



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE HIDALGO

INSTITUTO DE CIENCIAS BÁSICAS E INGENIERÍA

MAESTRÍA EN CIENCIAS DE LOS MATERIALES

TESIS

**SÍNTESIS DE UN SISTEMA BIMETÁLICO CU-NI PARA SU
POTENCIAL APLICACIÓN COMO BIOSENSOR DE GLUCOSA**

Para obtener el grado de

Maestra en Ciencias de los Materiales

PRESENTA

Ing. Selene Libertad Rodríguez López

Directora

Dra. María Isabel Reyes Valderrama

Codirector

Dr. Salvador Ivan Garduño Vértiz

Mineral de la Reforma, Hidalgo, México, abril 2026



Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo

Instituto de Ciencias Básicas e Ingeniería

School of Engineering and Basic Sciences

Dirección

Office of the Director

Mineral de la Reforma, Hgo., a 24 de abril de 2026

Número de control: ICBI-D/861/2026

Asunto: Autorización de impresión.

MTRA. OJUKY DEL ROCIO ISLAS MALDONADO
DIRECTORA DE ADMINISTRACIÓN ESCOLAR DE LA UA EH

El Comité Tutorial de la tesis titulada **"SÍNTESIS DE UN SISTEMA BIMETÁLICO CU-NI PARA SU POTENCIAL APLICACIÓN COMO BIOSENSOR DE GLUCOSA"** realizado por la sustentante **Selene Libertad Rodríguez López** con número de cuenta **385802** perteneciente al programa de la **Maestría en Ciencias de los Materiales**, una vez que ha revisado, analizado y evaluado el documento recepcional de acuerdo a lo estipulado en el Artículo 110 del Reglamento de Estudios de Posgrado, tiene a bien extender la presente:

AUTORIZACIÓN DE IMPRESIÓN

Por lo que la sustentante deberá cumplir los requisitos del Reglamento de Estudios de Posgrado y con lo establecido en el proceso de grado vigente.

Atentamente
"Amor, Orden y Progreso"

El Comité Tutorial


Dra. María Isabel Reyes Valderrama
Directora de tesis


Dr. Salvador Ivan Garduño Vértiz
Codirector


Dra. Ana María Bolívar Miró
Titular


Dra. Rosa Angeles Vázquez García
Suplente


Dr. Gabriel Vergara Rodríguez
Director de ICBI



Ciudad del Conocimiento, Carretera Pachuca-Tulancingo
Km. 4.5 Colonia Carboneras, Mineral de la Reforma, Hidalgo,
México. C.P. 42184
Teléfono: 52 (771) 71 720 00 Ext. 40001
direccion_icbi@uaeh.edu.mx, vergara@uaeh.edu.mx

GVR/IBO
"Amor, Orden y Progreso"



uaeh.edu.mx

Dedicatoria

Primeramente, a Dios, por permitirme llegar a esta meta y darme la fuerza cada día.

A mi madre, por darme su apoyo, amor y comprensión en este trayecto.

A mi padre, gracias por ser mi ejemplo a seguir.

A mi sobrina, gracias por ser la luz en mi vida.

Agradecimientos

Agradezco en el presente trabajo:

A mis padres, Oscar Rodríguez Hernández y Sonia López Trejo, por siempre inculcarme a luchar por mis metas, por darme todo su amor y por apoyarme siempre en mis decisiones.

A mis hermanos Edén y Oscar, gracias por ser mi apoyo en los momentos difíciles, por enseñarme y darme siempre sus consejos.

A mi abuelo, Laurentino López Gómez, por ser un hombre de trabajo y siempre inculcarnos el estudio, tu partida es algo que me dejó marcada, sin embargo, tu presencia esta siempre conmigo.

Agradezco a mi equipo de trabajo, MAENA corporativo y al Ing. Mario Rubio por todo el aprendizaje y el apoyo para continuar con mis estudios de maestría. A mis compañeros analistas de producción, Ray y Luz, les agradezco las risas compartidas y su amistad. Extiendo también mi gratitud a todos los operadores de producción, quienes siempre me ofrecieron palabras de motivación que me impulsaron a seguir creciendo.

A mis amigos, Vicky, Joshua, Juan Pablo y Ave por siempre confiar en mí e impulsarme en esta etapa de mi vida, por escucharme cuando lo necesitaba y por distraerme en los momentos de estrés.

A Osvaldo Alvarado Jacinto, las palabras no bastarían para agradecer todo el cariño que me tienes y por siempre creer en mí.

A mi directora de tesis, Dra. María Isabel Reyes Valderrama, por todo su apoyo en este trabajo y por motivarme en momentos difíciles. Gracias por su enseñanza, dedicación y paciencia en este proceso.

A mi comité tutorial: Dr. Salvador Ivan Garduño Vértiz, Dra. Ana María Bolarín Miró y Dra. Rosa Angeles Vázquez García, gracias por el tiempo invertido en este trabajo, por todos los comentarios, sugerencias y contribuciones en esta investigación.

A mi compañera de laboratorio, Flor. Te agradezco por todo tu aprendizaje compartido, por tu paciencia y los regaños cuando era necesario, por la confianza y por hacer más amenos los días de mucho trabajo.

A todos mis compañeros de posgrado, gracias por compartirme sus conocimientos y sus investigaciones, por las risas y momentos agradables.

Finalmente agradezco a la Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo, por permitirme formar profesionalmente como Maestra en Ciencias de los Materiales, con el apoyo financiero de la Secretaría de Ciencia, Humanidades, Tecnología e Innovación.

Resumen

En este trabajo se desarrolló la síntesis de un sistema bimetalico de Cu–Ni mediante el método hidrotermal, evaluando la influencia del pH en la síntesis, en un intervalo de 5 a 10. Los materiales obtenidos fueron caracterizados por difracción de rayos X (DRX). En las muestras sintetizadas a pH 5-8 se identificó la fase hexagonal de β – Ni(OH)₂ y la fase cúbica centrada en las caras (FCC) del Cu; mientras que a pH 9 y 10 se identificaron las estructuras FCC del Cu y Ni, confirmando la formación del material bimetalico. El refinamiento de Rietveld permitió analizar la variación del parámetro de red, el tamaño de cristalito y la microdeformación en función del pH de síntesis.

Los estudios morfológicos mediante microscopía electrónica de barrido (MEB) revelaron la formación de estructuras tipo varilla y partículas esféricas aglomeradas, cuyas dimensiones disminuyen al incrementar el pH, alcanzando tamaños dentro de la escala nanométrica. La caracterización elemental mediante espectroscopia de dispersión de energía (EDS) confirmó la presencia de los elementos Cu y Ni en las muestras sintetizadas. Asimismo, la espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier con reflectancia total atenuada (FTIR-ATR) permitió identificar grupos funcionales relevantes y diferencias de composición entre los materiales obtenidos.

A partir de los materiales sintetizados se formularon tintas funcionales evaluando distintos surfactantes (Tritón X-100, etilenglicol y dodecil sulfato de sodio, SDS). Las propiedades de tensión superficial y ángulo de contacto fueron analizadas mediante un tensiómetro óptico sobre sustratos de vidrio y vidrio recubierto de óxido de indio-estaño (ITO), observándose que las tintas formuladas con SDS presentaron mayor capacidad de humectabilidad. En particular, la tinta con 0.4% en peso de SDS mostró la mejor estabilidad y homogeneidad, permitiendo la obtención de películas uniformes mediante el método drop casting.

Posteriormente, se evaluó la interacción del material con diferentes concentraciones de glucosa mediante espectroscopia FTIR-ATR. Finalmente, las películas obtenidas fueron analizadas frente a concentraciones de glucosa en el rango de 0 a 20 mM utilizando un equipo LCR en un intervalo de frecuencias de 0 a 1000 Hz. A partir de la variación de capacitancia se estimó la sensibilidad del material evidenciando su potencial aplicación como biosensor para la detección de glucosa.

Abstract

In this work, a bimetallic Cu–Ni system was synthesized using the hydrothermal method, and the influence of pH on the synthesis was evaluated over a range of 5 to 10. The resulting materials were characterized by X-ray diffraction (XRD). In the samples synthesized at pH 5–8, the hexagonal phase of β -Ni(OH)₂ and the face-centered cubic (FCC) phase of Cu were identified, whereas at pH 9 and 10, the FCC structures of Cu and Ni were identified, confirming the formation of the bimetallic material. Rietveld refinement allowed for the analysis of the variation in lattice parameters, crystallite size, and microdeformation as a function of synthesis pH.

Morphological studies using scanning electron microscopy (SEM) revealed the formation of rod-like structures and agglomerated spherical particles, whose dimensions decrease as the pH increases, reaching sizes in the nanometer range. Elemental characterization using energy-dispersive spectroscopy (EDS) confirmed the presence of Cu and Ni in the synthesized samples. Furthermore, Fourier-transform infrared spectroscopy- Attenuated total reflectance (FTIR-ATR) allowed for the identification of relevant functional groups and differences in composition between the materials obtained.

Functional inks were formulated from the synthesized materials by evaluating various surfactants (Triton X-100, ethylene glycol, and sodium dodecyl sulfate, SDS). The surface tension and contact angle properties were analyzed using an optical tensiometer on glass and indium tin oxide (ITO)-coated glass substrates, revealing that the inks formulated with SDS exhibited greater wettability. In particular, the ink containing 0.4% by weight of SDS exhibited the best stability and homogeneity, allowing for the production of uniform films via the drop casting method.

Subsequently, the interaction of the material with different glucose concentrations was evaluated using FTIR-ATR spectroscopy. Finally, the films obtained were analyzed against glucose concentrations in the range of 0 to 20 mM using an LCR instrument over a frequency range of 0 to 1000 Hz. Based on the change in capacitance, the sensitivity of the material was estimated, evidencing its potential application as a biosensor for glucose detection.

Contenido

Introducción	1
Capítulo I. Estado del arte	4
1.1 Antecedentes	4
1.2 Marco teórico.....	8
1.2.1 La ciencia de los materiales	8
1.2.2 Los nanomateriales.....	9
1.2.2.1 Clasificación de los nanomateriales	9
1.2.3 Sistemas bimetálicos.....	10
1.2.3.1 Sistema bimetálico Cu–Ni.....	10
1.2.3.2 Propiedades físicas y químicas	11
1.2.4 Métodos de síntesis	12
1.2.4.1 Método de reducción química.....	14
1.2.5 Aplicaciones de los materiales bimetálicos Cu–Ni	15
1.2.6 Biosensor.....	15
1.2.6.1 Componentes de un biosensor	15
1.2.6.2 Clasificación.....	16
1.2.6.3 Biosensores capacitivos.....	17
1.2.7 Técnicas de deposición	17
1.2.7.1 Método de deposición por goteo (Drop casting).....	18
1.3 Objetivos	19
1.3.1 Objetivo general	19
1.3.2 Objetivos específicos.....	19
1.4 Hipótesis.....	19
Capítulo II. Metodología experimental	21
2.1 Reactivos	21
2.2 Equipo utilizado para la caracterización	22
2.3 Síntesis del sistema bimetálico Cu–Ni con variación del pH.....	23
2.4 Reacciones químicas.....	24
2.5 Formulación de tintas.....	25
2.6 Formación de películas a partir de las tintas.....	25
2.7 Evaluación del material en interacción con glucosa	26
Capítulo III. Resultados y discusión	29

3.1	<i>Caracterización por difracción de rayos X</i>	29
3.1.1	<i>Refinamiento de Rietveld</i>	32
3.2	<i>Caracterización morfológica y composicional del sistema Cu–Ni en función del pH.</i>	34
3.3	<i>Caracterización por espectroscopia FTIR-ATR</i>	41
3.4	<i>Evaluación de tintas</i>	43
3.4.1	<i>Medición del ángulo de contacto en tintas con diferentes surfactantes</i>	43
3.4.2	<i>Evaluación de tintas con variación de porcentaje en peso en SDS</i>	47
3.5	<i>Tensión superficial</i>	51
3.6	<i>Evaluación por FTIR-ATR de la interacción del material con soluciones de glucosa</i>	53
3.7	<i>Evaluación del sistema como capa activa en interacción con la glucosa</i>	56
	Conclusiones	63
	Referencias	64
	Productos	73

Introducción

La diabetes es considerada la segunda causa de mortalidad en México. De acuerdo con el Instituto Nacional de Estadística y Geografía (INEGI) en el periodo de enero a junio del 2025, se registraron 30,578 defunciones atribuibles a esta enfermedad, de las cuales 15,218 corresponden a mujeres y 15,360 a hombres [1]. Este panorama evidencia la necesidad de desarrollar herramientas de diagnóstico y monitoreo que permitan un control oportuno de los niveles de glucosa en el organismo. En este contexto, los biosensores de glucosa han adquirido gran relevancia debido a su capacidad para detectar concentraciones de este analito de manera más rápida, sensible y selectiva.

En las últimas décadas, la nanotecnología ha impulsado avances en el campo de ciencias de los materiales, permitiendo obtener el desarrollo de materiales en escala nanométrica que presentan propiedades físicas y químicas distintas a las observadas en materiales a escala macroscópica [2]. Estas propiedades incluyen una mayor área superficial, cambios en la estructura electrónica y mejoras en la actividad catalítica, características que resultan particularmente atractivas para aplicaciones en dispositivos de detección química y biológica.

En este contexto, los nanomateriales metálicos han despertado un creciente interés en el desarrollo de biosensores debido a sus propiedades ópticas, térmicas, eléctricas y químicas, las cuales dependen en gran medida de su tamaño, morfología y composición [4]. Sin embargo, los nanomateriales monometálicos pueden presentar limitaciones en términos de sensibilidad, estabilidad y selectividad cuando se emplean en aplicaciones de detección electroquímica de glucosa [5].

Una estrategia para superar estas limitaciones consiste en el uso de nanomateriales bimetalicos, los cuales combinan las propiedades de dos materiales diferentes y pueden generar efectos sinérgicos que mejoran la transferencia de electrones y la actividad electrocatalítica. Además, la interacción entre ambos metales puede favorecer la estabilidad estructural del material y aumentar el número de sitios activos para las reacciones electroquímicas debido a que se tiene una mayor área de superficie en comparación con los nanomateriales monometálicos [6].

Entre los materiales metálicos utilizados en el desarrollo de biosensores se encuentran los metales nobles como oro (Au), plata (Ag), platino (Pt), así como metales de transición como cobre (Cu) y níquel (Ni) [3].

El cobre presenta propiedades fisicoquímicas que permiten su aplicación en áreas como electrónica, catálisis y tecnologías antimicrobianas. No obstante, cuando se encuentran en escala nanométrica, pueden presentar limitaciones en el transporte de electrones debido

al incremento de los efectos asociados a la relación superficie-volumen, tales como los límites de grano, la dispersión superficial y el confinamiento cuántico [7].

Por otra parte, el níquel es un metal de transición que presenta propiedades funcionales interesantes en dimensiones nanométricas destacando por su respuesta magnética, su alta energía superficial, su estabilidad química y su punto de fusión relativamente bajo. Estas características lo convierten en un material atractivo para aplicaciones en dispositivos electroquímicos, catalizadores heterogéneos y biosensores [8]. Asimismo, su abundancia natural y su bajo costo lo posicionan como una alternativa viable para el desarrollo de materiales avanzados en aplicaciones electroquímicas y electrónicas [9].

En este sentido, los sistemas bimetálicos Cu–Ni han sido ampliamente estudiados en aplicaciones relacionadas con la detección electroquímica de glucosa, debido a su capacidad para favorecer la transferencia de electrones y mejorar la actividad catalítica del material. Diversos estudios han explorado la influencia de parámetros de síntesis, como la relación molar de los precursores o las condiciones de reacción, con el fin de optimizar las propiedades fisicoquímicas del material y mejorar el desempeño de biosensores basados en estos sistemas [10]. En este sentido, la presente investigación tiene como objetivo sintetizar y caracterizar un sistema bimetálico de Cu–Ni mediante el método hidrotermal para evaluar su potencial aplicación como biosensor de glucosa.

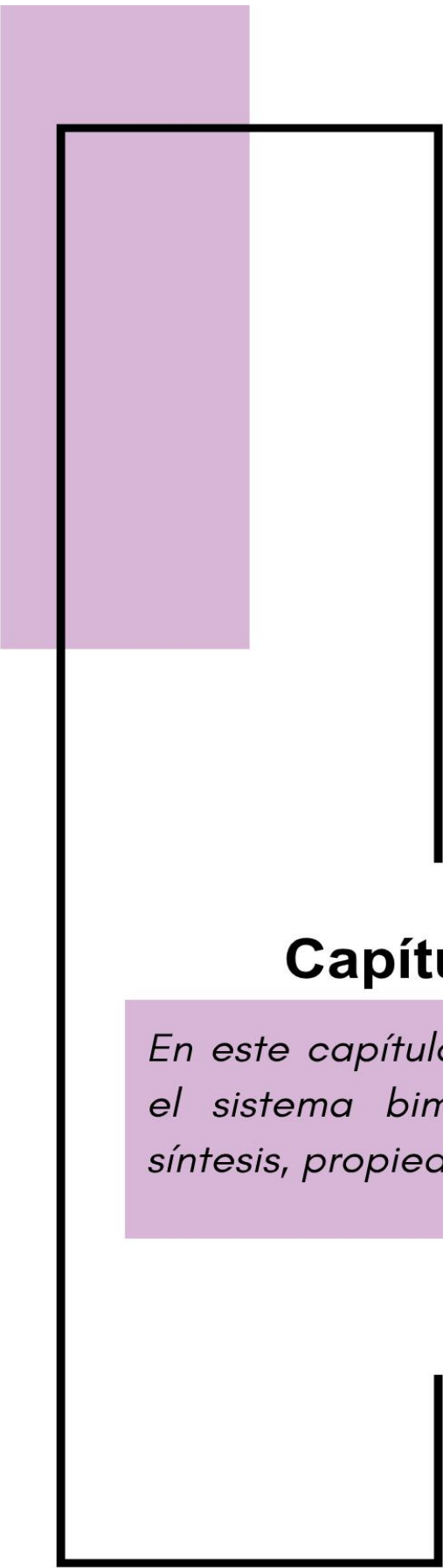
La presente tesis se organiza de la siguiente manera.

En el Capítulo I: se presenta el estado del arte que incluye los antecedentes y el marco teórico relacionado con los nanomateriales, los métodos de síntesis, y su aplicación en biosensores.

En el Capítulo II se describe la metodología experimental empleada, incluyendo los materiales utilizados y las caracterizaciones realizadas.

En el Capítulo III se presentan y discuten los resultados obtenidos a partir de las diferentes caracterizaciones realizadas.

Finalmente, se exponen las conclusiones del trabajo, así como las referencias bibliográficas y los anexos correspondientes.

A decorative graphic consisting of a solid purple rectangle in the top-left corner and a black L-shaped frame that encloses the text area.

Capítulo I. Estado del arte

En este capítulo se abordan aspectos relacionados con el sistema bimetálico Cu-Ni, así como métodos de síntesis, propiedades y sus potenciales aplicaciones.

Capítulo I. Estado del arte

1.1 Antecedentes

Los nanomateriales han despertado un gran interés en la comunidad científica debido a las propiedades físicas y químicas que presentan cuando sus dimensiones se encuentran en la escala nanométrica, se tiene la teoría de que los materiales nanoestructurados surgieron a partir de los meteoritos generados durante el proceso del Big Bang, desde entonces se les ha vinculado con el desarrollo de la vida en la tierra [11].

Los nanomateriales han sido utilizados por los humanos desde la época prehistórica. Asimismo, han tenido diversos avances en las distintas civilizaciones antiguas y a lo largo de diversas épocas. En la Figura 1.1 se presenta la cronología del desarrollo de la nanotecnología desde sus inicios [12].

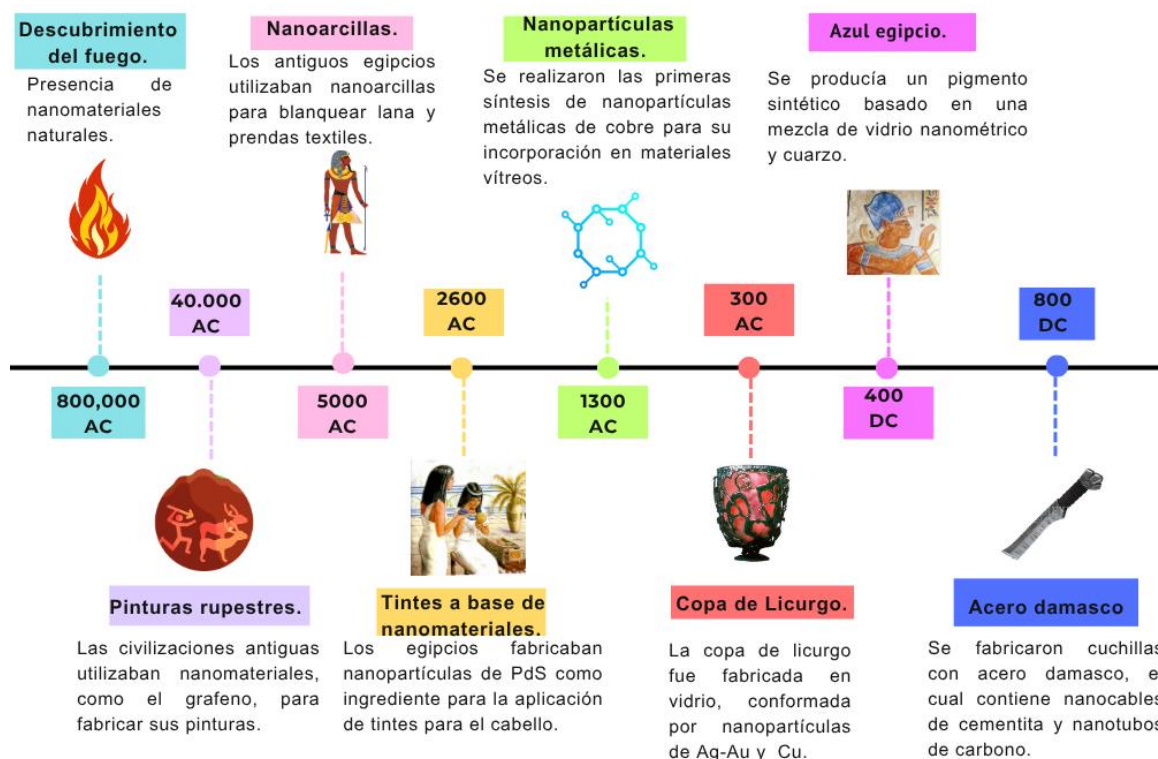


Figura 1.1. Cronología de las civilizaciones antiguas, donde utilizaron nanomateriales sin conocer sus características.

Desde el surgimiento de los nanomateriales, ha existido un creciente interés en la obtención de nanomateriales metálicos, con el objetivo de potenciar sus propiedades. A lo largo de las últimas décadas, se han desarrollado numerosas investigaciones sobre estos materiales y su aplicación en el campo biomédico, centrándose inicialmente en el oro debido a que posee propiedades ópticas y electromagnéticas distintivas, las cuales no se presentan en estado macroscópico [13-15]. En 2004, se reportó la primera investigación sobre nanopartículas de oro aplicadas en biosensores de glucosa, donde se demostró que, al

presentar diámetros inferiores a 10 nm, eran capaces de oxidar la molécula de glucosa a gluconato sin necesidad de estabilizadores, destacando así sus propiedades catalíticas y su potencial aplicación [16]. Este hallazgo sentó las bases para el estudio y la síntesis de nuevos nanomateriales metálicos aplicados en esta área.

Con el desarrollo de los nanomateriales metálicos, surgió un creciente interés por mejorar sus propiedades mediante el diseño y la síntesis de materiales bimetalicos, debido a las ventajas derivadas de la combinación de dos elementos a escala nanométrica [17]. Los estudios sobre nanomateriales bimetalicos se remontan a la década de 1960, cuando Morrins y Collins lograron sintetizar nanopartículas bimetalicas de oro-plata [17].

En el ámbito de la biodetección, se ha priorizado el desarrollo de materiales con morfología y dimensiones controladas. Diversos estudios han comparado nanomateriales monometálicos y bimetalicos, encontrando que estos últimos presentan mayor sensibilidad, atribuida al efecto sinérgico entre ambos componentes metálicos.

En años recientes, la investigación sobre materiales bimetalicos se ha centrado en su aplicación en biosensores de glucosa, evaluando diversas metodologías de síntesis y analizando parámetros de desempeño, como la sensibilidad, el límite de detección y la estabilidad.

En el 2020, So Eun Kim y colaboradores reportaron la síntesis de microesferas bimetalicas Cu–Ni mediante el método hidrotermal, empleando como precursores $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ y $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$. En una primera etapa, se sintetizaron microesferas de níquel. Posteriormente, fue dispersado en una solución de $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$ para obtener microesferas bimetalicas Cu–Ni. El material resultante presentó un diámetro promedio de 5 nm y fue utilizado para modificar un electrodo de carbón vítreo mediante el método de drop casting. El electrodo modificado se empleó en un biosensor electroquímico no enzimático para la detección de glucosa, evaluado mediante voltamperometría cíclica y cronoamperometría. El sistema presentó una sensibilidad de $496 \mu\text{A mM}^{-1} \cdot \text{cm}^{-2}$ y un límite de detección de 0.4 μM . Finalmente, el sensor fue evaluado en muestras sanguíneas reales, demostrando su aplicabilidad [18].

También en 2020, Tarun Kumar Dhiman y colaboradores sintetizaron CuO recubierto con PVA mediante el método de coprecipitación. Se preparó una solución 0.1 M utilizando el $\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$. Posteriormente se añadió PVA y NaOH 0.25 M. La solución fue filtrada y secada en un horno a 80°C durante 24 h. seguido de una calcinación a 350°C durante 2 h. El material obtenido se dispersó en agua desionizada y se depositó sobre sustratos de vidrio/ITO para la formación de películas. Con este procedimiento se desarrolló un biosensor capacitivo evaluado mediante un equipo LCR. El sistema mostró una sensibilidad de $0.1157 \mu\text{F mM}^{-1} \cdot \text{cm}^{-2}$ y un límite de detección de 0.1628 μM [19].

