

# B-IMEYMAT

INSTITUTO UNIVERSITARIO DE INVESTIGACIÓN EN MICROSCOPIA ELECTRÓNICA Y MATERIALES

1  $\mu\text{m}$

Mapa de Deformación. Medidas Nanomecánicas Cuantitativas (PeakForce Tapping QNM). Imagen de una muestra formada por una mezcla de polímeros: poliestireno con incrustaciones de un elastómero de poliolefina (copolímero etileno-octeno). Topografía y propiedades nanomecánicas. Autoría: Manuel Domínguez de la Vega, Departamento de Física de la Materia Condensada.



Nuevos  
materiales para construir  
el futuro.

# IMEYMAT

[www.imeymat.uca.es](http://www.imeymat.uca.es)

[twitter.com/imeymat1](https://twitter.com/imeymat1)

[facebook.com/imeymat1](https://facebook.com/imeymat1)

IMEYMAT  
Facultad de Ciencias,  
11510 Puerto Real, Cádiz  
956016349  
[imeymat@uca.es](mailto:imeymat@uca.es)



## *Acerca de este boletín...*

Presentamos la cuarta entrega del B-IMEYMAT, revista elaborada por el Instituto Universitario de Investigación en Microscopía Electrónica y Materiales (IMEYMAT) de la Universidad de Cádiz. Al igual que en sus números anteriores, B-IMEYMAT conserva su formato electrónico y abierto, cumpliendo así el objetivo marcado en su creación: dar visibilidad a la labor de investigación científica que se lleva a cabo en el Instituto, además de informar de los avances científicos relevantes en el sector. En consecuencia, se pretende acercar a la sociedad la actividad científica que se desarrolla en el Instituto.

A pesar de su creación en 2014 por iniciativa de la Universidad de Cádiz, el IMEYMAT ya contaba con una trayectoria de más de 15 años de trabajo como Unidad Científica que lo ha convertido en un Centro de Excelencia con reconocimiento internacional. La motivación de la Universidad de Cádiz para la creación del Instituto no era otra que apoyar y dar impulso a sus actividades de investigación, de transferencia tecnológica o de creación de empresas de base tecnológica, incluyendo la educación y la formación especializada en el campo de los materiales y sus aplicaciones.

En cuanto su actividad cabe destacar que se usan y desarrollan procedimientos de microscopía electrónica y rutinas para la interpretación de los resultados de los experimentos, al mismo tiempo que se aplican otras técnicas complementarias. En su desarrollo se analizan distintos tipos de materiales con múltiples

aplicaciones, recibiendo formación al mismo tiempo que se imparten conocimientos sobre los mismos de la mano de expertos en Química, Física del Estado Sólido y de la Ciencia e Ingeniería de los Materiales que trabajan creando sinergias.

Este particular entorno de investigación científica proporciona a todos sus miembros una plataforma sólida donde encontrar nuevas oportunidades de cooperación y financiación, lo que fomenta la realización de proyectos I+D+i colaborativos. También la Universidad de Cádiz goza de estos beneficios siendo una institución de referencia en Microscopía Electrónica no solo por el valor de sus equipos instrumentales, sino por la capacidad, experiencia y productividad de alto impacto de sus científicos, además de su red de contactos activos y dinámicos con grupos líderes en la aplicación de estas técnicas a nivel mundial.

El cuarto número de B-IMEYMAT, cuyo editor es Francisco Morales Sánchez y cuya maquetación ha estado a cargo de Manuel Figueroa Recio y Raquel González Martín, muestra sucesos destacados en el Instituto durante este último año, seguido de la producción científica que desempeñan los investigadores y la capacidad de atracción de fondos externos, dando paso a los artículos divulgativos que exponen brevemente varios de los proyectos que enmarcados en el plan propio del IMEYMAT, para concluir con información sobre los servicios periféricos de investigación que se ofrecen.

# DESTACADOS IMEYMAT

## LOS NUEVOS AFMS LLEGAN AL LABORATORIO

En el 2021, el IMEYMAT sumó dos nuevas incorporaciones a sus laboratorios. Los microscopios AFM Bruker Multimode 8-HR y AFM Bruker Dimension ICON, son ya conocidos por los investigadores del IMEYMAT como herramientas de precisión que los acompañan en sus carreras científicas.

Estas nuevas incorporaciones conllevan múltiples beneficios para el personal investigador, así como para las empresas que estén interesadas en la utilización de los microscopios, dotando al IMEYMAT de nuevos servicios que repercutirán en la calidad científica del Instituto.

A continuación, se exponen algunas de las aplicaciones, modos y funciones más importantes de ambos microscopios:

El Modo Contacto es la técnica básica del AFM. En este modo, la punta de la sonda está en contacto físico constante con la superficie de la muestra. Mientras la sonda realiza el barrido de la superficie, la topografía de la muestra induce una variación de la deflexión vertical de la micropalanca. Un bucle de realimentación mantiene esta deflexión en un determinado valor de fuerza de carga, usando la respuesta de la realimentación para generar la imagen topográfica de la superficie de la muestra.

El modo contacto se utiliza de forma amplia en la caracterización de materiales, en aplicaciones biológicas y en caracterización superficial en general.

El desarrollo del modo Tapping o de contacto intermitente, permitió que los investigadores pudieran obtener imágenes de muestras demasiado frágiles para soportar las fuerzas laterales inherentes al modo contacto, así como utilizar velocidades de barrido mucho mayores que las que se podían obtener en modo sin contacto. El modo Tapping es una técnica patentada por Bruker que permite obtener mapas topográficos tocando levemente la superficie de la muestra con una sonda oscilante. Además de su utilización en topografía, el modo Tapping es la base de otros modos avanzados, como la Microscopía de Fuerza Eléctrica (EFM) y la Microscopía de Fuerza Magnética (MFM).



Figura 1. Microscopio AFM Bruker Dimension ICON.

## La Microscopía de Barrido de Impedancia de Microondas (SMIM) es una técnica AFM pionera de la que no existe otro equipo similar en España y sólo unos pocos en Europa.

El modo PeakForce Tapping es un modo de trabajo exclusivo de Bruker que proporciona imágenes de alta resolución a la vez que extiende las capacidades de medida de los microscopios AFM para obtener mapas de distintas propiedades mecánicas a escala nanométrica: módulo de Young, adhesión, deformación y disipación de energía.

Así, las medidas de las curvas fuerza-distancia, que son la base del AFM, permiten el estudio de las fuerzas atractivas y repulsivas que actúan sobre una sonda mientras se acerca y se aleja de la superficie de la muestra. Estas medidas sirven para caracterizar a escala nanométrica la respuesta adhesiva y elástica de las superficies, las fuerzas de enlace, realizar estudios de coloides así como de sensores químicos.

Las curvas fuerza-distancia constituyen la base de otros modos de trabajo como el mapeo volumétrico de fuerza (Force Volume Mapping), espectroscopía de fuerzas (Force Spectroscopy) o las medidas cuantitativas nanomecánicas (QNM). Todas estas técnicas son nanomecánicas de uso intensivo en la caracterización de polímeros y en investigaciones biomecánicas.

La combinación de estas técnicas de caracterización nanomecánica con las técnicas eléctricas suponen un gran avance en las capacidades de estos equipos. El mapeo simultáneo de la corriente y la topografía en el modo C-AFM permite un amplio rango de estudios, incluyendo la caracterización de defectos eléctricos y la investigación de polímeros conductores, semiconductores, nanotubos e incluso ciertos materiales orgánicos (semi)conductores.

El modo C-AFM es un modo de imagen secundario derivado del modo Contacto que permite caracterizar la variación de la conductividad en materiales de media a baja conductividad. El mapeo simultáneo de la corriente y la topografía en el modo C-AFM permite un amplio rango de estudios, incluyendo la caracterización de defectos eléctricos y la investigación de polímeros conductores, semiconductores, nanotubos e incluso ciertos materiales orgánicos (semi)conductores.

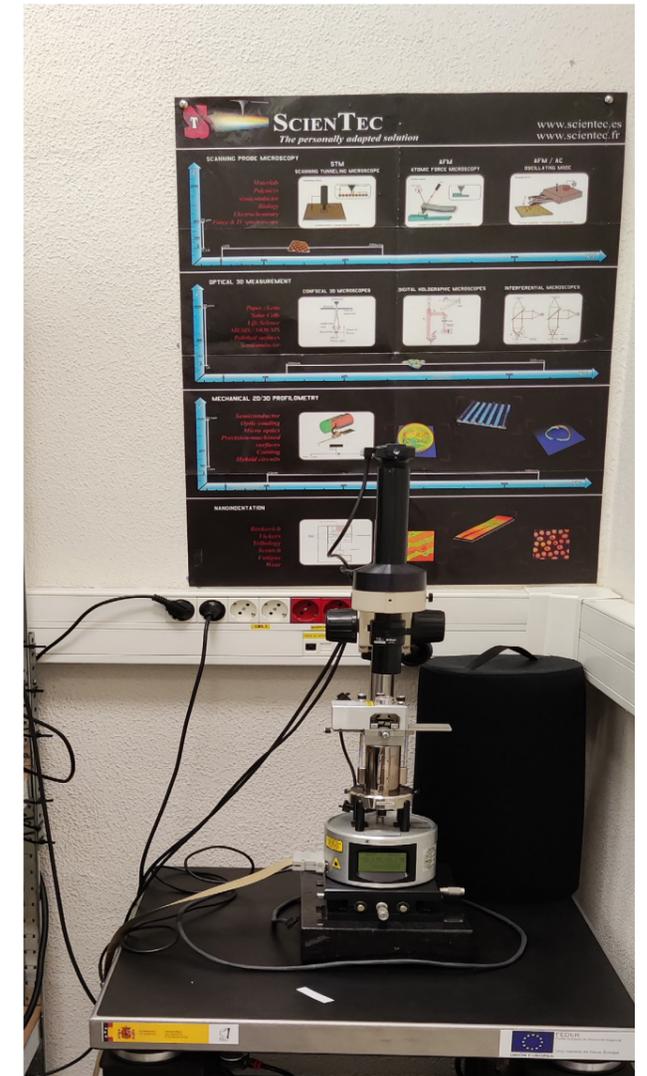


Figura 2. Microscopio AFM Bruker MultiMode 8-HR

La combinación de estas técnicas de caracterización nanomecánica con las técnicas eléctricas supone un gran avance en las capacidades de estos equipos.

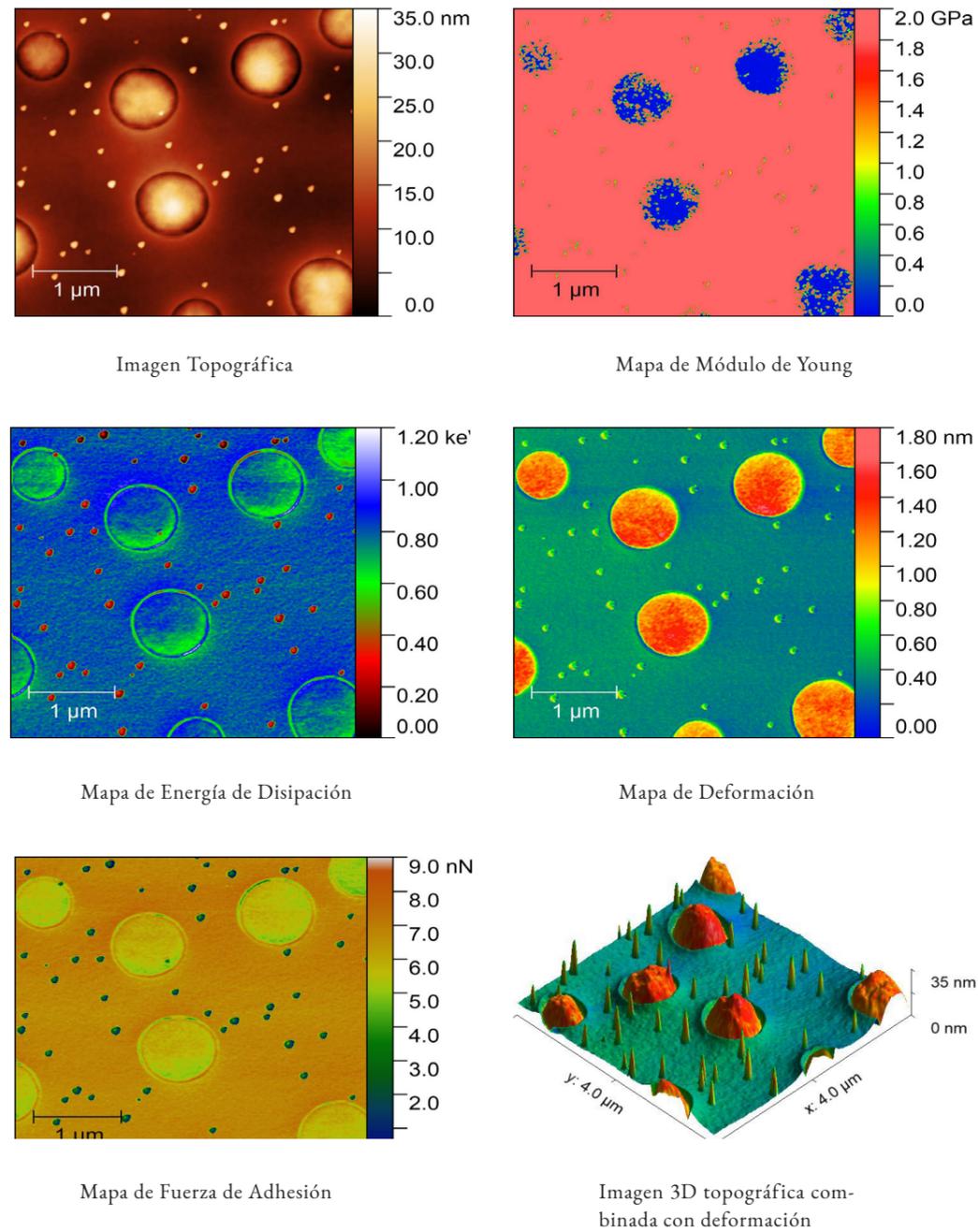
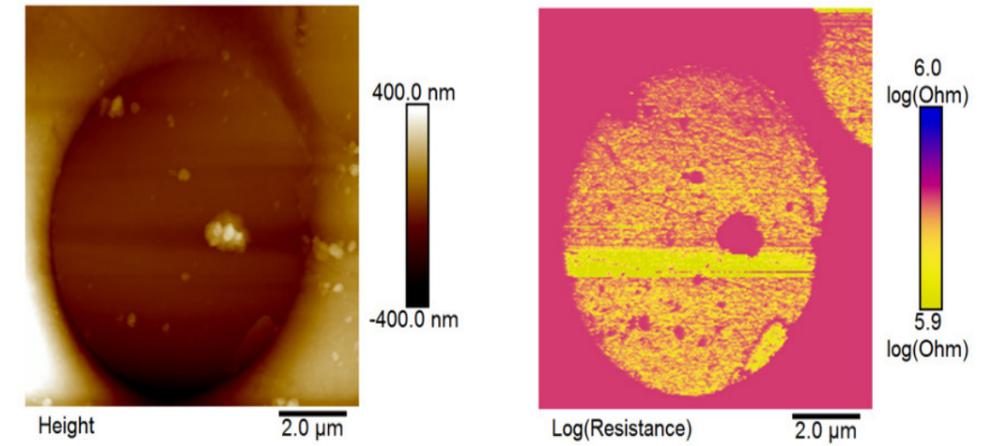
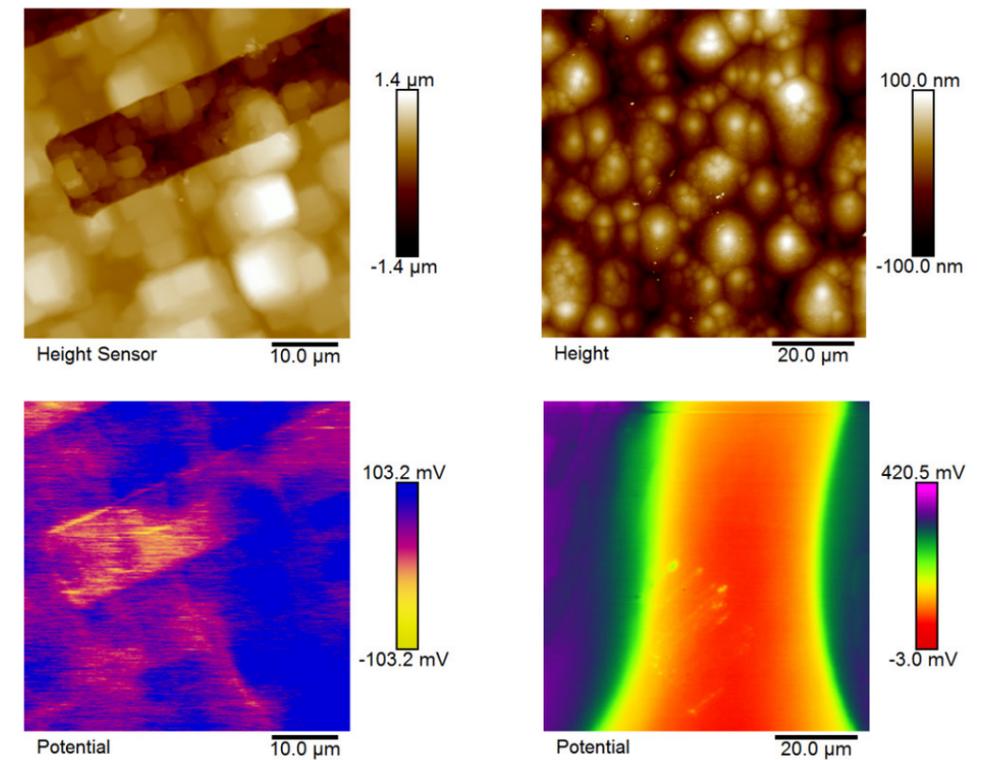


Figura 3. Medidas Nanomecánicas Cuantitativas (PeakForce Tapping QNM). Imágenes de una muestra formada por una mezcla de polímeros: poliestireno con incrustaciones de un elastómero de poliolefina (copolímero etileno-octeno). Topografía y propiedades nanomecánicas.



Imágenes de una muestra formada por fibra de carbono embebida en resina. Topografía y mapa de resistencia superficial (SSRM).



Imágenes de muestras basadas en diamante dopado. Topografía, arriba, y potencial de superficie (KPFM)

Figura 4. Medidas eléctricas

El mapeo de la resistencia eléctrica en el modo SSRM (Scanning Spreading Resistance Microscopy) permite llevar a cabo la correlación entre la densidad de portadores 2D y la propia topografía de la muestra. El modo SSRM trabaja en conjunción con un amplificador de amplio rango que permite medir la dispersión de la resistencia eléctrica de la superficie.

En el AFM Dimension ICON, tanto esta técnica como la de C-AFM, junto con el modo DataCube introducen toda una nueva aproximación a la caracterización nanoeléctrica, creando un cubo de datos eléctricos que, además, se puede correlacionar con el cubo de datos nanomecánicos que se adquiere simultáneamente. Esta aproximación tiene la ventaja de evitar el modo contacto, extendiendo las medidas eléctricas a muestras blandas y frágiles, así como aumentando la vida útil de las puntas.

La Microscopía de Fuerza con Sonda Kelvin (KPFM), también denominada Microscopía de Potencial de Superficie (SPoM) permite obtener mapas simultáneos de alta resolución del potencial de superficie y de la topografía en una amplia variedad de muestras.

Existen dos modos básicos de funcionamiento del modo KPFM basados en el modo Tapping: AM-KPFM, en el que el mapa de potencial de superficie se obtiene a partir de la variación de la amplitud de oscilación de una sonda conductora y FM-KPFM, en la que la magnitud utilizada en la realimentación es la variación de la frecuencia de oscilación.

La Microscopía de Barrido de Impedancia de Microondas (sMIM) es una técnica AFM pionera de la que no existe otro equipo similar en España y sólo unos pocos en Europa. Esta técnica permite caracterizar eléctricamente los materiales y dispositivos sin la necesidad de hacer contacto eléctrico entre la muestra y el sustrato. Funciona reflejando la señal de microondas emitidas por la zona en la interfaz punta-muestra, que permite revelar las propiedades electrodinámicas de la superficie de la muestra y de regiones por debajo de ella, gracias a la penetración de la señal en el campo cercano.

