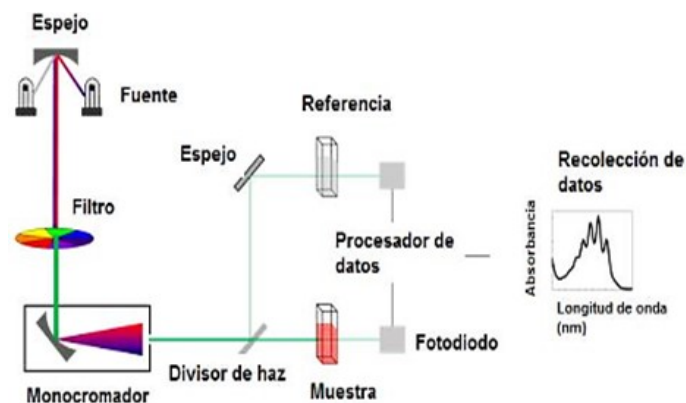


Figura 4.1: Esquema de un equipo de espectrofotometría UV-Vis [8, 9].

Existen condiciones que se deben de mantener en el proceso de espectrofotometría como que la fuente de energía debe ser constante, de intensidad elevada y no debe tener variaciones por consecuencia de la longitud de onda. Por otra parte, el monocromador produce un haz de radiación puro en el ámbito espectral y este permite variar la longitud de onda a la que se va a exponer la muestra. En cuanto a los detectores para la región ultravioleta – visible, pueden ser células fotovoltaicas, fototubos y tubos fotomultiplicadores [7, 9].

Contiene dos juegos de tres rejillas para cubrir el amplio rango de longitudes de onda desde el ultravioleta hasta el infrarrojo cercano. Esto proporciona una energía y una relación de señal/ruido son relativamente constantes.

Para realizar el análisis por espectrofotómetro se realiza el siguiente procedimiento: Se toman dos celdas de cuarzos (exclusivas para el uso del espectrofotómetro) previamente lavadas, y se llenan con etanol, esto para realizar la línea base, después se colocan en sus posiciones dentro de la cámara del espectrofotómetro, se cierra y se realiza una línea base “baseline” en el software, ya que termino se saca una celda, la otra se queda con etanol en su posición dentro de la máquina. Una vez limpia la celda de etanol, se le agregan con una pipeta plástica 5 gotas de la sustancia a analizar, y se termina de llenar con etanol a aproximadamente 2 mm debajo de la línea superior de la celda. Posteriormente se introduce nuevamente en su posición, se inicia el análisis y se empieza a visualizar la curva de absorbancia de la muestra contra longitud de onda en el graficador de la pantalla.

El programa te otorga de manera gráfica el espectro de absorción que se considera como la absorbancia contra longitud de onda donde se puede determinar la presencia de nanoalambres, así como una proporción aproximada de la presencia de nanopartículas en

la muestra, a partir de este espectro y de acuerdo con la literatura, es posible encontrar las longitudes de onda donde se encuentran los nanoalambres de acuerdo con la absorbancia del plasmon superficial de estas nanoestructuras que tienen en el espectro ultravioleta - visible.

Después de esto, el software del espectrofotómetro te permite guardar los datos para poder graficarlos y analizarlos después, terminando así nuestra caracterización óptica.

2. Microscopia SEM

El funcionamiento básico de esta técnica hace uso de un microscopio electrónico de barrido (SEM), que tiene una fuente que genera un haz de electrones de alta energía o electrones incidentes, y por medio de un sistema de lentes se focaliza el haz de luz sobre la muestra, donde se generan electrones de dos tipos, secundarios (SE) y retrodispersados (BSE) en respuesta al impacto del haz de luz [8, 10].

Los electrones liberados por la muestra son detectados por detectores de estados sólidos (SED) y dispositivos Everhart-Thornley, estos detectores convierten la cantidad de electrones en una señal digital interpretada en intensidad de color con la que se construye una imagen. Lo anterior es el principio de la microscopia SEM, sin embargo, en la actualidad se utiliza un ambiente de vacío dentro de la cámara donde se coloca la muestra, con esto se reemplaza el detector de SE convencional (Everhart - Thornley), por un detector que genere un campo eléctrico que es capaz de llevar los electrones secundarios al detector, a este método se le conoce como ESEM (Environmental SEM) o SEM ambiental, sin embargo actualmente la mayoría de los microscopios SEM ya tienen integrados el sistema de ambiente de vacío, esto para el análisis de muestras que requieren un tratamiento complejo como pueden ser muestras líquidas, muestras sensibles al vacío a la radiación, así estudios in situ para comprobar fenómenos como corrosión y estrés mecánico en una muestra. En la figura se muestra un esquema de la estructura general de un microscopio SEM [10].