En el 2021, Wang Pan y colaboradores sintetizaron nanomateriales bimetálicos de Cu–Ni mediante el método hidrotermal a 100°C durante 8 h, utilizando como precursores $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ y $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$, además de $\text{C}_8\text{H}_6\text{O}_4$ como ligando orgánico. En este estudio se evaluó el efecto de la relación molar Cu–Ni sobre la morfología final del material, observándose que una proporción 1:6 favorecía la formación controlada de nanohojas. El material obtenido se utilizó para modificar un electrodo de carbón vítreo mediante drop casting y se evaluó en un sistema electroquímico de tres electrodos. Los resultados mostraron una sensibilidad de $1832 \mu\text{A mM}^{-1} \cdot \text{cm}^{-2}$ y un límite de detección de 15 μM , lo que evidenció la elevada actividad catalítica del níquel hacia la oxidación de la glucosa [10].

También en 2021, Bingfang Wang y colaboradores desarrollaron un biosensor basado en un material bimetálico Cu–Ni, sintetizado por el método hidrotermal, empleando como precursores $\text{NiCl}_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$ y $\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$. El material se utilizó para formar películas delgadas y uniformes, depositadas sobre un dispositivo de transistor de efecto de campo (FET). Se evaluó la influencia de la relación molar Cu–Ni en el desempeño del biosensor encontrando que a 7:1 se presentó el mejor rendimiento, con una sensibilidad de $26.05 \mu\text{A mM}^{-1} \cdot \text{cm}^{-2}$ y un límite de detección de 0.51 μM . Sin embargo, el sistema mostró una baja estabilidad a largo plazo, lo que limita su aplicación en sensores desechables [20].

Durante 2021, Ahmed Bahgat Radwan y colaboradores recubrieron carbón mesoporoso con nanopartículas de Cu–Ni obtenidas mediante síntesis hidrotermal a partir de $\text{Cu}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3 \text{H}_2\text{O}$ y $\text{Ni}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 6 \text{H}_2\text{O}$. El carbón mesoporoso se incorporó a la solución precursora en presencia de ácido oleico y oleilamina y la mezcla fue sometida a tratamiento hidrotermal a 180°C durante 8 h, seguido de un recocido a 700°C en atmósfera argón. El material resultante presentó nanopartículas inferiores a 100 nm y un tamaño de cristalito promedio de 12 nm. En las pruebas electroquímicas, el biosensor alcanzó un límite de detección de 5.2 μM y una sensibilidad de $11.7 \mu\text{A mM}^{-1} \cdot \text{cm}^{-2}$ [21].

En 2022, Brianna Barbee y colaboradores desarrollaron películas delgadas de Cu–Ni mediante pulverización catódica para la detección no enzimática de glucosa. Las películas se depositaron sobre un sustrato de silicio y fueron evaluadas en términos de sensibilidad, selectividad, reproducibilidad y estabilidad mediante técnicas electroquímicas. El sensor alcanzó una sensibilidad de $3517.2 \mu\text{A mM}^{-1} \cdot \text{cm}^{-2}$ en un rango de concentración de 0.01 a 2 mM y un límite de detección de 1.86 μM [22].

En 2023, Rashmi Ghosh y colaboradores sintetizaron electrocatalizadores bimetálicos de Cu–Ni mediante reducción electroquímica para la oxidación de glucosa. En este proceso, nanopartículas de Cu–Ni fueron depositadas sobre electrodos de titanio mediante un sistema electroquímico que empleó una placa de Pt como ánodo y de Ti como cátodo. Las pruebas electroquímicas mostraron una sensibilidad de $420 \mu\text{A mM}^{-1} \cdot \text{cm}^{-2}$ y un límite de detección de 62.5 μM [23].

En 2024, Ruiwei Wang y colaboradores desarrollaron un sensor flexible de glucosa no enzimático para la detección en muestras de sudor. El sensor fue fabricado mediante electrodeposición de Cu–Ni sobre un electrodo serigrafiado de carbono. El sistema presentó una sensibilidad de $5507.4 \mu\text{A mM}^{-1} \cdot \text{cm}^{-2}$, un rango de detección de 0.025 a 2.275 mM y un límite de detección de $0.149 \mu\text{M}$, demostrando así su potencial para aplicaciones en biosensores portátiles [24].

Finalmente, en 2025, Li Jiamu y colaboradores desarrollaron electrodos bimetálicos de Cu–Ni mediante técnicas de electrodeposición. El electrodo fue fabricado a partir de $\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$ como agente precursor y una placa de níquel como sustrato; además, se evaluó la influencia del tiempo al realizar la electrodeposición. Se realizaron pruebas electroquímicas, en las cuales el electrodo presentó una sensibilidad máxima de $16.826 \mu\text{A mM}^{-1} \cdot \text{cm}^{-2}$ y un límite de detección de $0.4 \mu\text{M}$. Considerando los niveles típicos de glucosa en el sudor humano ($\sim 50 \mu\text{M}$), este sensor tiene un potencial para aplicaciones de monitorización no invasiva [25].

En la Tabla 1.1 se presenta una comparación de los antecedentes mencionados, en donde muestran los valores de sensibilidad y límite de detección reportados en la literatura para diferentes materiales y métodos de síntesis.

Tabla 1.1. Comparación de materiales y su respuesta como biosensor de glucosa.

Material	Método de síntesis	Tipo de sustrato	Sensibilidad	Límite de detección μM	Referencias
Cu–Ni	Hidrotermal	Carbón vítreo	$496 \mu\text{A mM}^{-1} \cdot \text{cm}^{-2}$	0.4	[18]
CuO-PVA	Coprecipitación	ITO	$0.11 \mu\text{F mM}^{-1} \cdot \text{cm}^{-2}$	0.16	[19]
Cu–Ni	Hidrotermal	Carbón vítreo	$1832 \mu\text{A mM}^{-1} \cdot \text{cm}^{-2}$	15	[10]
Cu–Ni	Hidrotermal	FET	$26.05 \mu\text{A mM}^{-1} \cdot \text{cm}^{-2}$	0.51	[20]
Carbón mesoporoso recubierto con Cu–Ni	Hidrotermal	Carbón vítreo	$11.7 \mu\text{A mM}^{-1} \cdot \text{cm}^{-2}$	5.20	[21]
Cu–Ni	Pulverización catódica	Silicio	$3517.2 \mu\text{A mM}^{-1} \cdot \text{cm}^{-2}$	1.86	[22]
Cu–Ni	Reducción electroquímica	Titanio	$420 \mu\text{A mM}^{-1} \cdot \text{cm}^{-2}$	62.50	[23]
Cu–Ni	Electrodeposición	Carbono	$5507.4 \mu\text{A mM}^{-1} \cdot \text{cm}^{-2}$	0.14	[24]
Cu–Ni	Electrodeposición	Níquel	$16,826 \mu\text{A mM}^{-1} \cdot \text{cm}^{-2}$	0.4	[25]

Se evidencia que la sensibilidad y el límite de detección de los biosensores de glucosa están influenciados por el material, el tipo de sustrato y la técnica de síntesis. En particular, el material bimetálico de Cu–Ni ha demostrado tener un alto potencial en el desarrollo de biosensores de glucosa.

A pesar de los avances reportados en el desarrollo de biosensores basados en materiales bimetálicos Cu–Ni, diversos estudios se han centrado principalmente en la optimización de las relaciones molares de los precursores, el diseño de electrodos modificados y la evaluación de su desempeño electroquímico mediante diferentes técnicas de detección. Sin embargo, persiste la necesidad de comprender con mayor profundidad cómo los parámetros de síntesis, particularmente el pH de la solución durante el proceso hidrotérmal, influyen en la formación de las fases cristalinas, la morfología y las propiedades estructurales del material bimetálico. Asimismo, son limitados los estudios que analizan la relación entre estas propiedades y la formulación de tintas funcionales para la obtención de películas activas destinadas a sistemas de detección de glucosa. En este contexto, resulta relevante profundizar en el estudio de materiales bimetálicos Cu–Ni sintetizados bajo diferentes condiciones de pH y evaluar su influencia en las propiedades del material así como en su potencial aplicación como biosensor de glucosa.

1.2 Marco teórico

1.2.1 *La ciencia de los materiales*

Desde los inicios de la humanidad, el ser humano ha estado estrechamente vinculado con el desarrollo de los materiales, buscando manipular y aprovechar sus propiedades para satisfacer diversas necesidades. Un material puede definirse como una materia prima destinada a aplicaciones específicas; en este sentido, la ciencia de los materiales se centra en el estudio de la relación entre la estructura y las propiedades del material. Esta disciplina integra conocimientos de física, química, ingeniería y biología, lo que la convierte en un campo multidisciplinario [26].

Tradicionalmente, los materiales se clasifican en distintos grupos según su composición química y su estructura atómica. La clasificación principal incluye metales, cerámicos y polímeros; no obstante, también se consideran otros dos grupos: los materiales compuestos (compósitos) y los semiconductores. En la Figura 1.2 se muestra esta clasificación junto con algunas características más representativas. Esta clasificación, aunque tradicional, ha evolucionado con el surgimiento de nuevos materiales avanzados, como los nanomateriales y los materiales inteligentes, que amplían las fronteras del conocimiento y ofrecen soluciones innovadoras a los retos tecnológicos y sociales [27].



Figura 1.2. Clasificación de los materiales y sus características.

1.2.2 Los nanomateriales

De acuerdo con el Sistema Internacional de Unidades, el prefijo *nano* hace referencia a una milmillonésima parte de un metro (10^{-9} m). La nanociencia y la nanotecnología constituyen campos científicos dedicados al estudio, procesamiento y aplicación de materiales en escala nanométrica [28].

Los nanomateriales se caracterizan por poseer dimensiones externas o estructuras internas en el rango de 1 a 100 nm. No obstante, aún no existe una definición universalmente aceptada. Una de las propiedades más relevantes que ha despertado gran interés científico es que, dependiendo de su tamaño y morfología, los nanomateriales, pueden tener diversas aplicaciones, derivadas principalmente de su alta relación superficie-volumen. En comparación con los materiales a granel, los nanomateriales exhiben una relación de área superficial-volumen significativamente mayor, lo cual constituye un factor crítico en su reactividad. Al incrementar dicha relación, se generan más sitios activos para reacciones catalíticas, procesos de adsorción y otras interacciones superficiales [28-29].

1.2.2.1 Clasificación de los nanomateriales

Todos los materiales poseen tres dimensiones espaciales: largo, ancho y alto. Cuando al menos una de esas dimensiones se encuentra en la escala nanométrica, el material puede considerarse un nanomaterial [28].

De acuerdo con el número de dimensiones que permanecen fuera del rango nanométrico, los nanomateriales se clasifican en cuatro categorías principales, las cuales se muestran en la Figura 1.3.

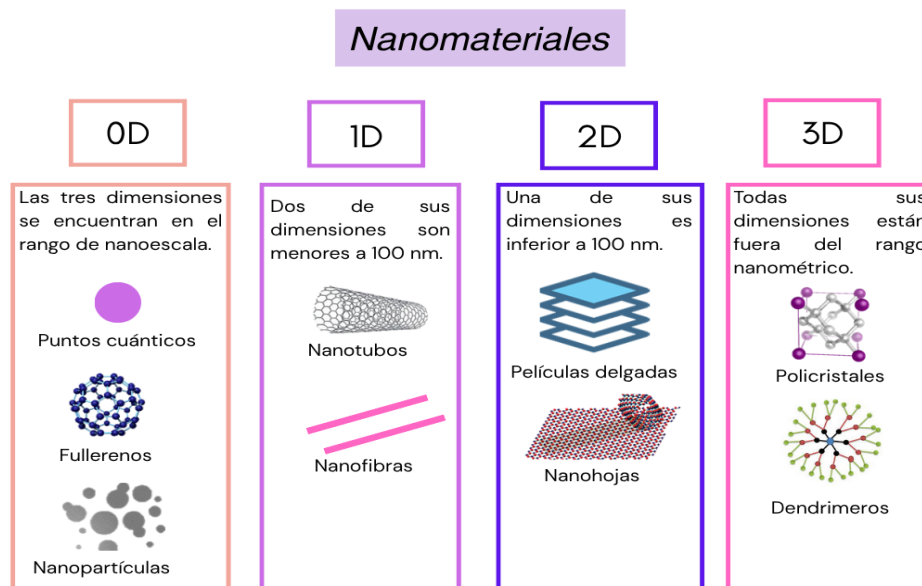


Figura 1.3. Clasificación de los nanomateriales según el número de dimensiones en escala nanométrica.

1.2.3 Sistemas bimetálicos

Los materiales metálicos, en la escala nanométrica presentan alta resistencia mecánica, buena maleabilidad y propiedades electromagnéticas sobresalientes. Estas características han permitido su aplicación en campos como la catálisis, aplicaciones magnéticas, arquitectura y medios de transporte [30]. El estudio de materiales metálicos a esta escala nanométrica despertó un creciente interés científico por la combinación de dos elementos metálicos.

Un sistema bimetálico es una estructura compuesta por dos componentes metálicos [31]. Cuando los constituyentes metálicos se encuentran en la escala nanométrica, el material resultante presenta propiedades distintas a las observadas en su forma a granel. Este fenómeno se atribuye al efecto sinérgico derivado de la interacción entre ambos metales, lo que da lugar a propiedades físicas, eléctricas, químicas y ópticas únicas, estrechamente relacionadas con su tamaño nanométrico [3]

1.2.3.1 Sistema bimetálico Cu–Ni

El cobre y el níquel han sido considerados metales de gran relevancia desde la antigüedad debido a sus propiedades fisicoquímicas. Ambos elementos poseen características que los hacen adecuados para múltiples aplicaciones tecnológicas e industriales. En la Tabla 1.2 se resumen algunas de sus propiedades en estado sólido a granel.

Tabla 1.2. Propiedades del cobre y del níquel en sólido a granel.

Propiedad	Cobre	Níquel
Símbolo químico	Cu	Ni
Masa atómica (g/mol)	63.54	58.7
Punto de fusión (°C)	1083	1455
Punto de ebullición (°C)	2595	2730
Densidad (g/mL)	8.96	8.9

Tanto el cobre como el níquel son materiales cristalinos que presentan estructura cúbica centrada en las caras (FCC, por sus siglas en inglés).

El cobre, al reducirse a dimensiones nanométricas, exhibe propiedades que lo hacen adecuado para diversas aplicaciones tecnológicas. En esta escala, presenta una resistividad eléctrica de aproximadamente $3.5 \mu\Omega\cdot\text{cm}$, superior a la observada en el material a granel, debido al incremento en la relación superficie-volumen, lo que influye en los mecanismos de transporte electrónico. Esta característica lo convierte en un componente de interés en aplicaciones electrónicas. Asimismo, el cobre posee propiedades catalíticas que lo hacen relevante en múltiples reacciones químicas [32].

Por otra parte, el níquel a escala nanométrica ha despertado un creciente interés científico gracias a sus destacadas propiedades magnéticas, químicas y físicas. Estas características lo hacen atractivo en diversas aplicaciones, como catálisis, almacenamiento de energía y biosensores. Además, su relativa abundancia en la corteza terrestre y su bajo costo en comparación con otros metales de transición lo convierten en una alternativa viable para el desarrollo de tecnologías avanzadas [33].

En particular, los materiales bimetálicos de Cu–Ni presentan efectos sinérgicos que pueden mejorar el rendimiento eléctrico, magnético y catalítico en comparación con sus componentes monometálicos [33]. En este contexto, se ha reportado un valor de magnetización de 11.8 A/m para sistemas Cu–Ni, superior al de los elementos individuales (Ni o Cu) [30]. Adicionalmente, se han observado mejoras en la sensibilidad, selectividad y estabilidad en la detección no enzimática de glucosa empleando materiales basados en Cu–Ni [27]

1.2.3.2 Propiedades físicas y químicas

Al combinar dos elementos en escala nanométrica, se integran las propiedades individuales de cada material, lo que permite el desarrollo de materiales avanzados con mejoras significativas en sus propiedades físicas y químicas. Los nanomateriales bimetálicos pueden diseñarse estratégicamente para aprovechar las propiedades únicas que ofrece cada metal [34]. Actualmente, estos materiales se aplican en el área de biosensores debido a las propiedades que presentan, tales como:

- Propiedades ópticas: Una de las propiedades más destacadas de los nanomateriales bimetálicos son sus propiedades ópticas, derivadas de la resonancia de plasmón superficial localizada (LSPR). Esta propiedad resulta de gran interés para aplicaciones en biodetección, ya que la LSPR depende en gran medida de su entorno. En el desarrollo de biosensores, resulta esencial utilizar materiales altamente sensibles, selectivos y específicos; por ello, los nanomateriales bimetálicos se incorporan como elementos activos que interactúan de manera efectiva y permiten la detección precisa de moléculas objetivo [3].
- Propiedades catalíticas: Los materiales bimetálicos han mostrado un efecto catalítico superior en comparación con materiales monometálicos. Diversas investigaciones han reportado su aplicación en la oxidación catalítica de colorantes, glucosa y alcoholes, así como en la hidrogenación de compuestos nitroaromáticos. Los nanocatalizadores constituidos por dos metales distintos permiten un diseño más versátil ya que el rendimiento catalítico puede ajustarse a través de la morfología, tamaño y composición [17] [35].
- Propiedades fotocatalíticas: Los nanomateriales metálicos poseen la capacidad de absorber la luz visible debido al LSPR. Al combinarse con materiales semiconductores, se incrementa la interacción de las nanoestructuras con la luz mediante procesos de excitación, lo que facilita la separación de cargas electrón-hueco. Además, estos materiales actúan como trampa de electrones, favoreciendo la transferencia interfacial de electrones y mejorando la eficiencia de los procesos fotocatalíticos [35].

1.2.4 Métodos de síntesis

Existen diversos métodos para la síntesis de materiales bimetálicos, proceso que se conoce como bimetalización. El objetivo principal de esta técnica es introducir un grado adicional de libertad al combinar dos metales en un mismo sistema y modificar la densidad electrónica del material. Esta alteración genera enlaces metal-metal que permiten la mejora de sus propiedades físicas y químicas [36]. La síntesis de nanomateriales puede llevarse a cabo mediante dos enfoques principales: descendente (top down) y ascendente (bottom up) ilustrados en la Figura 1.4.

- En el enfoque ascendente, se emplean reactivos químicos del tamaño nanométrico que, al combinarse, dan lugar a la estructura deseada.
- En el enfoque descendente, un material a granel es reducido hasta alcanzar dimensiones nanométricas, empleando métodos físicos [37].

Para la obtención de nanomateriales bimetálicos, el enfoque ascendente es el más empleado debido a su eficacia y simplicidad. A través de este método, los materiales bimetálicos se obtienen generalmente mediante la reducción de precursores metálicos, lo que permite mayor control sobre los procesos de nucleación y crecimiento [38].

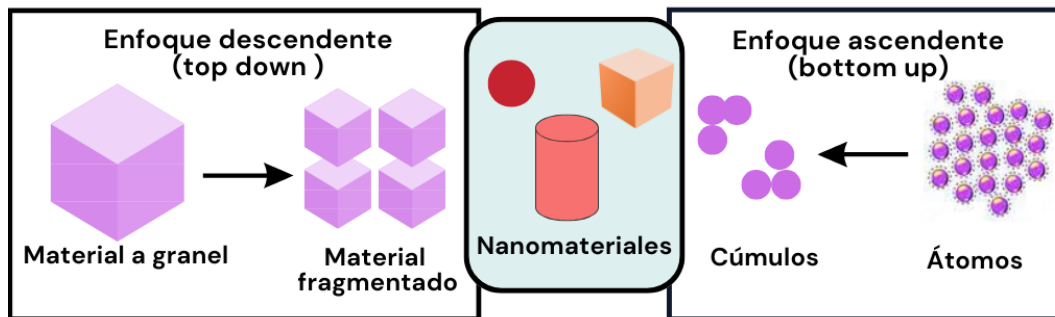


Figura 1.4. Métodos de obtención de nanomateriales.

Métodos de enfoque descendente (top down)

- **Molienda con bolas:** Es un proceso mecánico simple y eficiente que permite la obtención de nanomateriales al transferir energía cinética al material que busca reducir. El método consiste en introducir los reactivos precursores dentro de un molino, junto con bolas de molienda. Durante la rotación del equipo, el movimiento de las bolas genera impactos de fricción lo que favorece la obtención de nanomateriales [39].
- **Ablación láser:** El método consiste en poner en contacto un haz de láser mediante una lente en una ventana transparente que contiene interfaces de gas-sólido o líquido-sólido, cuando el haz entra en contacto con el objetivo se generan las nanopartículas. Este proceso permite la obtención de materiales bimetálicos muy dispersos ya que por otros métodos llegan a presentar aglomeraciones [40].

Métodos de enfoque ascendente (bottom up)

- **Hidrotermal:** En este método, la síntesis se realiza dentro de una autoclave, bajo condiciones controladas de presión y temperatura. La síntesis hidrotermal permite modificar las propiedades del material mediante el control de los parámetros de síntesis. Asimismo, en comparación con otros métodos, se pueden obtener productos puros y libres de contaminantes lo que permite un control en las propiedades físicas y químicas [41-42].
- **Reducción química:** Es uno de los métodos más aplicado en la síntesis de nanomateriales bimetálicos. El método implica la mezcla de dos agentes precursores de los iones metálicos, así mismo, un agente reductor que permita la reducción de los precursores a su forma metálica. El agente reductor influye significativamente en el tamaño y morfología del material bimetálico [43].
- **Sol-gel:** Es un método simple y económico, donde una fase líquida se transforma en gel, mientras que un sólido en suspensión forma el sol. El método se realiza a bajas temperaturas, convirtiendo precursores metálicos en geles mediante reacciones de

hidrólisis y condensación, seguido de un tratamiento térmico para la obtención de nanomateriales metálicos [43-44].

1.2.4.1 Método de reducción química

El método de reducción química es ampliamente aplicado en las síntesis de nanomateriales bimetálicos. Se basa en la transferencia de electrones desde un agente reductor hacia los iones metálicos [45].

Para llevar a cabo la síntesis de nanomateriales bimetálicos por este método, se requieren 3 componentes:

- **Agente precursor:** Generalmente se tratan de las sales que contienen los iones metálicos de los cuales se pretende obtener el material. Por ejemplo, para la síntesis del sistema bimetálico Cu–Ni se pueden utilizar los agentes precursores de $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ y $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$.
- **Agente reductor:** Es la sustancia química que actúa como fuente de electrones para obtener la reducción de los iones metálicos. Dependiendo de las propiedades de dicha sustancia, se tiene influencia en el resultado de la síntesis del nanomaterial, debido al impacto en la cinética de la reacción. Se ha demostrado que, si la velocidad de reacción es rápida, se forman una gran cantidad de núcleos metálicos y partículas pequeñas. Por el contrario, si la velocidad de reacción es lenta, se tienen partículas aglomeradas [46] [47].

Entre los principales agentes reductores empleados en la síntesis de nanomateriales bimetálicos se encuentra la hidracina hidratada ($\text{N}_2\text{H}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$), la cual es un agente reductor potente que tiene la capacidad de reducir diferentes compuestos, donde el potencial de oxidación y el mecanismo de reducción son sensibles al pH [46]. De igual manera, el borohidruro de sodio NaBH_4 es ampliamente utilizado, siendo un agente reductor suave que permite una alta selectividad en la reducción de compuestos orgánicos [48].

- **Agente estabilizador:** Se utilizan con el objetivo de prevenir la aglomeración del material y controlar el tamaño de partícula. Los nanomateriales tienen una elevada energía superficial, lo que los hace termodinámicamente inestables y con tendencia natural de aglomerarse. A medida de que disminuye el tamaño de partícula, aumentan las fuerzas de Van der Waals. Por lo tanto, en la ausencia de un agente estabilizador; los nanomateriales tienden a aglomerarse, lo cual puede comprometer sus propiedades y funcionalidad [49].

El método de reducción química se puede dividir en dos categorías:

- **Co-reducción:** Es el proceso más sencillo para la obtención de materiales bimetálicos. Consiste en mezclar dos precursores metálicos y añadir un agente reductor, junto con un agente estabilizador, con el fin de promover la reducción simultánea de los iones metálicos y controlar el crecimiento de las partículas durante la síntesis [42].

- **Reducción sucesiva:** El proceso consta de dos etapas. Inicialmente, se añade el primer precursor metálico, reduciéndose a átomos metálicos. Posteriormente, se incorpora el segundo precursor, que se reduce sobre la superficie del primer metal, formando una estructura bimetalica de núcleo-coraza [42].

1.2.5 Aplicaciones de los materiales bimetalicos Cu–Ni

- **Remoción de colorantes:** La contaminación del agua se origina por la presencia de contaminantes orgánicos, destacando la abundancia de colorantes, los cuales en su mayoría provienen de la industria textil, plástica y papelera. Diversas investigaciones han empleado el bimetálico Cu–Ni como catalizador para la remoción de colorantes, aprovechando las propiedades físico-químicas del material. Se ha logrado la eliminación de colorantes como cristal violeta, naranja y azul de metileno [50-51].
- **Actividad antibacteriana:** El sistema bimetalico Cu–Ni ha sido estudiado como inhibidor del crecimiento bacteriano, debido a las propiedades antibacterianas que presenta en dimensiones nanométricas. Este bimetálico ha sido aplicado en el área de odontología y en diversas ramas de la salud, donde se requiere inhibir de manera eficiente la proliferación bacteriana [52].
- **Adsorbente de metales pesados:** El crecimiento de la industrialización ha generado que las aguas residuales presenten contaminantes metálicos tóxicos, lo que ha impulsado la búsqueda de métodos para su remoción. El material bimetalico Cu–Ni ha demostrado su capacidad de adsorción de metales como Pb, Cd y Zn, bajo diferentes condiciones de concentración [53].

1.2.6 Biosensor

El término de biosensor surge de la combinación de las palabras “bio” y “sensor”, haciendo referencia a la biología y los seres vivos, así como a un dispositivo o sistema capaz de detectar y responder a estímulos. Este concepto surgió en 1969, y se define como una herramienta que se puede implementar para detectar y cuantificar analitos [54].

1.2.6.1 Componentes de un biosensor

En la Figura 1.5 se muestra la estructura de un biosensor, el cual consta de cinco componentes.