Mediante la polarización AC de la muestra estudiada, sMIM también proporciona perfiles de portadores (a partir de las curvas  $dC/dV$ ) con capacidades similares a

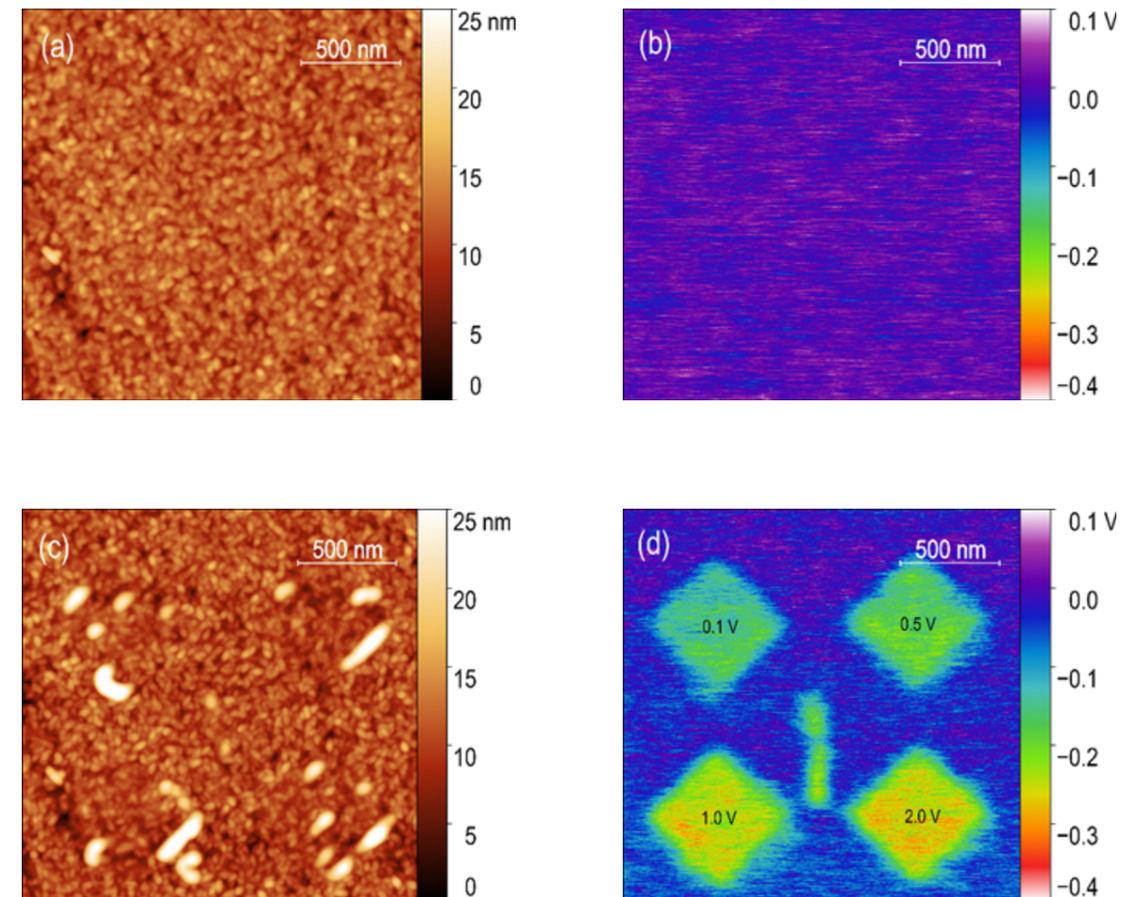
las que permite la técnica tradicional de microscopía de barrido de capacitancia (SCM). De la misma manera, sMIM puede ofrecer mapeos de propiedades resistivas no lineales (curvas  $dR/dV$ ). Todo ello permite estudiar superficies de composición compleja o dispositivos complicados en un amplio rango dinámico: dominios metálicos, semiconductores y aislantes.

La combinación PeakForce SECM permite, por primera vez en nuestro laboratorio, la medida de la actividad electroquímica por debajo de 100 nm de resolución. Esto abre la puerta a novedosas aplicaciones que abarcan desde la catálisis y la corrosión a la investigación en paneles solares y baterías. Para ello, se combina el control de la fuerza en el rango de los pN del PeakForce Tapping con una sonda electroquímica exclusiva de Bruker.

La Microscopía de Barrido Térmico (Scanning Thermal Microscopy, SThM) permite caracterizar térmicamente con alta resolución la superficie de las muestras usando como base cualquier microscopio de barrido con sonda. Su combinación con los modos topográficos y mecánicos amplía aún más las capacidades de la técnica.

Por otro lado, el módulo de Análisis Nano-Térmico (Nano Thermal Analysis, Nano-TA) proporciona la herramienta apropiada para estudiar temperaturas de transición a nivel local, en superficies de materiales poliméricos y amorfos o de cualquier propiedad dependiente de la temperatura a nivel nanométrico.

La Microscopía de Fuerza Magnética (MFM) es una técnica secundaria, derivada del modo Tapping, que permite obtener mapas del gradiente de fuerza magnética a cierta distancia de la superficie de la muestra, mientras se obtienen sus datos topográficos. La MFM se apoya en una técnica de doble barrido, que combina el modo elevado (LiftMode) y el modo intercalado (InterLeave). Como novedad más importante de los nuevos equipos, desde el punto de vista de la caracterización magnética, cabe destacar la disponibilidad de un dispositivo adicional en el AFM Dimension ICON para generar campo magnético sobre la muestra tanto en dirección paralela como perpendicular al plano de la muestra. Esta nueva característica permitirá sin duda un estudio mucho más profundo de los materiales magnéticos nanoestructurados.



**Figura 5.** Efecto piezoeléctrico y polarización en una lámina delgada de ZnO dopado con Mn (4.8% at.), fabricada por ALD. (a) Topografía y (b) potencial de superficie antes de polarizar la muestra. (c) Topografía y (d) potencial de superficie después de polarizar las regiones indicadas de 500×500 nm, escaneándolas en modo contacto a 45 ° y aplicando la diferencia de potencial indicada en cada caso (0.1, 0.5, 1.0 y 2.0 V). Además de la variación del potencial de superficie producida por la polarización observado en (d), también puede observarse el engrosamiento de algunos granos en la imagen topográfica (c). Modos de trabajo: PeakForce Tapping (topografía) y KPFM (potencial de superficie). Carolina Bohórquez (Tesis Doctoral en curso).

## “NANOPODCAST” LA NUEVA HERRAMIENTA DE DIVULGACIÓN CIENTÍFICA DEL IMEYMAT

Para el IMEYMAT es tan importante la investigación y el desarrollo científico como la divulgación de los avances que se dan en sus laboratorios y en la ciencia. Esto se nota en sus canales de comunicación online, donde la web del Instituto destaca en su labor informativa sobre las acciones, servicios y actividad científica, además, las redes sociales amplifican la difusión de la web, llegando al público en general cuyo contacto con la ciencia suele ser limitado.

NANOPODCAST surge como iniciativa para aumentar el alcance divulgativo del IMEYMAT. Se eligió este formato de audio online debido a su auge y popularidad en los últimos tiempos, actualizando así los canales comunicativos del Instituto. La capacidad de transferencia del formato podcast facilita el motivo principal de la creación del NANOPODCAST, acercar la ciencia a la gente de a pie, mientras que al mismo tiempo también se consigue dar a conocer al IMEYMAT, a sus miembros y la labor que realizan.

La estructura de NANOPODCAST se compone de episodios que abordan diversos temas científicos relacionados con la ciencia de la microscopía electrónica, la ciencia de los materiales, el funcionamiento y el trabajo del personal investigador del Instituto.

Para la realización del podcast se cuenta con Francisco Miguel Morales como productor, con la colaboración de Manuel Figueroa y con Raquel González como conductora del programa, además de aportar la idea original.

En cada uno de los programas que se lleven a cabo, se entrevistará a un/a investigador/a del IMEYMAT que tratará un tema científico manteniendo la rigurosidad, pero apoyándose en ejemplos y un lenguaje más coloquial para la mejor comprensión del público al que va dirigido.

Se pretende entrevistar a diferentes perfiles científicos, dando la oportunidad al personal investigador de hablar sobre su área de trabajo, proyectos actuales y pasados, o incluso, tratar la conciliación de la labor investigadora con la docente, obteniendo así una visión global sobre el Instituto y la ciencia en el ámbito universitario. También se prevé la producción de programas especiales relativos a eventos y/o actividades científicas concretas, del mismo modo que NANOPODCAST está abierto a colaboraciones puntuales con otros Institutos.

Además de ser un canal divulgativo, este podcast contribuye a dar a conocer al IMEYMAT en un ámbito más extenso que el de la Universidad de Cádiz. Así mismo, funciona como enlace a otros canales de interés para la audiencia, como pueden ser las redes sociales del Instituto. De esta forma, se convierte en una herramienta para la consolidación de la imagen del Instituto en el ámbito científico.

NANOPODCAST ya cuenta con cinco programas emitidos, los cuales pueden ser escuchados en IVOOX y SpotifyPodcast entre otras plataformas. Puede escuchar todos los programas a través del siguiente código QR:



**Figura 1.** De izquierda a derecha: Raquel González Martín, conductora del NANOPODCAST, y Marta Escanciano Igualador, Técnica de Apoyo y Gestión a la I+D+i en el IMEYMAT, primera invitada del programa.

“Recuerdo perfectamente el día en que Raquel y Manu vinieron a verme al laboratorio. Se les veía ilusionados.

Dejé lo que estaba haciendo porque sabía que querían compartir algo importante conmigo. No me equivocaba. Me hablaron de la idea que había tenido Raquel: el NANOPODCAST. La verdad es que me contagiaron su entusiasmo al instante. Lo que no me imaginaba es que yo, el miembro más reciente del IMEYMAT, iba a ser la primera invitada. ¡Que gran honor y que nervios!

Me cité con ellos un par de veces para preparar el episodio. Tenía miedo de sonar forzada, pero me sentí tan cómoda hablando con Raquel que se me olvidó por completo que teníamos un micrófono delante.

En mi opinión, el NANOPODCAST es una valiosa oportunidad tanto para acercar al público la ciencia en general como para dar a conocer resultados concretos de investigaciones realizadas en esta universidad. Además, su formato es muy atractivo porque puedes escucharlo cuando y donde quieras. ¡Más facilidades imposible! Así pues, animo desde aquí a los investigadores del IMEYMAT, de las diferentes áreas de conocimiento, a dejarse escuchar para poder mirar la realidad desde distintos puntos de vista.

¡Larga vida al NANOPODCAST!”

Marta Escanciano Igualador - Invitada episodio 01



**Figura 2.** De izquierda a derecha: Raquel González Martín, conductora del NANOPODCAST, e Iván Carrillo Berdugo, Doctor en Nanociencia y Tecnología de los Materiales, segundo invitado del programa.

“El podcasting es un formato muy actual para la comunicación y divulgación de la Ciencia, para acercar la labor investigadora al público general; un formato que puede ser consumido mientras trabajas, vas en bus o haces la compra.

Hay grandes revistas científicas, como Nature, que producen sus propios podcast para mejorar el alcance del contenido de sus publicaciones. Creo que Nanopodcast es una excelente herramienta para dar visibilidad a la investigación que se hace en el IMEYMAT, para poner en valor el potencial del capital humano investigador de los grupos que lo forman y el impacto socio-tecnológico de las ideas que en él se desarrollan. Me alegra haber podido contribuir en una iniciativa tan positiva para la Ciencia.”

Iván Carrillo Berdugo - Invitado episodio 02

“En cuanto a mi experiencia grabando la sesión de Nanopodcast con Raquel sólo puedo tener buenas palabras. Disfruté mucho hablado de temas que me apasionan, y con la ayuda y guía de Raquel se hacía todo mucho más fácil. Me sentí muy cómoda en todo momento.

Después de esta experiencia sólo puedo animar al resto de miembros del IMEYMAT a participar en esta iniciativa, que por otra parte veo como una estupenda herramienta para la difusión de nuestro trabajo tanto dentro del mundo académico como hacia la sociedad en general.”

Ginesa Blanco Montilla - Invitada episodio 04

## La capacidad de transferencia del formato podcast facilita el motivo principal de la creación del NANOPODCAST, acercar la ciencia a la gente de a pie.

“La sociedad cada día es más consciente de la necesidad de la Ciencia como uno de los pilares sobre los que asentarse para lograr un futuro mejor. Es, por ello, que los científicos también tenemos que dar cuenta de qué hacemos, cómo lo hacemos para qué lo hacemos y, a su vez, y muy importante, intentar explicar por qué suceden las cosas y cómo podemos mejorar el mundo.

Esto no es más que la divulgación científica y, por este motivo, cualquier iniciativa que ayude a que esto suceda, como es el Nanopodcast, siempre será maravillosa y necesaria; especialmente, si es por una vía de fácil acceso y muy actual, como ocurre en esta genial iniciativa del IMEYMAT.”

Javier Outon Porras - Invitado episodio 05

Se espera consolidar esta nueva herramienta comunicativa consiguiendo un mayor número de episodios que contribuyan al objetivo de la divulgación científica. NANOPODCAST está abierto a propuestas de contenido científico de cualquier persona o entidad interesada en participar en el mismo que desee colaborar y aportar su conocimiento, experiencia y/o investigación.

**NANO  
PODCAST**



## NEOCAM DE TEAM CALETA OBTIENE EL SEGUNDO PUESTO A NIVEL GLOBAL EN LA OPENCV AI COMPETITION 2021

La OpenCV AI Competition 2021 otorgó el pasado mes de septiembre el segundo puesto en la fase global de la competición internacional de Inteligencia Artificial a Caleta Team por el proyecto NeoCam.

Antes de alcanzar el segundo puesto en la fase global, NeoCam compitió en la fase regional (Europa + Rusia + Australia) alzándose con el primer puesto y clasificándose para la fase final.

NeoCam es un proyecto que consiste en la monitorización de neonatos en incubadoras utilizando tecnologías como aprendizaje profundo, visión artificial, internet de las cosas, computación frontera y en la nube.

Gracias al sistema de NeoCam se puede monitorear, mediante la utilización de algoritmos por computadora y aprendizaje automático, el ritmo respiratorio, la actividad física, el dolor, el estrés emocional y los ciclos de sueño-vigilia.

La tecnología desarrollada está alineada con el proyecto europeo PARENT, en el que participa la Universidad de Cádiz y el Instituto Universitario de Investigación e Innovación Biomédica de Cádiz (INiBICA).

La Universidad de Cádiz (UCA) participó a través del equipo Caleta Team integrada por una decena de investigadores, formado por un equipo del UCA Datalab, coordinado por David Gómez-Ullate Oteiza, Ángel Ruiz Zafra del grupo de investigación GOAL, y Lionel Cervera Gontard del IMEYMAT, y con la colaboración de médicos del Hospital Puerta del Mar e investigadores del INiBICA: Isabel Benavente y Simón Lubián.

El IMEYMAT recibió la noticia con orgullo por la importancia del proyecto, felicitando a Lionel Cervera Gontard investigador del departamento de Física de la Materia Condensada en la Universidad de Cádiz y miembro del Instituto. ¡Enhorabuena por el gran logro conseguido!



Figura 1. NeoCam, sistema de telemonitorización de neonatos sin contacto.

## LA CÁTEDRA FUNDACIÓN CEPESA ENTREGA LOS PREMIOS 2021 DE INVESTIGACIÓN CIENTÍFICA: EL POTENCIAL INVESTIGADOR DEL IMEYMAT

El pasado mes de noviembre la Cátedra Fundación Cepesa anunció los ganadores de sus premios de investigación científica en la edición 2021. Dichos premios se conceden a trabajos de fin de carrera y proyectos de investigación, patentes y publicaciones vinculadas con el sector energético y la sostenibilidad. El comité de expertos decide premiar estos proyectos por su innovación, originalidad y su tratamiento científico-tecnológico, además de por su relevancia y aplicabilidad.

Este anuncio traía una buena noticia para el Instituto Universitario de Investigación en Microscopía Electrónica y Materiales, ya que la comisión mixta de la Cátedra Fundación Cepesa había decidido premiar en la modalidad de patentes a Francisco Morales Sánchez por su trabajo *Fabricación directa de productos termocrómicos con alta carga de VO<sub>2</sub>*. La noticia fue recibida con entusiasmo por el IMEYMAT por el reconocimiento que significa para el Instituto.

La entrega de premios se realizó en el mes de diciembre en el salón de Grados la Escuela Técnica Superior de Ingeniería de Algeciras (ETSIA) de la Universidad de Cádiz

(UCA). La ceremonia contó con la presencia de María Jesús Mosquera, Vicerrectora de Política Científica de la Universidad de Cádiz, Francisco Trujillo, Director de la Cátedra Fundación Cepesa, Ignacio Turias, director general de I+D+i de la Universidad de Cádiz y Estrella Blanco, representante de la Fundación Cepesa.

El acto de entrega de estos premios a la excelencia tecnológica se desarrolló con intervenciones de los galardonados, quienes pudieron mostrar públicamente un resumen de los trabajos valorados y premiados por la comisión mixta. También hubo tiempo para los agradecimientos, no solo a la Cátedra Fundación Cepesa por el reconocimiento recibido por la aplicabilidad, relevancia, innovación y originalidad de los trabajos, sino también de todas las personas implicadas en los mismos que colaboraron en el proceso.

Francisco Morales Sánchez decidió compartir el galardón recibido con los investigadores que habían trabajado junto a él en el proyecto anteriormente mencionado. Por ese motivo, lo acompañaron a la ceremonia Antonio J. Santos, Marta Escanciano, Alfonso Suárez y Pilar Yeste ¡Felicidades por el reconocimiento a vuestro trabajo!



Figura 1. De izquierda a derecha: Estrella Blanco, representante de la Fundación Cepesa, Antonio J. Santos, Marta Escanciano, Francisco Morales Sánchez, galardonado, María Jesús Mosquera, vicerrectora de Política Científica de la Universidad de Cádiz, Francisco Trujillo, director de la Cátedra Fundación Cepesa, Alfonso Suárez y Pilar Yeste en la ceremonia de entrega de Premios 2021 de Investigación Científica.

# EL IMEYMAT EN CIFRAS

PERIODO 2016 - 2020

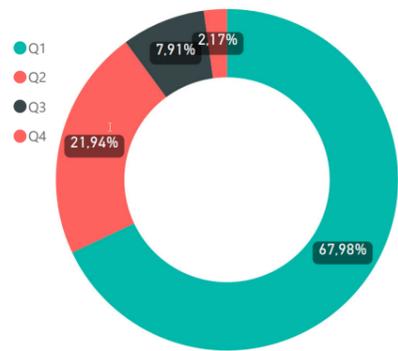
**571** PUBLICACIONES

**69** PROYECTOS ACTIVOS

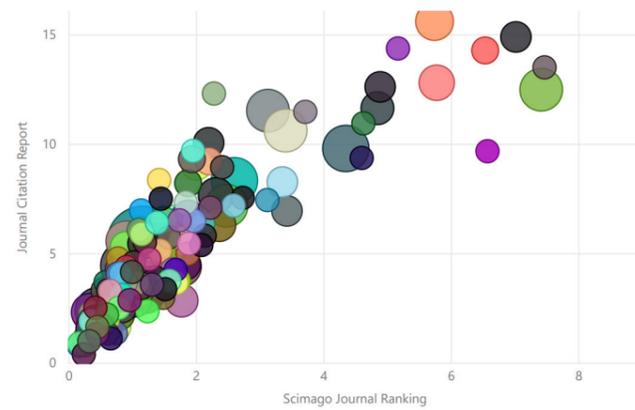
**23,16M€** FINANCIACIÓN



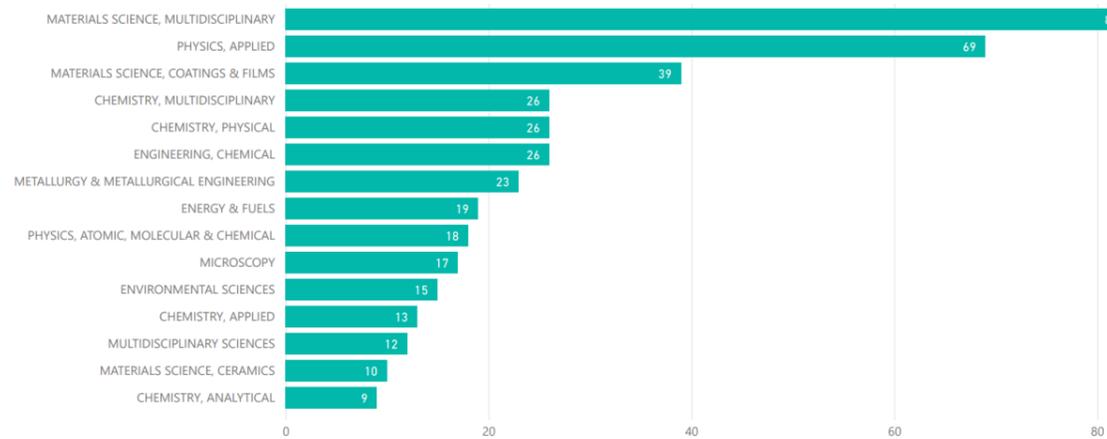
\*Publicaciones anuales categorizadas por indexación.