Todos los microscopios electrónicos de barrido constan de un cañón electrónico en una columna de alto vacío, del orden de 10^{-5} mm de mercurio (Hg), en la cual se genera un haz de electrones de alta energía (5 - 30 kV). Este haz es colimado por una serie de lentes electrónicas y focalizado sobre la muestra analizada. Los detectores registran las señales originadas por la interacción entre el haz de electrones y la muestra, que son procesadas y visualizadas en el sistema final de observación (monitor o pantalla de computadora).

El cañón electrónico es el primer componente de la columna del microscopio y es el que produce el haz de electrones. Consta de un filamento emisor de electrones que son luego acelerados por un ánodo polarizado positivamente a una tensión variable entre unos 5 y 30 kV. Actualmente existen diferentes tipos de cañones electrónicos. El sistema original de filamento de tungsteno está siendo reemplazado por el cátodo de hexaboruro de lantano (LaB₆) y el cátodo frío de emisión de campo (FEG). El diámetro de este haz de electrones es uno de los factores que determina la resolución final de la imagen. Un sistema de bobinas desvía este haz de tal manera que una zona de la superficie de la muestra es continuamente explorada (scanning) y las señales resultantes son registradas por los detectores (figura 4.2).

La parte final de la columna del microscopio electrónico es la cámara con cierre de vacío que contiene la platina donde se coloca la muestra. Un conjunto de controles externos permite desplazar esta platina según los tres ejes x, y, z, y variar su orientación según dos ejes de rotación. En esta cámara se colocan los detectores para registrar las distintas señales emitidas por la muestra [10, 11].

En un microscopio electrónico de barrido la imagen se obtiene a partir de las señales emitidas por la muestra y se va formando a medida que el haz de electrones se desplaza sobre una porción de su superficie. Este barrido (scanning) se realiza línea por línea sobre una pequeña zona de forma rectangular (raster). Esta zona es la que se visualiza ampliada en la imagen final. A medida que el haz explora la muestra de esta manera la intensidad de la señal generada varía según el punto particular analizado en cada instante. La señal detectada puede ser entonces analizada y ampliada, tanto en su forma analógica como digital, y finalmente procesada convenientemente [11].

A diferencia de una imagen óptica, el microscopio electrónico de barrido no forma una imagen real del objeto, sino que construye una imagen virtual a partir de alguna de las señales emitidas por la muestra. La imagen se visualiza en un tubo de rayos catódicos donde las bobinas de deflexión del haz están sincronizadas con el barrido del haz de electrones en el microscopio. Modulando la intensidad del haz del tubo de rayos catódicos se obtiene finalmente un registro punto a punto en la pantalla que es precisamente la imagen electrónica proporcionada por el microscopio. Actualmente la visualización se realiza en la pantalla de una computadora.

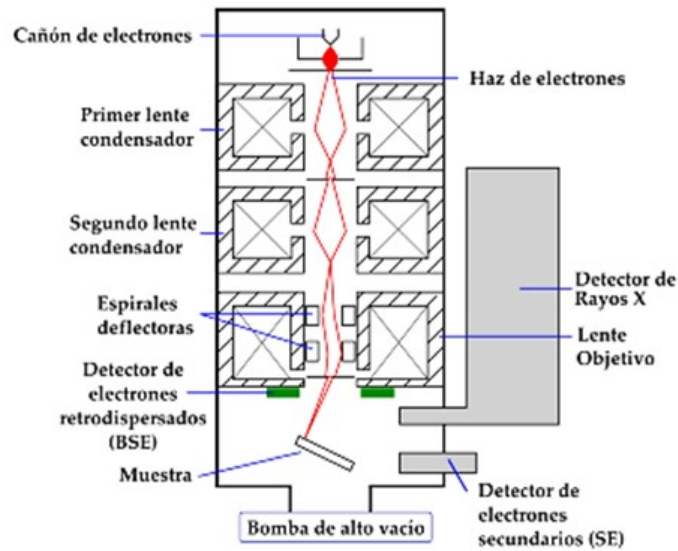


Figura 4.2: Esquema de un microscopio SEM [10].

Para la preparación de las muestras en esta caracterización se colocó sobre partes de oblea de silicio de aproximadamente de 1cm de diámetro, solución de la masa de nano-alambres de plata con acetona y se dejaron secar las muestras, hasta que en la oblea de silicio solo se observe el material seco que va a ser el que se analice por microscopia SEM.