- **Analito:** Es el material biológico que se busca detectar.
- **Bioreceptor:** Es el primer componente que interactúa directamente con el analito. Se pueden clasificar en receptores nanométricos y receptores biológicos. Los receptores nanométricos implican la utilización de nanoestructuras para mejorar la detección y la selección juiciosa de elementos de biorreconocimiento. Mientras que, los receptores biológicos son una especie molecular que, mediante un mecanismo bioquímico, establece contacto con el analito objetivo [55].
- **Transductor:** El transductor desempeña un papel crucial en el diseño de biosensores, es el que convierte la señal detectada por el elemento receptor en otra magnitud que

pueda ser cuantificable y medible. Las señales detectables pueden ser electroquímicas, ópticas, calorimétricas y de cambio de masa [56].

- **Amplificador:** Es un sistema electrónico, el cual consta de circuitos eléctricos como procesadores y amplificadores que procesan la señal eléctrica [57].
- **Dispositivo de visualización:** Interpreta la señal del transductor y la convierte en una lectura comprensible mediante la visualización y el registro de las señales [58].

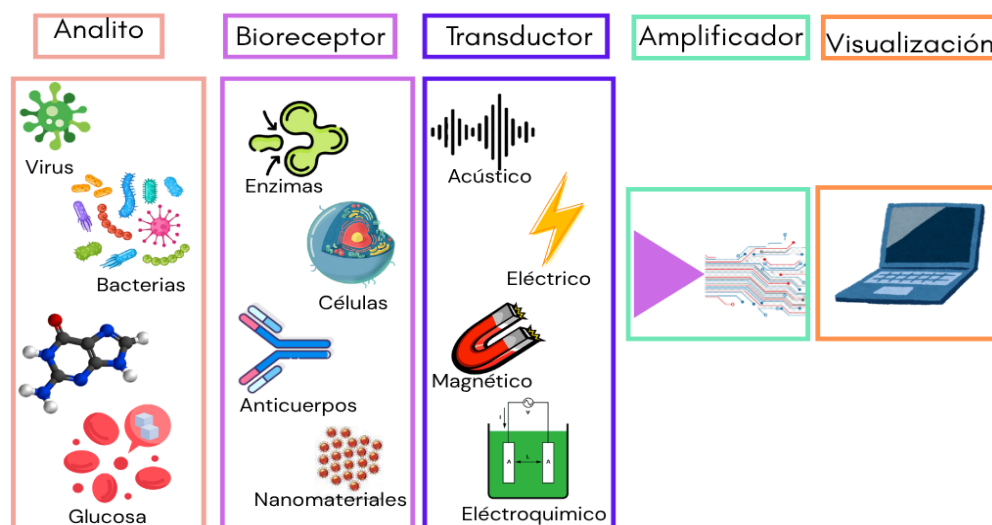


Figura 1.5. Componentes de un biosensor.

1.2.6.2 Clasificación

Los biosensores se clasifican generalmente de acuerdo con el método de transducción empleado. En la Figura 1.6 se observa la clasificación de los biosensores según el tipo de transductor. Asimismo, en la Tabla 1.3 se describen algunas de las ventajas y desventajas de los diferentes sistemas de transducción.

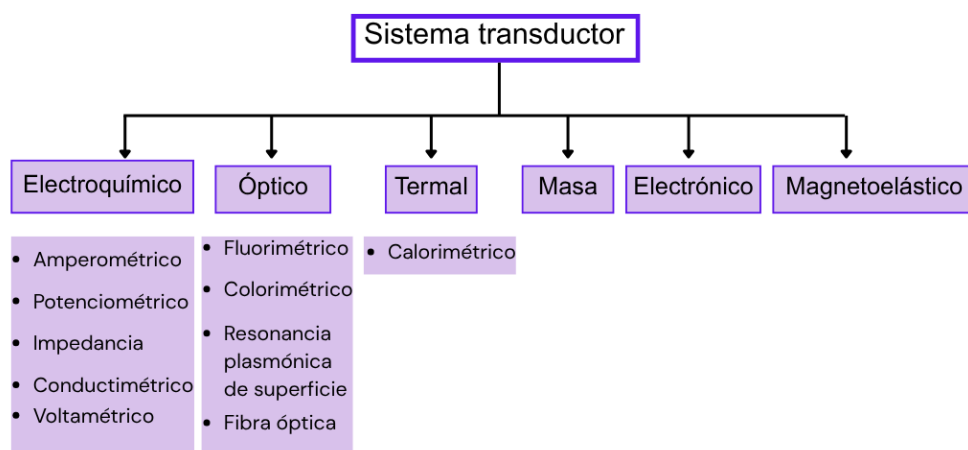


Figura 1.6. Clasificación de los biosensores de acuerdo con el sistema transductor.

Tabla 1.3. Ventajas y desventajas de los diferentes tipos de transductores utilizados en biosensores.

Transductor	Ventajas	Desventajas	Referencias
Electroquímico	• Facilidad de uso • Bajo costo • Alta sensibilidad y selectividad	• Posible interferencia de compuestos presentes en solución • Mayor tiempo de detección	[59]
Óptico	• Alta sensibilidad • Tiempo de respuesta rápido	• Alto costo de los componentes y materiales ópticos de alta precisión.	[60]
Térmico	• Alta sensibilidad y especificidad • Bajo costo • Fabricación sencilla	• Influencia del pH • Baja reproducibilidad • Requiere preparación de la muestra	[57]
De masa	• Alta sensibilidad • Tiempo de respuesta rápido	• Requiere tecnología avanzada para su fabricación • Sensibilidad a interferencias mecánicas	[61]
Magnetoelástico	• Configuración sencillas e inalámbrica	• Aplicaciones limitadas a altas frecuencias	[62]
Electrónico	• Requiere una pequeña cantidad de analito • Estabilidad a largo plazo	• Sensibilidad a la temperatura • El proceso de fabricación es complejo y de difícil reproducibilidad	[57]

1.2.6.3 Biosensores capacitivos

Los biosensores capacitivos se han convertido en una herramienta útil en la detección de los niveles de glucosa debido a su sensibilidad y simplicidad, funcionando a través de la detección de capacitancia. Este tipo de biosensores detecta los cambios en la carga eléctrica que puede almacenar; evaluando la variación de las propiedades dieléctricas entre un electrodo y un analito [63]. Estos dispositivos se pueden construir mediante la deposición de capas delgadas de materiales sobre uno o dos electrodos, permitiendo la medición de los cambios dieléctricos cuando un analito interactúa con la capa delgada [64]. La preparación de dichas capas se logra mediante diversas técnicas de deposición sobre sustratos, las cuales se mencionan a continuación.

1.2.7 Técnicas de deposición

Los nanomateriales se han convertido en uno de los componentes esenciales en los biosensores enzimáticos y no enzimáticos. En el desarrollo de biosensores se requiere realizar la deposición de los nanomateriales sobre una superficie conductora, esto con el fin de garantizar un contacto adecuado entre ambos componentes y proporcionar un área superficial elevada, lo cual favorece las características de sensibilidad como biosensor [65].

En la Figura 1.7 se muestra la clasificación de los métodos para realizar deposición en solución de nanomateriales sobre sustratos.

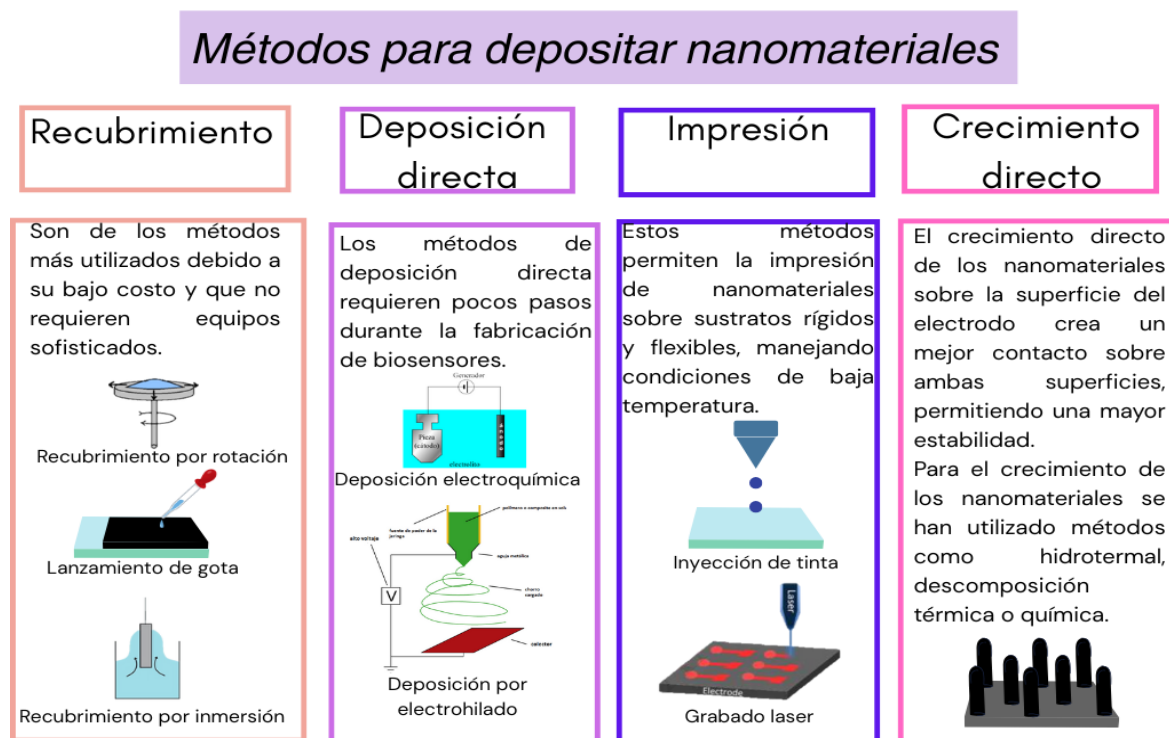


Figura 1.7. Métodos empleados para depositar nanomateriales.

1.2.7.1 Método de deposición por goteo (Drop casting)

El método drop casting es ampliamente utilizado en ciencias de los materiales para depositar películas delgadas y recubrimientos sobre diversos sustratos. Dicho método consiste en que una solución que contiene el material de interés se deposite sobre un sustrato y posteriormente se evapora el líquido, dejando una película del material. Se basa en la liberación de gotas con tamaño y momento controlado, las cuales se extienden y humedecen sobre la superficie del sustrato [66].

La técnica ofrece diversas ventajas, como ser un método sencillo y económico, permitir el control sobre el espesor y la morfología de la película, la capacidad para depositar una amplia gama de materiales y la posibilidad de evaluar distintos sustratos [67]. Sin embargo, también presenta algunas limitaciones, como la influencia de la rugosidad y energía superficial del sustrato, las propiedades físicas del líquido a depositar, el tamaño de gota, velocidad de depósito y el proceso de secado [68]. Un factor muy importante al realizar la deposición es la preparación del sustrato, debido a que la energía superficial y la topografía del sustrato desempeñan un papel importante en la película final. Un sustrato con alta energía superficial puede dar lugar a una película más uniforme, mientras que un sustrato con baja energía superficial obtiene una película no uniforme [67].

En conclusión, el método constituye una técnica versátil y accesible para la obtención de películas delgadas, cuyo éxito depende de un control cuidadoso de las condiciones de deposición y de la preparación del sustrato. La comprensión de estos factores permite aprovechar al máximo sus ventajas y minimizar sus limitaciones.

En función de los avances reportados en la literatura y de la necesidad de optimizar las propiedades de los materiales bimetálicos para aplicaciones en biodetección, el presente trabajo se enfoca en el cumplimiento de los siguientes objetivos:

1.3 Objetivos

1.3.1 Objetivo general

Sintetizar y caracterizar un sistema bimetálico de Cu–Ni mediante el método hidrotermal para evaluar su potencial aplicación como biosensor de glucosa.

1.3.2 Objetivos específicos

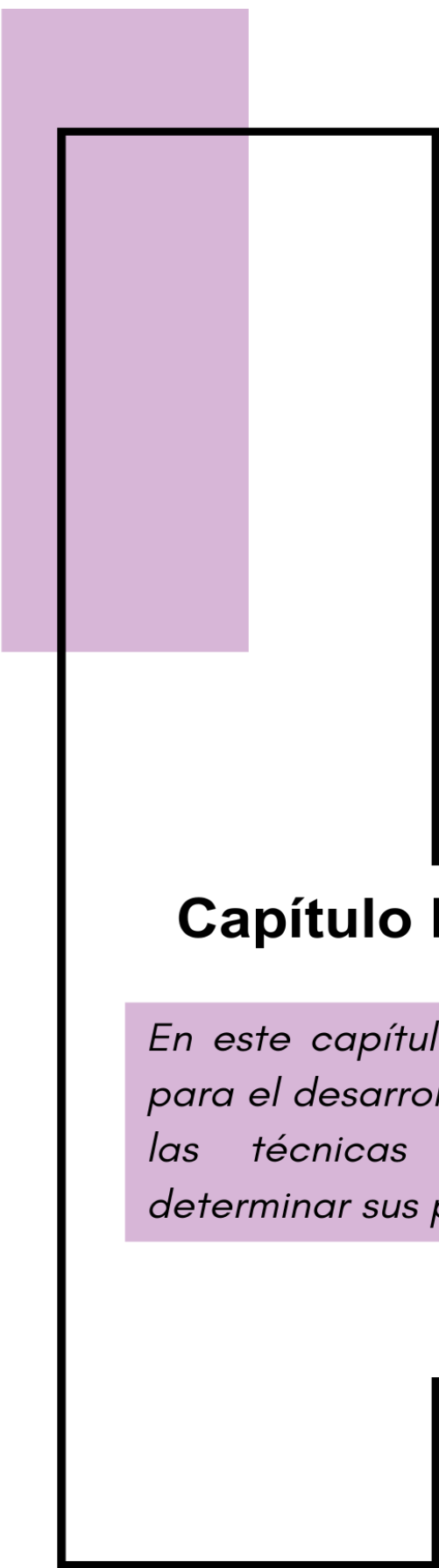
- Sintetizar materiales bimetálicos Cu–Ni mediante el método hidrotermal, variando el pH de la solución de reacción.
- Caracterizar las muestras sintetizadas para determinar sus propiedades estructurales, morfológicas y químicas.
- Analizar la influencia del pH de síntesis sobre las propiedades del material bimetálico.
- Formular tintas a partir del material sintetizado (pH 5-10), surfactantes (Tritón x-100, SDS y etilenglicol) y como solvente agua. Evaluar tintas mediante la medición del ángulo de contacto y la tensión superficial.
- Evaluar el desempeño del sistema bimetálico como capa activa en la detección de glucosa.

En función de los objetivos definidos y considerando los fundamentos teóricos previamente discutidos, se formula la siguiente hipótesis de investigación:

1.4 Hipótesis

Se plantea que la variación del pH en la síntesis hidrotermal del sistema bimetálico Cu–Ni induce cambios significativos en su morfología, composición y propiedades estructurales. Estas modificaciones se reflejan en el tamaño de cristalito, la distribución de fases y la formación de nanoestructuras con mayor área superficial.

En consecuencia, se espera que dichas características favorezcan la interacción del material con las moléculas de glucosa, incrementando la sensibilidad capacitiva del biosensor. Por lo tanto, el control de pH durante la síntesis permitirá identificar las condiciones óptimas que maximicen el desempeño del sistema Cu–Ni, posicionándolo como un candidato con potencial aplicación en biosensores de glucosa.



Capítulo II. Metodología experimental

En este capítulo se describe la metodología empleada para el desarrollo del sistema bimetálico Cu-Ni, así como las técnicas de caracterización utilizadas para determinar sus propiedades fisicoquímicas.

Capítulo II. Metodología experimental

En este apartado se describe el procedimiento experimental para la síntesis del sistema bimetalico Cu–Ni mediante el método hidrotermal, evaluando la influencia del pH como parámetro de control en el proceso de síntesis. Asimismo, se presenta la metodología empleada para la formulación de tintas utilizando diferentes surfactantes, destinadas a la obtención de películas activas para su aplicación en un sistema capacitivo. Finalmente, se describe el procedimiento utilizado para evaluar el comportamiento del material frente a diferentes concentraciones de glucosa mediante mediciones realizadas con un medidor LCR. En la Figura 2.1 se presenta el diagrama de flujo que describe las etapas del desarrollo experimental.

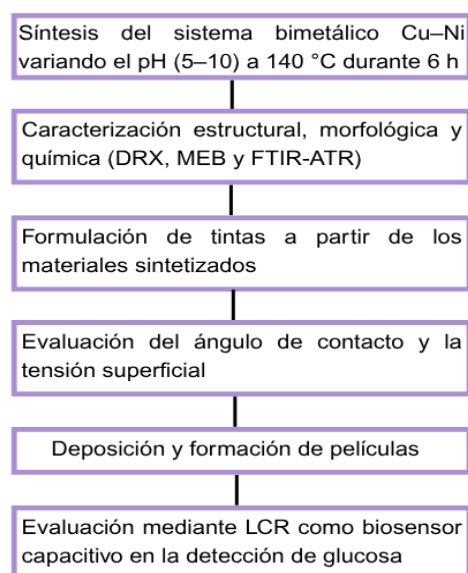


Figura 2.1. Diagrama de flujo de la metodología experimental.

2.1 Reactivos

Las características de los reactivos empleados para la síntesis del sistema bimetalico Cu–Ni se presentan en la Tabla 2.1.

Tabla 2.1. Lista de reactivos empleados para la síntesis del material.

Reactivo	Características
Nitrato de níquel hexahidratado $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	Sigma-Aldrich, pureza: 99.999% (base de metales traza), peso molecular: 290.81 g/mol.
Nitrato de cobre hidratado $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$	Sigma-Aldrich, pureza: 99.999% (base de metales traza), peso molecular: 187.54 g/mol.
Hidracina monohidratada $\text{N}_2\text{H}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$	Sigma-Aldrich, pureza: 64 – 65 % N_2H_4 , grado reactivo: ≥ 97 %, peso molecular: 50.06 g/mol.
Dodecil sulfato de sodio (SDS) $\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{11}\text{OSO}_3\text{Na}$	Sigma-Aldrich, pureza: $\geq 98.5\%$, peso molecular: 288.38 g/mol.
Hidróxido de sodio NaOH	Distribuidora química Alvi, peso molecular: 40 g/mol.

2.2 Equipo utilizado para la caracterización

El material sintetizado, las tintas formuladas y su comportamiento frente a diferentes concentraciones de glucosa fueron analizados mediante diversas técnicas de caracterización, las cuales se describen a continuación.

- **Difracción de rayos X (DRX)**

La estructura cristalina del material se analizó mediante difracción de rayos X utilizando un difractómetro marca Panalytical, modelo XPERT-PRO, con radiación monocromática de $\text{Cu K}_{\alpha 1}$ ($\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$), operando a 45 kV. Las mediciones se realizaron en el rango de $2\theta = 10^\circ - 100^\circ$. Para el análisis, la muestra en polvo se distribuyó homogéneamente sobre un portaobjetos de vidrio y se compactó ligeramente para obtener una superficie plana. Posteriormente, el portaobjetos se colocó en el portamuestras del difractómetro para realizar la medición.

- **Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier con reflectancia total atenuada (FTIR-ATR)**

Los grupos funcionales y modos de vibración de los materiales se analizaron mediante espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier en modo de reflectancia total atenuada (FTIR-ATR), utilizando un espectrofotómetro Perkin Elmer 200. Los espectros se adquirieron en un intervalo de $4000 \text{ a } 400 \text{ cm}^{-1}$.

Para el análisis, se colocó aproximadamente 1 mg de muestra directamente sobre el cristal ATR, aplicando presión mediante un accesorio con punta de diamante para asegurar un adecuado contacto y permitir la interacción de la radiación infrarroja con la muestra.

- **Microscopía electrónica de barrido (MEB)**

La morfología de las muestras se analizó mediante microscopía electrónica de barrido (MEB) utilizando un equipo marca JEOL modelo JSM-IT700HR. Las imágenes se obtuvieron empleando la señal de electrones secundarios. La preparación de las muestras consistió en depositar una pequeña cantidad de polvo sobre el portamuestras del equipo, utilizando cinta conductora de grafito para asegurar su fijación.

- **Espectroscopia de energía dispersiva (EDS)**

Como técnica complementaria al análisis por MEB, se realizó espectroscopia de energía dispersiva de rayos X (EDS) para obtener mapas elementales y realizar un análisis químico semicuantitativo de la composición del material.

- **Tensiómetro óptico**

Las tintas formuladas fueron evaluadas mediante un tensiómetro óptico modelo DSA25. El ángulo de contacto se determinó mediante el método de gota sésil sobre diferentes

sustratos, con el objetivo de evaluar la hidrofiliidad de las tintas. Asimismo, la tensión superficial se determinó mediante el método de gota colgante.

- **Medidor de inductancia, capacitancia y resistencia (LCR)**

La capacitancia del material se evaluó utilizando un medidor de LCR marca Hioki, modelo Hi 3532-50, operando en un rango de frecuencia de 0 a 1000 Hz. Las mediciones se realizaron en interacción con soluciones de glucosa con concentraciones de 0.5 - 20 mM. Las muestras se prepararon mediante la deposición de la tinta sobre sustratos conductores de óxido de indio y estaño (ITO) empleando la técnica de drop casting. Posteriormente, se conformó la estructura de un capacitor y se evaluó la respuesta de capacitancia frente a las diferentes concentraciones de glucosa.

2.3 Síntesis del sistema bimetálico Cu–Ni con variación del pH

El sistema bimetálico Cu–Ni se sintetizó mediante el método hidrotermal, siguiendo el procedimiento ilustrado en la Figura 2.2.

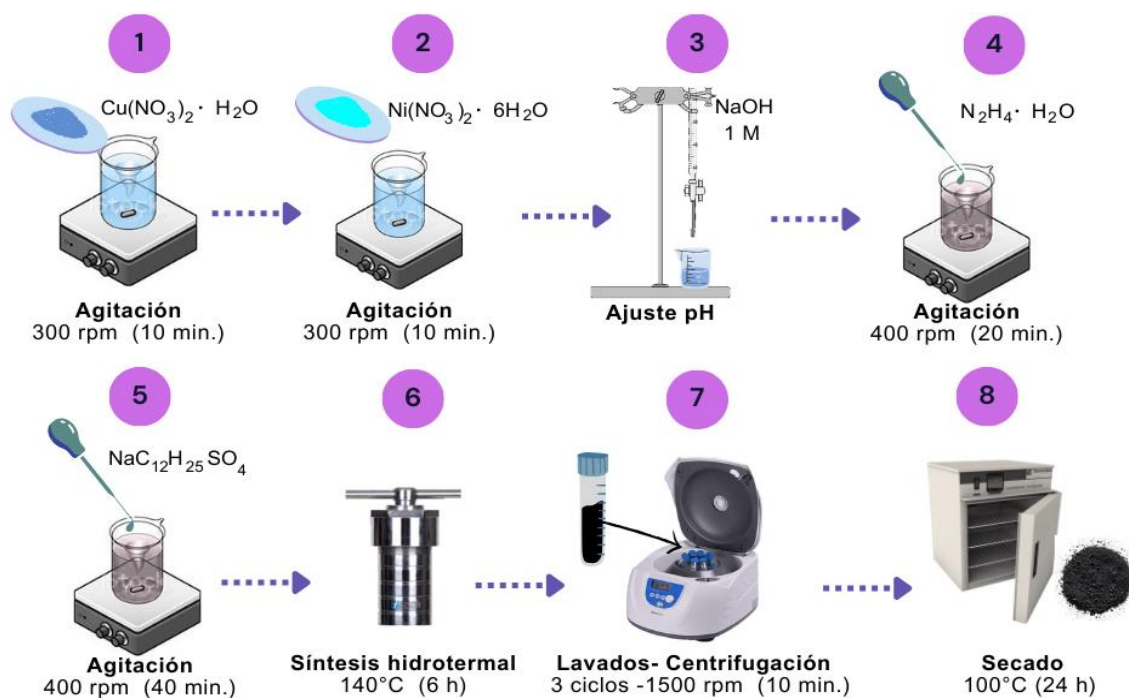


Figura 2.2. Síntesis hidrotermal para la obtención del sistema bimetálico Cu–Ni.

Para obtener 1 g de producto final, se colocaron 25 mL de agua desionizada en un vaso de precipitado de 100 mL. Posteriormente, se añadieron 1.53 g de $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ y la solución se agitó a 300 rpm durante 10 min hasta lograr su completa disolución. A

continuación, se agregaron 2.37 g de $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ manteniendo la agitación durante 10 min adicionales.

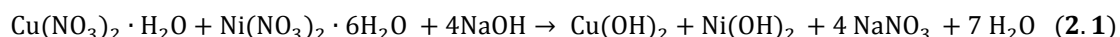
Una vez preparada la solución con ambos precursores metálicos, se midió el pH inicial y se ajustó mediante la adición de NaOH (1 M), en un rango de pH entre 5 y 10.

Posteriormente, se añadió gota a gota el agente reductor (5 mL de $\text{N}_2\text{H}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$), incrementando la velocidad de agitación a 400 rpm durante 20 min. Finalmente, se incorporó 1 mL de $\text{NaC}_{12}\text{H}_{25}\text{SO}_4$ (0.1 M), manteniendo la agitación durante 40 min adicionales.

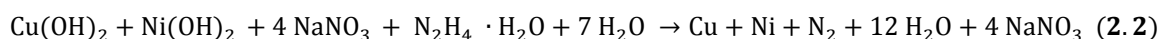
La solución resultante se transfirió a una autoclave y se sometió a síntesis hidrotermal a 140°C durante 6 h. Una vez finalizado el proceso, el producto obtenido se lavó tres veces con agua desionizada mediante centrifugación a 1500 rpm durante 10 min en cada ciclo. Finalmente, el material se secó a 100°C durante 24 h, obteniéndose el producto final en forma de polvo.

2.4 Reacciones químicas

Durante el proceso de síntesis descrito anteriormente, se emplearon $\text{Cu}(\text{NO}_3)_2 \cdot \text{H}_2\text{O}$ y $\text{Ni}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$ como precursores metálicos, los cuales han sido ampliamente utilizados en diversas investigaciones para la obtención de materiales bimetálicos. Posteriormente, se añadió hidróxido de sodio (NaOH) con el fin de ajustar el pH de solución, promoviendo la formación de hidróxidos metálicos, como se muestra en la Ecuación 2.1.