\*Publicaciones organizadas por cuartiles por factor de impacto JCR.



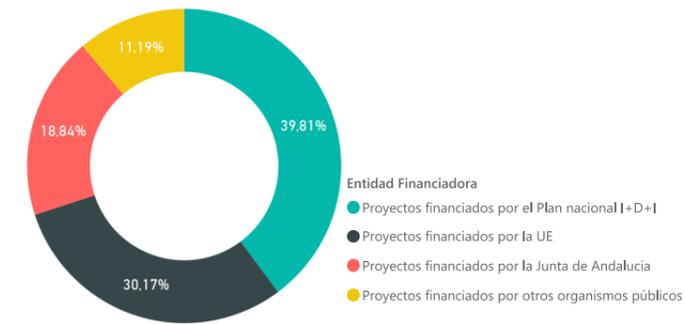
\* Correlación entre indicadores de impacto (Eje x, Eje Y) y número de artículos publicados (tamaño burbuja) en las revistas más utilizadas por nuestros investigadores.



\* Top 15 de las categorías más comunes de los artículos publicados por investigadores del instituto.

Tabla de financiación obtenida de proyectos organizadas por organismos financiadores.

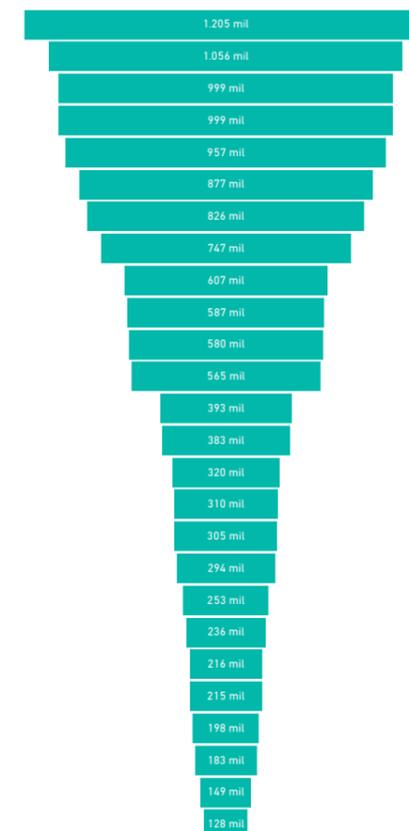
Entidad Financiadora	2016	2017	2018	2019	2020	Promedio	Total
Proyectos financiados por el Plan nacional I+D+I	2.282.398 €	175.450 €	942.496 €	129.786 €	351.505 €	776.327 €	3.881.634 €
Proyectos financiados por la Junta de Andalucía	220.439 €	0 €	0 €	0 €	1.616.468 €	367.381 €	1.836.907 €
Proyectos financiados por la UE	1.297.669 €	0 €	535.551 €	355.714 €	752.715 €	588.330 €	2.941.648 €
Proyectos financiados por otros organismos públicos	15.400 €	7.700 €	1.043.156 €	4.000 €	21.085 €	218.268 €	1.091.341 €
<b>Total</b>	<b>3.815.906 €</b>	<b>183.150 €</b>	<b>2.521.203 €</b>	<b>489.500 €</b>	<b>2.741.773 €</b>	<b>1.950.306 €</b>	<b>9.751.530 €</b>



\* Financiación total obtenida de proyectos organizados por organismos financiadores.



\* Tesis organizadas por mención para el periodo de análisis.

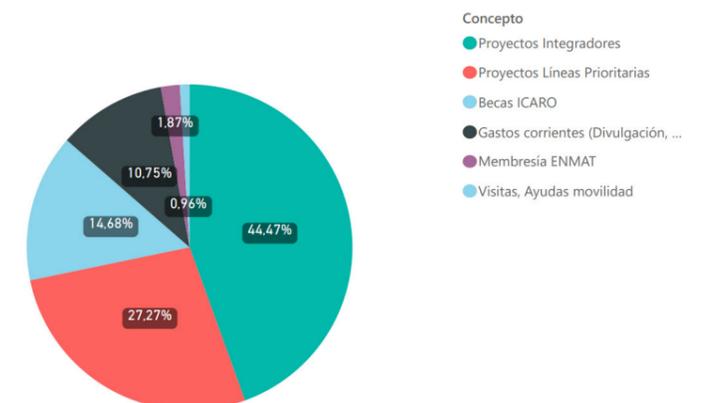


\* Proyectos de infraestructuras obtenidos que han sido visados por investigadores del instituto.



\* Tesis organizadas por Área de Conocimiento.

## FINANCIACIÓN INTERNA DEL INSTITUTO



\* Gastos organizados en categorías aprobados por el consejo del instituto.

**“MÁS QUE UN CONJUNTO DE CONOCIMIENTOS,  
LA CIENCIA ES UNA FORMA DE PENSAR”.** *- Carl Sagan*

# PLAN PROPIO: PROYECTOS IMEYMAT

Convocatoria 2020

IMEYMAT en su compromiso con la investigación científica dedica desde 2017 fondos a desarrollar una convocatoria propia de proyectos de investigación, denominados “Proyectos IMEYMAT”. En 2020 se ha llevado a cabo la cuarta edición de esta convocatoria, en la cual se financiaron 18 proyectos en los que se invirtió una cuantía total de 38.269,82 EUR, mientras que en la convocatoria anterior de 2019 se financiaron 13 proyectos con una financiación de 32.871,80 EUR. Aunque esta convocatoria es competitiva a nivel interno, los fondos dedicados al desarrollo de las propuestas no se contabilizan en las estadísticas del total de fondos externos captados por los Miembros del IMEYMAT.

Esta cuarta edición cuenta con 15 proyectos “líneas prioritarias” de 1.500 EUR cada uno de presupuesto nominal y 3 proyectos “agregadores” de 5.000 EUR.

Por un lado, en los proyectos “líneas prioritarias” la cuota de reparto se realizó por áreas temáticas, considerándose un balance entre sus números de miembros, sus artículos de impacto, y su liquidez financiera en la anualidad. Cada equipo de investigación elige su línea prioritaria estratégica y al líder del proyecto de manera motivada. De esta forma se cumple también con la actuación prevista de incorporar la productividad investigadora entre los criterios de reparto y distribución del presupuesto propio del Instituto.

Por otro lado, cada uno de los proyectos “agregadores” implica al menos a tres equipos de investigación del IMEYMAT de distintas áreas de conocimiento, y debe generar sinergias entre ellos, fomentando la multidisciplinariedad, el uso de varias técnicas y el compromiso en la coautoría de artículos. Los proyectos agregadores tienen una inversión más alta que los proyectos de líneas prioritarias, y su creación constituye una plataforma para asesorar, poner en contacto líneas o grupos de investigación afines, y potenciar la colaboración y su eficacia en la obtención de proyectos autonómicos, nacionales y europeos o contratos con empresas.

A continuación, se exponen descripciones breves de los resultados de algunos de los Proyectos IMEYMAT 2020. En la Memoria de Actividades 2020 se presentaron además con más detalle una recopilación de las propuestas de los 18 proyectos de convocatorias internas, y sus memorias de ejecución.



## MONOLITOS METÁLICOS HONEYCOMB DE IMPRESIÓN 3D PARA PROCESOS DE CATÁLISIS HETEROGÉNEA

Vidal Muñoz. H.  
Departamento de Ciencias de los materiales e Ingeniería Metalúrgica y Química Inorgánica, Instituto IMEYMAT Facultad de Ciencias, Universidad de Cádiz.

Los monolitos metálicos tipo honeycomb se usan desde hace décadas en catálisis heterogénea debido a sus ventajas intrínsecas respecto a los de naturaleza cerámica en la transferencia de calor, entre otras propiedades. Por el contrario, presentan como limitación una peor adherencia de los catalizadores que se depositan sobre ellos por técnicas de washcoating. Normalmente preparados por el método de corrugación, esta limitación se supera mediante tratamientos químico-térmicos que crean rugosidad en la superficie de las láminas metálicas para que se ancle la fase a depositar. Encontrarse en este material para fachadas u otros elementos arquitectónicos.

En los últimos años, el desarrollo de las técnicas de impresión 3D ha abierto una ventana fascinante hacia la fabricación de una variedad casi ilimitada de materiales estructurados con proyección en muchos campos de la ciencia, incluida la catálisis. El potencial de estos procedimientos se atribuye en gran medida a la posibilidad de controlar tanto la geometría como la rugosidad del dispositivo final debido a los principios inherentes a la fabricación. La geometría puede ser crucial en el caso de

un reactor estructurado para optimizar la transferencia de masa y calor dentro de sus canales, mientras que una rugosidad intrínseca podría idealmente evitar el tiempo y energía que se consumen para inducirlo a posteriori. Además, no puede descartarse la posibilidad de seleccionar de forma apropiada los materiales de partida de forma que ya incluyan el metal deseado como fase activa en el catalizador final, haciendo innecesaria su incorporación posterior. Sorprendentemente, la todavía escasa bibliografía relacionada con aplicaciones catalíticas de los reactores estructurados obtenidos por impresión 3D se ha enfocado sobre todo en sustratos plásticos y cerámicos. Los basados en una matriz metálica se reducen a unos cuantos ejemplos que tienen más que ver con productos de tipo esponja más que con monolitos honeycomb.

En este estudio (Proyecto MEMOCAT-3D) hemos preparado monolitos metálicos honeycomb mediante impresión 3D, usándolos después en la reacción de reformado seco de metano. Los monolitos recubiertos con un catalizador de Ni mostraron mejores conversiones que monolitos de cordierita recubiertos con el mismo catalizador,

**En los últimos años, el desarrollo de las técnicas de impresión 3D ha abierto una ventana fascinante hacia la fabricación de una variedad casi ilimitada de materiales estructurados con proyección en muchos campos de la ciencia, incluida la catálisis.**

de igual carga y geometría, y fueron además estables en experimentos de larga duración. Es más, los monolitos metálicos no recubiertos también mostraron una actividad importante a 900 °C (Figura 1).

Esta actividad se relacionó con el contenido inicial de níquel del acero inoxidable empleado para la fabricación de los monolitos metálicos de acuerdo con la caracterización realizada por fluorescencia de rayos X y microscopía electrónica de barrido (SEM) con análisis EDS. Además, demostró un efecto positivo extra al eliminar el tiempo de activación en el proceso previamente observado sobre cordierita, lo que se interpreta como una señal de asistencia en la transferencia de calor. Los resultados obtenidos

sugieren que la aproximación propuesta podría tener un gran potencial no sólo en el reformado seco de metano sino también en otros procesos catalíticos, al optimizar variables de la metodología de impresión 3D tales como el material de partida o la geometría de celda del monolito.

Los principales resultados generados por el Proyecto se publicaron en Catalysis Communications, revista de alto índice de impacto de la editorial Elsevier. Constituyeron también una parte importante de la Tesis Doctoral UCA de Fazia Agueniou titulada "Application of the honeycomb monolithic design to Ni/CeZrOx catalysts for the dry reforming of methane" defendida el pasado 27 de abril de 2021 y que recibió la máxima calificación.



El Dr. Hilario Vidal Muñoz se licenció en Química en 1989 por la Universidad de Cádiz, donde también realizó su doctorado. En 1997 llevó a cabo una estancia de un año con una beca TMR de la UE en la Università degli Studi di Trieste (Italia) donde trabajó en la caracterización química de óxidos mixtos de Ce-Zr como modelo de catalizadores TWC. Desde 1995 pertenece al grupo de Química de Sólidos y Catálisis donde lidera una línea de investigación enfocada en catalizadores estructurados con aplicaciones medioambientales. Es Catedrático de Química Inorgánica en la UCA desde 2017.



**Figura 1.** Fotografía de monolito honeycomb metálico fabricado por impresión 3D, imagen SEM de una zona de su superficie que muestra la rugosidad de ésta, y evolución con el tiempo de la conversión de reactivos en la reacción de reformado seco de metano para las muestras indicadas, operando a 900 °C, con una mezcla CH<sub>4</sub>:CO<sub>2</sub> 1:1 y una velocidad espacial (WHSV) de 115 L g<sup>-1</sup> h<sup>-1</sup>.

## SENSORES DE COLOR PARA MICROSCOPIA ELECTRÓNICA

Sáenz-Naval. JJ1, Leñero-Bardallo. JA2, Gómez-Merchán. R2, Gallero-Rebollo. E1, Salvador. B1, Gontard, LC1  
 1 Departamento de Física de la Materia condensada, Instituto IMEYMAT, Facultad de Ciencias, Universidad de Cádiz.  
 2 Instituto de Microelectrónica de Sevilla, CSIC-Universidad de Sevilla.

Una capacidad fundamental de los microscopios electrónicos SEM y TEM es la capacidad de proporcionar imágenes con información de la composición química de los materiales. Los sensores de imagen, “las cámaras”, de los microscopios sólo pueden medir intensidades y no tienen sensibilidad espectral. Es por ello que la imagen con información química se extrae midiendo punto a punto las señales generadas con la ayuda de espectrómetros. Por ejemplo, el espectrómetro de EELS es un dispositivo que dispersa magnéticamente los electrones en función de su energía sobre un sensor de imagen que está compuesto por una matriz bidimensional de unidades sensores o píxeles. Los electrones dispersados en el espectrómetro siguen trayectorias divergentes que inciden en distintos puntos del sensor de imagen y así se puede determinar la energía de

los electrones. Cabe decir que este tipo de espectrómetro es un sistema electro-óptico caro, voluminoso y complejo, compuesto de múltiples lentes magnéticas y deflectores electrostáticos.

En el IMEYMAT se investiga el diseño de un sensor de imagen alternativo para microscopía electrónica que sea capaz de capturar las imágenes con sensibilidad espectral, y de este modo que proveyera de cierta información química sin necesidad de ningún dispositivo extra. Como ejemplo podemos mencionar que en el campo de óptica es habitual la captura de imágenes que contienen información espectral, de hecho, cualquier fotografía en color tomada con un móvil contiene información sobre la energía o longitud de onda de los fotones reflejados por un objeto. Para medir

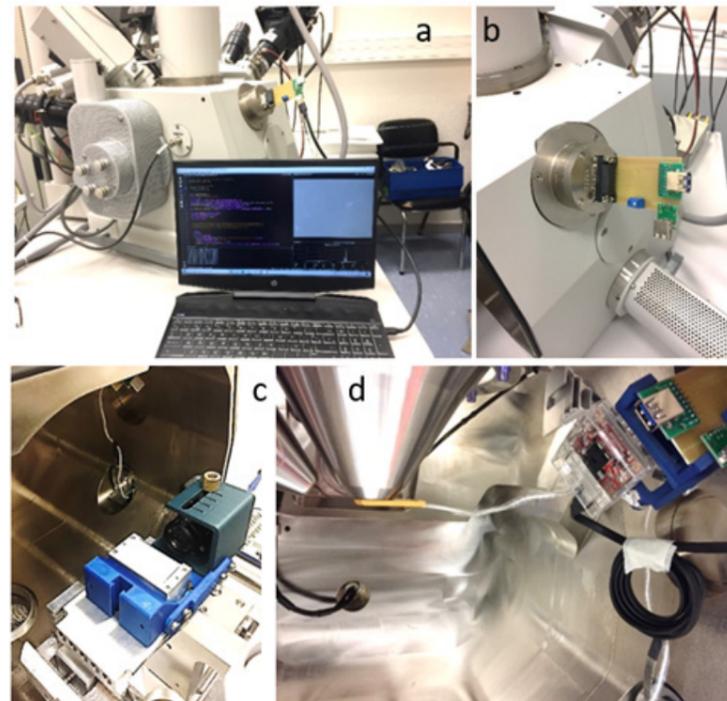


Figura 1. Figura 1. a) SEM empleado para testar fotodiodos irradiados con electrones. b) Pasamuros para conexiones eléctricas. c) Sistema mecánico fabricado para testar los sensores.

En el IMEYMAT se investiga el diseño de un sensor de imagen alternativo para microscopía electrónica que sea capaz de capturar las imágenes con sensibilidad espectral, y de este modo que proveyera de cierta información química sin necesidad de ningún dispositivo extra.

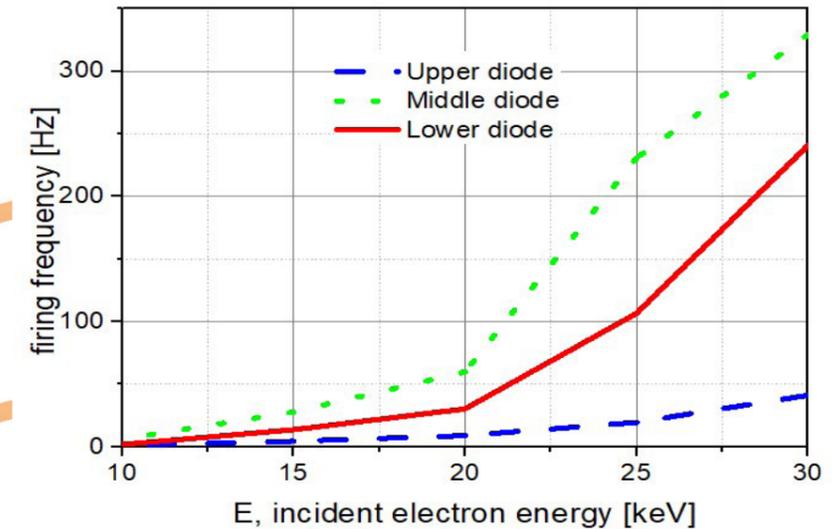


Figura 2. Curvas que muestran la sensibilidad espectral de 3 diodos apilados irradiados con electrones en el rango de 10 a 30 keV.

el color de los fotones existen varios procedimientos para diseñar píxeles sensibles al color, pero hay uno de especial interés que aprovecha el hecho de que la luz se absorbe en silicio a una profundidad que depende de la longitud de onda (de la energía del fotón).

En este proyecto investigamos el aprovechamiento del mismo fenómeno físico para diseñar píxeles sensibles al color de los electrones. Así, los electrones que interactúan con un material semiconductor (por ejemplo, el silicio dopado) generan portadores libres hasta una cierta profundidad desde la superficie de entrada del semiconductor que de-

pende de la energía del electrón incidente. Hemos fabricado fotodiodos construidos con uniones p-n apiladas fabricados en tecnología estándar HV-CMOS de 180nm (Figura 1). Se ha testado su rendimiento en un microscopio SEM FEI 200 con fuente de tungsteno. Y se ha medido la sensibilidad espectral de estos fotodiodos irradiándolos con electrones en el rango de 10 a 30 keV (Figura 2) demostrando su potencial aplicación para medir el “color” de los electrones. El siguiente paso será el de integrarlos en una matriz de píxeles que pudiera usarse para obtener imágenes en color.



El Dr. Lionel Cervera Gontard es Licenciado en Física por la Universidad de Sevilla. Se doctoró en 2007 en la Universidad de Cambridge (Reino Unido) con una Tesis Doctoral sobre el desarrollo de técnicas de microscopía electrónica para el estudio de partículas catalizadoras. Ha realizado estancias posdoctorales en Dinamarca, Reino Unido y en el CSIC, y desde 2017 es investigador ASECTI en la Universidad de Cádiz

## BIOSENSORES ENZIMÁTICOS, SENSORES BIOMIMÉTICOS Y SENSORES QUÍMICOS PARA APLICACIONES AGROALIMENTARIAS, BIOMÉDICAS Y/O MEDIOAMBIENTALES (APPLIED-SENS)

Cubillana-Aguilera, L, López-Iglesias, D, Sierra-Padilla, A, García-Guzmán, JL, Bellido-Milla, D, Palacios-Santander, JM,

Equipo de investigación Instrumentación y Ciencias Ambientales, Instituto IMEYMAT, Facultad de Ciencias, Universidad de Cádiz.

Los sensores y biosensores químicos son herramientas muy sencillas, rápidas y fiables que se emplean en el análisis de sustancias en multitud de campos, entre los que cabe destacar la agroalimentación, la biomedicina y el medioambiente. Entre las ventajas que presentan respecto a otros métodos de análisis como la espectroscopía o la cromatografía, instrumentos que pueden encontrarse en cualquier laboratorio de análisis, puede destacarse su bajo coste, rápida respuesta (en algunos casos, incluso en tiempo real), portabilidad, la simplicidad en su manejo (no se requiere personal cualificado) y, por encima de todo, la posibilidad de realizar medidas in situ, es decir, en el propio lugar donde se requiere realizar el análisis. Este hecho convierte a los sensores químicos en utensilios de campo, susceptibles de ser empleados para determinar, por ejemplo, pesticidas en un río o lago; para cuantificar lactato en la sangre de un paciente en el hospital; o incluso para detectar el contenido en ácido málico de un vino joven en la propia bota en una bodega.