La adición de NaOH conduce a la formación de los hidróxidos metálicos correspondientes. Posteriormente, la incorporación de hidracina monohidratada ($\text{N}_2\text{H}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) como agente reductor, bajo determinadas condiciones de pH, permite la reducción de los hidróxidos metálicos y la formación del material bimetálico de Cu–Ni como se muestra en la Ecuación 2.2.



En esta reacción se generan subproductos de H_2O , NaNO_3 y N_2 ; los cuales se eliminan durante el proceso de lavado y secado del material. De esta manera, el producto final corresponde al sistema bimetálico Cu–Ni libre de estos subproductos.

Cabe mencionar que el surfactante $\text{NaC}_{12}\text{H}_{25}\text{SO}_4$ (dodecil sulfato de sodio) no participa directamente en la reacción química. Su función principal es controlar el crecimiento, tamaño y morfología de las partículas durante el proceso de síntesis.

2.5 Formulación de tintas

El procedimiento para la formulación de tintas, esquematizado en la Figura 2.3, se llevó a cabo mediante los siguientes pasos. En primer lugar, se pesó una cantidad del material obtenido mediante síntesis hidrotermal. Posteriormente, el material se dispersó en agua desionizada y se sometió a agitación magnética a 300 rpm durante 20 min.

Una vez obtenida la dispersión, se añadió el surfactante correspondiente. Para este estudio se evaluaron tres tipos de surfactantes: dodecil sulfato de sodio (SDS), Tritón X-100 y etilenglicol. La mezcla se mantuvo en agitación durante 40 min con el fin de favorecer una dispersión homogénea.

Finalmente, la solución se sometió a sonicación durante 1 h, con el objetivo de mejorar la dispersión de las partículas y obtener la tinta final.



Figura 2.3. Formulación de tintas a partir del material bimetálico Cu–Ni sintetizado.

2.6 Formación de películas a partir de las tintas

Las tintas preparadas se depositaron en forma de películas sobre sustratos de vidrio recubiertos con óxido de indio y estaño (ITO).

La preparación de los sustratos, ilustrada en la Figura 2.4, comenzó con el corte de los sustratos en dimensiones de 1 x 1 cm. Posteriormente, se realizó el proceso de limpieza, iniciando con lavados en agua desionizada y jabón.

Posteriormente, los sustratos se sometieron a sonicación durante 10 min, en diferentes solventes orgánicos: etanol, acetona, metanol y alcohol isopropílico, con el fin de eliminar la contaminación orgánica. Finalmente, los sustratos se dejaron secar bajo condiciones ambientales.

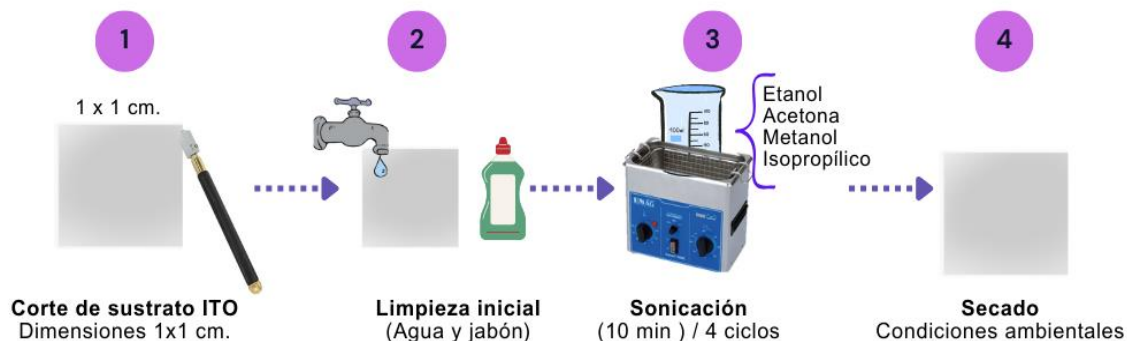


Figura 2.4. Limpieza de sustratos de vidrio recubiertos con óxido de indio y estaño (ITO).

Una vez limpios los sustratos, se procedió a la deposición de las tintas mediante la técnica de drop casting, como se muestra en la Figura 2.5.

En primer lugar, se delimitó un área de 0.5 cm^2 utilizando cinta kapton, correspondiente a la zona que sería recubierta con la tinta. Posteriormente, la tinta se cargó con una jeringa y se depositó gota a gota sobre el sustrato de vidrio/ITO, controlando el volumen de la deposición y el área de cobertura.

La primera capa se secó a 60°C durante 40 min. Posteriormente, se depositó una segunda capa, la cual se secó a la misma temperatura durante 20 min. Finalmente, se añadió una tercera capa siguiendo el mismo procedimiento de secado, obteniéndose una película homogénea sobre el sustrato.

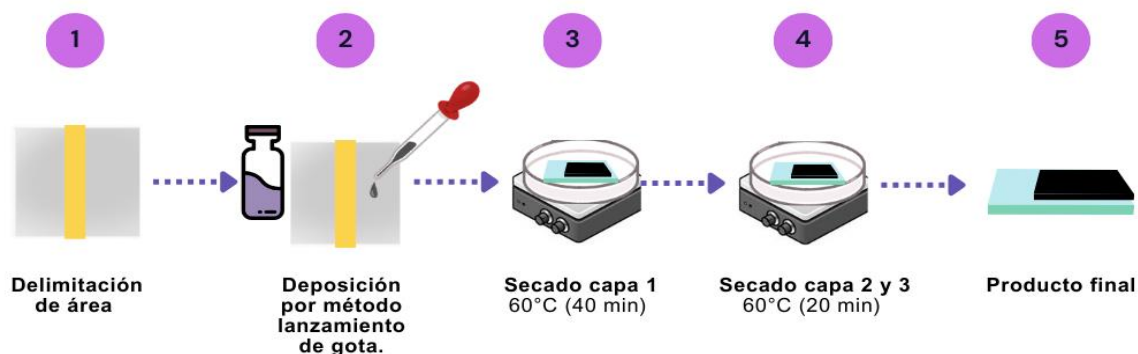


Figura 2.5. Formación de películas sobre sustratos de vidrio/ITO mediante el método de drop casting.

2.7 Evaluación del material en interacción con glucosa

La película del material depositada sobre el sustrato actuó como capa activa, responsable de interactuar con diferentes concentraciones de glucosa. Posteriormente, se colocó un segundo sustrato de vidrio/ITO, conformando la estructura tipo capacitor, como se ilustra

en la Figura 2.6. En ambos extremos, se colocó cinta conductora de cobre para establecer la conexión eléctrica al equipo de medición.

La estructura obtenida se evaluó mediante un medidor LCR, operando en un intervalo de frecuencias de 0 a 1000 Hz. El análisis se centró en la variación de la capacitancia en función de la concentración de glucosa, con el fin de determinar la sensibilidad del material como biosensor de glucosa.

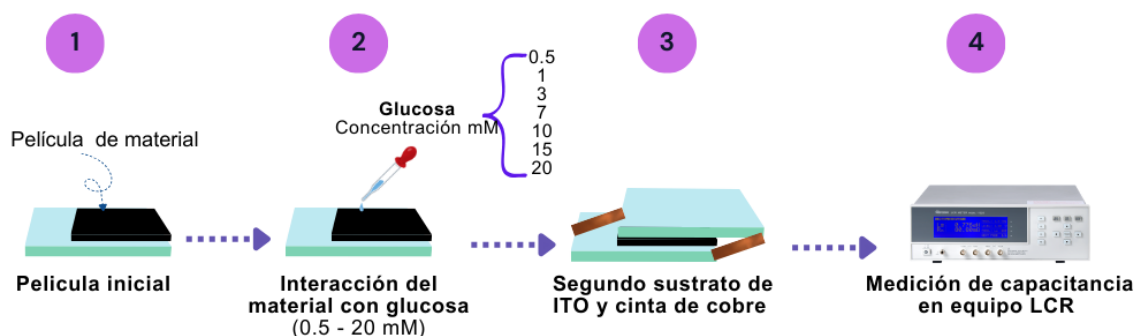
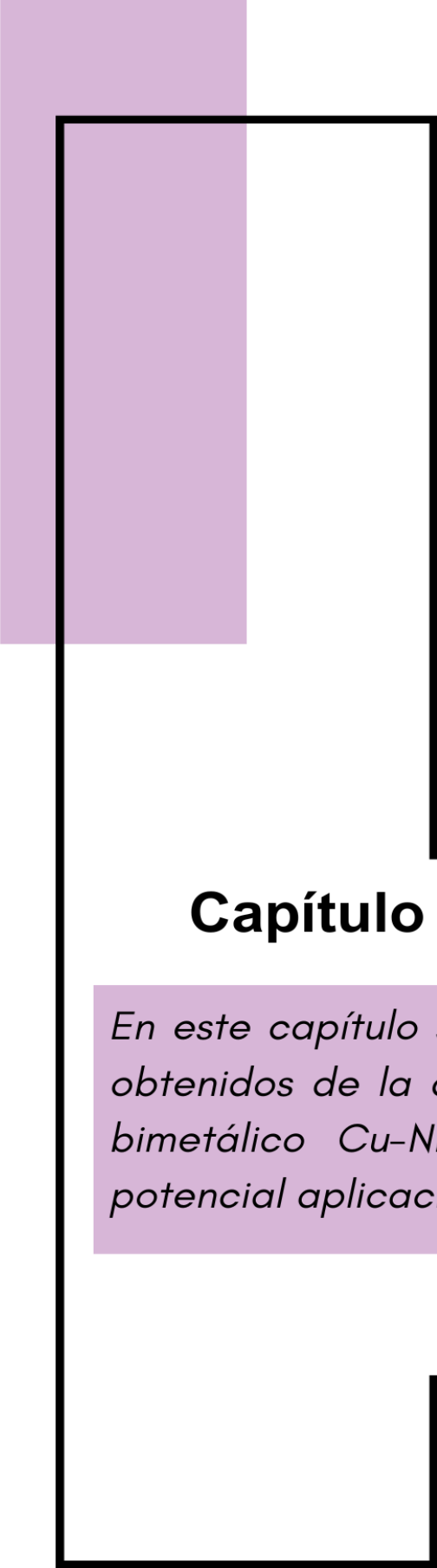


Figura 2.6. Evaluación de la respuesta capacitiva del dispositivo ante diferentes concentraciones de glucosa (0.5 – 20 mM) mediante medición LCR.

A decorative graphic consisting of a solid purple rectangle in the top-left corner and a black L-shaped frame that extends from the bottom-left towards the center of the page.

Capítulo III. Resultados y discusión

En este capítulo se presentan y se discuten los resultados obtenidos de la caracterización fisicoquímica del sistema bimetalítico Cu-Ni para conocer sus propiedades y su potencial aplicación en el área de biosensores de glucosa.

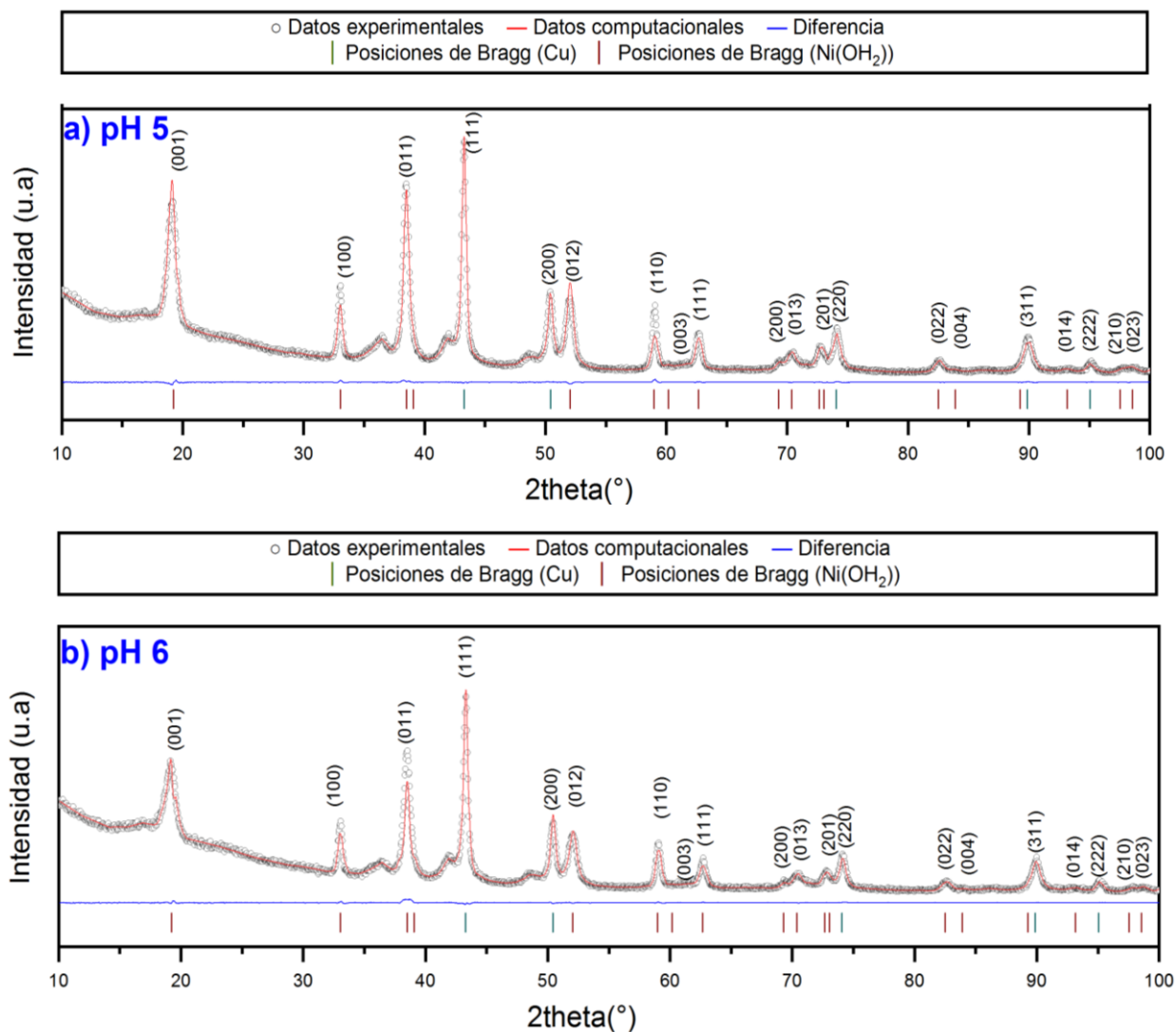
Capítulo III. Resultados y discusión

3.1 Caracterización por difracción de rayos X

El estudio de la estructura cristalina de los materiales sintetizados se realizó mediante la técnica de difracción de rayos X (DRX). En la Figura 3.1 se muestran los difractogramas obtenidos para las muestras sintetizadas a pH 5, 6, 7 y 8, en un intervalo de 2θ entre 10° a 100° , utilizando una longitud de onda de $\lambda = 1.5406 \text{ \AA}$.

Los patrones de difracción correspondiente a estas condiciones de síntesis presentan picos en valores de 2θ a 19.62° , 33.74° , 39.13° , 52.52° , 59.81° , 60.15° , 63.44° , 69.20° , 70.88° , 73.85° , 82.50° , 83.89° , 89.27° , 93.16° , 97.52° y 98.56° los cuales corresponden a los planos cristalográficos (001), (100), (011), (012), (110), (003), (111), (200), (013), (201), (022), (044), (311), (014), (210) y (023) de la fase $\beta\text{-Ni(OH)}_2$ con estructura hexagonal, de acuerdo con la carta PDF 96-154-88-12.

Adicionalmente, se identifican picos de difracción en 43.34° , 50.47° , 74.22° , 90.18° y 95.52° correspondientes a los planos (111), (200), (220), (311) y (222) del cobre metálico con estructura cúbica centrada en las caras (FCC), según la carta PDF 96-901-3015. Estos resultados indican que, en el intervalo de pH 5-8, el sistema presenta una estructura bifásica compuesta por Ni(OH)_2 y Cu metálico.



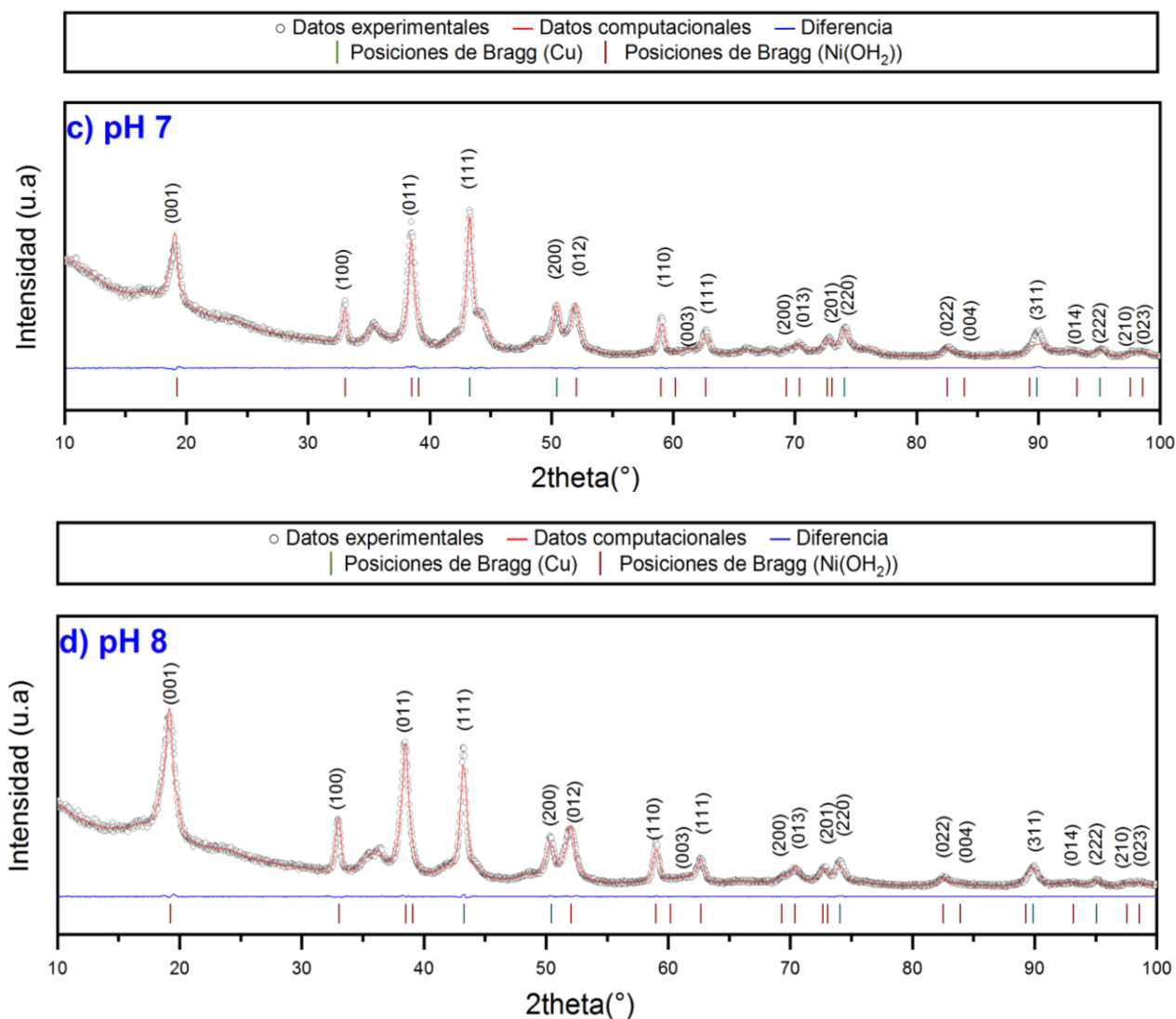


Figura 3.1. Difractogramas de las muestras del sistema bifásico $\text{Ni}(\text{OH})_2\text{-Cu}$: a) pH 5, b) pH 6, c) pH 7 y d) pH 8.

Por otra parte, la Figura 3.2 muestra los difractogramas correspondientes a las muestras sintetizadas a pH 9 y 10, donde se observa la formación de una fase bimetálica de Cu–Ni. En estos patrones se identifican las reflexiones características del cobre con estructura FCC en valores de 2θ a 43.34° , 50.47° , 74.22° , 90.18° y 95.52° , así como picos adicionales en 44.33° , 51.62° , 76.31° , 92.97° y 98.73° , correspondientes al níquel metálico con estructura FCC.

Debido a que el cobre y el níquel presentan estructuras cristalinas FCC y radios atómicos similares, algunos de los picos de difracción asociados a los planos (111), (200), (220), (311) y (222) se superponen parcialmente. Este comportamiento es característico de la formación de soluciones sólidas sustitucionales, en las cuales los átomos de Cu y Ni ocupan posiciones equivalentes dentro de la red cristalina [69]. Asimismo, en los difractogramas no se

observaron picos asociados a reactivos precursores ni a fases secundarias, lo que sugiere una alta pureza del material obtenido.

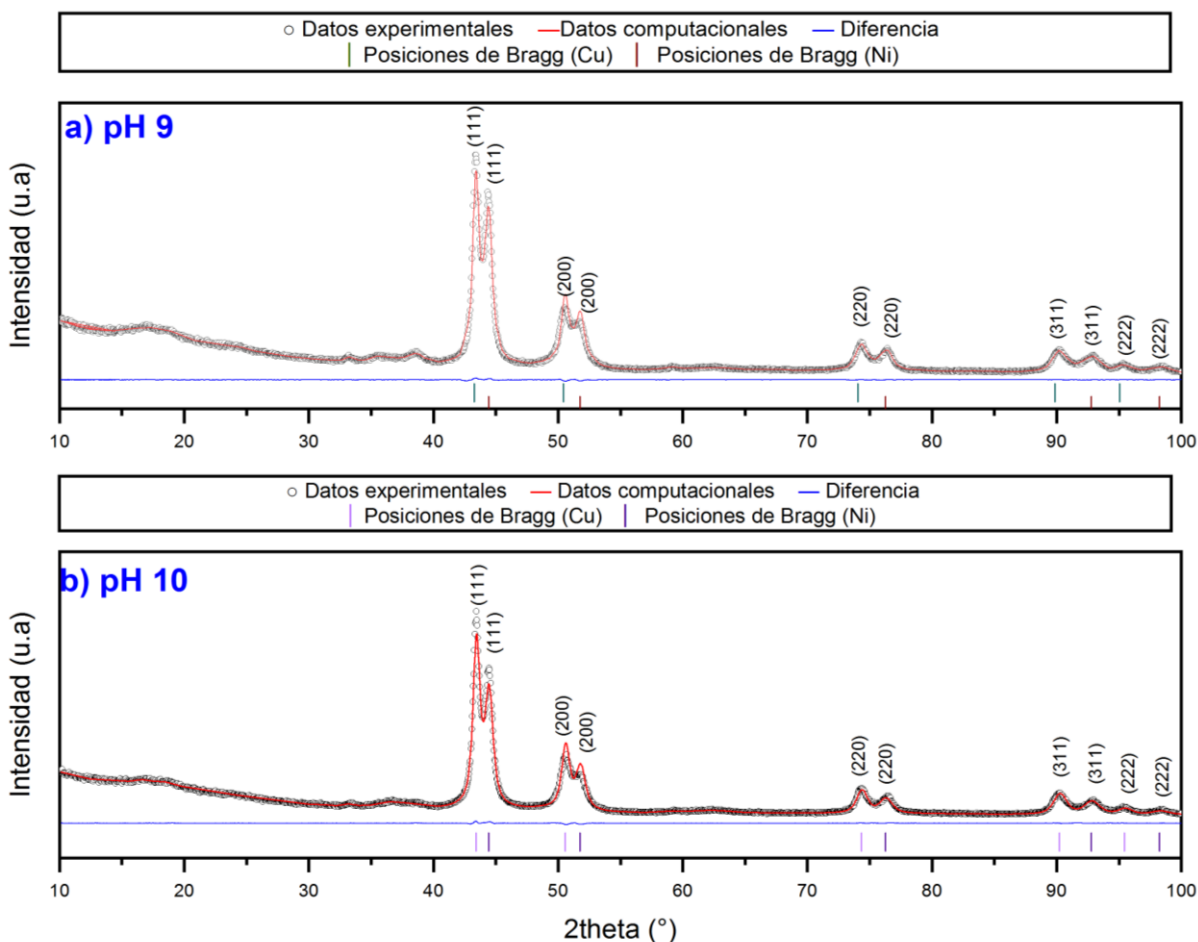


Figura 3.2. Difractogramas de las muestras del sistema bimetálico Cu–Ni: a) pH 9 y b) pH 10.

El análisis de los difractogramas indica que el pH de síntesis influye significativamente en la formación de las fases cristalinas del material. Este comportamiento se relaciona con la actividad reductora de la hidracina monohidratada, la cual se incrementa en medios alcalinos debido a su mayor potencial de oxidación en estas condiciones [47][70].

A pH 9 y 10, el medio fuertemente alcalino favorece la reducción simultánea de los iones Cu^{+2} y Ni^{+2} , permitiendo la formación del sistema bimetálico Cu–Ni. En contraste, en el intervalo de pH 5-8 ocurre una reducción selectiva, en el cual el ion Cu^{+2} ($E^\circ = +0.52 \text{ V}$) se reduce preferentemente a cobre metálico, mientras que el Ni^{+2} ($E^\circ = -0.25 \text{ V}$) permanece en forma de hidróxido, originando un sistema bifásico $\text{Ni}(\text{OH})_2\text{--Cu}$.

Estos resultados evidencian que el pH controla la eficiencia del agente reductor y, en consecuencia, la formación de las fases cristalinas presentes en el material sintetizado [71][69].

3.1.1 Refinamiento de Rietveld

El método de refinamiento Rietveld consiste en ajustar un modelo teórico a un difractograma experimental mediante la minimización de la diferencia entre ambos, utilizando el método de mínimos cuadrados. En la Ecuación 3.1, el ajuste por mínimos cuadrados (S_y) se calcula a partir de las intensidades observadas y_i (obs) y calculadas y_i (calc), mientras que W_i representa el factor de ponderación asociado a cada punto del difractograma [72].

$$S_y = \sum_i W_i (y_i (obs) - y_i (calc))^2 \quad (3.1)$$

Este método permite trabajar con las intensidades en cada punto del difractograma, reduciendo los errores asociados a la superposición de picos provenientes de diferentes fases [73].

El refinamiento de Rietveld de los patrones de difracción se realizó utilizando el software MAUD, con el objetivo de determinar los parámetros de red, el tamaño de cristalito y la microdeformación de las fases presentes. Los resultados obtenidos se presentan en la Tabla 3.1.

Los parámetros χ^2 y R_{wp} indican un ajuste adecuado entre los datos calculados y experimentales. χ^2 refleja la relación entre el ajuste obtenido y el error estadístico se espera que esté con un valor máximo de 2. Por otro lado, el R_{wp} menor a 20% se considera aceptable porque mide la diferencia ponderada entre el patrón experimental y el calculado, indicando si el modelo reproduce la intensidad de los picos [74].

Tabla 3.1. Parámetros estructurales y de calidad del refinamiento de Rietveld obtenidos a partir de los patrones de DRX.

pH	Fase	% fase	Tamaño de cristalito (nm)	Parámetros de celda (Å)			Microdeformación (nm)	Parámetros de confiabilidad	
				a	b	c		χ^2	R_{wp}
5	Ni(OH) ₂	30.65	29.58 ± 0.331	3.128 ± 0.0003	3.128 ± 0.0003	4.615 ± 0.0001	2.37 × 10 ⁻⁵	1.91	7.38
	Cu	69.35	36.052 ± 0.886	3.619 ± 0.0003	3.619 ± 0.0003	3.619 ± 0.0003	9.14 × 10 ⁻⁵		
6	Ni(OH) ₂	30.64	31.69 ± 0.877	3.127 ± 0.0003	3.127 ± 0.0003	4.611 ± 0.0001	5.314 × 10 ⁻⁵	1.93	7.83
	Cu	69.36	30.01 ± 0.392	3.617 ± 0.0003	3.617 ± 0.0003	3.617 ± 0.0003	4.194 × 10 ⁻⁵		
7	Ni(OH) ₂	30.61	34.622 ± 0.786	3.127 ± 0.0002	3.127 ± 0.0002	4.627 ± 0.0002	2.914 × 10 ⁻⁵	1.73	7.01
	Cu	69.39	23.53 ± 0.405	3.619 ± 0.0003	3.619 ± 0.0003	3.619 ± 0.0003	9.859 × 10 ⁻⁵		
8	Ni(OH) ₂	41.57	18.83 ± 0.171	3.129 ± 0.0004	3.129 ± 0.0004	4.609 ± 0.0008	7.134 × 10 ⁻⁵	1.68	6.42
	Cu	58.42	22.309 ± 0.1034	3.61 ± 0.0004	3.61 ± 0.0004	3.61 ± 0.0004	2.628 × 10 ⁻⁴		
9	Ni	49.65	17.07 ± 0.267	3.529 ± 0.0003	3.529 ± 0.0003	3.529 ± 0.0003	2.7 × 10 ⁻³	1.77	6.84
	Cu	50.35	18.74 ± 0.177	3.606 ± 0.0003	3.606 ± 0.0003	3.606 ± 0.0003	2.1 × 10 ⁻³		
10	Ni	49.68	17.99 ± 0.167	3.529 ± 0.0003	3.529 ± 0.0003	3.529 ± 0.0003	4.7 × 10 ⁻³	1.64	6.31
	Cu	50.32	19.14 ± 0.177	3.609 ± 0.0002	3.609 ± 0.0002	3.609 ± 0.0002	4.29 × 10 ⁻³		

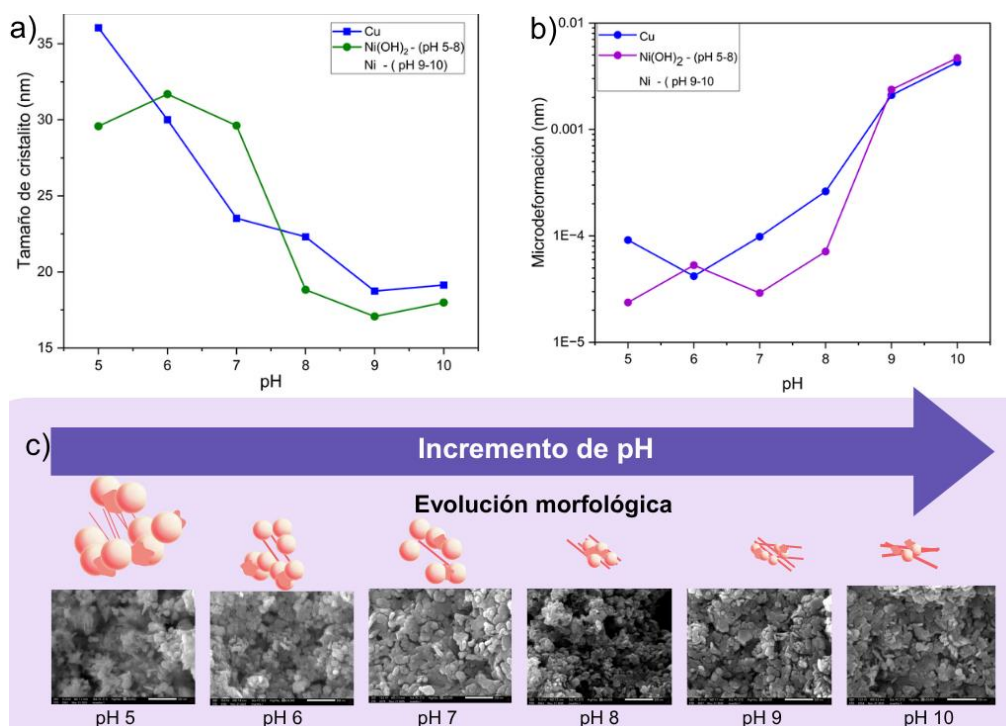


Figura 3.3. Influencia del pH de síntesis en: a) tamaño de cristalito, b) la microdeformación y c) la evolución morfológica del sistema bifásico Ni(OH)₂-Cu y bimetálico Cu-Ni.

En la Figura 3.3a se presenta la variación del tamaño de cristalito en función del pH (5-10), observándose una disminución progresiva conforme aumenta el pH. En el caso del cobre, el tamaño de cristalito disminuye de aproximadamente 35 nm a 18 nm, mientras que para las fases Ni(OH)₂-Cu se reduce de ~30 nm a ~18 nm. Esta correlación negativa indica que el pH actúa como un parámetro crítico en el control de la nucleación y el crecimiento cristalino.

Este comportamiento puede atribuirse al incremento de la concentración de iones OH⁻ los cuales favorecen una nucleación más rápida y limitan el crecimiento de las partículas. Los iones OH⁻ se adsorben sobre la superficie de los núcleos, generando una carga negativa que induce una repulsión electrostática entre partículas, reduciendo la aglomeración y restringiendo la coalescencia. En consecuencia, se obtiene una disminución tanto en el tamaño de partícula como en el tamaño de cristalito [70].

En condiciones de pH 5-6, la menor disponibilidad de iones OH⁻ limita la velocidad de nucleación, favoreciendo un crecimiento más extenso y, por ende, cristallitos de mayor tamaño. A medida que el medio se vuelve más alcalino, la abundancia de especies hidroxilo promueve una nucleación rápida y homogénea, lo que restringe el crecimiento individual de los cristallitos y conduce a partículas más pequeñas y homogéneas. Este comportamiento se observa tanto en el cobre como en el níquel; sin embargo, en este último se distingue la transición de Ni(OH)₂ a Ni metálico alrededor de pH 9-10.

Por otra parte, en la Figura 3.3b se muestra la variación de la microdeformación, la cual incrementa progresivamente con el aumento del pH, lo que indica una mayor acumulación de tensiones internas y defectos cristalinos. En el caso del cobre, se observa un incremento aproximadamente lineal hasta pH 10, lo que sugiere que la red metálica es sensible a la incorporación de defectos bajo condiciones de nucleación rápida.

En contraste, en el intervalo de pH 5-8, donde predomina la fase Ni(OH)_2 la microdeformación se mantiene baja y relativamente constante. Sin embargo, al incrementar el pH a valores de 9 y 10, donde se favorece la formación del níquel metálico, se observa un aumento significativo en la microdeformación alcanzando valores comparables a los del cobre.

Este comportamiento puede explicarse considerando la estructura cristalina de los materiales. El Ni metálico presenta una estructura FCC con un factor de empaquetamiento de 0.74, la cual, bajo condiciones de la nucleación rápida, es más susceptible a la generación de defectos (por incorporación de átomos de Cu, tensiones térmicas o distorsiones de red), con mayores valores de microdeformación más altos [9]. Por el contrario, la estructura hexagonal del $\beta\text{-Ni(OH)}_2$ presenta un menor factor de empaquetamiento (0.625), lo que le confiere una mayor capacidad de acomodamiento y relajación estructural, resultando en valores de microdeformación más bajos [75][76].

3.2 Caracterización morfológica y composicional del sistema Cu–Ni en función del pH.

En la Figura 3.4 se presentan las micrografías obtenidas por microscopía electrónica de barrido (MEB), correspondientes a las diferentes condiciones de pH del sistema bifásico $\text{Ni(OH)}_2\text{--Cu}$.

Para determinar la distribución y el tamaño promedio de las partículas, las imágenes fueron analizadas utilizando el software ImageJ. Los histogramas obtenidos se muestran en la Figura 3.5, donde se reportan los tamaños promedio ($\bar{x}$) y la desviación estándar (σ) ajustados mediante una distribución gaussiana.

El análisis reveló que, a pH 5 (Figura 3.4 a), se observan partículas aglomeradas en cúmulos con morfología cuasi-esférica con diámetros que oscilan entre 100 y 400 nm y un valor promedio de 204.27 nm. Asimismo, se identificó el inicio de la formación de estructuras alargadas tipo barra, aglomeradas con un ancho promedio de 85.48 nm y una longitud de 280.67 nm (Figura 3.5 a.1-a.3).

Al incrementar el pH a 6 (Figura 3.4 b), las partículas cuasi-esféricas continúan presentándose aglomeradas, sin embargo, disminuyen de tamaño hasta un promedio de 117.96 nm, lo que representa una reducción del 42% respecto a pH 5. Además, se observa la presencia de estructuras tipo barra con un incremento en el ancho (107.37 nm) y una longitud promedio de 288.4 nm (Figura 3.5 b.1-b.3). No obstante, la morfología predominante sigue siendo la cuasi-esférica

A pH 7 (Figura 3.4 c) se observa una morfología más definida, con partículas menos aglomeradas. Las partículas cuasi-esféricas presentan una distribución de tamaño entre 80 y 220 nm con un valor promedio de 141.64 nm. y tienden a organizarse en cúmulos interconectados. Adicionalmente, se identifican estructuras tipo barra con un ancho promedio de 124.16 nm y una longitud promedio de 352.31 nm (Figura 3.5 c.1 - c.3).

Finalmente, a pH 8 (Figura 3.4 d) se observa una mayor homogeneidad en la distribución de ambas morfologías, así como una disminución en el tamaño de las partículas cuasi-esféricas, con un valor promedio de 101.29 nm, lo que representa una reducción del 50.41% respecto a el pH 5. Estas partículas presentan una distribución de tamaño más amplia y tienden a agruparse formando conglomerados, generando vacíos interparticulares que confieren al material un carácter poroso. De igual manera, se identifican estructuras alargadas tipo barra, con un ancho promedio de 73.16 nm y una longitud de 208.32 (Figura 3.5 d.1 - d.3).

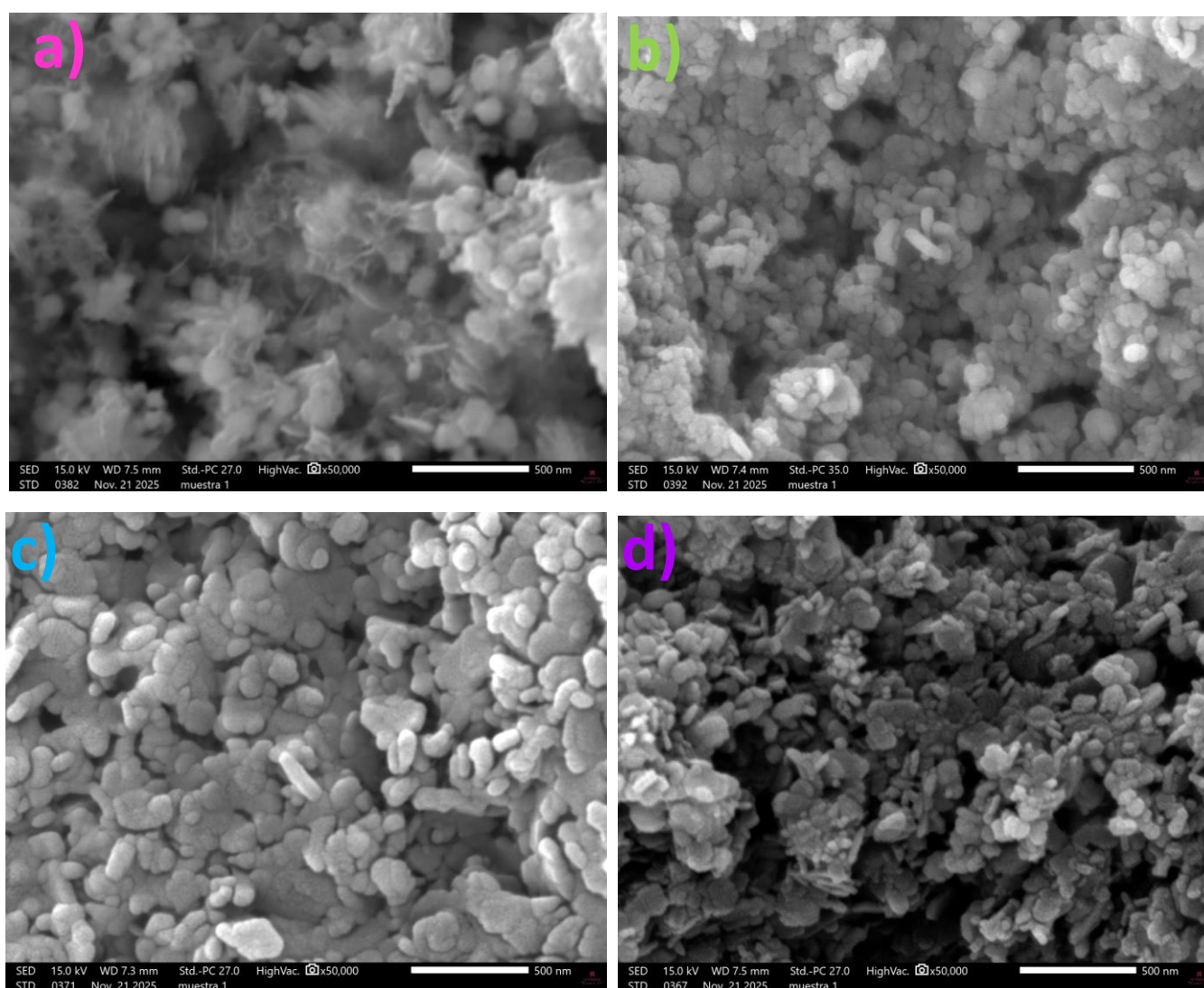


Figura 3.4. Micrográficas MEB del sistema bifásico $\text{Ni}(\text{OH})_2\text{-Cu}$ a) pH 5 b) pH 6 c) pH 7 y d) pH 8.

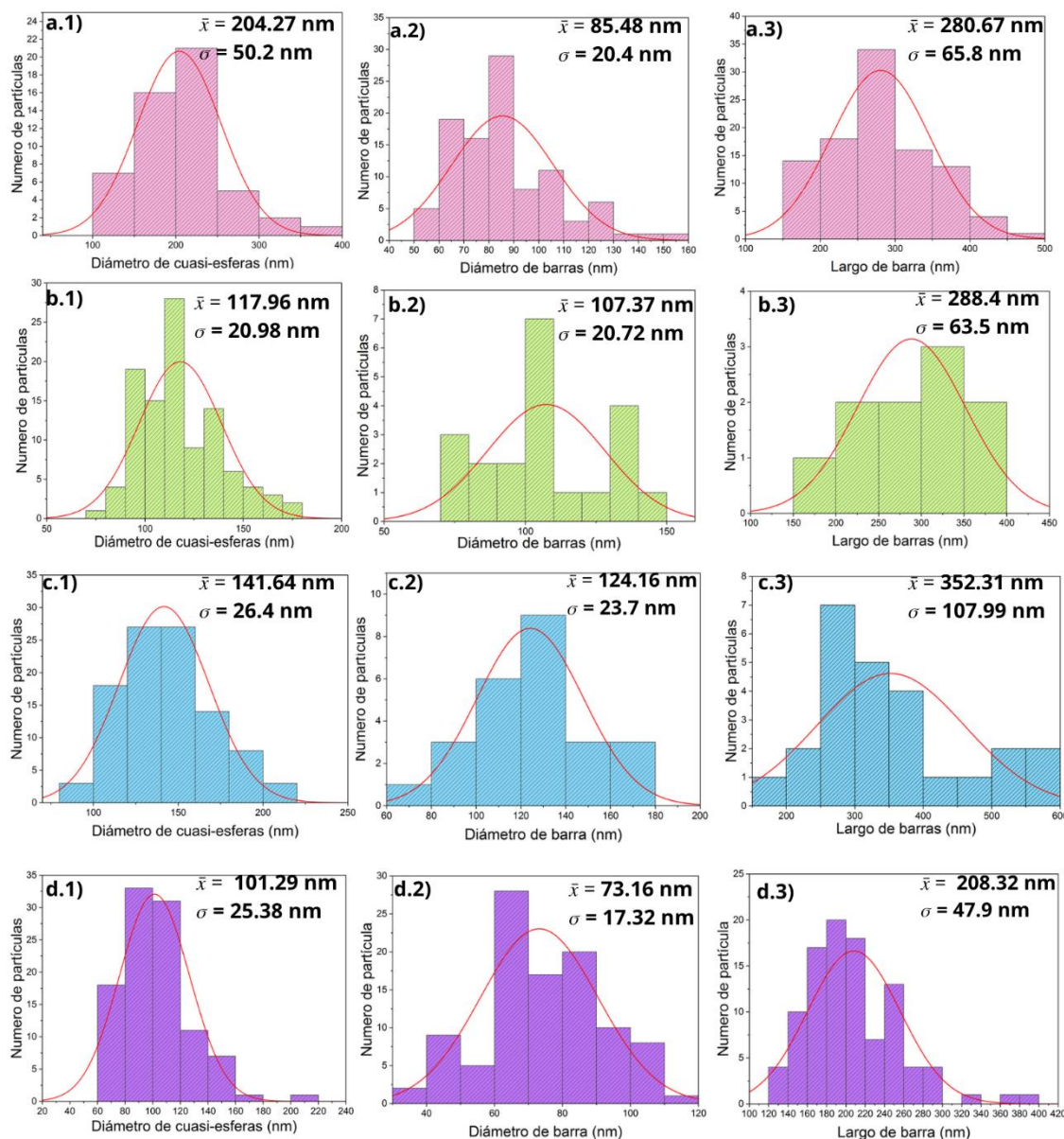


Figura 3.5. Histogramas del tamaño de partícula del sistema bifásico $\text{Ni}(\text{OH})_2\text{-Cu}$ a diferentes valores de pH: a) pH 5, b) pH 6, c) pH 7 y d) pH 8.

En la Figura 3.6 se presentan las micrografías correspondientes al sistema bimetálico Cu-Ni obtenido a pH 9 y 10, así como los histogramas de distribución de tamaño. En estas se observa que no existen variaciones significativas en las morfologías presentes entre ambas condiciones. En particular, a pH 9 (Figura 3.6 a) se distinguen claramente morfologías cuasi-esféricas y estructuras tipo barra, con diámetros promedio de 98.94 nm y 89.68 nm, respectivamente, así como una longitud de barra de 255.75 nm (Figura 3.6 a.1-a.3). Por otro lado, a pH 10 (Figura 3.6 b), las partículas cuasi-esféricas se visualizan irregulares presentado un diámetro promedio de 107.72 nm, mientras que las barras muestran un ancho de 81.78 nm y una longitud de 267.33 nm (Figura 3.6 b.1-b.3).

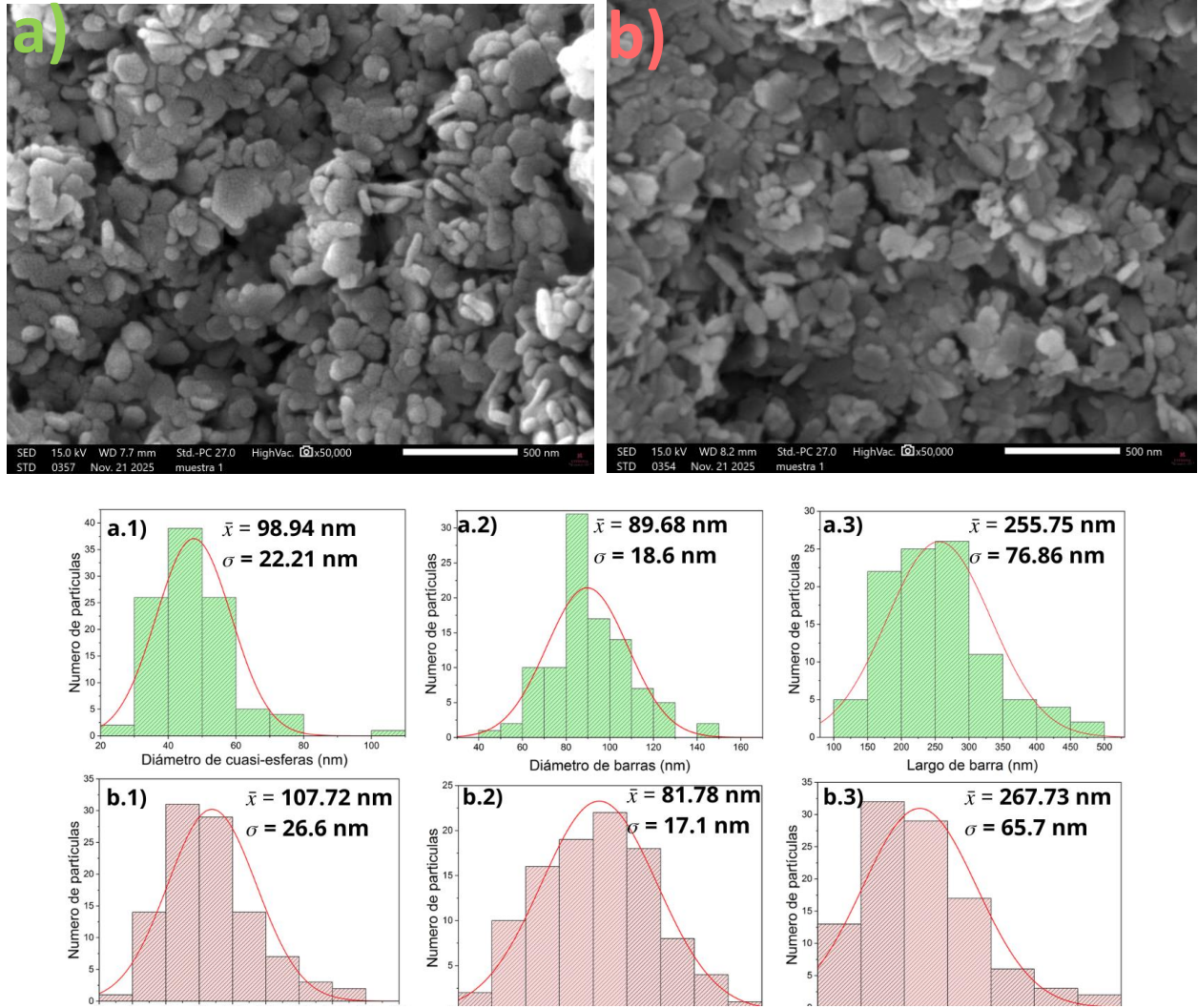


Figura 3.6. Micrografías MEB del sistema bimetálico Cu–Ni a pH 9 (a) y pH 10 (b), junto con los histogramas de distribución de tamaño de partícula correspondientes a las morfologías cuasi-esféricas y estructuras tipo barra (a.1–a.3) y (b.1–b.3).

De manera general, el incremento de pH de 9 a 10 no induce cambios sustanciales en la morfología del sistema, sin embargo, se observa una ligera tendencia al aumento en el tamaño de las partículas cuasi-esféricas y en la longitud de las estructuras tipo barra. Este comportamiento sugiere que, en este intervalo de pH, los procesos de nucleación y crecimiento del sistema Cu–Ni se mantienen relativamente estables, favoreciendo la conservación de las morfologías predominantes, con variaciones dimensionales asociadas a cambios en la cinética de crecimiento.

En la Figura 3.3 c se muestra la evolución morfológica al incrementar el pH en las distintas condiciones de síntesis. Los resultados evidencian que este parámetro desempeña un papel determinante en la morfología y el tamaño de las partículas. A pH 5 se identifica el inicio de la formación de estructuras tipo barras, mientras que al incrementar el pH a 6 y 7 se observa

una mayor homogeneidad y la coexistencia de distintas morfologías. Finalmente, a valores de pH 8, 9 y 10 se presenta una disminución en las dimensiones de ambas estructuras. En conjunto, estos resultados indican que el pH regula tanto los procesos de nucleación como la estabilidad de las fases formadas, promoviendo sistemas más finos y homogéneos bajo estas condiciones de síntesis.

Este comportamiento es concordante con lo discutido previamente, donde una baja concentración de iones OH^- limita la nucleación y favorece el crecimiento prolongado de los núcleos existentes, conduciendo a la formación de partículas de mayor tamaño. A medida que el pH se incrementa, la mayor disponibilidad de iones OH^- promueve una nucleación más rápida y abundante, restringiendo el crecimiento individual y generando partículas más pequeñas.

Asimismo, es importante destacar la adición del surfactante SDS durante la síntesis, el cual desempeña un papel clave en la estabilización de las partículas en crecimiento. El SDS se absorbe sobre las superficies de las partículas, proporcionando barreras electrostáticas y estéricas que limitan la agregación [77]. Considerando la alta reactividad superficial de las partículas y las posibles interacciones magnéticas asociadas a la presencia del Ni, la acción del surfactante resulta fundamental para mitigar la aglomeración, estabilizar el sistema coloidal y favorecer una distribución espacial y dimensional más homogénea [78].