En el grupo de investigación FQM-249 de la Universidad de Cádiz, llevamos bastantes años diseñando, desarrollando, caracterizando y aplicando sensores y biosensores químicos, principalmente de tipo electroquímico. Por ejemplo, recientemente y en el campo de la biomedicina, se ha iniciado la fabricación de un biosensor de lactato para la determinación de dicho analito en personas adultas sanas. Este trabajo cuenta con la colaboración del Instituto de Investigación e Innovación Biomédica de Cádiz (INiBI-CA), facultativos del Área de Obstetricia y Ginecología del Hospital Universitario de Puerto Real (Cádiz) y la empresa Ubrisecurity, S.L. Dicho biosensor se basa en la enzima lactato oxidasa, la cual se deposita sobre un electrodo serigrafado de platino mediante la técnica de inmovilización por entrecruzamiento con glutaraldehído y albúmina de suero bovino. De momento, el biosensor ofrece respuesta lineal en el intervalo de 0,1 a 1 mM y de 1 a 10 mM, pero necesitamos mejorar su sensibilidad, así como el resto de parámetros analíticos de calidad (rango lineal, reproducibilidad, repetibilidad y límite de detección, entre otros).

Por una parte, y relacionado ahora con los campos del medioambiente y la biomedicina, se ha optimizado con éxito (empleando diseño de experimentos) la síntesis de nanopartículas magnéticas de óxido de hierro (Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>NPs) mediante ultrasonidos de alta energía. Dicho proceso de síntesis destaca por ser ecológico y extremadamente rápido (1 minuto). Las Fe<sub>3</sub>O<sub>4</sub>NPs obtenidas se han funcionalizado con diferentes polímeros (polidopamina, ácido cítrico, quitosano, etc.), la mayoría de ellos con elevada

biocompatibilidad y, posteriormente, se han aplicado con éxito a la determinación de mercurio en agua (nanobiosensores) y en estudios de inmunoprecipitación de proteínas relacionadas con el cáncer de piel. Estos resultados se han publicado en la revista científica de alto impacto indexada en JCR: Materials Science & Engineering C, en la categoría Materials Science, Biomaterials (8/38), con un factor de impacto de 5.880 (2019): <https://doi.org/10.1016/j.msec.2021.112023>, y en colaboración con la Universidad del Algarve (Portugal), la Universidad Politécnica de Bucarest (Rumanía) y la Universidad de La Habana (Cuba).

Por otra parte, y siguiendo la línea de investigación centrada en los sensores biomiméticos (sensores altamente específicos que semejan el modelo de funcionamiento ‘antígeno-anticuerpo’ o de ‘llave-cerradura’ de las enzimas), se ha completado la síntesis de polímeros magnéticos impresos molecularmente (MMIPs) empleando polidopamina como polímero principal y, además, se está desarrollando con éxito un método limpio y ecológico que emplea la radiación microondas para sintetizar estos MMIPs o sensores biomiméticos (pendiente de publicación). Estos sensores se han aplicado al campo medioambiental y también al agroalimentario y, en el caso de los MMIPs basados en polidopamina, aunque aún hay resultados pendiente de publicación, una parte de ellos se han publicado en una revista científica de muy reciente creación: Chemistry Africa: doi: 10.1007/s42250-020-00177-w, así como en un capítulo de libro (ISBN: 978-0-12-819952-7), publicado por la editorial de prestigio Elsevier: <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-819952-7.00002-0>. Para alcanzar estos logros, ha sido fundamental la colaboración con el grupo de investigación del Prof. Aziz Amine de la Universidad Hassan II de Casablanca (Marruecos).

En la última década, nuestro grupo de investigación también se ha centrado en el desarrollo de sensores químicos basados en el material Sonogel-Carbono y polímeros conductores (SNGC-PC), concretamente, el poli-(3,4-etilendioxifenol) (PEDOT) y la polianilina (PANI). La idea principal de estos sensores es la de obtener un material económico, versátil, casi 100% conductor y competitivo, sobre todo porque resuelve los problemas derivados del empleo típico de polímeros conductores en forma de película en sensores. En nuestro caso, el polímero forma parte constitutiva del propio material y, con sólo renovar electroquímica o mecánicamente la superficie del sensor, disponemos de un sensor químico completamente nuevo y funcional, que apenas se ve afectado negativamente por la polimerización de especies químicas (cosa que sí ocurre en los senso-

Se está desarrollando con éxito un método limpio y ecológico que emplea la radiación microondas para sintetizar estos MMIPs o sensores biomiméticos

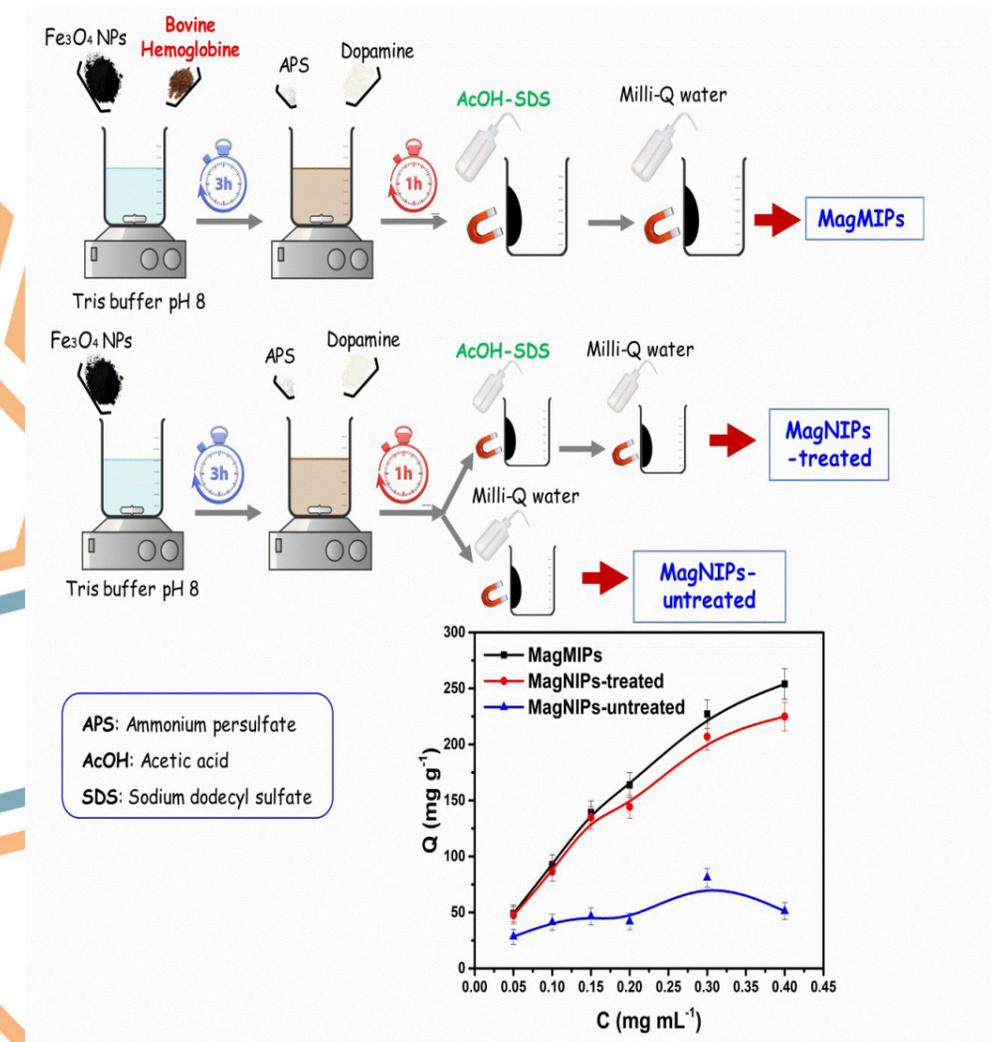
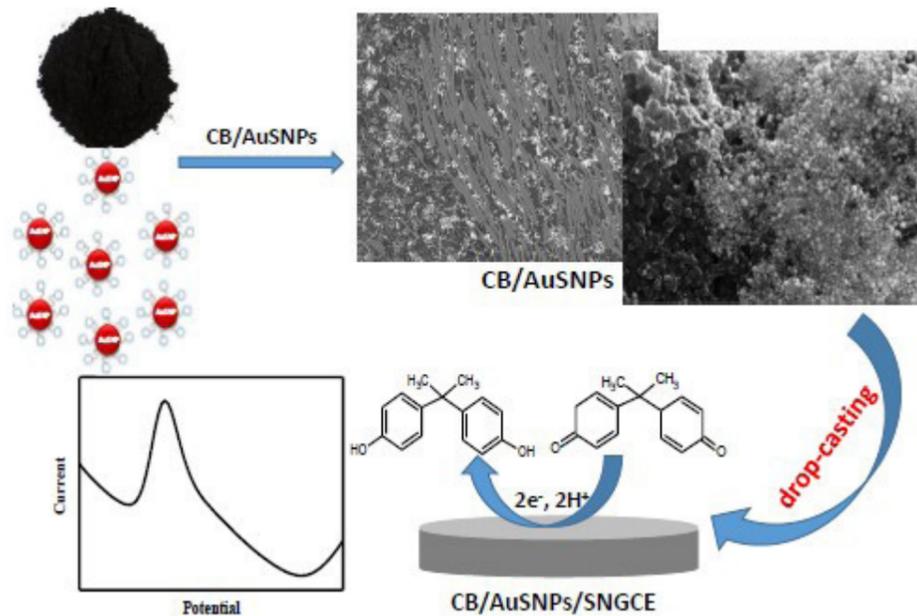


Figura 1. Esquema general de fabricación de un polímero impreso molecularmente o MIP basado en polidopamina. El material soporte está constituido por nanopartículas magnéticas. (DOI:10.1016/j.microc.2021.106043).

res basados en películas de polímeros), fenómeno conocido como 'fouling' o envenenamiento del sensor. Recientemente, hemos completado los estudios relativos al uso de PANI en estos sensores químicos para la cuantificación de clorofenoles en aguas, es decir, con aplicación medioambiental (artículo pendiente de publicación); y también se ha ampliado el campo de aplicación de los sensores basados en PEDOT, con la determinación electroquímica de especies de tipo cannabinoide (artículo publicado en Journal of Electroanalytical Chemistry, indexada en la categoría JCR Chemistry, Analytical (17/86), con un factor de impacto de 3.807 (2019): <http://dx.doi.org/10.1016/j.jelechem.2020.114591>).

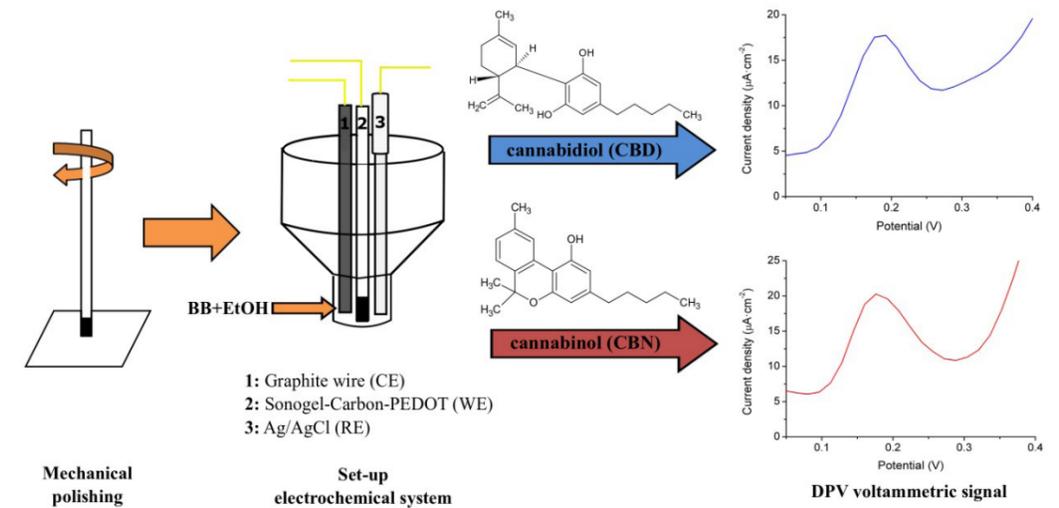
Igualmente, también hemos desarrollado sensores electroquímicos basados en el material Sonogel-Carbono modificado con nanomateriales, tanto en su interior (black carbon o carbono nanoparticulado, CB), como en su superficie (nanopartículas de oro, AuNPs). Respecto al primer caso, se ha sustituido parte del grafito empleado para hacer conductor el material sonogel por CB, utilizando el sensor resultante, con un rendimiento electroquímico excepcional

y una elevada sensibilidad, para la determinación de polifenoles en agroalimentación. Este estudio se ha publicado también en la revista Journal of Electroanalytical Chemistry: <http://dx.doi.org/10.1016/j.jelechem.2020.114653> (en colaboración con las Profas. Chiara Zanardi y Laura Pigani, de la Universidad de Módena y Reggio Emilia (Italia), como en el caso del estudio de los cannabinoides). En relación al empleo de nanomateriales metálicos (AuNPs), en este caso, se ha colaborado con la Universidad de Sousse (Túnez), y se han diseñado sendos sensores electroquímicos modificados en su superficie con AuNPs, sintetizadas a partir de extractos vegetales de hojas de geranio y de olivo, mediante ultrasonidos de alta energía. Dichos sensores se emplearon para determinar fenol en aceite de oliva y nanoplasticos en aguas, respectivamente. Los resultados de sendos estudios se han publicado recientemente en la revista Journal of Applied Electrochemistry (indexada en Electrochemistry (18/27), con un factor de impacto de 2.384 (2019): <https://doi.org/10.1007/s10800-021-01544-2>) y en Materials Science and Engineering B (indexada en Material Science, Multidisciplinary (78/314), con un factor



**Figura 2.** AuNPs sintetizadas por primera vez a partir de extractos de hojas de olivo empleando una sonda de ultrasonidos de alta energía. Dichas AuNPs, polimórficas (esféricas, triangulares y hexagonales), con una distribución de tamaños según STEM entre 14 y 40 nm, se mezclan con carbon black (carbono nanoparticulado) y se depositan sobre la superficie de un electrodo Sonogel-Carbono. Dicho dispositivo sensor modificado se emplea para determinar bisfenol A (contaminante prioritario) en muestras reales de agua mediante técnicas electroanalíticas. (DOI: 10.1016/j.mseb.2020.114951).

### Electroanalytical procedure in organic/buffer solution



**Figura 3.** Procedimiento electroanalítico para la determinación de cannabidiol y cannabidiol en una disolución reguladora de borato/etanol, empleando un electrodo Sonogel-Carbono-PEDOT (poli-3,4(etilendioxitiofeno)). (DOI: 10.1016/j.jelechem.2020.114591).

de impacto de 4.706 (2019): <https://doi.org/10.1016/j.mseb.2020.114951>, respectivamente.

Por último, merece la pena destacar otras dos publicaciones de alto impacto relacionadas con la síntesis ecológica de nuevos materiales y nanomateriales para (bio)sensores, llevadas a cabo por el grupo FQM-249 en colaboración con otros investigadores extranjeros: la primera publicada en la revista TRAC - Trends in Analytical Chemistry,

indexada en JCR en Chemistry, Analytical (2/86), con un factor de impacto de 9.801: <https://doi.org/10.1016/j.trac.2020.115840>; y la segunda, en la forma de un capítulo de libro (ISBN 978-3-030-45115-8) publicado por la prestigiosa editorial Springer: doi: 10.1007/978-3-030-45115-5.



La Dra. Laura Cubillana Aguilera se doctoró en 2007 en la Universidad de Cádiz. Colabora con varios grupos de investigación a nivel nacional e internacional (Marruecos, Italia, Rumanía, Cuba, etc.). Es Profesora Titular de Universidad desde 2017 e investigadora del grupo de investigación FQM-249: 'Instrumentación y Ciencias Ambientales', desempeñando sus labores docentes y de investigación en el Dpto. de Química Analítica de la Universidad de Cádiz. Compagina estas actividades con un cargo de gestión en la Facultad de Ciencias, siendo Vicedecana de Estudiantes y Relaciones Institucionales desde 2015

## MEJORA DE HETEROSISTEMAS BASADOS EN COMBINACIONES DE NITRUROS Y CERÁMICAS CO-SINTERIZADAS A BAJA TEMPERATURA PARA LA OBTENCIÓN DE NUEVOS DISPOSITIVOS (NITRUMULEN-UGA)

Jiménez Ríos, J.J., García Roja, R., Morales Sánchez F.M.

Equipo de investigación Ciencia e Ingeniería de los Materiales, Instituto IMEYMAT, Facultad de Ciencias, Universidad de Cádiz.

La Ciencia de los Materiales abarca una gran variedad de disciplinas y ámbitos de estudio para responder a cuestiones clave para el avance de la sociedad. Estableciendo relaciones entre las propiedades de un material, su estructura, la forma en que se ha obtenido y su desempeño a nivel práctico, se puede caracterizar exhaustivamente un sistema y proceder a niveles superiores de desarrollo, como su implementación comercial. Es una ciencia transversal, a la que contribuyen expertos de diversa formación. Integrado en el Instituto IMEYMAT, el grupo "Ciencia e Ingeniería de los Materiales" (TEP-0120) busca responder a estas cuestiones contribuyendo al desarrollo de la ciencia y la ingeniería en las etapas de fabricación y aplicación de materiales funcionales y estructurales. Cuenta con experiencia en caracterización de materiales mediante técnicas basadas en haces de electrones acelerados, como la microscopía electrónica

de transmisión (TEM), crucial en este proyecto, con el que se financiaron colaboraciones entre investigadores de este grupo y otros de instituciones extranjeras como la Universidad Técnica de Ilmenau, Alemania. En dichos trabajos se exploran dos líneas de investigación para dos grupos de materiales con finalidades muy diferentes.

Por un lado, gracias a la experiencia del grupo en nitruros semiconductores del grupo III (III-N, como nitruro de galio, GaN, o nitruro de indio y galio,  $In_xGa_{1-x}N$ ), podemos analizar heteroestructuras consistentes en películas delgadas de nitruro de aluminio y escandio ( $Al_xSc_{1-x}N$ ) combinadas con diversas capas intermedias y depositadas sobre sustratos de silicio. Combinar este metal con compuestos III-N permite formar aleaciones de características potencialmente interesantes, como propiedades piezoeléctricas

En futuras iteraciones, consideraremos evaluar la integración de estas u otras heteroestructuras III-N en otros sustratos de gran interés, como las cerámicas co-sinterizadas a baja temperatura (Low-Temperature Co-fired Ceramics, LTCC).