En este sentido, la combinación del incremento del pH y la presencia de SDS permite explicar no solo la reducción en las dimensiones de las partículas, sino también el estrechamiento en sus distribuciones de tamaño, particularmente a pH 9 y 10. De manera consistente, estos resultados concuerdan con el análisis por DRX y el refinamiento de Rietveld, los cuales evidencian una disminución en el tamaño de cristalito a valores más altos de pH.

De manera complementaria, la caracterización composicional mediante espectroscopia de energía dispersiva EDS permitió analizar la distribución elemental de las muestras. Esta técnica, acoplada al microscopio electrónico de barrido, proporciona información localizada de zonas específicas de la muestra. En la Figura 3.7 se presenta el mapeo elemental y los espectros EDS correspondientes a las muestras sintetizadas en el intervalo de pH 5 a 8.

En estos resultados se identifica la presencia de Cu y Ni, correspondientes al sistema bifásico $\text{Ni}(\text{OH})_2\text{-Cu}$, distribuidos de manera dispersa. Asimismo, se detecta oxígeno, cuyo porcentaje en peso disminuye progresivamente con el aumento del pH registrando valores de 51.43%, 47.01%, 40.14% y 34.39% para pH 5, 6, 7 y 8, respectivamente. Este comportamiento sugiere una reducción relativa de la fase hidroxilada conforme se favorecen las condiciones más alcalinas. También se observa la presencia de Au y C, atribuida al recubrimiento conductor aplicado durante la preparación de las muestras.

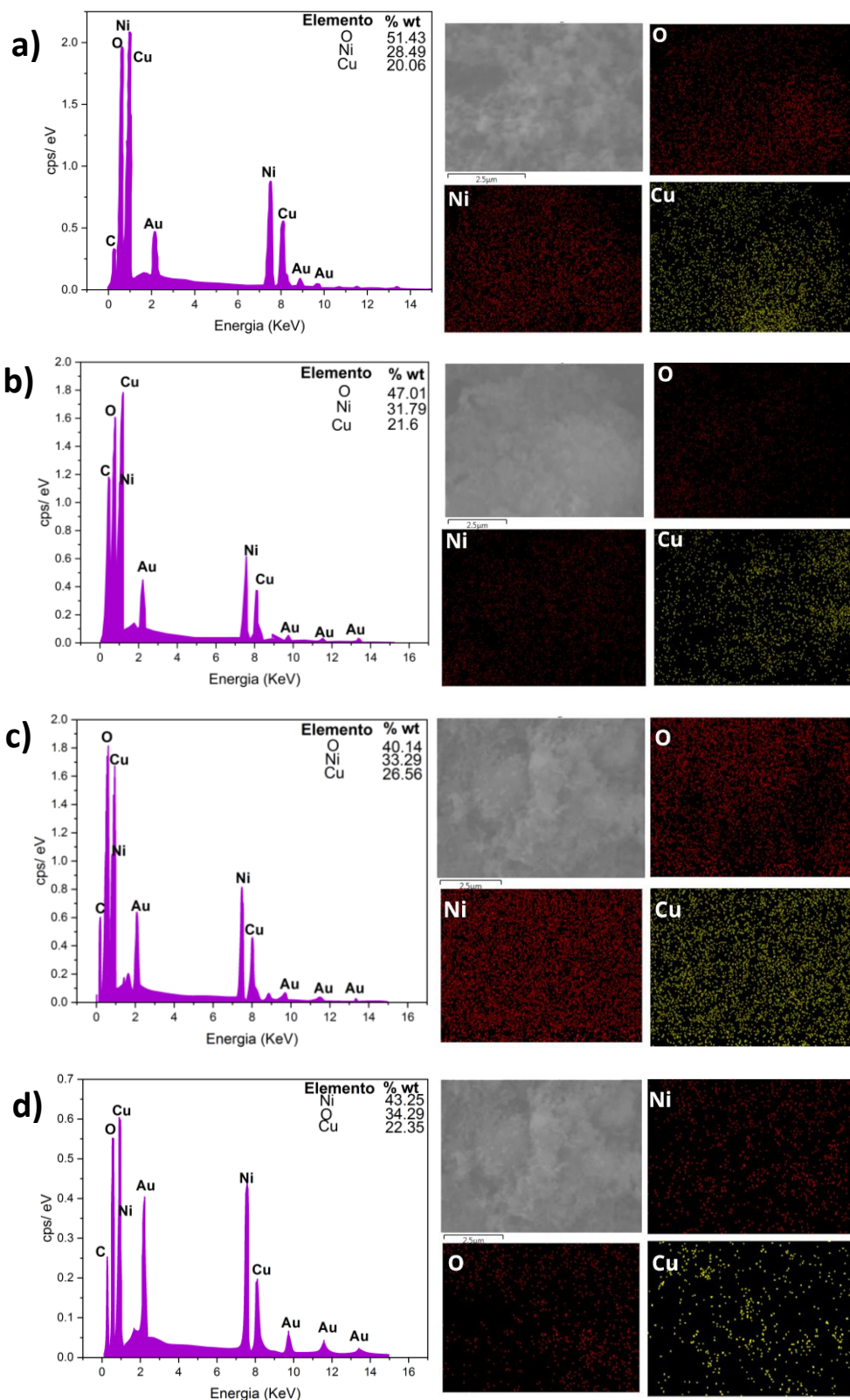


Figura 3.7. Mapeo elemental y espectros EDS del sistema bifásico $\text{Ni}(\text{OH})_2\text{-Cu}$ a diferentes valores de pH: a) pH 5, b) pH 6, c) pH 7 y d) pH 8.

Por otro lado, en la Figura 3.8 se muestra el mapeo elemental y los espectros de EDS del sistema bimetalico Cu–Ni, obtenido a pH 9 y 10. En estos casos, la presencia de Cu y Ni se encuentra distribuida de manera más homogénea, lo que sugiere una mayor integración entre ambos elementos en la estructura del material. Además, se identifica una menor proporción de oxígeno en comparación con el sistema bifásico $\text{Ni}(\text{OH})_2\text{--Cu}$, lo cual es consistente con la transición hacia las fases metálicas.

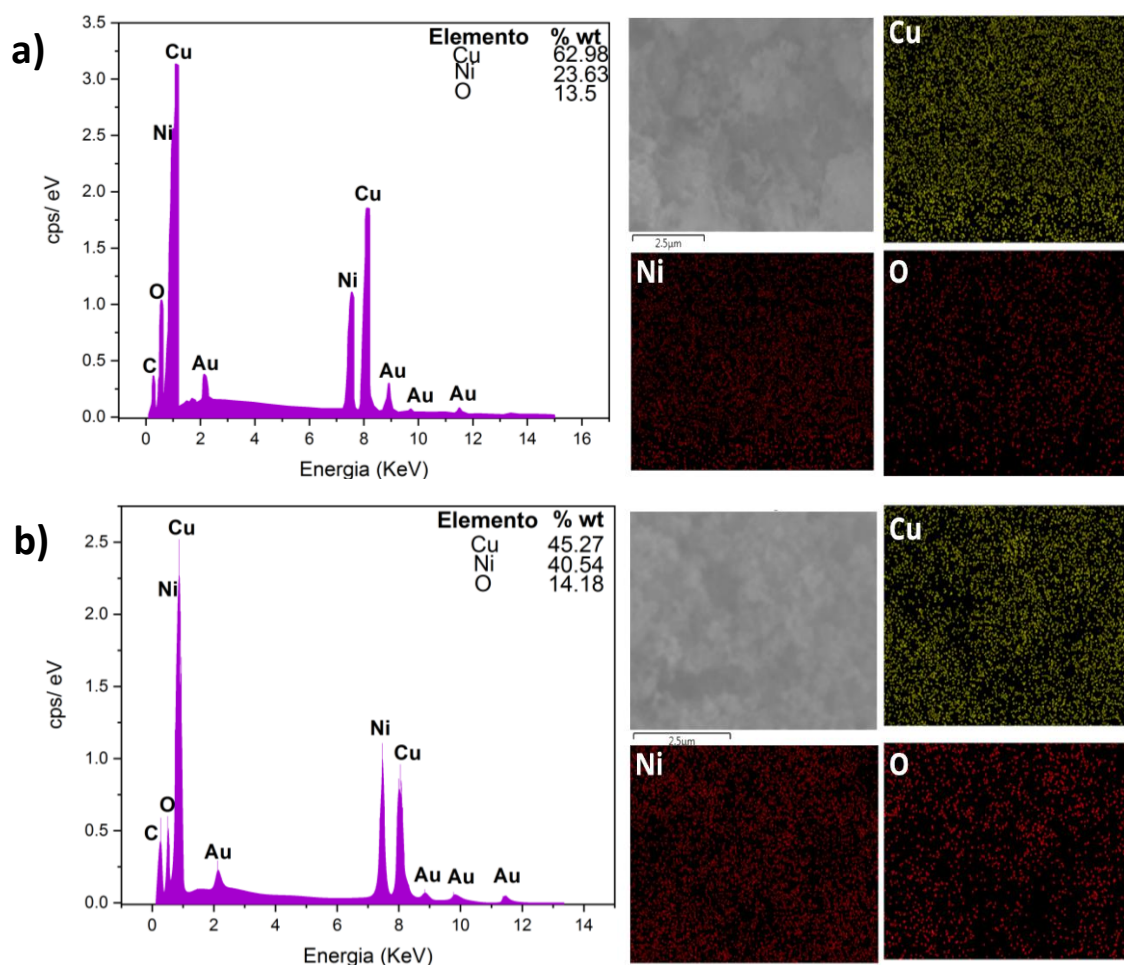


Figura 3.8. Mapeo elemental y espectros EDS del sistema bimetalico Cu–Ni a diferentes valores de pH: a) pH 9 y b) pH 10.

La señal de oxígeno remanente puede atribuirse a procesos de oxidación superficial por exposición al ambiente, sin que esto implique la ausencia del sistema bimetalico Cu–Ni, considerando además la naturaleza superficial del análisis por EDS.

En conjunto, los resultados morfológicos y composicionales evidencian que el pH no solo controla la forma y el tamaño de las partículas, sino también la evolución estructural del sistema, promoviendo la transición de una fase bifásica $\text{Ni}(\text{OH})_2\text{--Cu}$ hacia un sistema bimetalico Cu–Ni a valores de pH más altos. Esta transformación se acompaña de una mayor homogeneidad en la distribución elemental, una reducción en el contenido relativo de

especies oxigenadas y una disminución en el tamaño de partícula y cristalito. Estas características resultan particularmente relevantes, ya que podrían influir directamente en las propiedades funcionales del material, especialmente en aplicaciones donde la superficie activa y la conductividad juegan un papel clave.

3.3 Caracterización por espectroscopia FTIR-ATR

En la Figura 3.9 se muestran los espectros de FTIR-ATR de las muestras sintetizadas en el intervalo de pH 5 a 8, con el propósito de identificar los grupos funcionales presentes y respaldar las fases determinadas mediante los análisis de DRX y el refinamiento de Rietveld. Se observa una banda alargada en 3638 cm^{-1} , atribuida a las vibraciones características del Ni(OH)_2 , correspondientes al modo de estiramiento de los grupos hidroxilo (-OH) [79], lo cual es consistente con la presencia de la fase $\beta\text{-Ni(OH)}_2$ identificada por DRX. Asimismo, las bandas ubicadas en 3412 cm^{-1} y 1635 cm^{-1} se asocian a los modos de vibración del grupo hidroxilo del agua absorbida en la muestra [80].

Adicionalmente, a 1358 cm^{-1} se identifica una banda correspondiente a la presencia de aniones nitrato remanentes de los precursores [81]. En la región de bajas frecuencias, la señal localizada en 536 cm^{-1} se atribuye a las vibraciones del enlace de Ni-O-H, mientras que la banda cercana a 448 cm^{-1} confirma la presencia de enlaces Cu-O [79]. En conjunto, estas señales corroboran la naturaleza bifásica del sistema $\text{Ni(OH)}_2\text{-Cu}$ en este intervalo de pH.

Por otro lado, en la Figura 3.10 se presentan los espectros FTIR-ATR del sistema bimetálico Cu-Ni sintetizado a pH 9 y 10. A diferencia de las muestras obtenidas a menor pH, no se observa la banda característica del Ni(OH)_2 , lo que sugiere que las especies Ni-OH no se encuentran dentro de la red cristalina. Este resultado es consistente con el análisis DRX, el cual indica la presencia de Ni en estado metálico bajo estas condiciones de síntesis.

En estos espectros se identifican bandas en 3412 cm^{-1} y 1365 cm^{-1} ; asociadas a los grupos hidroxilo del agua adsorbida. Asimismo, la banda en 1358 cm^{-1} persiste, indicando la presencia residual de aniones nitrato. En la región de bajas frecuencias se observan señales en 532 cm^{-1} y 448 cm^{-1} , aunque con menor intensidad en comparación con el sistema bifásico $\text{Ni(OH)}_2\text{-Cu}$. Estas bandas han sido reportadas en la literatura como modos de vibración asociados a enlaces Ni-O y Cu-O en el intervalo de 443 cm^{-1} y 529 cm^{-1} , lo que sugiere que los átomos superficiales del sistema bimetálico Cu-Ni pueden experimentar una oxidación parcial debido a su exposición al ambiente durante la manipulación. No obstante, esta contribución superficial no descarta la formación del sistema bimetálico Cu-Ni [82].

Adicionalmente, la presencia de una banda débil en el intervalo de $445\text{-}450\text{ cm}^{-1}$ podría asociarse a vibraciones de estiramiento del metal-metal Cu-Ni, lo que respalda la interacción entre ambos elementos en la red cristalina [83]. La menor intensidad y el ligero desplazamiento de las bandas relacionadas con los enlaces metal-oxígeno en condiciones

de pH 9 y pH 10 son consistentes con una contribución reducida de la fase Ni(OH)_2 observada en el intervalo de pH 5 a 8, así como con un comportamiento de solución sólida sustitutiva en el cual los átomos de Cu y Ni ocupan los sitios equivalentes dentro de la red cristalina.

En términos generales, los resultados de FTIR-ATR confirman la evolución estructural del sistema en función del pH, evidenciando la transición de un sistema bifásico $\text{Ni(OH)}_2\text{-Cu}$ hacia un sistema bimetálico Cu-Ni a valores de pH más altos. Este comportamiento es congruente con los resultados obtenidos por DRX, Rietveld, SEM y EDS, reforzando la correlación entre las condiciones de síntesis, la composición química y la estructura del material.

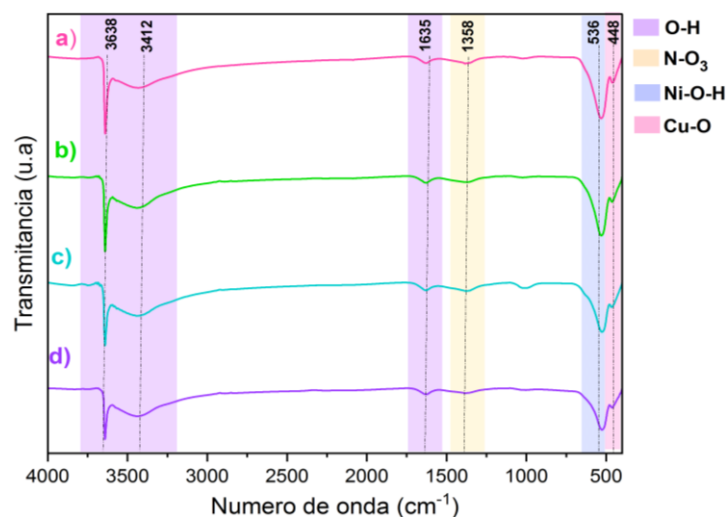


Figura 3.9. Espectros FTIR-ATR del sistema bifásico $\text{Ni(OH)}_2\text{-Cu}$ obtenidos a diferentes valores de pH a) pH 5, b) pH 6, c) pH 7 y d) pH 8.

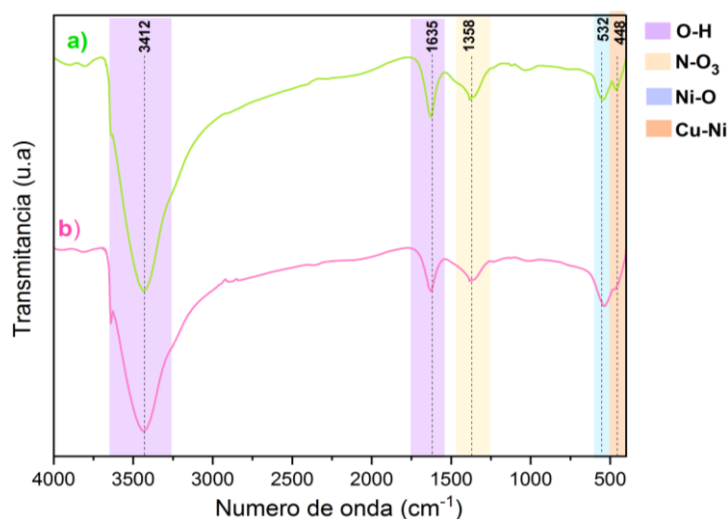


Figura 3.10. Espectros FTIR-ATR del sistema bimetálico Cu-Ni obtenidos a diferentes valores de pH a) pH 9 y b) pH 10.

3.4 Evaluación de tintas

3.4.1 Medición del ángulo de contacto en tintas con diferentes surfactantes

Actualmente, la incorporación de nanomateriales en tintas ha cobrado gran relevancia en diversas áreas, como la electrónica, los biosensores y los recubrimientos avanzados. Para su adecuado desempeño, las tintas deben tener baja viscosidad, imprimibilidad, buena estabilidad y adecuada adherencia sobre distintos sustratos [84]. En este contexto, los surfactantes, moléculas anfifílicas compuestas por una cabeza hidrofílica y una cola hidrófoba, desempeñan un papel fundamental, ya que regulan la interacción entre partículas y el solvente. Una selección adecuada de estos compuestos permite optimizar la formulación de las tintas y mejorar sus propiedades funcionales [85-86]. Por ello, la caracterización y comparación de diferentes surfactantes constituye un paso crítico en el desarrollo de tintas basadas en nanomateriales.

Una técnica clave para evaluar las propiedades de la tinta es la medición del ángulo de contacto, el cual corresponde al ángulo formado entre un líquido y una superficie sólida, permitiendo determinar el grado de humectabilidad del sistema. Un ángulo de contacto menor a 90° ($\theta < 90^\circ$) indica un comportamiento hidrófilo, asociado a un alto grado de humectabilidad, mientras que, valores mayores a 90° ($\theta > 90^\circ$) corresponden a un comportamiento hidrofóbico [87]. La relevancia de este parámetro radica en que una adecuada humectabilidad favorece la extensión uniforme de la tinta sobre el sustrato, condición necesaria para la formación de películas homogéneas.

Mediante esta técnica se evaluaron tintas formuladas a partir del material bifásico $\text{Ni}(\text{OH})_2\text{-Cu}$ y del sistema bimetálico Cu-Ni . En la Tabla 3.2 se presentan las condiciones de formulación en porcentaje en peso (% p/p) para las tintas basadas en $\text{Ni}(\text{OH})_2\text{-Cu}$.

Tabla 3.2. Formulación (% p/p) de tintas basadas en el sistema bifásico $\text{Ni}(\text{OH})_2\text{-Cu}$.

Componente	Tinta 1	Tinta 2	Tinta 3	Tinta 4
Material $\text{Ni}(\text{OH})_2\text{-Cu}$	1.6 %	1.6 %	1.6 %	1.6 %
Agua	98.4 %	78.4 %	78.4 %	78.4 %
Etilenglicol	—	20 %	—	—
Tritón X-100	—	—	20 %	—
SDS	—	—	—	20 %

En la Figura 3.11 se muestra el comportamiento de las tintas sobre un sustrato de vidrio. La tinta $\text{Ni}(\text{OH})_2\text{-Cu/ agua}$ (Figura 3.11 a) presenta un comportamiento hidrófilo, con ángulos de contacto en el rango de $36.71^\circ\text{-}36.83^\circ$. Al incorporar etilenglicol (Figura 3.11 b) se observa una ligera disminución del ángulo ($33.79^\circ\text{-}35.72^\circ$), atribuida a la reducción de la tensión superficial del sistema, considerando que el agua presenta una tensión superficial de 72.8 mN/m y el etilenglicol de 48 mN/m , lo que facilita la extensión de la gota sobre el sustrato [88].

Por su parte, el uso del surfactante no iónico Tritón X-100 (Figura 3.11 c), reduce el ángulo a $27.77^\circ\text{-}27.83^\circ$. Finalmente, la incorporación del surfactante aniónico SDS (Figura 3.11 d) genera una disminución más pronunciada ($16.08^\circ\text{-}18.04^\circ$). Diversas investigaciones como Zhang et al. reportan que la presencia de SDS disminuye de forma significativa la tensión superficial de la tinta, así como el ángulo de contacto, lo cual favorece la dispersión homogénea de la tinta y una mejora en la calidad del recubrimiento [88-89].

La Figura 3.12 presenta los resultados de las tintas previamente analizadas sobre un sustrato de vidrio/ITO. La tinta 1 (Figura 3.12 a) muestra un ángulo de contacto en el rango de $67.8^\circ\text{-}68.5^\circ$. Al incorporar etilenglicol (Figura 3.12 b), se observa una disminución significativa del ángulo alcanzando valores de $42.81^\circ\text{-}43.48^\circ$. Por su parte, la adición del surfactante no iónico Tritón X-100 (Figura 3.12 c) reduce el ángulo de contacto, situándose en el intervalo de $23.97^\circ\text{-}25.39^\circ$. Finalmente, la incorporación del surfactante SDS (Figura 3.12 d) da lugar a los valores más bajos, con ángulos de $20.19^\circ\text{-}21.01^\circ$, evidenciando una mejora notable en la humectabilidad del sistema.

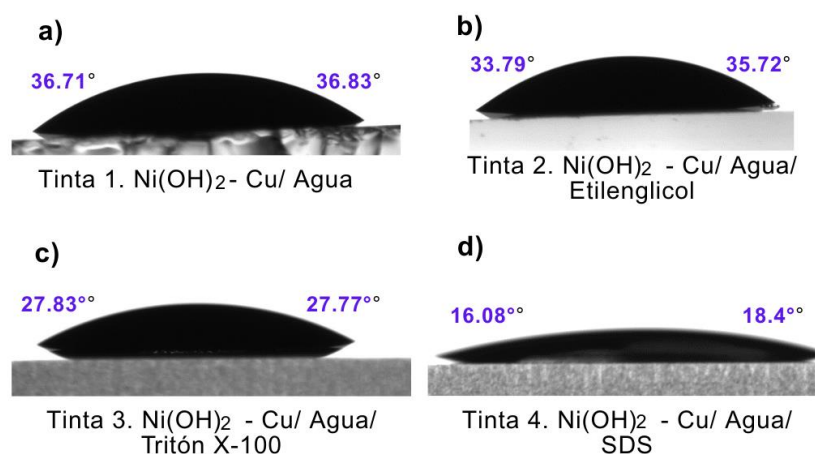


Figura 3.11. Evaluación del ángulo de contacto de las tintas sistema bifásico $\text{Ni}(\text{OH})_2\text{-Cu}$ sobre sustrato de vidrio a) $\text{Ni}(\text{OH})_2\text{-Cu/Agua}$ b) $\text{Ni}(\text{OH})_2\text{-Cu/Agua/ Etilenglicol}$ c) $\text{Ni}(\text{OH})_2\text{-Cu/Agua/ Tritón X-100}$ d) $\text{Ni}(\text{OH})_2\text{-Cu/Agua/SDS}$.

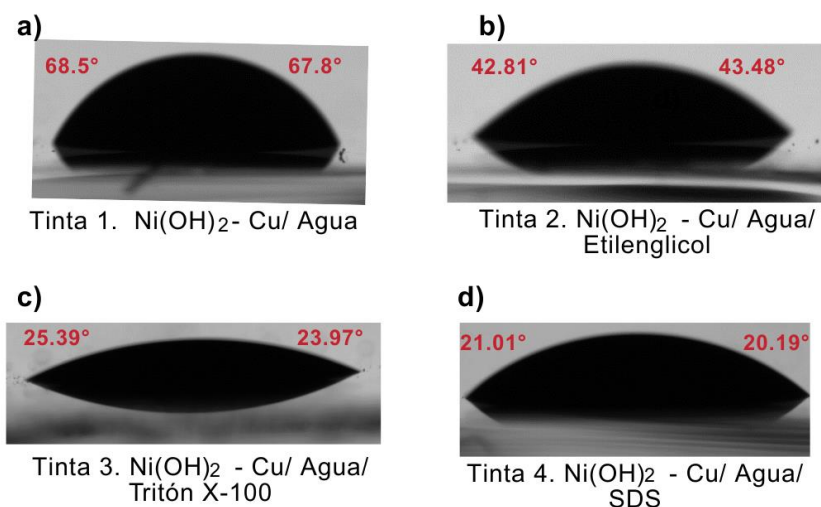


Figura 3.12. Evaluación del ángulo de contacto de las tintas sistema bifásico Ni(OH)_2 -Cu sobre sustrato de vidrio/ITO a) Ni(OH)_2 -Cu/Agua b) Ni(OH)_2 -Cu/Agua/ Etilenglicol c) Ni(OH)_2 -Cu/Agua/ Tritón X-100 d) Ni(OH)_2 -Cu/Agua/SDS.

De manera análoga, se evaluaron tintas basadas en el sistema bimetálico Cu-Ni. En la Tabla 3.3 se presentan las condiciones de formulación en porcentaje en peso (% p/p), correspondientes a las tintas compuestas por agua, un surfactante y el material bimetálico.

Tabla 3.3. Formulación (% p/p) de tintas basadas en el sistema bimetálico Cu-Ni.