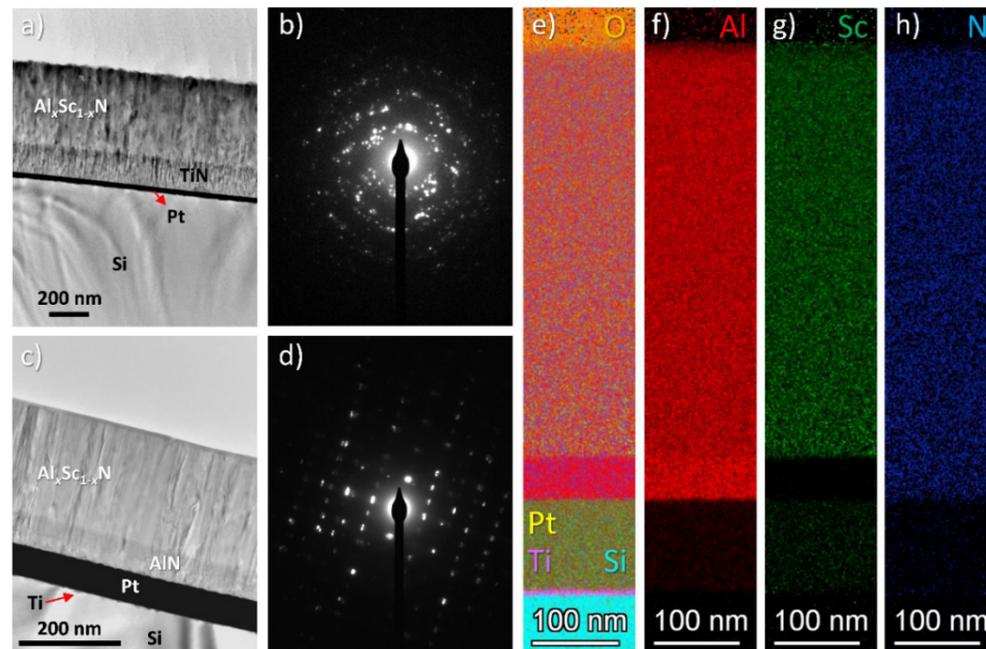


Figura 1. Imágenes de TEM para dos arquitecturas  $Sc_xAl_{1-x}N/Si(111)$  y diagramas de difracción de electrones de área seleccionada de la aleación, con capas intermedias TiN/Pt/Ti (a, b); y AlN/Pt/Ti (c, d). Mapas EDX del segundo sistema, para todos los elementos detectados (e), y separando señales de aluminio (f), escandio (g) y nitrógeno (h). Haz de electrones paralelo al eje de zona "[112]" Si

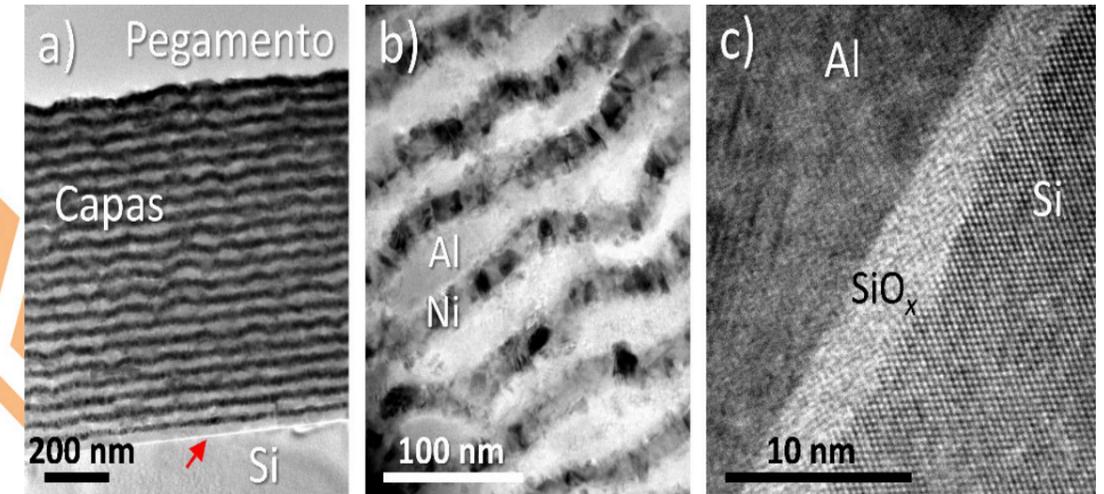


Figura 2. Imágenes de microscopía TEM a varios aumentos de multicapas Al/Ni depositadas sobre Si (100) (a, b), ampliando la región de la intercara Al/Si (100) en condiciones de contraste de fase con la capa de SiOx señalada a bajo aumento (c). Haz de electrones paralelo al eje de zona "[011]" Si.

superiores a las del mismo nitruro de aluminio; u otorgarles ferroelectricidad (capacidad de cambiar la dirección de su polarización eléctrica espontánea con un campo eléctrico). No sorprende, por tanto, el creciente interés por usar este ternario en ámbitos como la fabricación de dispositivos electroacústicos, la biomedicina o las telecomunicaciones.

Así, con esta línea de trabajo buscamos, por ahora, aprovechar estas heteroestructuras para contribuir al desarrollo de nuevos sensores magnetoeléctricos ultra-sensibles, para detectar y medir campos magnéticos a temperatura ambiente, con aplicaciones en campos como alguno de los ya citados. Hasta ahora, como se muestra en la figura 1, los primeros resultados en el estudio por microscopía TEM o en modo transmisión-barrido como la espectroscopía dispersiva de rayos X (STEM-EDX) permiten comparar dos heteroestructuras con aleaciones  $Al_xSc_{1-x}N$  de composición química prevista similar (25% ScN), pero con diferentes capas intermedias. No solo se identificaron películas de  $Al_xSc_{1-x}N$  homogéneas, aunque ligeramente más pobres en ScN (en-

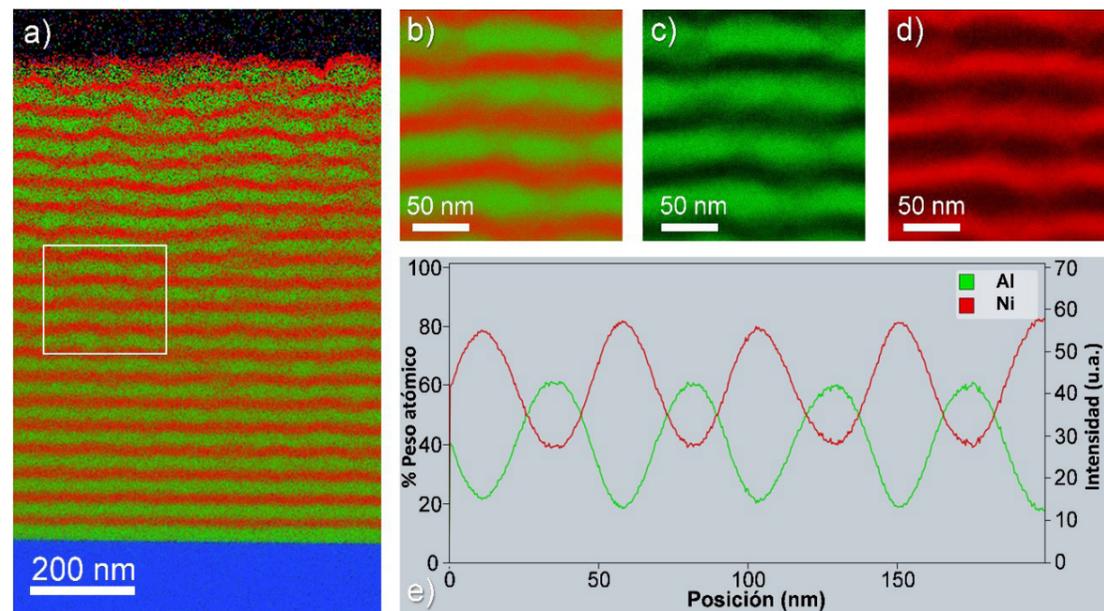
tre el 15 y el 20%), sino que también se apreciaron rasgos cristalinos distintos (aleación policristalina, aunque con posible orientación preferente de granos a lo largo de la dirección polar, con las primeras; y una película monocristalina en la misma orientación con las segundas). En futuras iteraciones, consideraremos evaluar la integración de estas u otras heteroestructuras III-N en otros sustratos de gran interés, como las cerámicas co-sinterizadas a baja temperatura (Low-Temperature Co-fired Ceramics, LTCC).

Nuestros estudios en este proyecto también exploran cuestiones en otra línea de trabajo centrada en nanocapas apiladas y alternadas de aluminio y níquel (Al/Ni). Si este conjunto se expone a una fuente suficientemente energética, como la ignición por chispa o una rampa de calentamiento, ambos metales reaccionan y forman aleaciones  $Al_xNi_y$ . Una propiedad atractiva de este sistema es el carácter rápido y exotérmico de dicha reacción, lo que puede emplearse para, por ejemplo, realizar soldaduras más controladas entre componentes electrónicos. Esto implicaría poder gene-

rarlas en regiones más localizadas, pero hay que optimizar el crecimiento de estos materiales para que, por ejemplo, aparezcan menos tensiones, que fomentan la formación de defectos volumétricos como grietas, perjudiciales para el sistema final. En esta línea confluyen el estudio del procesamiento y de la estructura de estos materiales, buscándose relacionar la morfología tridimensional a escala nanoscópica, la arquitectura de las multicapas y la microestructura como rasgos característicos para las transformaciones que se dan en estos metales. Hasta hoy, el estudio TEM del sistema se centra en multicapas Al/Ni depositadas por pulverización catódica (Sputtering) sobre obleas de silicio y sin activar. Si bien ya hallamos aspectos de interés para optimizar su ingeniería (medida del espesor de capas, rugosi-

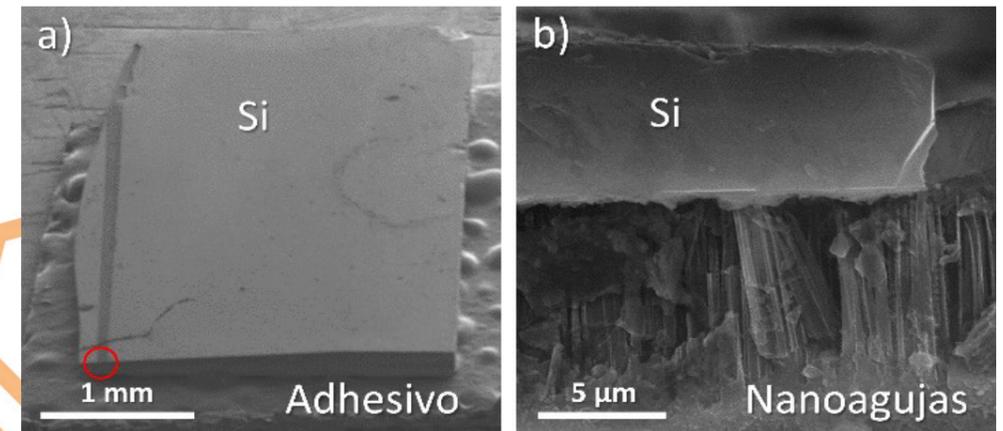
dad variable según distancia al sustrato, una capa de SiOx presente sobre el mismo, etc.) con imágenes TEM como las de la figura 2, con los próximos experimentos se buscará entender la heterogeneidad química de las películas metálicas, como revelan mapas de espectroscopía EDX como los de la figura 3, tomados en una muestra de 40 capas.

Actualmente, además de tener planificado estudiar las multicapas tras depositarlas por otras técnicas a fines comparativos, nuestros socios ya han preparado, por FIB, lamelas de este sistema por dos aproximaciones (FIB convencional y con plasma de xenón) que estudiaremos con las mismas técnicas para determinar si las capas provienen de mezclas no esperadas (regiones con intermixing) durante el



**Figura 3.** Mapa de espectroscopía EDX de una región con capas apiladas Al/Ni depositadas sobre Si (100) (a), ampliando la región marcada con la señal detectada para ambos metales (b) y separándolas en aluminio (c) y níquel (c). Espectro lineal EDX a lo largo de las capas de esta zona mostrando la variación de porcentaje atómico en las películas de ambos metales (e).

**Obtener esta morfología de agujas no es algo arbitrario, pues se basa en experimentos previos de nuestros socios, quienes encontraron que la morfología del sustrato puede cambiar sensiblemente la evolución de la reacción Al/Ni al activarla.**



**Figura 4.** Preparación en cuña, mediante el método del trípode, de nanoagujas de Si, vista al microscopio SEM (a) y ejemplo a mayor aumento de una zona como la marcada (b). Puede apreciarse daño en las nanoagujas a consecuencia de la preparación.

crecimiento de los metales, o si se deben a la preparación de la muestra TEM por vías tradicionales como el método del trípode. Este aparato ha tenido gran protagonismo en el proyecto, pues ha permitido hacer algunos intentos preliminares para obtener preparaciones en cuña de muestras de silicio nanoestructurado en forma de agujas y observarlas por microscopía electrónica de barrido (SEM, figura 4), aunque todavía deben optimizarse para no dañar los materiales a observar. Obtener esta morfología de agujas no es algo arbitrario, pues se basa en experimentos previos de

nuestros socios, quienes encontraron que la morfología del sustrato puede cambiar sensiblemente la evolución de la reacción Al/Ni al activarla. En el futuro, se buscará llevar esta investigación a cotas mayores, como combinar el nanoprocesamiento del sustrato con las capas tras optimizar sus respectivas rutas de fabricación, así como comparar estas capas antes y después de activarlas mediante el método que finalmente sea el más idóneo para los propósitos planteados.



El Dr. Juan Jesús Jiménez Ríos es Graduado en Química por la Universidad de Cádiz desde 2013. Entre 2016 y 2020 realizó, dentro del grupo "Ciencia e Ingeniería de los Materiales", su tesis doctoral, con mención internacional y calificación sobresaliente "cum laude". Ha realizado dos estancias en la Universidad Técnica de Ilmenau (Alemania), y su carrera científica hasta hoy se centra en la caracterización estructural y composicional de materiales nitruros semiconductores del grupo III (III-N) combinados con sustratos de silicio o de cerámicas co-sinterizadas a baja temperatura (LTCC). Actualmente es investigador posdoctoral por la Junta de Andalucía

## ESTUDIO TEORICO DEL MECANISMO DE REACCIÓN DE LA TRANSESTERIFICACIÓN DE ACEITES VEGETALES EMPLEANDO CATALIZADORES HETEROGÉNEOS EN EL MARCO DE LA PRODUCCIÓN DE BIODIESEL.

Sánchez-Márquez, J, Zorrilla, D,

Equipo de investigación Simulación, Caracterización y Evolución de Materiales, Instituto IMEYMAT,

Facultad de Ciencias, Universidad de Cádiz.

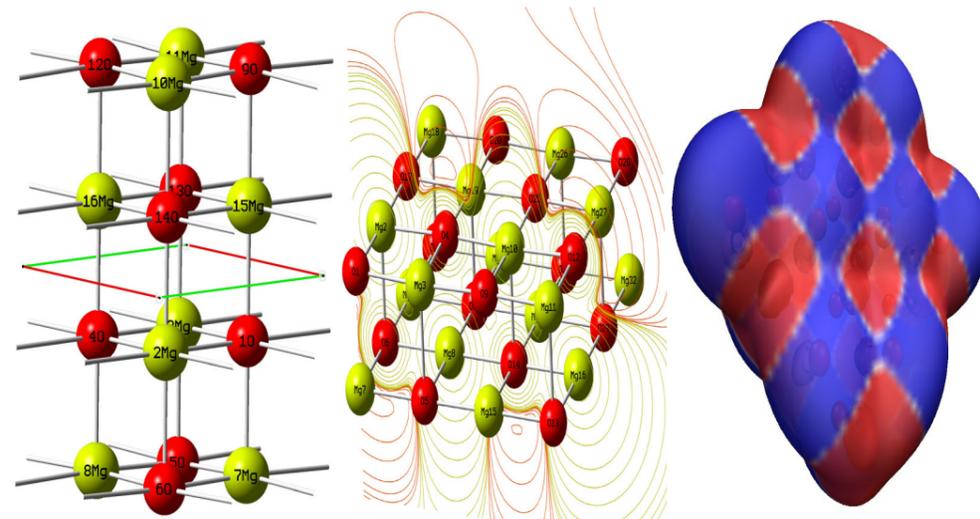
Los sensores químicos son dispositivos, generalmente, de pequeño tamaño que sirven para detectar y cuantificar sustancias químicas. Por tanto, son herramientas empleadas en el análisis, al igual que otros instrumentos mucho más complejos, como los cromatógrafos o los espectrofotómetros. La ventaja que presentan los sensores, sobre todo los de tipo electroquímico, es que suelen fabricarse con bajo coste, no se requiere un personal cualificado para su uso, ofrecen respuesta rápida y casi en tiempo real y son por-

tátiles, pudiendo utilizarse para llevar a cabo medidas in situ, es decir, en el propio lugar donde se requiere realizar el análisis. Su principal mecanismo de funcionamiento para detectar la sustancia de interés (analito) se basa en una reacción química que, en el caso de los sensores electroquímicos, consiste en una reacción de oxidación o reducción de la especie química mediante el empleo de corrientes eléctricas. De este modo, la magnitud de la señal eléctrica obtenida será directamente proporcional a la concentración del analito en el medio de medida.

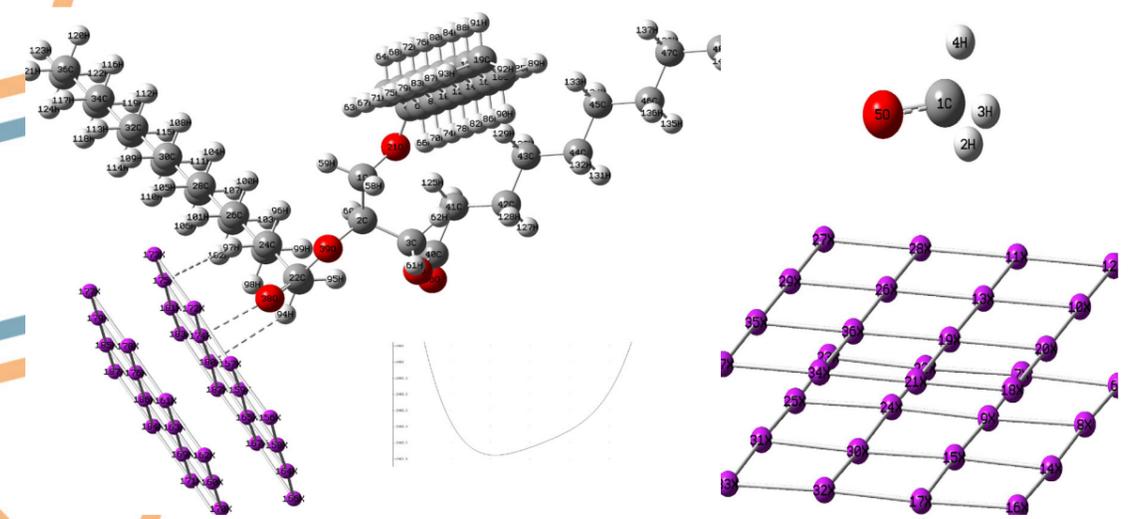
Por otra parte, los biosensores son un tipo específico de sensores químicos que se caracterizan porque la parte receptora está formada por una biomolécula como, por ejemplo, una proteína, una cadena de oligonucleótidos, una enzima, un anticuerpo, una célula o microorganismo o incluso un tejido. La principal ventaja que presentan los biosensores frente a los sensores es su alta especificidad y selectividad frente al analito de interés, gracias sobre todo a la enorme complementariedad entre biomolécula receptora y analito, hecho que redundará en una mejora en algunos parámetros analíticos de calidad como la sensibilidad y el límite de detección.

En nuestro grupo de investigación, llevamos muchos años

Se han calculado algunos índices de reactividad para estudiar el carácter electrófilo/nucleófilo de los reactivos y del catalizador, y se han estudiado los enlaces covalentes de los compuestos importantes en el mecanismo.



**Figura 1.** Derecha) MgO en la geometría de equilibrio. Centro) Potencial electrostático del catalizador en forma de curvas de nivel. Derecha) Potencial electrostático proyectado sobre la densidad electrónica. Se han calculado índices de reactividad con y sin el catalizador, esto ha permitido estudiar el carácter electrófilo/nucleófilo de los átomos de los reactivos. Para el catalizador también se han obtenido índices de reactividad. Se pueden destacar que los índices muestran mayor reactividad sobre la superficie del catalizador que en la parte interna. Con respecto a la Tripalmitina (reactivo) el efecto del catalizador no cambia significativamente los valores de los índices aunque hay que resaltar que los valores de estos índices, sin el catalizador, ya predicen una reacción de transesterificación muy favorecida



**Figura 2.** Izquierda) Tripalmitina interaccionando con el catalizador (cluster de cargas). Derecha) Metanol desprotonado (en forma de anión) sobre el catalizador. Se obtuvieron el estado de transición, un intermedio de reacción y el producto de reacción y se tuvo en cuenta el efecto del catalizador, se obtuvieron las energías de estabilización correspondientes a las estructuras relajadas. En el caso de la tripalmitina (izquierda) la energía de estabilización es de -0.7366 (u.a. de energía). En el caso del metanol desprotonado (derecha) la energía de estabilización es de -0.0172 (u.a. de energía), que es menor en valor absoluto pero teniendo en cuenta las dimensiones de la molécula es una cantidad significativa, de hecho, da pie a pensar que esta estabilización favorece la desprotonación del metanol, lo que es un factor determinante en el mecanismo de reacción.

## Los valores de energía total obtenidos para los intermedios y el estado de transición han permitido estimar cual es la tendencia de la reacción desde un punto global, por otro lado estas metodologías teoricas han permitido explicar desde un punto de vista local el porqué de estas tendencias globales

El biodiesel es una mezcla de ésteres de alquilo que contienen largas cadenas de ácidos grasos obtenidos típicamente a partir de recursos biológicos no tóxicos, que se pretende utilizar como sustituto total o parcial del petrodiesel o gasóleo obtenido del petróleo. El biodiesel también puede mezclarse con gasóleo procedente de la refinación del petróleo en diferentes cantidades. Es un combustible alternativo para motores diesel que se obtiene principalmente por reacción de un triacilglicérido con un alcohol. Esta reacción requiere de catalizadores y el mecanismo de la reacción se fundamenta en la reactividad del grupo carbonilo de los triacilglicéridos y del alcohol.

mecanismos de reacción bibliográficos por medio de un modelo computacional que tiene en cuenta el efecto del catalizador. Se ha construido un modelo sencillo de cargas optimizadas para tener en cuenta la interacción con el catalizador. También se han obtenido las estructuras optimizadas de los intermedios y el estado de transición de la reacción. Se han calculado algunos índices de reactividad para estudiar el carácter electrófilo/nucleófilo de los reactivos y del catalizador, y se han estudiado los enlaces covalentes de los compuestos importantes en el mecanismo.

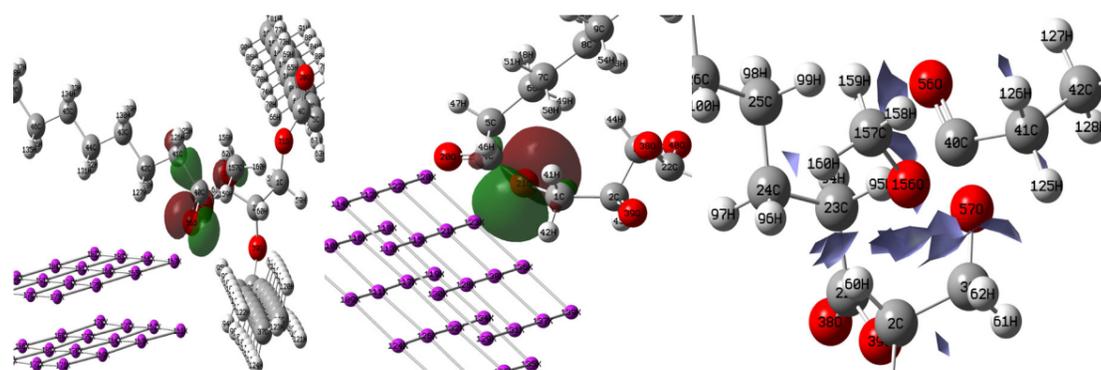
Se ha diseñado un cluster de cargas optimizadas con el que poder simular el efecto del catalizador en cálculos mecanocuánticos moleculares. Este modelo se ha elaborado

En este trabajo se han estudiado, de forma teórica, los

principalmente para simular lo mejor posible el potencial electrostático generado por el catalizador. El catalizador que se ha seleccionado para este trabajo ha sido el MgO (estructura tipo NaCl) por ser de los mas recomendados en la bibliografía para este tipo de reacción. Se ha construido un modelo mecanocuántico representativo del catalizador (a nivel de cálculo DFT-PBC), y se ha procedido a relajar la estructura para obtener la geometría de mínima energía, posteriormente se han calculado las cargas netas correspondientes a cada centro que mejor representan el potencial electrostático del catalizador con este modelo. Una vez que el modelo de catalizador fue optimizado se obtuvieron las geometrías de equilibrio de los compuestos involucrados en la reacción (reactivos, intermedio de reacción, estado de transición y productos de reacción). Los intermedios de reacción y el estado de transición han sido estudiados con metodologías de análisis teórico como la teoría "Atoms in Mo-

lecules" implementada en el software AIMALL version 14.11.23 o el analisis de los Orbitales Naturales de Enlace del programa NBO 3.0. Los valores de energía total obtenidos para los intermedios y el estado de transición han permitido estimar cual es la tendencia de la reacción desde un punto global, por otro lado estas metodologías teoricas han permitido explicar desde un punto de vista local el porqué de estas tendencias globales.

El objetivo del proyecto ha sido alcanzado en su totalidad puesto que el modelo que se pretendía desarrollar ha sido construido y se ha permitido estudiar el mecanismo de reacción desde un punto de vista computacional. En lo que respecta a su aportación a beneficiar a otras líneas prioritarias del Instituto, es bastante evidente que el desarrollo de una metodología de cálculo capaz de dar soporte teórico (desde el campo de la mecánica cuántica) a otras líneas de investigación del Instituto, con perfiles mucho más experimentales, tiene un potencial muy alto.



**Figura 3.** Izquierda) NBO estabilizado por el catalizador en el estado de transición. Centro) NBO estabilizado en el intermedio de reacción. Derecha) Análisis NCI, interacciones no covalentes mas importantes en el estado de transición. Se han analizado los de enlaces covalentes, con y sin el catalizador, para la tripalmitina, el estado de transición y el intermedio de reacción, que son los compuestos de interés. Para esto hemos utilizado el análisis de los Orbitales Naturales de Enlace (NBOs), en las figuras (izquierda y centro) pueden verse los orbitales del TS y del intermedio de reacción que se han estabilizado principalmente (y en consecuencia los que mas interaccionan) con el catalizador. También se ha usado el análisis NCI que permite determinar las interacciones no covalentes mas importantes, como puede verse en la Figura de la derecha, las principales interacciones electrostáticas que estabilizan el TS son las de O56 con H95, H127 y H159; por otra parte O57 con H95 y H128; y finalmente O156 con H60 y H62.



Las principales líneas a las que el Dr. Jesús Sánchez Márquez se dedica actualmente se centran en el desarrollo de nuevos modelos teóricos de reactividad dentro del marco del DFT conceptual, en la definición de nuevos descriptores de reactividad (por ejemplo, nuevos índices de reactividad) y la aplicación de estos nuevos descriptores a reacciones de interés. También se dedica a simulación por dinámica molecular de sistemas de grandes dimensiones (por ejemplo, moléculas biológicas o nanofluidos).

## NANOMATERIALES MULTIFUNCIONALES BIOCIDAS Y SUPERHIDROFÓBICOS PARA SU USO EN TEXTILES ANTIMICROBIANOS Y ANTI-MANCHAS

Zarzuela, R.  
Departamento de Química y Física, Instituto IMEYMAT, Facultad de Ciencias, Universidad de Cádiz.

Las enfermedades infecciosas transmitidas por bacterias, virus y hongos suponen en la actualidad una de las principales causas de hospitalizaciones y muertes a nivel global, alcanzando cifras de defunciones globales anuales superiores a los 6,8 millones. Este problema se hace especialmente visible para la sociedad ante alertas sanitarias como la reciente pandemia causada por el SARS-CoV-2 o la aparición de bacterias resistentes a antibióticos<sup>2</sup>. Aunque el desarrollo de vacunas, terapias y técnicas de diagnóstico suponen sin duda la vía más efectiva para combatir sus efectos, la adopción de estrategias de prevención apropiadas (limpieza, medidas sociales, higiene personal, equipos de protección...) permite reducir su impacto sobre el sistema sanitario y los recursos médicos disponibles.

Una de las estrategias de prevención posibles consiste en el desarrollo de materiales con superficies antimicrobianas, las cuales pueden actuar ya sea por su contenido en agentes activos o por vía pasiva, reduciendo la adhesión celular o la acumulación de agua y manchas que favorecen el desarrollo de bacterias. La aplicación de dichos materiales en artículos cuyo uso implica un contacto directo (equipos de protección, prendas, ropa de cama...) puede contribuir a limitar esta vía de transmisión y a facilitar su desinfección.

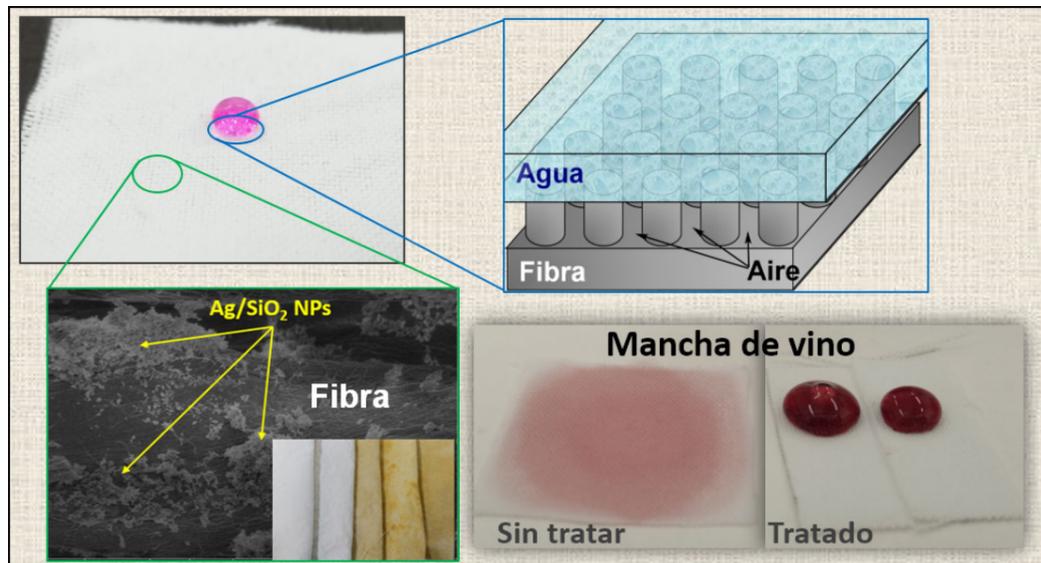
Mediante el uso de nanomateriales, es posible producir tratamientos multifuncionales para textiles que combinen el uso de un agente activo biocida de amplio espectro (partículas de plata o cobre) con una superficie superhidrofóbica con alta repelencia al agua y las manchas. Para ello, se realiza la modificación de nano-sílice, un material inerte, con un agente de acoplamiento que permite inmovilizar el biocida sobre su superficie. La combinación de estas partículas con un producto impermeabilizante convencional permite crear una superficie nano-rugosa, necesaria para obtener el efecto superhidrofóbico (estado de Cassie-Baxter).

Los textiles tratados con los productos desarrollados presentan ángulos de contacto de las gotas de agua superiores a 145° y se requiere una inclinación menor a 5° para que éstas rueden sobre la superficie. Así mismo, el tratamiento reduce la intensidad del color de las manchas de vino en más de un 90% y mantiene su eficacia tras el lavado. El uso de nanopartículas de plata como agente activo permite una eliminación eficaz de múltiples tipos de microorganismo con dosis inferiores a los 20 mg/m<sup>2</sup> de tela. Los ensayos de crecimiento acelerado sobre los textiles muestran reducciones de crecimiento del 80-95% frente a levaduras y hongos tras 24 horas de incubación, frente

a la reducción menor del 40% del tratamiento sin agente activo biocida. Tal y como se observa en las imágenes de microscopía SEM, las partículas de plata inactivan a los microorganismos tras causarles malformaciones y rotura de su pared celular, además de perturbar sus funciones básicas.

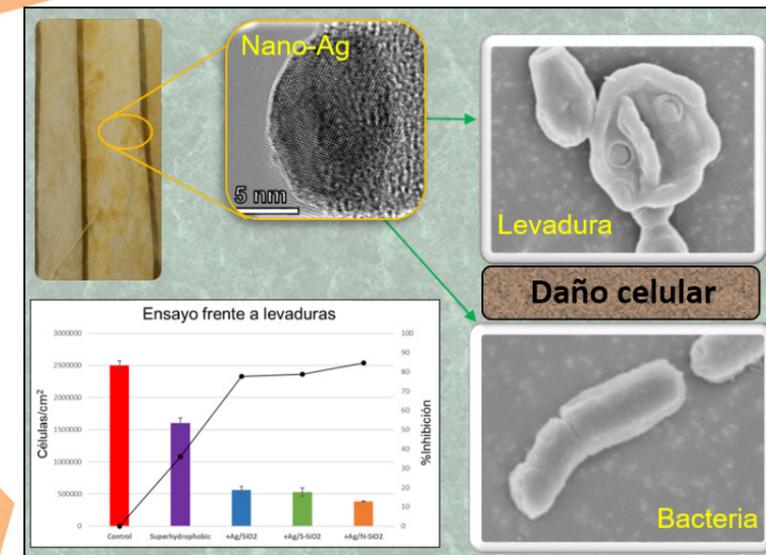
En base a los resultados obtenidos, se está trabajando en la optimización de estos tratamientos para aumentar su durabilidad y eficacia, además del uso de biocidas de origen natural.

1. Roth, G. A. et al. Global, regional, and national age-sex-specific mortality for 282 causes of death in 195 countries and territories, 1980–2017: a systematic analysis for the Global Burden of Disease Study 2017. *Lancet* 392, 1736–1788 (2018).
2. Frieden, T. CDC. Antibiotic Resistance Threats in the United States, 2019. Atlanta, GA: U.S. Department of Health and Human Services, CDC; 2019. Centers for Disease Control and Prevention 114 (2013) doi:CS239559-B.



**Figura 1.** (Sup. Izq.) Comportamiento superhidrofóbico de una gota de agua teñida depositada sobre una tela de poliéster tratada con el recubrimiento. (Sup. Der.) Representación esquemática del estado de Cassie-Baxter responsable de la hidro-repelencia. (Inf. izq.) Micrografía mostrando la rugosidad del recubrimiento. (Inf. Der.) Efecto anti-manchas de los textiles tratados.

## La naturaleza “blanda” de los estos materiales motiva la necesidad de explorar varias técnicas para la obtención de muestras de material transparente a los electrones



**Figura 2.** (Sup. izq.) Estructura y tamaño del agente activo biocida (nano-Ag) incorporado al recubrimiento. (Inf. Izq.) Resultados de adhesión y %Inhibición de la levadura *S. cerevisiae* tras 24 horas en contacto con los textiles tratados y sin tratar. (Der.) Efectos del agente biocida sobre la integridad y morfología de bacteria (*B. subtilis*) y levaduras (*S. cerevisiae*).



El Dr. Rafael Zarzuela es licenciado en Química por la Universidad de Cádiz y se doctoró en el programa de Nanociencia y Tecnología de Materiales de la Universidad de Cádiz en 2018, con un perfil multidisciplinar especializado en el desarrollo de nanomateriales antimicrobianos e hidrofóbicos para materiales de construcción. Desde entonces, trabaja como investigador en el grupo TEP-243 asociado al proyecto europeo H2020 InnovaConcrete, así como a proyectos de convocatorias I+D+i nacionales (SMARTerials) y regionales (STONEXT).

## MICROSCOPIA ELECTRÓNICA ORIENTADA AL DESARROLLO DE COMPOSITES POLIMÉRICOS PARA FABRICACIÓN ADITIVA

De la Mata. M, Valencia Liñán. L.M, Herrera Collado. M, Molina. S.I.

Dto. de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica y Química. Inorgánica., Instituto IMEYMAT, Facultad de Ciencias, Universidad de Cádiz.

Una estrategia en auge para la obtención de nuevos materiales funcionales consiste en la combinación de diversas fases (una matriz y aditivos) para obtener un único sistema como material resultante, denominado composite.

Dentro del gran conjunto constituido por los composites (pueden combinarse materiales muy diversos para generar compuestos de distintas naturaleza), aquellos basados en matrices poliméricas son de especial interés dada su gran versatilidad, que adicionalmente posibilitan su procesamiento mediante técnicas de impresión 3D o fabricación aditiva (FA).

Mediante la aditivación de los polímeros (adición de otra fase –material- en menor proporción), pueden modificarse sus propiedades intrínsecas o añadir funcionalidades

adicionales, resultando en nuevos materiales poliméricos con características propias. En particular, pueden emplearse como aditivos, por ejemplo, materiales bidimensionales (2D), de gran interés científico y tecnológico en la actualidad, como lo son el grafeno o los dicalcogenuros de molibdeno y wolframio (MoX<sub>2</sub> y WX<sub>2</sub>, X= S, Se, Te).

En este proyecto, se han estudiado composites constituidos por matrices acrílicas (resina) fotopolimerizables, aptas para estereolitografía (SLA), aditivadas con nano-hojas/nanoplacas de WS<sub>2</sub>. La morfología y distribución de los aditivos dentro de los materiales compuestos tienen enormes repercusiones en el material resultante. En particular, las propiedades de las nano-hojas/nanoplacas de WS<sub>2</sub>, así como las del composite resultante se verán previsiblemente afectadas por el grosor de las nanoestructuras, es decir, por el número de monocapas de material

## La morfología y distribución de los aditivos dentro de los materiales compuestos tienen enormes repercusiones en el material resultante.

(el WS<sub>2</sub> presenta una estructura 2D) apiladas axialmente, así como por su distribución/dispersión en la matriz. Por ello, un paso esencial en la síntesis del material supone la exfoliación del WS<sub>2</sub> de partida, antes de la formación del composite.

Para analizar la microestructura de estos materiales, y poder establecer las correlaciones necesarias entre estos factores, empleamos técnicas de microscopía electrónica, que posibilitan la caracterización de los materiales con alta resolución. En nuestro caso concreto, los estudios realizados permiten evaluar y optimizar la exfoliación y distribución de estos aditivos tipo 2D, dentro de la matriz polimérica. En la figura se muestran imágenes de microscopía electrónica (microscopía electrónica de transmisión, TEM, y microscopía electrónica de barrido, SEM)

de composites obtenidos a partir de la exfoliación de WS<sub>2</sub> mediante sonicación en dimetilformamida, DMF, (Fig. (a-b)) y mediante sonicación directa en la resina (Fig. (c-d)), donde pueden apreciarse los nanoaditivos (WS<sub>2</sub>) dentro de la matriz acrílica (resina) en ambos casos, evidenciando la posibilidad de evitar el empleo de disolventes externos.

En resumen, la ejecución del proyecto ha permitido contribuir al desarrollo de materiales poliméricos procesables mediante FA, obtenidos de la combinación de resinas con aditivos 2D (WS<sub>2</sub>). El proyecto se ha centrado en la optimización de la exfoliación y distribución de los aditivos, cruciales en las propiedades del composite, mediante la caracterización de los materiales con herramientas de microscopía electrónica, que permiten investigar la microestructura en gran detalle.

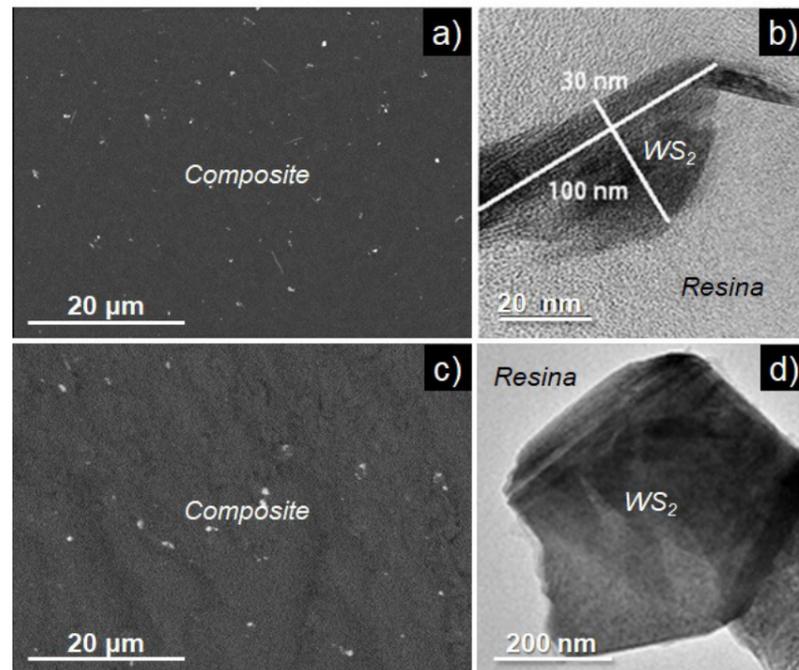


Figura 1. Imágenes del composite obtenido a partir de la exfoliación de WS<sub>2</sub> comercial mediante sonicación en DMF durante 120 min (a-b)) y sonicación directa en la resina (c-d)). Se incluyen imágenes de SEM (a) y (c)) con contraste composicional (las "partículas brillantes" se corresponden con la presencia de WS<sub>2</sub>) e imágenes de TEM (b) y d)) de los nanoaditivos (WS<sub>2</sub>) dentro de la matriz acrílica (resina).



La Dra. María de la Mata se licenció en Química por la Universidad de Oviedo. Tras cursar estudios de Máster en Ciencia y Tecnología de Materiales en la Universidad Autónoma de Barcelona, realiza su tesis doctoral en el Instituto de Ciencia de Materiales de Barcelona (ICMAB-CSIC), finalizada en 2015. Posteriormente, ha disfrutado de contratos posdoctorales en el Institut Català de Nanociència i Nanotecnologia (ICN2), en la Universidad de Lund (Suecia) y en la Universidad de Cádiz, donde actualmente es investigadora Juan de la Cierva Incorporación dentro del grupo de investigación Materiales y Nanotecnología para la Innovación (INNANOMAT, TEP946).

## TRATAMIENTOS PARA HORMIGÓN CON PROPIEDADES DESCONTAMINANTES

Luna, M, Mosquera, M.J.