Componente	Tinta 1	Tinta 2	Tinta 3	Tinta 4
Material Cu-Ni	1.6 %	1.6 %	1.6 %	1.6 %
Agua	98.4 %	78.4 %	78.4 %	78.4 %
Etilenglicol	—	20 %	—	—
Tritón X-100	—	—	20 %	—
SDS	—	—	—	20 %

En la Figura 3.13 se presentan los resultados del ángulo de contacto para las tintas basadas en el sistema bimetálico Cu-Ni sobre un sustrato de vidrio. Se observa una tendencia similar a las tintas del sistema bifásico Ni(OH)_2 -Cu. La tinta 1 (Figura 3.13 a) muestra un ángulo de contacto promedio en el rango de 28.82°-30.72°. Al incorporar etilenglicol (Figura 3.13 b), se registra una ligera disminución del ángulo, con valores de 27.19°-27.89°. Por su parte, la adición del surfactante no iónico Tritón X-100 (Figura 3.13 c) reduce el ángulo, alcanzando un rango de 25.32°-25.47°. Finalmente, al incorporar el surfactante SDS (Figura 3.13 d), se obtienen los valores más bajos, de 21.8°-22.18 evidenciando que esta formulación presenta el mayor grado de humectabilidad sobre el sustrato.

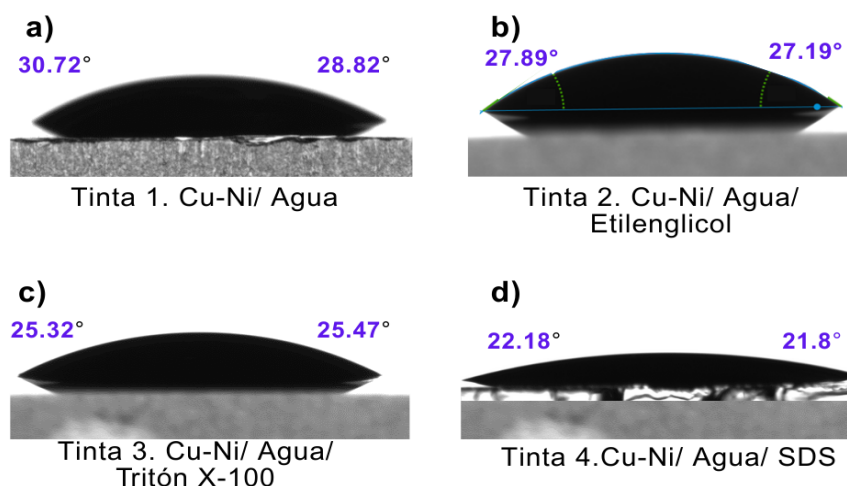


Figura 3.13. Evaluación del ángulo de contacto de las tintas sistema bimetálico Cu–Ni sobre sustrato de vidrio a) Cu–Ni/Agua b) Cu–Ni/Agua/ Etilenglicol c) Cu–Ni/Agua/ Tritón X-100 d) Cu–Ni/Agua/SDS.

La Figura 3.14 presenta los resultados de las tintas basadas en el material bimetálico Cu–Ni, evaluadas sobre sustrato de vidrio–ITO. En la tinta 1 (Figura 3.14 a) se muestra un ángulo de contacto promedio en el rango de 50.29°–51.19°. Al adicionar etilenglicol (Figura 3.14 b), se observa una disminución del ángulo, alcanzando valores de 45.74°–45.77°. Por su parte, la incorporación del surfactante no iónico Tritón X-100 (Figura 3.14 c) reduce el ángulo de contacto a 24.12°–25.31°. Finalmente, al incorporar el surfactante SDS (Figura 3.14 d), se obtienen los valores más bajos, en el rango de 23.12°–23.28°, evidenciando un comportamiento más hidrofílico.

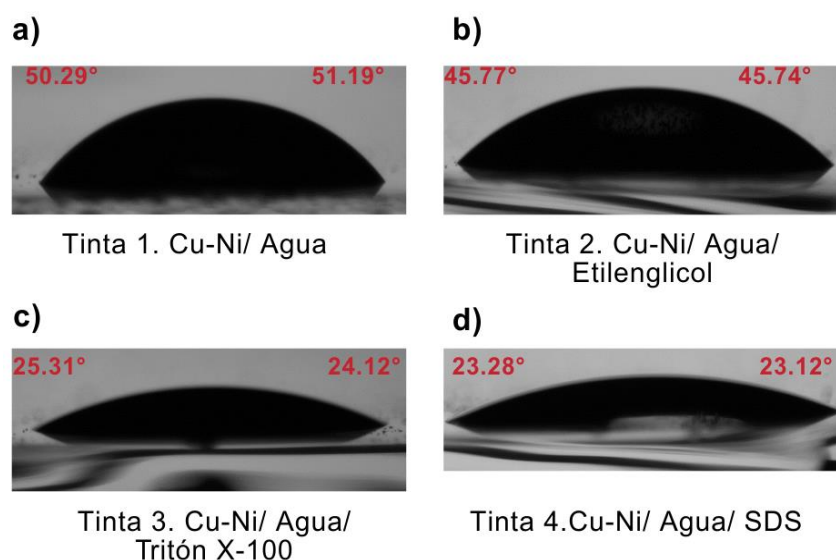


Figura 3.14. Evaluación del ángulo de contacto de las tintas sistema bimetálico Cu–Ni sobre sustrato de vidrio–ITO a) Cu–Ni/Agua b) Cu–Ni/Agua/Etilenglicol c) Cu–Ni/Agua/Tritón X-100 d) Cu–Ni/Agua/SDS.

Con base en los resultados obtenidos a partir de las mediciones del ángulo de contacto y del análisis comparativo del efecto de los diferentes surfactantes, se determina que el SDS es el que confiere el mayor grado de humectabilidad sobre ambos sustratos. Su incorporación reduce significativamente la tensión superficial de la tinta, favoreciendo la extensión de la gota y promoviendo una mayor interacción con la superficie del sustrato, lo que contribuye a la formación de películas más homogéneas. Por esta razón, este surfactante fue seleccionado para los análisis complementarios.

3.4.2 Evaluación de tintas con variación de porcentaje en peso en SDS

Un factor clave en el uso del surfactante SDS en la formulación de tintas es la concentración micelar crítica (CMC), definida como la concentración a partir de la cual las moléculas del surfactante comienzan a agregarse para formar micelas, estructuras coloidales de naturaleza esférica. Este fenómeno depende directamente de la concentración del surfactante, ya que es a partir de un valor umbral cuando se inicia el proceso de micelización [90]. Al alcanzar o superar CMC, se incrementa la mayor estabilidad en el sistema coloidal, lo que contribuye a reducir la aglomeración y la sedimentación de las partículas, debido a la repulsión electrostática generada por la carga superficial negativa del surfactante [86].

En la Tabla 3.4 se presentan las condiciones de preparación correspondientes a las formulaciones de tintas basadas en el material $\text{Ni}(\text{OH})_2\text{-Cu}$, en las cuales se varía el porcentaje en peso del surfactante SDS (considerando la CMC), utilizando agua como medio de dispersión.

Tabla 3.4. Formulación (% p/p) de tintas basadas en el sistema bifásico $\text{Ni}(\text{OH})_2\text{-Cu}$ con variación en la concentración de SDS.

Componente	Tinta 1	Tinta 2	Tinta 3
Material $\text{Ni}(\text{OH})_2\text{-Cu}$	1.6 %	1.6 %	1.6 %
Agua	98.2 %	98 %	97 %
SDS	0.2 %	0.4 %	0.6 %

El sustrato de ITO es ampliamente utilizado en aplicaciones electrónicas debido a su transparencia óptica, estabilidad química y alta conductividad eléctrica. No obstante, en la Figura 3.15 se observa que este sustrato presenta un comportamiento más hidrofóbico en comparación con el vidrio, lo que se traduce en mayores valores de ángulo de contacto y, por ende, en un menor grado de humectabilidad. En la misma figura, se muestran los resultados de ángulo de contacto para las diferentes tintas evaluadas. Los apartados a, b y c corresponden a las mediciones sobre sustrato de vidrio, mientras que a.1, b.1 y c.1 representan los resultados obtenidos sobre sustrato de vidrio/ITO. En ambos casos, se observa una disminución del ángulo de contacto conforme aumenta el porcentaje en peso de SDS.

Para las tintas depositadas sobre el sustrato de vidrio, con concentraciones de SDS 0.2 % p/p, 0.4 % p/p y 0.6 % p/p, se registraron ángulos promedio de 16.20°-15.78°, 14.07°-13.45° y 14.2°-14.74°, respectivamente. En contraste, sobre el sustrato de vidrio/ITO se obtuvieron valores mayores de 34.5°-34.2°, 23.6°-23.49° y 26.5°-25.9° respectivamente.

Se identifica que los valores más bajos del ángulo de contacto corresponden a la tinta con 0.4 % p/p de SDS, lo cual puede atribuirse a una reducción óptima de tensión superficial del sistema a esta concentración. De acuerdo con la relación de Young; el ángulo de contacto (θ) depende del equilibrio entre la tensión superficial del líquido y la energía superficial del sustrato [91], lo que explica el comportamiento observado.

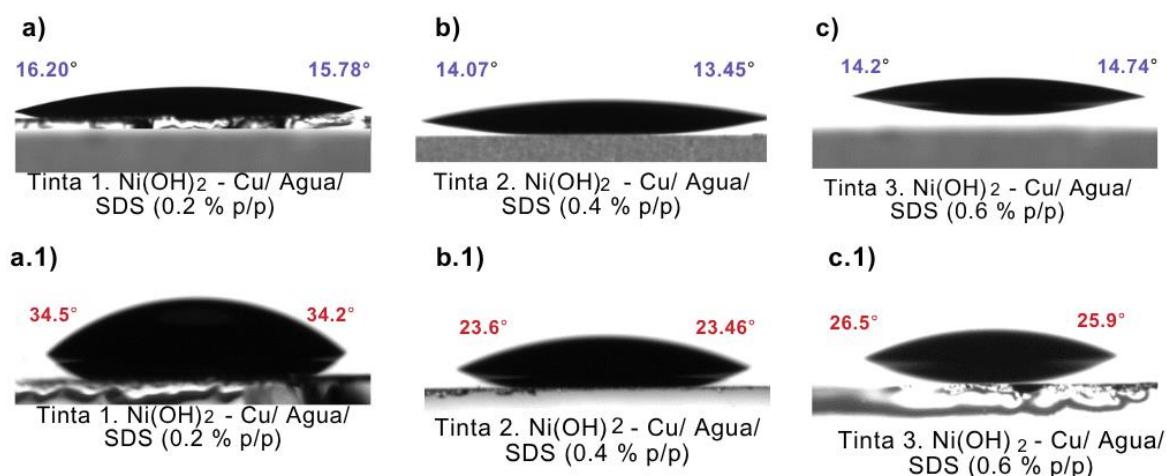


Figura 3.15. Evaluación del ángulo de contacto de las tintas sistema bifásico $\text{Ni}(\text{OH})_2\text{-Cu}$ en sustrato de vidrio a) 0.2 % p/p SDS b) 0.4 % p/p SDS c) 0.6 % p/p y sustrato de vidrio/ITO a.1) 0.2 % p/p b.1) 0.4 % p/p y c.1) 0.6 % p/p.

El material bimetalico Cu-Ni fue evaluado en función de la variación del porcentaje en peso de SDS. En la tabla 3.5 se presentan las condiciones de formulación de las tintas, incluyendo el contenido de material bimetalico, surfactante y agua.

Tabla 3.5. Formulación (% p/p) de tintas basadas en el sistema bimetalico Cu-Ni con variación en la concentración de SDS.

Componente	Tinta 1	Tinta 2	Tinta 3
Material Cu-Ni	1.6 %	1.6 %	1.6 %
Agua	98.2 %	98 %	97 %
SDS	0.2 %	0.4 %	0.6 %

En la Figura 3.16 se presentan los resultados del ángulo de contacto correspondientes a las tintas bimetalicas Cu-Ni. Se observa que la tinta con 0.4 % p/p de SDS presenta el mayor grado de humectabilidad, por lo que fue seleccionada para la formación de películas sobre el sustrato de vidrio/ITO mediante la técnica de drop casting.

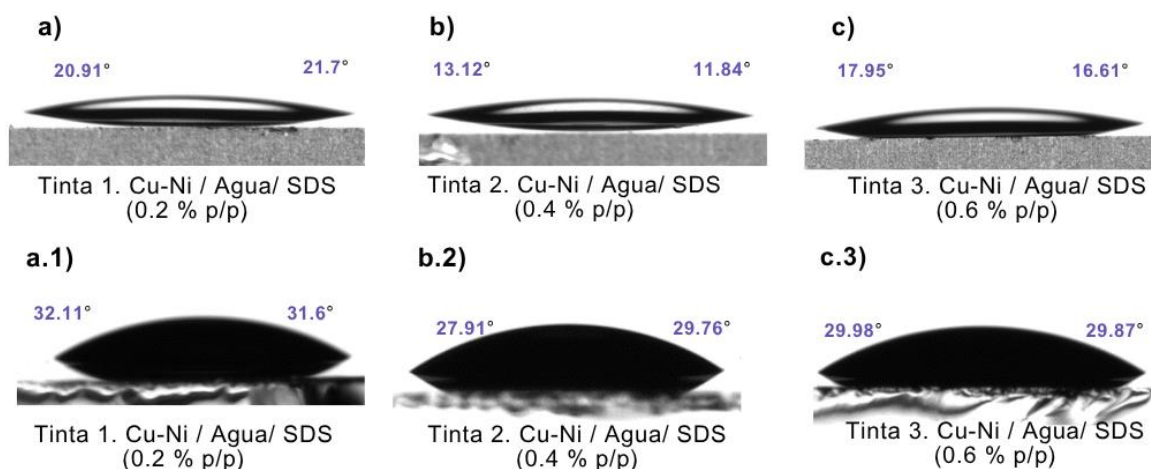


Figura 3.16. Evaluación del ángulo de contacto de las tintas del sistema bimetálico Cu–Ni sobre sustratos de vidrio (a-c) y vidrio/ITO (a.1-c.1) a diferentes concentraciones de SDS: a-a.1) 0.2 % p/p; b-b.1) 0.4 % p/p y c-c.1) 0.6 % p/p.

3.4.3 Evaluación de tintas con 0.4 % p/p de SDS

Se realizó el análisis de las tintas formuladas con 0.4 % p/p de SDS. En la Figura 3.17 se presentan los resultados de las diferentes condiciones de síntesis del material evaluadas sobre sustrato de vidrio.

Los resultados muestran que la incorporación de SDS al 0.4 % p/p favorece una disminución significativa del ángulo de contacto en todas las condiciones de síntesis. En el intervalo de pH 5-8 (Figura 3.17 a-d), correspondiente al sistema bifásico $\text{Ni}(\text{OH})_2\text{-Cu}$, se obtienen ángulos de contacto bajos ($10^\circ\text{-}13^\circ$), lo que indica una alta humectabilidad sobre el sustrato de vidrio.

En contraste, para pH 9-10 (Figura 3.17 e-f), donde se forma el sistema bimetálico Cu–Ni, los valores del ángulo de contacto aumentan significativamente ($16^\circ\text{-}18^\circ$), lo que sugiere una menor interacción de la tinta y el sustrato. Este comportamiento indica que la composición química del material influye directamente en las propiedades de humectabilidad.

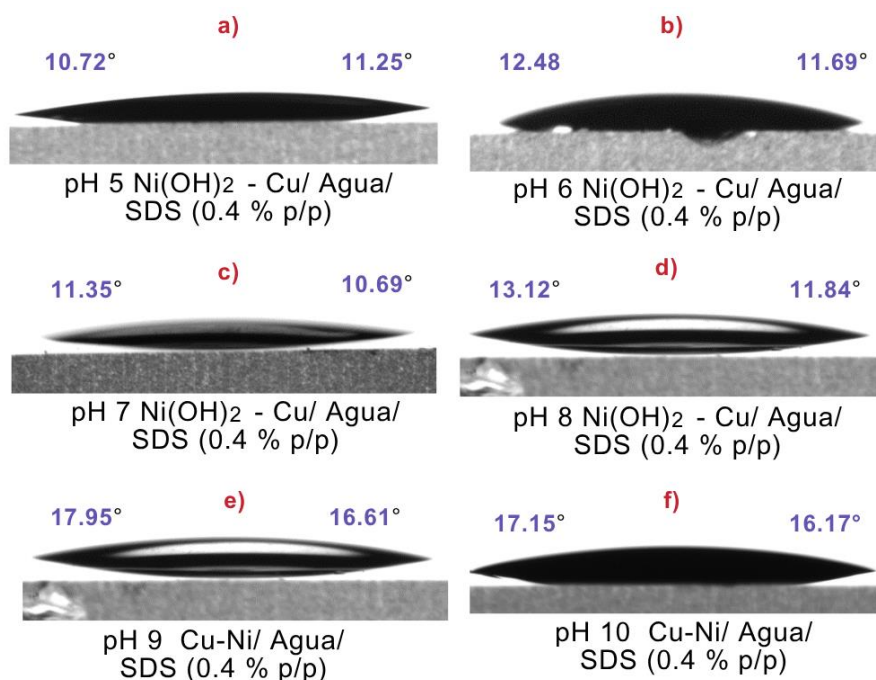
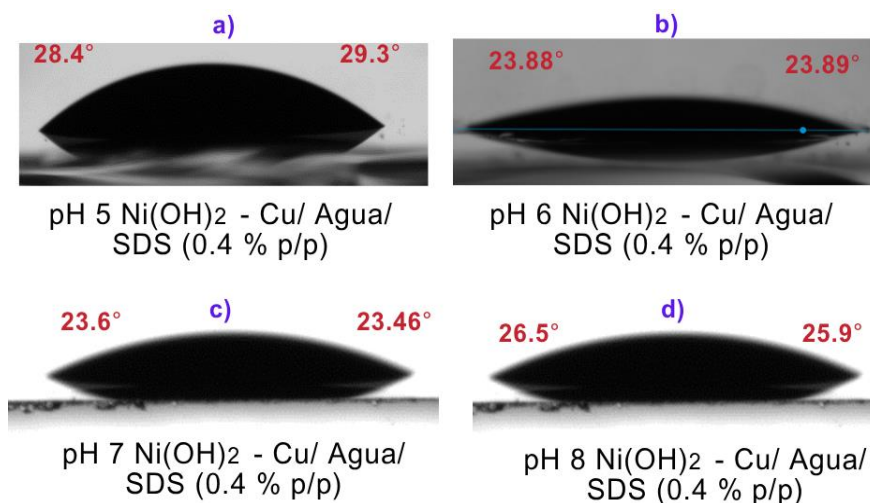


Figura 3.17. Evaluación del ángulo de contacto de tintas con 0.4 % p/p de SDS sobre sustrato de vidrio a diferentes valores de pH: a) pH 5, b) pH 6, c) pH 7, d) pH 8, e) pH 9 y f) pH 10.

En la Figura 3.18 se presentan los resultados correspondientes al sustrato de vidrio/ITO, donde se observan ángulos de contacto mayores en comparación con el vidrio. En el intervalo de pH 5-8 (Figura 3.18 a-d), correspondiente a Ni(OH)₂-Cu, se registran ángulos de contacto en el rango de 23-29°, lo que indica una humectabilidad moderada. Por otro lado, a pH 9-10 (Figura 3.18 e-f), los valores aumentan, reflejando una menor interacción entre la tinta y el sustrato.



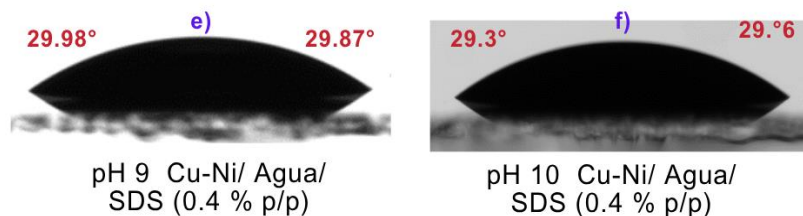


Figura 3.18. Evaluación del ángulo de contacto de las tintas con 0.4 % p/p de SDS sobre sustrato de vidrio/ITO a diferentes valores de pH a) pH 5, b) pH 6, c) pH 7, d) pH 8, e) pH 9, y f) pH 10.

La consideración de la concentración micelar crítica (CMC) permitió identificar que en 0.4 % p/p de SDS, se alcanza una reducción significativa de la tensión superficial, lo que se traduce en menores ángulos de contacto. Asimismo, se evidenció que tanto la composición química del material como la naturaleza del sustrato influyen en el comportamiento de humectabilidad. En particular, el sustrato de vidrio/ITO presenta ángulos de contacto mayores en comparación con el vidrio, lo que resalta la importancia de la energía superficial del sustrato en la extensión de la gota.

En conjunto, estos resultados justifican la selección de la tinta formulada con 0.4 % p/p de SDS como sistema óptimo para los análisis posteriores, ya que proporciona un adecuado equilibrio entre humectabilidad y estabilidad, favoreciendo la formación de películas homogéneas mediante técnicas de deposición, asegurando que las propiedades finales reflejan un comportamiento confiable y adecuado para aplicaciones de recubrimientos.

3.5 Tensión superficial

La tensión superficial se define como la fuerza de tensión por unidad de longitud presente en la interfase de un fluido, o como la energía necesaria para aumentar el área superficial del mismo. Para su determinación existen diferentes métodos experimentales, siendo uno de los más utilizados el método de gota colgante, en el cual se calcula la tensión superficial a partir la forma de una gota suspendida. Este método se basa en el análisis de la geometría de la gota comparando imágenes teóricas con imágenes experimentales, la cual depende de parámetros como la diferencia de densidad entre el líquido y el medio circundante ($\Delta\rho$), la aceleración gravitacional (g), el volumen de la gota y el diámetro de la aguja [92-93].

En este trabajo, la tensión superficial se determinó mediante el método de gota colgante, empleando el software OpenDrop se realizó el análisis de tensión superficial de los componentes de las diferentes tintas. En la Figura 3.19 se presentan las imágenes obtenidas durante la medición de gotas de 2 μL en condiciones ambientales.

Los valores obtenidos indican que el agua presenta una tensión superficial de $72.75 \text{ mN}\cdot\text{m}^{-1}$, mientras que los surfactantes evaluados muestran valores de $31.64 \text{ mN}\cdot\text{m}^{-1}$ para Tritón X-100, $46 \text{ mN}\cdot\text{m}^{-1}$ para etilenglicol y $39 \text{ mN}\cdot\text{m}^{-1}$ para SDS, lo cual evidencia su capacidad para reducir la tensión superficial del sistema.

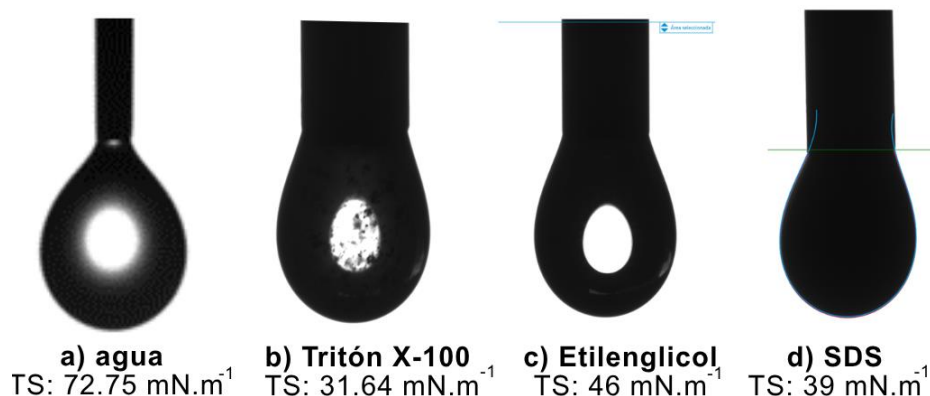


Figura 3.19. Imágenes del análisis de tensión superficial mediante el método de gota colgante para los diferentes componentes de la tinta.

Relacionando la tensión superficial con el ángulo de contacto, se puede establecer que la tensión superficial del líquido influye directamente en el grado de humectabilidad sobre el sustrato. De acuerdo con la ecuación de Young, el ángulo de contacto depende del equilibrio entre las energías interfaciales sólido-vapor, sólido-líquido y líquido-vapor [94] (Ecuación 3.2)

$$\gamma_{SV} = \gamma_{SL} + \gamma_{LV} \cdot \cos(\theta) \quad (3.2)$$

Donde:

- γ_{SV} : energía superficial sólido-vapor
- γ_{SL} : energía superficial sólido-líquido
- γ_{LV} : tensión superficial líquido-vapor
- θ : ángulo de contacto

De acuerdo con esta relación, una disminución de la tensión superficial del líquido (γ_{LV}) favorece la reducción del ángulo de contacto, promoviendo una mayor humectabilidad, siempre que la energía superficial del sustrato lo permita.

En este sentido, los surfactantes como Triton X-100 y SDS, generan gotas más extendidas sobre el sustrato, lo cual concuerda con los resultados experimentales obtenidos en las mediciones de ángulo de contacto realizadas.

Es importante mencionar que las mediciones de los diferentes componentes individuales se realizaron sin la incorporación del material. Las tintas utilizadas en los ensayos de deposición fueron formuladas con 0.4 % p/p de SDS como surfactante principal y como principal componente agua.

En la Figura 3.20 se presentan los resultados de tensión superficial de las tintas bajo diferentes condiciones de material. Para la tinta obtenida a pH 5 se registra una tensión de 40.41 mN.m⁻¹. Conforme aumenta el pH de síntesis, se observa un aumento progresivo de

la tensión superficial. En particular, para el sistema bimetálico Cu–Ni (pH 9 y 10), se obtienen valores más altos (59.54 mN.m⁻¹ y 55.14 mN.m⁻¹, respectivamente).

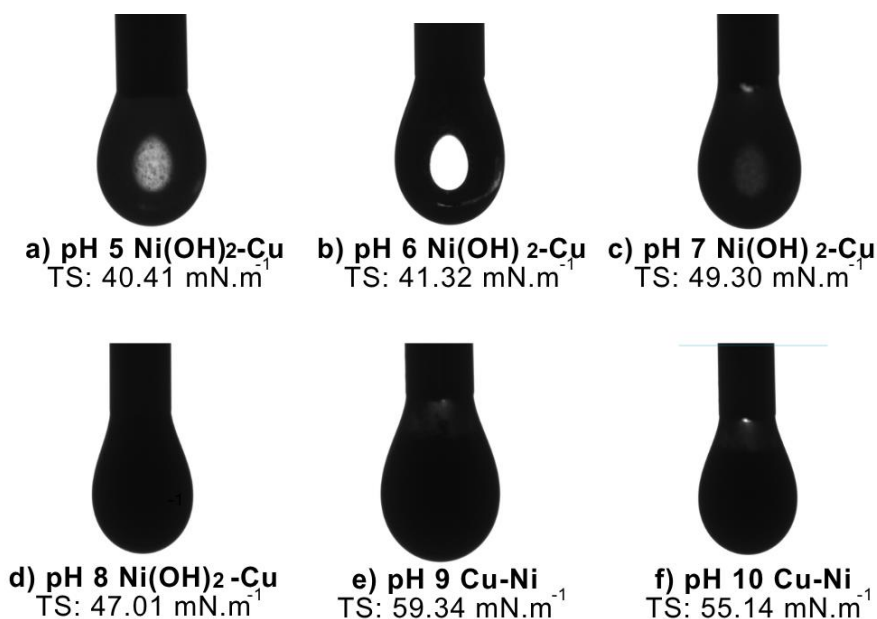


Figura 3.20. Imágenes del comportamiento de la tensión superficial de las tintas con 0.4 % p/p SDS, evaluadas mediante el método de colgante.