Equipo de investigación Tamices Moleculares y Otros Nanomateriales, Instituto IMEYMAT, Facultad de Ciencias, Universidad de Cádiz.

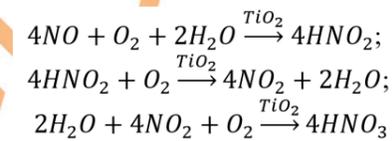
La contaminación del aire continúa siendo un serio problema en todo el mundo, concretamente, alrededor de 7000 kilotoneladas de óxidos de nitrógeno (NOX) son emitidas anualmente en Europa [1]. Esto es especialmente significativo en áreas urbanas debido a la presencia de actividad industrial y la gran cantidad de vehículos de combustión. El NO2 (la fracción más tóxica de los NOx) fue responsable de 417000 muertes prematuras en Europa en 2018 [2]. Por este motivo se están adoptando medidas para mejorar la calidad del aire de nuestras ciudades, como instaurar zonas de bajas emisiones con restricciones al tráfico [3].

Una alternativa para reducir la concentración de contaminantes en el aire de las ciudades es el uso del TiO2 para convertir las fachadas en los edificios en enormes superficies fotocatalíticas que capaces de eliminar los contaminantes por la simple acción de la luz solar [4]. La integración del TiO2 en una matriz de sílice permite crear recubrimientos con una gran adherencia en los materiales de construcción comunes y una buena durabilidad. Específicamente el grupo de investigación TEP243 de la Universidad de Cádiz ha desarrollado una metodología de síntesis sol-gel donde se incorporan nanopartículas de TiO2 [5]. De esta forma se obtiene un sol que puede ser aplicado directamente sobre edificios usando métodos de

Una alternativa para reducir la concentración de contaminantes en el aire de las ciudades es el uso del TiO2 para convertir las fachadas en enormes superficies fotocatalíticas que capaces de eliminar los contaminantes por la simple acción de la luz solar

aplicación convencionales como la pulverización, el rodillo o la brocha y que espontáneamente produce un recubrimiento TiO2/SiO2 con propiedades fotocatalíticas en la superficie del material tratado (ver Figura 1A).

Los materiales de construcción en los que se aplican estos tratamientos tienen la capacidad de eliminar los NOx cuando son irradiados con luz UV, gracias al fenómeno fotocatalítico del TiO2 permite la oxidación del NO y NO2 a través de sucesivas reacciones.



En la figura 1B podemos observar un ejemplo para una muestra de hormigón tratada con el producto fotocatalítico desarrollado en nuestros laboratorios. Al comenzar a irradiar con luz solar artificial la concentración de NO cae instantáneamente de forma brusca hasta reducirse a prácticamente la mitad de la concentración inicial. Al mismo tiempo se comienza a generar NO2 que como podemos observar en las ecuaciones anteriores es un intermedio en el proceso de oxidación de NO. De este modo la concentración total de

óxidos de nitrógenos totales (NOX) siempre es mayor que la NO, pero esta nunca alcanza el valor inicial lo que confirma la transformación en nitritos y nitratos que quedan depositados en la muestra y que posteriormente pueden eliminarse del material disueltos en el agua de la lluvia o del rocío.

De esta sencilla manera se demuestra como la aplicación gran escala de este tipo de tratamientos pueden actuar como una herramienta eficaz para combatir la contaminación presente en nuestras ciudades.

[1] European Environment Agency (EEA), European Union Emission Inventory Report 1990-2018 under the UNECE Convention on Long-Range Transboundary Air Pollution (LRTAP), 2020.

[2] European Environment Agency (EEA), Air Quality in Europe - 2020 Report, 2020.

[3] F.M. Santos, Á. Gómez-Losada, J.C.M. Pires, J. Hazard. Mater. 365 (2019) 632-641.

[4] J. Chen, C.S. Poon, Build. Environ. 44 (2009) 1899-1906.

[5] M. Luna, M.J. Mosquera, H. Vidal, J.M. Gatica, Build. Environ. 164 (2019) 106347.

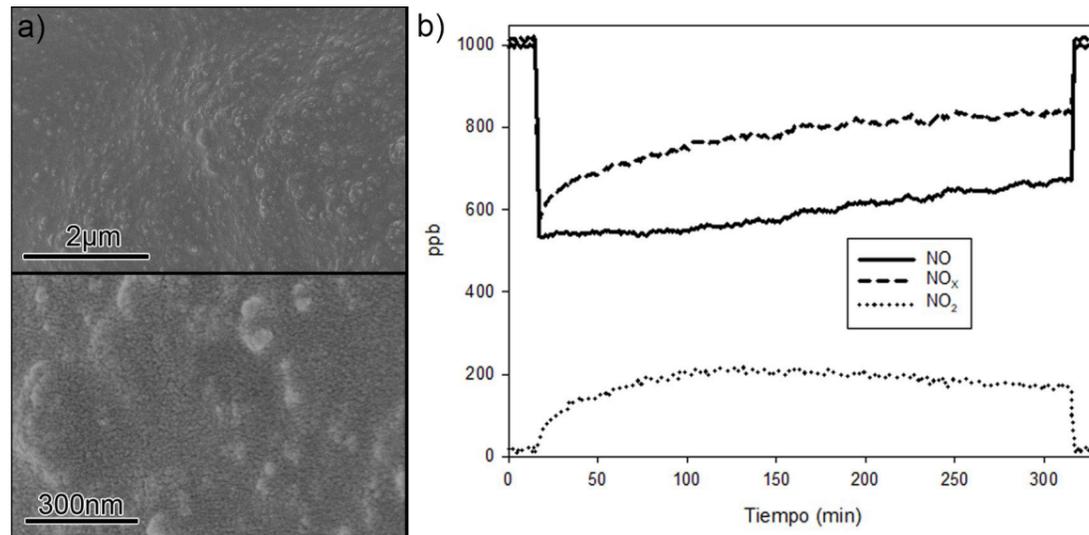


Figura 1. a) Imágenes de microscopía electrónica de barrido de la superficie de una muestra de hormigón con el tratamiento TiO2/SiO2. b) Perfiles de concentración de NO, NOx y NO2 obtenidos durante el ensayo de fotooxidación de NO para la muestra de hormigón con el tratamiento TiO2/SiO2



El Dr. Manuel Jesús Luna Aguilera se doctoró en 2019 en la Universidad de Cádiz. Es investigador postdoctoral en la Universidad de Cádiz perteneciendo al grupo de investigación TEP: 'Nanomateriales', desempeñando de investigación en el Departamento de Química Física de la Universidad de Cádiz. Su línea de investigación principal se basa en el desarrollo de fotocatalizadores y su aplicación en sustratos de construcción para producir materiales con propiedades autolimpiantes y descontaminantes.

## EVALUACIÓN MECÁNICA DE UNIONES ADHESIVAS EN COMPONENTES PINTADOS (MECADHE)

Ortega-Iguña, M., Chludzinski, M., Churiaque, C., dos Santos, R.E., Sanchez-Amaya, J. M.

Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica y Química Inorgánica, Escuela Superior de Ingeniería, Universidad de Cádiz.

Alcanzar soluciones eficientes y tecnológicamente avanzadas es uno de los retos del sector de transportes, sea por medio de la modernización de los materiales empleados, procesos de producción alternativos o desarrollo de procesos con menos tiempos de fabricación. En el caso del aumento en el rendimiento productivo, puede ser obtenido por una reducción de peso, que contribuirá en una disminución del consumo de combustible y puede estar asociada al empleo de materiales más ligeros o estructuras más sencillas, reduciendo además el impacto ambiental al disminuir la emisión de contaminantes.

Como estrategia, el uso de nuevos materiales y técnicas de fabricación pueden ser impulsados por el uso de uniones adhesivas pues esta tecnología presenta numerosas ventajas, como la reducción de peso, reducción de tiempos de ejecución y disminución de tiempos de reparación y reprocesos. Su empleo ya está consolidado en algunos sectores como la industria aeronáutica y la automovilística, sin embargo, en otras industrias, como en aplicaciones navales, los adhesivos se encuentran en una fase temprana de desarrollo. Por tanto, la finalidad del proyecto se centra en el estudio de uniones adhesivas de componentes sobre

estructuras pintadas con adhesivos sensibles a la presión (Pressure Sensitive Adhesives - PSA) de doble cara para aplicación naval.

Atendiendo a todas las características de cada aplicación es necesario realizar una correcta selección del adhesivo más adecuado para unir determinados materiales. Uno de los desafíos principales a los que se enfrentan los adhesivos en el sector marino es la predicción y validación del comportamiento de las uniones a las que están expuestas durante su aplicación y servicio. De esta forma es necesario desarrollar experimentos que demuestren las propiedades para cada condición y el cumplimiento de los requisitos técnicos que el sector demanda.

En este estudio se han trabajado con chapas rectangulares y perfiles en T de acero al carbono pintadas con recubrimiento de aplicación naval. En los materiales han sido aplicados el mismo esquema de pintura con dos capas, una de imprimación y otra de acabado. A partir de las cha-

pas pintadas, se han generado las uniones aplicando cintas adhesivas de doble cara de TESA modelos 7063 y 92111.

La evaluación mecánica de las uniones ha sido realizada en los dos modelos de cintas adhesivas por medio de ensayos de cizalla según la norma ISO 1465, midiendo la resistencia máxima, ductilidad y el modo de fallo (adhesivo/cohesivo). También se ha sido empleado ensayos de tracción para evaluar a resistencia de las uniones. Se ha observado a partir de los ensayos que a pesar de cambiar el tipo de esfuerzo al que se someten, los adhesivos resisten una fuerza similar cuando están expuestos a esfuerzos de cizalla y tracción. El PSA 7063 presenta unos valores de tensión ligeramente superiores a los observados con 92111. Se ha verificado que cuando los PSAs se someten a esfuerzos de cizalla actúa una mayor proporción de superficie efectiva (mayor cohesión) que cuando se somete a esfuerzos de tracción. Esto hace que los valores de resistencia a cizalla sean ligeramente mayores que los de resistencia a tracción.

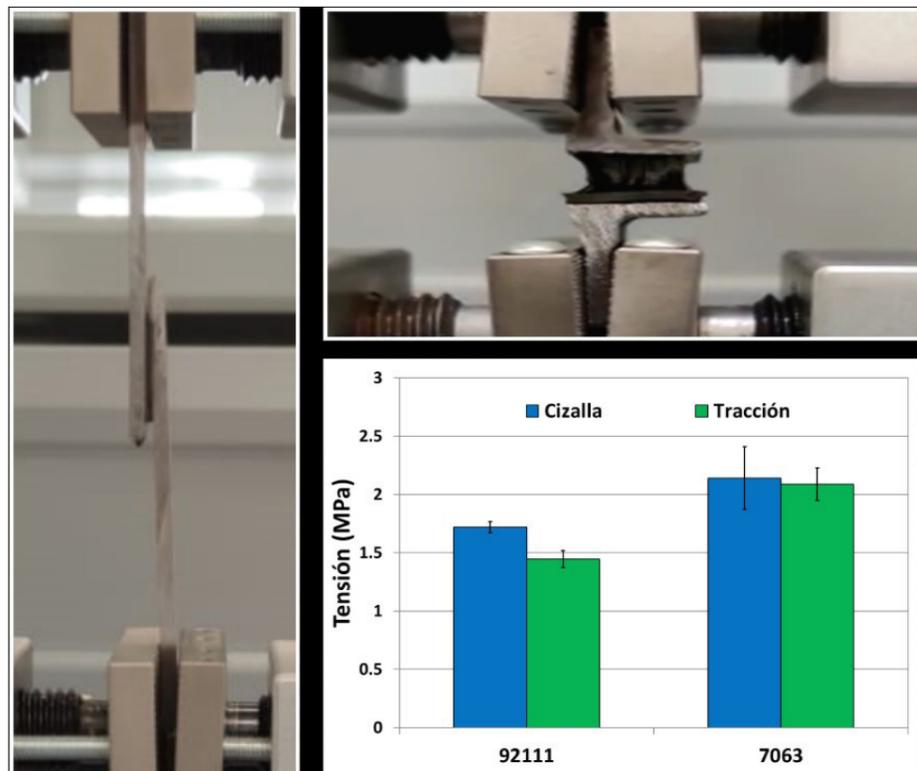


Figura 1. Probeta sometida a ensayo de cizalla (imagen izquierda); Probeta sometida a ensayo de tracción (imagen superior derecha); Datos de tensión máxima a cizalla y tracción registrados en probetas unidas por PSAs 7063 y 92111 (Figura inferior derecha).

## La finalidad del proyecto se centra en el estudio de uniones adhesivas de componentes sobre estructuras pintadas con adhesivos sensibles a la presión (Pressure Sensitive Adhesives - PSA) de doble cara para aplicación naval.



El Dr. Jose Maria Sanchez Amaya se licenció en Química en 1999 por la Universidad de Cádiz, donde también realizó su doctorado en 2006. Es Profesor Titular de Universidad desde 2018 en el Área de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica. Lidera una línea de investigación enfocada en tecnología de uniones de materiales metálicos.

## ADECUACIÓN DE LOS PARÁMETROS TERMOCRÓMICOS DE RECUBRIMIENTOS DE VO2 MEDIANTE LA MORFOLOGÍA A UNA MAYOR EFICIENCIA DE AHORRO ENERGÉTICO EN VENTANAS INTELIGENTES.

Ramírez del Solar M., J. Outon, Blanco E., Domínguez M., Bakkali H., Aguinaco A., Ortega D., Manuel J.M., Litrán, R.

Departamento de Física de la Materia Condensada, Facultad de Ciencias, Universidad de Cádiz.

Uno de los focos de atención de las estrategias de ahorro de energía es la construcción de edificios más sostenibles ya que suponen el 40% del consumo total. Las múltiples tecnologías propuestas se orientan a la reducción del consumo, pero manteniendo el confort y la comodidad de los edificios, dado que en los países más industrializados pasamos casi el 80% de nuestro tiempo en su interior. Una de las fuentes y sumideros de energía son las ventanas que usamos para mantener el contacto visual con el exterior y permitir la iluminación natural de las estancias. A través de ellas a menudo la energía que se cuela de fuera o que se nos escapa del interior es excesiva, por lo que hacerlas eficientes equivale a inteligentes como para conmutar su transmitancia de la energía solar. Entre los materiales cromogénicos que modifican de forma reversible su transmitancia como respuesta a un estímulo, los termocrómicos, que responden a la temperatura, son una alternativa sencilla y barata que aprovecha el efecto térmico asociado a la radiación infrarroja. El más estudiado es el VO<sub>2</sub>, cuyas propiedades termocrómicas están asociadas a una transición metal-aislante (MIT) (más bien metal-semiconductor, ligada a la transición estructural (SPT) desde una fase monoclinica (M) a una fase rutilo R). En la actualidad se admite que la fuerza conductora del proceso es un acoplamiento tanto de la transición metal aislante, inducida por las interacciones electrónicas (Modelo de Mott) como de la transforma-

ción de fase (SPT), inducida por distorsiones estructurales (Modelo de Peierls). El semiconductor, transparente a la radiación infrarroja, deja entrar la energía solar a baja temperatura, que es cuando se necesita, pero cuando se alcanza una temperatura crítica, 68°C para VO<sub>2</sub> masivo, el material sufre la transformación a la fase metálica que bloquea la radiación IR justo cuando el edificio demanda enfriarse, gracias al aumento de la absorción y la reflectancia de esta fase. Otro aspecto clave es que la %T en el visible no varía sensiblemente en esta transición, lo que permitiría mantener la luminosidad en el edificio. Para cuantificar ambos efectos se usan dos parámetros,  $\Delta T_{sol}$  y  $T_{lum}$ , que corresponden a la integral espectral de transmitancia solar y luminosa, respectivamente, evaluadas a partir de la transmitancia del material y de la sensibilidad espectral del ojo humano a la luz y del espectro de irradiancia solar para masa de aire 1.5.

Por tanto, los principales requisitos de recubrimientos termocrómicos en Smart Windows son: una modulación solar,  $\Delta T_{sol}$ , antes/después de la transición cercano al 20%, que nos asegure la conmutación a opaco al IR a alta temperatura, una transmitancia lumínica,  $T_{lum}$  siempre del 60% para que la iluminación no se vea comprometida y una  $T_c$  próxima a la temperatura de confort (25°C) para un ahorro eficaz en los sistemas AC/calefacción.

En este proyecto hemos preparado láminas de 30nm de espesor de nanocrisales de VO<sub>2</sub>(M) mediante dip-coating, a partir de un sono-sol estable de VO(acac)<sub>2</sub> y PVP que, tras secado y tratamiento térmico en atmósfera reductora, presentan un efecto termocrómico caracterizado por: la temperatura de transición,  $T_c$ , la disminución de la transmitancia en el NIR por encima de  $T_c$ , la histéresis calentamiento/enfriamiento (Figura 1).

Además de la medida de la transmitancia en el NIR en función de la temperatura o la evolución del espectro completo, la caracterización óptica de la lámina (constante dieléctrica, coeficiente de extinción, índice de refracción, etc) y el análisis de su evolución durante el calentamiento, nos permiten conocer aspectos relevantes de la transición que tiene lugar, pero observada a partir de parámetros tales como la energía del gap del semiconductor o la conductividad DC (figura 2). Estos parámetros presentan igualmente la histéresis característica cuyo perfil puede relacionarse

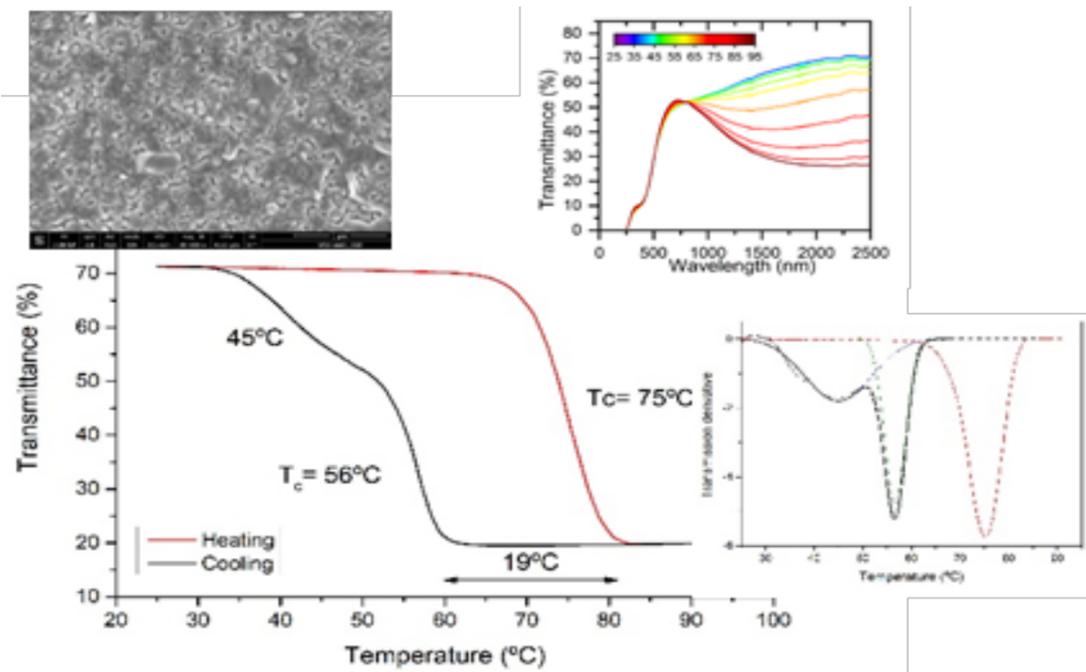


Figura 1. Variación de la transmitancia con la temperatura a 2000nm, vis-NIR (inset superior) y derivada (inset inferior).

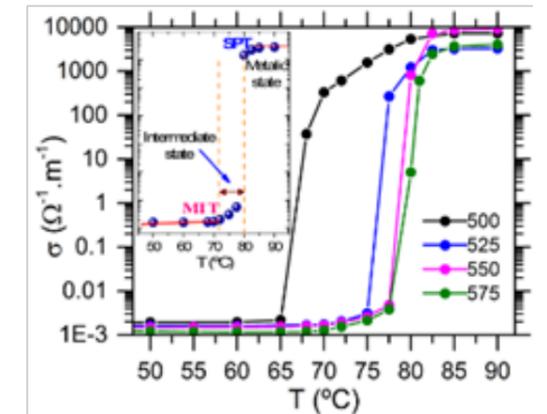
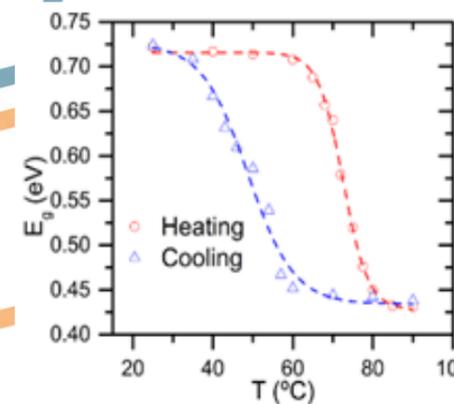


Figura 2. Evolución durante la transición de la Energía del gap y de la conductividad, evidenciando la MIT y SPT.

con la transición metal-aislante y con la transformación de fase estructural.

Las actuaciones que a menudo se proponen sobre el recubrimiento para mejorar alguno de los tres requisitos mencionados para esta aplicación (recubrimientos antireflectantes, dopado con otros elementos, uso de nanopartículas, etc.) a menudo perjudican los demás, por lo que debe alcanzarse un compromiso entre los tres. No obstante, la microestructura juega también un papel importante en estos parámetros dado que esta transformación, de tipo martensítica, se produce mediante procesos de nucleación y propagación que están condicionados por el tamaño de

partícula, los defectos microestructurales y las fronteras de grano o interfaces. En este sentido hemos conseguido a través de los parámetros de procesamiento sintetizar un recubrimiento con salto del 55% de transmitancia en el NIR al superar  $T_c$ , que se ha disminuido por debajo de  $60^\circ\text{C}$ , cuya transmitancia lumínica aumenta en el estado metálico y en el que se ha eliminado prácticamente la histéresis de la transición en la evolución de la transmitancia a  $2000\text{nm}$  (figura 3).

comprobar la eficacia de estos sistemas y su relación con los parámetros termocrómicos estándar mediante un sencillo experimento, en el que iluminamos con una lámpara

Estos parámetros presentan igualmente la histéresis característica cuyo perfil puede relacionarse con la transición metal-aislante y con la transformación de fase estructural.

IR un depósito de agua, cuyas paredes se aíslan térmicamente, y medimos la elevación de la temperatura de ésta cuando la radiación incide a través de una ventana de unos  $3\text{cm}^2$ . En la figura 4 se presenta la reducción de la temperatura del agua, con respecto a la que alcanza cuando se ilumina a través del vidrio, cuando la ventana incluye los recubrimientos de  $\text{VO}_2$  que bloquean parte de la radiación

infrarroja. La figura muestra que mediante este sistema la temperatura que alcanza agua se reduce hasta un 20%, existiendo cierta correlación de esta magnitud con el valor de  $\Delta T_{\text{sol}}$  calculado a partir de los espectros para cada una de las muestras.

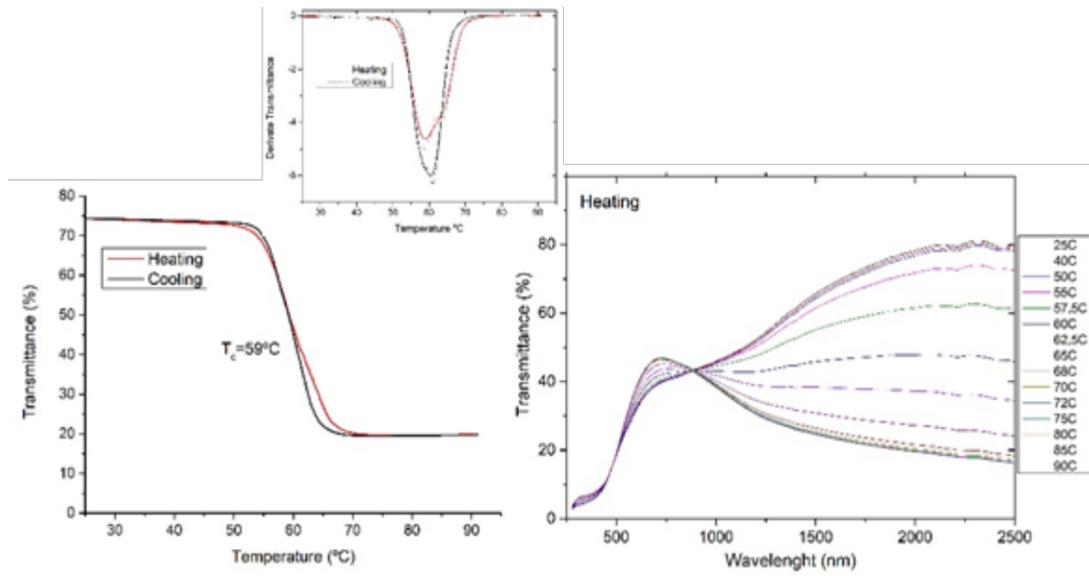


Figura 3. Transmitancia a  $2000\text{nm}$  y su derivada (inset) y evolución con la temperatura de los espectros de transmitancia vis-NIR de recubrimiento con histéresis casi nula.

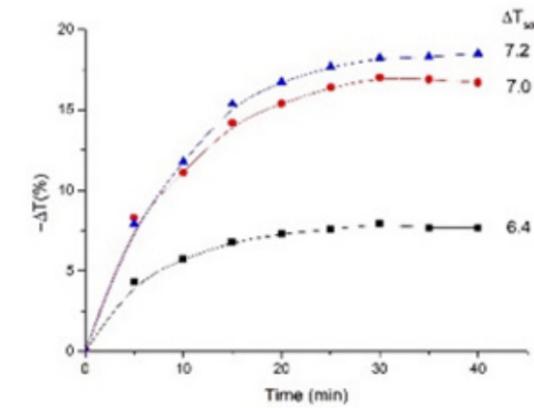


Figura 4. Reducción de la temperatura del agua iluminada con radiación NIR a través de un vidrio con recubrimiento en función del tiempo de exposición.



Milagrosa Ramírez del Solar es CU de Física de la Materia Condensada desde 2011. Se licenció en Química en 1987 en la Universidad de Cádiz donde se doctoró en Física en 1991. Ha realizado estancias de investigación en las universidades de Montpellier, Paris-Sud y Técnica de Dinamarca y es investigadora del Grupo de Magnetismo y Óptica aplicada donde centra su actividad en la preparación de nanomateriales, principalmente por sol-gel, y el estudio de sus propiedades ópticas.

## PULIDO QUÍMICO-MECÁNICO DE SUSTRATOS COMERCIALES DE MATERIALES DE ELEVADA DUREZA.

Alegre M.P.; Millán-Barba J.; Lloret F y Villar M.P.

Equipo de investigación: "Tecnología de la producción TEP-0120 línea diamante para dispositivos de potencia", Instituto IMEYMAT, Universidad de Cádiz

En la actualidad, se habla de la "Edad de la información". Este calificativo engloba una revolución mundial que ha sido posible gracias en parte al desarrollo de la industria de los semiconductores. Esta industria se ha basado en el empleo de materiales como el Si, el GaAs, el SiC y el GaN para la fabricación de todo tipo de dispositivos electrónicos y opto-electrónicos. Sin embargo, para dispositivos que operen en condiciones de servicio extremas, el diamante podría ser el material idóneo ya que tiene: i) la menor constante dieléctrica, ii) un elevado ancho de banda prohibida, iii) una excelente movilidad electrón-huecos, iv) un elevado voltaje de ruptura, v) una buena conductividad térmica y vi) puede operar a una temperatura superior a 600°C y una frecuencia mayor a 81GHz. Tales prestaciones hacen al diamante un material muy atractivo para su uso en la fabricación de microprocesadores de última generación, dispositivos de alta potencia, cristales dispersivos, espejos ópticos... No obstante, para que su implementación como material de futuro en la industria de semiconductores sea una realidad factible, hay que superar una serie de limitaciones asociadas a la calidad cristalina y tamaños de los sustratos que hay en el mercado y que se usan como base para crecer las estructuras de diamante homoepitaxial con las que se fabricarán todos estos dispositivos.

En el crecimiento de capas de materiales semiconductores mediante MPCVD ("Microwave plasma chemical vapor deposition") el sustrato empleado como base, juega un papel crucial en la consecución de capas de elevada calidad cristalina. Su rugosidad, miscut (grado de desorientación cristalográfica respecto a una reflexión determinada), imperfecciones cristalinas tales como hillocks y cristallitas, deterioran la calidad de los materiales crecidos sobre ellos. Además estas superficies, deben reunir una serie de características como son: i) rugosidad del orden de

las unidades de nanómetro, ii) baja densidad de defectos superficiales (etch pits, cristallitas y/o hillocks, iii) elevada calidad cristalina (baja densidad de dislocaciones y defectos planares) y iv) tamaños de oblea equiparables a las empleadas en la tecnología del Silicio para que puedan ser implementadas. Sin embargo, estos requerimientos no son encontrados en los sustratos comerciales que las empresas del sector ofertan, ya que tales sustratos suelen poseer una rugosidad superior, presentan defectos, tanto a nivel superficial como subsuperficial y son de menor tamaño.

La solución final a este problema pasa por desarrollar nuevas metodologías de pulido, que permitan mantener una baja densidad de defectos en el material, como herramienta base en la eliminación imperfecciones cristalinas, tanto las inherentes al sustrato como las producidas también por el pulido mecánico. No obstante, su implementación como proceso rutinario aún queda lejos de ser una realidad al haber aún muchos interrogantes en el proceso.

Es en este sentido la razón por la que la implementación de este proyecto significaría un avance tangible en la tecnología del diamante, ya que determinará los parámetros claves en la consecución de sustratos de diamante de elevada calidad cristalina y posibilitará crear un procedimiento rutinario que garantice la reproducibilidad de los resultados obtenidos.

El proyecto propone el empleo de una metodología de pulido "químico-mecánico" aplicable a sustratos de diamante comerciales HPHT y CVD de calidad óptica, tanto de nueva adquisición como reciclados, para ser implementados como base en el crecimiento de materiales semiconductores mediante MPCVD. Su puesta a punto

## Los defectos como las pajas, sobrenadan en la superficie; el que quiera encontrar perlas, debe sumergirse" John Dryden (1631-1700)

ha supuesto: i) el acondicionamiento del espacio destinado para la localización de la máquina de pulido (diseño de nuevas canalizaciones eléctricas, de saneamiento y suministro de aguas), ii) diseño de una nueva metodología de embutición de muestras y iii) acondicionamiento del sistema de pulido a las especificaciones de la metodología a aplicar.

Los resultados obtenidos tras la implementación del procedimiento desarrollado en este proyecto ("pulido

químico-mecánico"), posibilitan reducir la rugosidad de sustratos comerciales de diamante HPHT reutilizados en 2nm. Esta reducción se consigue al emplear: i) un plato de hierro dulce (bajo contenido en C), ii) un entorno básico compuesto por una disolución de agua oxigenada al 50%, iii) una presión de 5KN, iv) velocidad de rotación de 150rpm y v) 10 horas de trabajo.

Antes del pulido		Después pulido	
Rp	51.6nm	Rp	50.9nm
Rv	43.4nm	Rv	40.1nm
Rz	94.9nm	Rz	91.1nm
Rc	26.0nm	Rc	28.9nm
Rt	109nm	Rt	99.6nm
Ra	12.5nm	Ra	10.3nm
Rq	16.3nm	Rq	13.3nm
Rsk	0.300nm	Rsk	0.219nm
Rku	3.66nm	Rku	3.60nm
Rdc	23.4nm	Rdc	20.2nm

Figura 1. Resumen de los parámetros de la rugosidad superficial según norma ISO4287

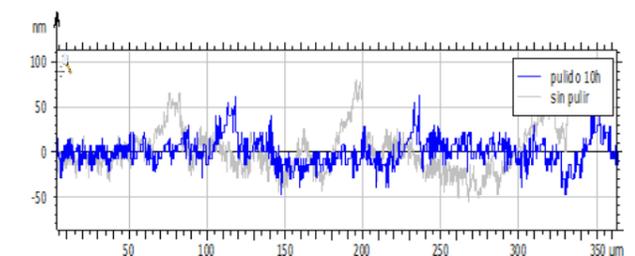


Figura 1. Perfiles de rugosidad realizados antes y después de un proceso de pulido de 10 horas sobre una muestra de diamante reutilizado. La rugosidad superficial desciende en 2nm tras su ejecución.



La Dra. María de la Paz Alegre Salguero se licenció en Química por la Universidad de Cádiz. Tras cursar estudios de Máster en Ciencias y Tecnologías Químicas en la misma Universidad, realiza su tesis doctoral en esta institución finalizándola en 2015 con la calificación "Sobresaliente cum laude". Tras su paso por la empresa privada, regresa en 2018 a la Universidad de Cádiz tras ganar un contrato como "Personal técnico de Apoyo a la investigación (PTA)" otorgado por el Ministerio de Universidades del que disfruta hasta enero de 2021. En la actualidad sigue trabajando en el seno de esta institución bajo un contrato posdoctoral como investigadora dado por la Junta de Andalucía.

## *Servicios Periféricos de Investigación ofertados por el Instituto IMEYMAT*



### Microscopio de Fuerza Atómica (AFM) Bruker

Topografía en modo contacto y contacto intermitente para la obtención de imágenes 3D de superficies mediante microscopía de fuerza atómica (AFM), microscopía de fuerza magnética (MFM) y microscopía térmica de barrido (SThM), con resolución nanométrica (hasta 5 nm en resolución vertical y hasta 100 nm x 100 nm en cuanto a tamaño del barrido). Determinación de rugosidad de superficies en este rango dimensional. Determinación de tamaño y forma de estructuras de tamaño nanométrico, con límite inferior determinado por el tamaño de la sonda empleada (mínimo 2 nm). Determinación y localización de objetos nanométricos magnéticos situados sobre una superficie de un material no magnético, mediante MFM. Determinación de tamaño y forma de regiones de diferente conductividad térmica en una superficie de baja rugosidad, mediante SThM. Además, se pueden emplear estas técnicas para el estudio de sistemas biológicos siempre que estos entes puedan ser depositados sobre un soporte plano y que su tamaño no exceda los límites del equipo.

### Medidor de conductividad térmica en materiales LASERCOMP, FOX 200.

Instrumento para medida de la conductividad térmica a una temperatura, de medida rápida mediante el método del flujo de calor. Permite operar con cualquier material sólido: metales, cerámicos, polímeros, compuestos, vidrios y gomas. Está especialmente pensado para plásticos celulares y láminas delgadas, además de permitir ensayos de piezas de tamaños típicos para edificación (normas ASTM C518 e ISO 8301). También permite medir espesores hasta 0,025mm. El tamaño y geometría típicos de las muestras son cuadradas de 200mm de lado y espesores hasta 52mm. El rango de temperaturas para el ensayo puede variar desde -20 °C hasta 75 °C.

### Elipsómetro Espectroscópico Woollam V-VASE

Equipo para la determinación de las constantes ópticas de materiales, tanto masivos, como películas delgadas, en el rango entre 190 nm y 3200 nm de longitud de onda. En este último caso permite la determinación de espesores con resolución del Angstrom y la realización de mapas topográficos de superficies de hasta 5 cm x 5 cm, con una resolución lateral de hasta 100 micras. El equipo también permite la realización de medidas de transmitancia, reflectancia y escaterometría de las muestras estudiadas.

### Espectrofotómetro UV-Vis-NIR Agilent Cary 5000

Equipo para la realización de espectros de transmisión y reflexión, especular y difusa, de muestras sólidas y líquidas, en el rango 200-3000 nm de longitud de onda. Equipado con esfera integradora.

### Espectrofotómetro UV Vis – PGI INSTRUMENTS T80+.

Espectrofotómetro UVVis de doble haz, con rendija variable a 0.5, 1.0, 2.0 y 5.0 nm. Sistema de detección mediante fotodiodo de silicio. Equipo autónomo que integra display LCD, conexión RS232 y cargador automático para 8 cubetas. Funciona bajo Software UV Win 5 para control desde PC. Rango de medida: 190 - 1100 nm. Rango fotométrico: de -0.3 a 3 Abs

### Perfilómetro mecánico, VEECO, DEKTAK 150

Perfilómetro mecánico de tipo palpador con puntas de medida: 50 nm, 0.7 micras y 12.5 micras. Resolución vertical 1 nm.

### Perfilómetro óptico multimodo, ZETA, ZETA300

Microscopio óptico 3D multimodo. Modos de medida: Confocal, Interferométrica, Multisuperficie, Texturas (QDIC/Nomarski), Reflectometría. Resolución hasta 1 nm (dependiendo de la técnica de medida). Incluye reflectómetro para medidas de espesores de capas delgadas.

### Estación de haces focalizados FIB - FEI QUANTA 3D

Preparación de muestras electrón-transparentes para microscopía electrónica de materiales y dispositivos. Nano-mecanizado mediante FIB de materiales y dispositivos. Preparación de muestras en forma de nano-agujas para análisis mediante tomografía electrónica y de sonda atómica (atom probe tomography), así como para otras aplicaciones que requieran esta geometría de muestra. Manipulación de muestras de distintos materiales a escala micro y nanométrica, incluyendo cortes en el material por ataque iónico, deposición de carbono o platino, transferencia de porciones de material a rejillas, etc. Análisis de materiales mediante electrones secundarios y con el haz de iones. Análisis 3D por haces de iones de distribución de precipitados u otras inclusiones en materiales y dispositivos mediante reconstrucción tomográfica.

### Espectrómetro raman, JASCO, NRS7200

Espectrómetro Raman dispersivo Jasco, modelo NRS-7200 con láseres de excitación de 532 nm, 785 nm y 1064 nm de longitud de onda. Máxima resolución 0.7 cm<sup>-1</sup>. Intervalo espectral 10 - 8000 cm<sup>-1</sup>.

### Microscopio Electroquímico de Barrido - SENSOLITICS

Equipo electroquímico multifuncional para aplicaciones en el campo de la nanotecnología.

### Magnetómetro de muestra vibrante (VSM)

Medidas de imanación a temperatura ambiente y en función de la temperatura (entre 2 y 400 K). Determinación de temperaturas de transición magnética (Curie, Neel) en el intervalo anterior. Granulometría magnética para estudios de pequeñas partículas metálicas y óxidos magnéticos. Medidas de ciclos de histéresis, permeabilidad, coercitividad para materiales blandos e imanes permanentes hasta campos magnéticos de 7 Teslas. Obtención de curvas de magnetización tras enfriamiento con campo y sin campo (curvas FC/ZFC).

### Estación de haces focalizados (FIB): TESCAN SOLARIS UHR FESEM\_FIB

Preparación de muestras electrón-transparentes para microscopía electrónica de materiales y dispositivos. Nano-mecanizado mediante FIB de materiales y dispositivos. Preparación de muestras en forma de nano-agujas para análisis mediante tomografía electrónica y de sonda atómica. Manipulación de muestras de distintos materiales a escala micro y nanométrica, incluyendo cortes en el material por ataque iónico, deposición de carbono o platino, transferencia de porciones de material a rejillas, etc. Análisis de materiales mediante SEM en modo electrones secundarios, con el haz de iones y catodoluminiscencia (77K). Análisis 3D por haces de iones de distribución de precipitados u otras inclusiones en materiales y dispositivos mediante reconstrucción tomográfica.

### Escáner 3D portátil CREAFORM MetraScan Black Elite y HandyScan 307 Silver

Captura de mediciones 3D exactas y repetibles de cualquier objeto, incluidos los de superficie compleja y superficies brillantes. Los objetos a escanear deben enviarse a la ubicación base del escáner, aunque podría considerarse el escaneo 'in situ' fuera de las instalaciones de la Universidad haciéndose frente al coste de desplazamiento (dieta de personal técnico y kilometraje).

### SEM – TESCAN VEGA 4

Fuente de tungsteno. Caracterización de muestras con SE, BSE, y mapas EDXS. Detector BSE de 4 cuadrantes para caracterización 3D de muestras de interés. Portamuestras con calentamiento-enfriamiento en el rango de -25 °C a +160 °C. Puerto feedthrough para poder hacer conexiones eléctricas para ensayos eléctricos in-situ. Caracterización óptica con detector de catodoluminiscencia en el rango óptico de 350 nm - 850 nm. Scripting para automatizar experimentos. Acceso remoto

## *¿Cómo acceder a estos servicios?*

Los servicios periféricos de investigación listados anteriormente son prestados por los investigadores del IMEYMAT responsables de los equipos y en algunos de ellos junto a técnicos que operan los equipos, pueden consultar las tarifas de dichos servicios a través del portal de atención al usuario del Instituto IMEYMAT accediendo a la siguiente URL <https://cau-imeymat.uca.es/> o en caso de ser usuario externo, puede realizar consultas o peticiones de presupuesto al correo [imeymat@uca.es](mailto:imeymat@uca.es)



Universidad  
de Cádiz