Este comportamiento puede atribuirse a cambios en la composición y en la interacción entre las partículas y el medio dispersante, lo cual afecta la estabilidad coloidal y las propiedades interfaciales del sistema. Como consecuencia, el aumento en la tensión superficial se refleja en una menor humectabilidad sobre el sustrato, en concordancia con los resultados de ángulo de contacto.

3.6 Evaluación por FTIR-ATR de la interacción del material con soluciones de glucosa

Mediante espectroscopía FTIR-ATR se evaluó la interacción entre los materiales sintetizados y soluciones de glucosa en diferentes concentraciones. Este análisis permite identificar cambios en los grupos funcionales presentes y evidenciar posibles interacciones químicas entre el material y el analito.

La concentración de glucosa en la sangre humana se encuentra normalmente entre 4-7 mM, pudiendo alcanzar valores cercanos a 20 mM en condiciones de hiperglucemia. Por ello, el rango evaluado de 0.5-20 mM resulta adecuado para simular condiciones fisiológicas [95].

En la Figura 3.21 se presentan los espectros FTIR-ATR correspondientes a las soluciones de glucosa preparadas a partir de glucosa anhidra (marca Meyer, número CAS: 50-99-7). En el intervalo de 3750-2500 cm⁻¹ se observan bandas superpuestas asociadas a las vibraciones de estiramiento de los grupos O-H y C-H. En la región de 1650 cm⁻¹-1347 cm⁻¹ se identifica

la banda correspondiente a la deformación del grupo C-O-C. Finalmente, en el intervalo de 1191-995 cm^{-1} se observan señales características del modo de vibración C-O [96].

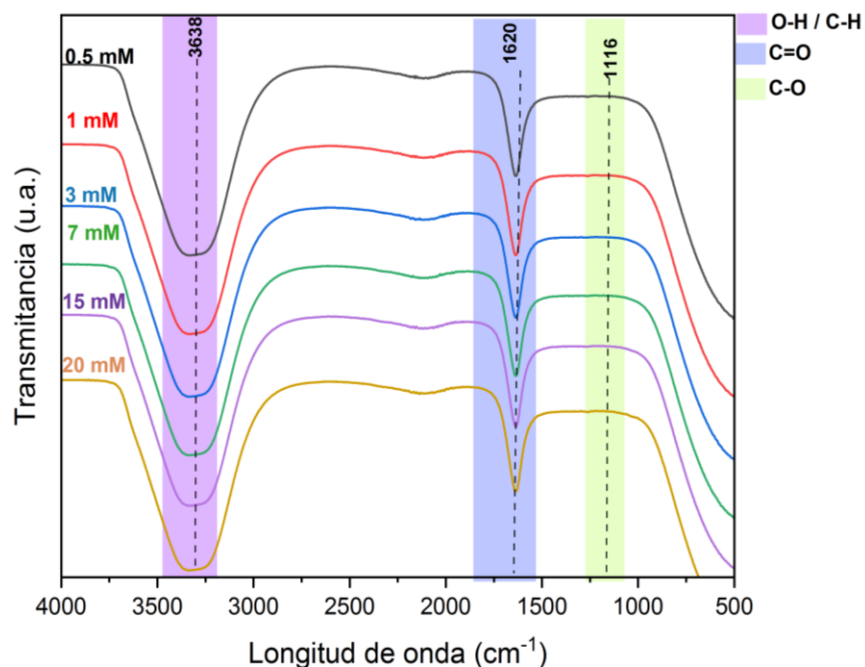


Figura 3.21. Espectros FTIR-ATR de soluciones de glucosa en el intervalo de concentración de 0.5 - 20 mM.

En la Figura 3.22 se muestra el espectro FTIR-ATR del material $\text{Ni}(\text{OH})_2\text{-Cu}$ tras su interacción con soluciones de glucosa. Se observan variaciones en la intensidad de ciertas bandas, lo que sugiere una posible interacción entre el material y la glucosa.

La banda en 3632 cm^{-1} corresponde a los grupos hidroxilo del $\text{Ni}(\text{OH})_2$, mientras que la banda ancha en 3250 cm^{-1} se asocia al solapamiento de vibraciones estiramiento O-H y C-H. La señal en 1355 cm^{-1} se atribuye a nitratos residuales. Asimismo, la banda en 963 cm^{-1} , asociada al modo de vibración C-O, presenta un incremento en intensidad con la concentración de glucosa, lo que podría estar relacionado con la adsorción del analito sobre la superficie del material. Finalmente, en 455 cm^{-1} se observa un trasape de las vibraciones asociadas a enlaces Ni-O y Cu-O. Estos cambios espectrales respaldan la existencia de una interacción entre el material $\text{Ni}(\text{OH})_2\text{-Cu}$ y la glucosa [97].

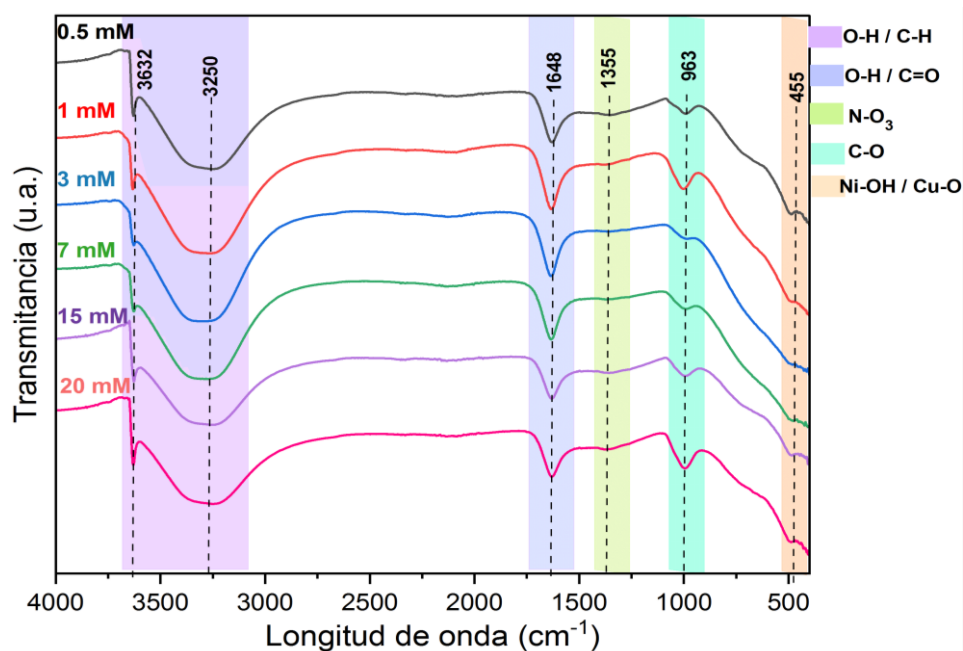


Figura 3.22. Espectros FTIR-ATR de las soluciones de glucosa en interacción con $\text{Ni}(\text{OH})_2\text{-Cu}$.

La Figura 3.23 presenta los espectros FTIR-ATR del material bimetalico Cu-Ni en presencia de glucosa. Se identifican bandas en 3268 cm^{-1} asociada a grupos O-H, así como a 1643 cm^{-1} , correspondiente a vibraciones combinadas de O-H y C=O. La banda en 1104 cm^{-1} se atribuye a vibraciones C-O. Finalmente, en 579 cm^{-1} se registra la banda referente a las vibraciones Cu-O/Ni-O.

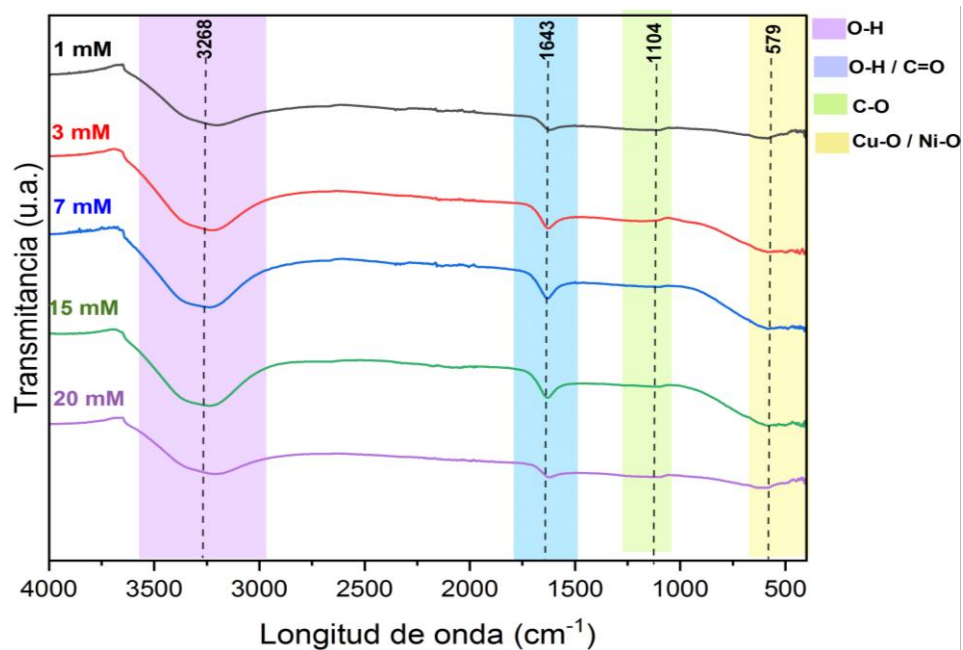


Figura 3.23. Espectros FTIR-ATR de soluciones de glucosa en interacción con el sistema bimetalico Cu-Ni.

En conjunto, los cambios espectrales observados, como la variación en la intensidad de las bandas asociadas a grupos C-O y el solapamiento en las regiones correspondientes a O-H, sugieren la existencia de interacciones entre los materiales y la glucosa. Este comportamiento es consistente con lo reportado en sistemas similares, como el sistema PVA-CuO, donde la incorporación de glucosa induce la modificación de las señales Cu-O y la aparición de nuevas bandas características del analito, lo que se ha asociado con procesos de interacción entre el nanomaterial y la glucosa [97].

En este sentido, las modificaciones observadas en los espectros de los materiales Ni(OH)₂-Cu y Cu-Ni pueden indicar la interacción con la glucosa, lo que sugiere su potencial aplicación en sistemas de detección.

3.7 Evaluación del sistema como capa activa en interacción con la glucosa

La sensibilidad en términos de biosensores es un cambio de señal por cada cambio de concentración; aunque también se define como la pendiente de la línea de regresión, que indica un cambio en la señal de salida ante una fluctuación en la concentración del analito. Una manera de expresar la sensibilidad es como se muestra en la ecuación 3.3, donde ΔC corresponde al cambio en la respuesta del sensor y ΔGlu al cambio en la concentración de glucosa [98].

$$\text{Sensibilidad} = \Delta C / \Delta Glu \quad (3.3)$$

Asimismo, se puede expresar como se muestra en la ecuación 3.4.

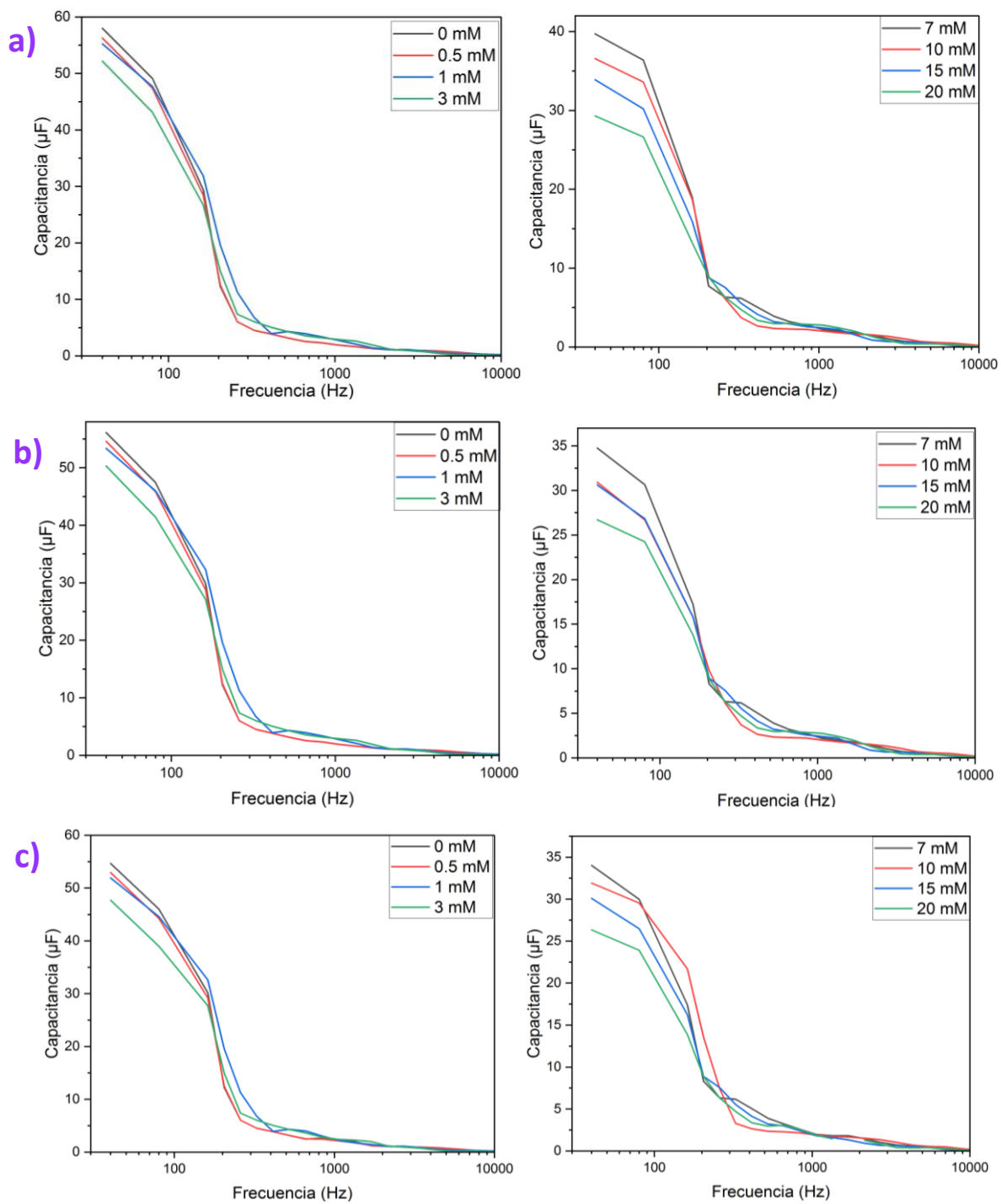
$$\text{Sensibilidad} = \frac{Y_Q - Y_P}{X_Q - X_P} \quad (3.4)$$

Donde, X_P y X_Q son dos concentraciones de analito en la gráfica de calibración, Y_P y Y_Q son sus señales correspondientes. Un biosensor con una pendiente más pronunciada es más sensible y capaz de distinguir un cambio muy pequeño en la concentración del analito en una solución [98].

Las películas del material depositadas sobre sustratos de vidrio/ITO, previamente seleccionadas por sus propiedades de humectabilidad y uniformidad, fueron evaluadas en su interacción con soluciones de glucosa en un rango de 0 a 20 mM.

Las mediciones se realizaron utilizando un equipo LCR, en un intervalo de frecuencias de 0 a 1000 Hz, con el objetivo de analizar la variación de la capacitancia en función de la concentración de glucosa y, a partir de estos datos, calcular la sensibilidad del sistema como biosensor.

En la Figura 3.24 se presentan los resultados obtenidos para las películas del sistema bifásico Ni(OH)₂-Cu.



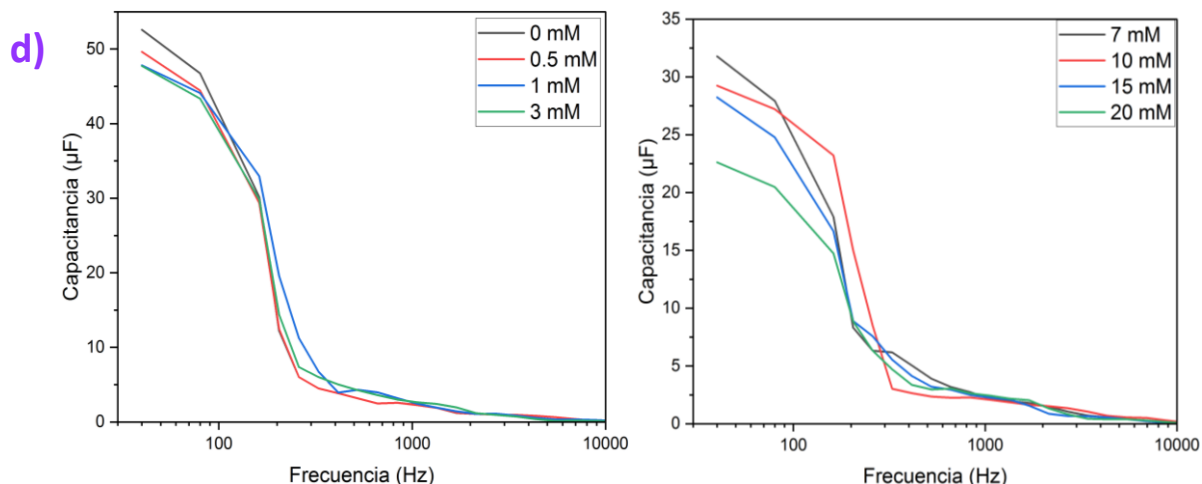


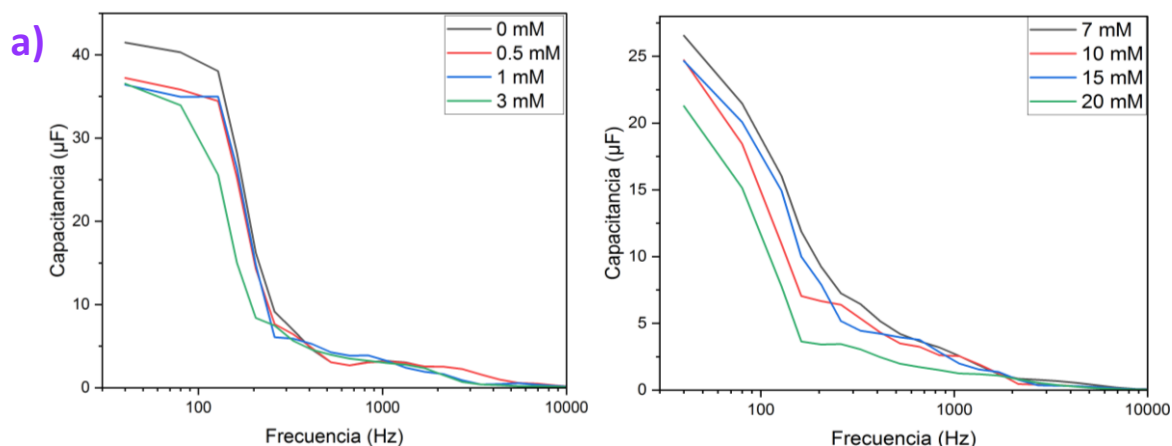
Figura 3.24. Mediciones de capacitancia del sistema bifásico $\text{Ni}(\text{OH})_2\text{-Cu}$ en interacción con diferentes concentraciones de glucosa a distintos valores de pH: a) pH 5, b) pH 6, c) pH 7 y d) pH 8.

En la Figura 3.24 se observa que la capacitancia disminuye conforme aumenta la concentración de glucosa. Este comportamiento puede atribuirse a la interacción de las moléculas de glucosa con los sitios activos del material, lo que provoca un bloqueo parcial en la transferencia de carga y, en consecuencia, una reducción en la respuesta capacitiva del sistema en la interfase glucosa/ $\text{Ni}(\text{OH})_2\text{-Cu}$ / ITO [97].

A medida que incrementa la concentración del analito, la adsorción de moléculas de glucosa limita la acumulación de carga en la interfase, lo que se refleja en una disminución progresiva de la capacitancia.

En particular, el sistema bifásico a pH 5 (Figura 3.24 a) presenta una capacitancia inicial de 60 μF , mientras que a pH 6 (Figura 3.24 b) disminuye a 54 μF . De manera similar, se registran valores iniciales de 52 μF a pH 7 (Figura 3.24 c) y 50 μF a pH 8 (Figura 3.24 d), evidenciando una tendencia decreciente en función del pH de síntesis.

Asimismo, en la Figura 3.25 se presentan los resultados de capacitancia correspondientes al sistema bimetálico Cu-Ni en interacción con diferentes concentraciones de glucosa.



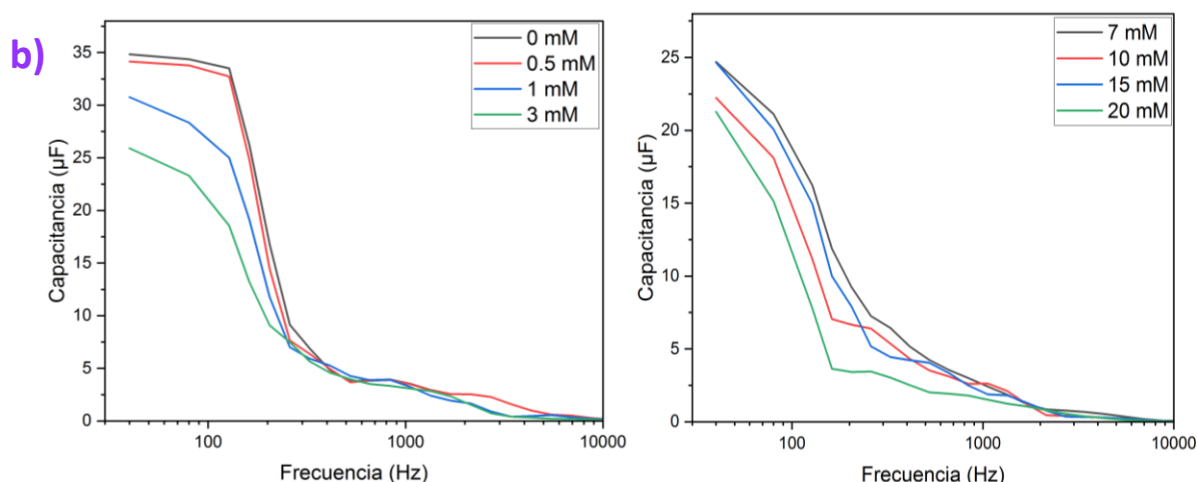
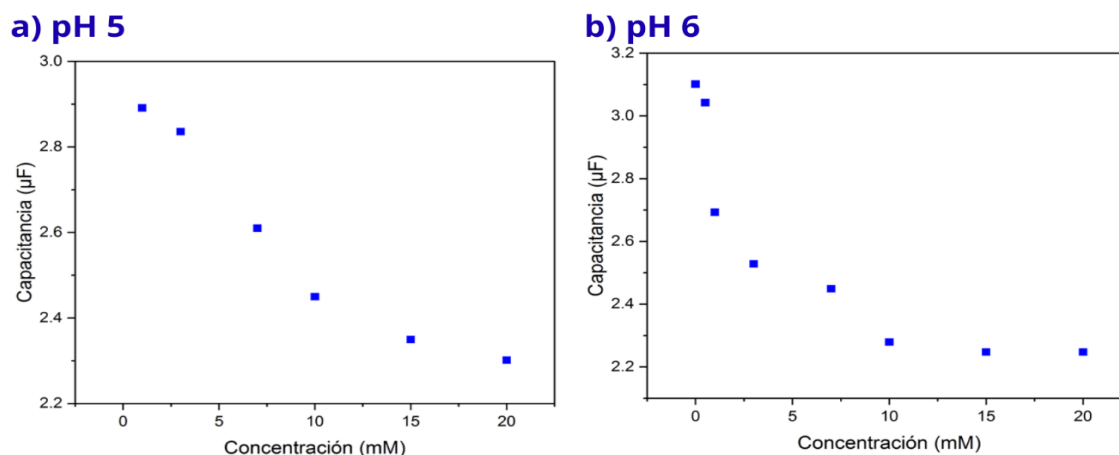


Figura 3.25. Mediciones de capacitancia del material bimetalico Cu–Ni en interacción con diferentes concentraciones de glucosa para distintas condiciones de pH: a) pH 9 y b) pH 10.

En la Figura 3.25 se puede identificar una diferencia significativa de los valores de capacitancia, comparando con el sistema bifásico $\text{Ni}(\text{OH})_2\text{--Cu}$

A partir de estos gráficos iniciales se realizó el cálculo de la sensibilidad, seleccionando como frecuencia de referencia a 1000 Hz, dado que en este rango la respuesta capacitiva del sistema es estable y reproducible.

En la Figura 3.26 se presentan las curvas de capacitancia en función de la concentración de glucosa para las diferentes muestras evaluadas a dicha frecuencia, observándose una disminución progresiva de la capacitancia conforme aumenta la concentración del analito. En el caso del sistema bifásico $\text{Ni}(\text{OH})_2\text{--Cu}$ (Figura 3.26 a-d), las capacitancias iniciales se encuentran en el rango de 2.8-3.2 μF y presentan pendientes relativamente suaves. En contraste, el sistema bimetalico Cu–Ni (Figura 3.26 e-f) muestra un intervalo de capacitancia más amplio y una pendiente más pronunciada, lo cual indica una mayor sensibilidad en la detección de glucosa.



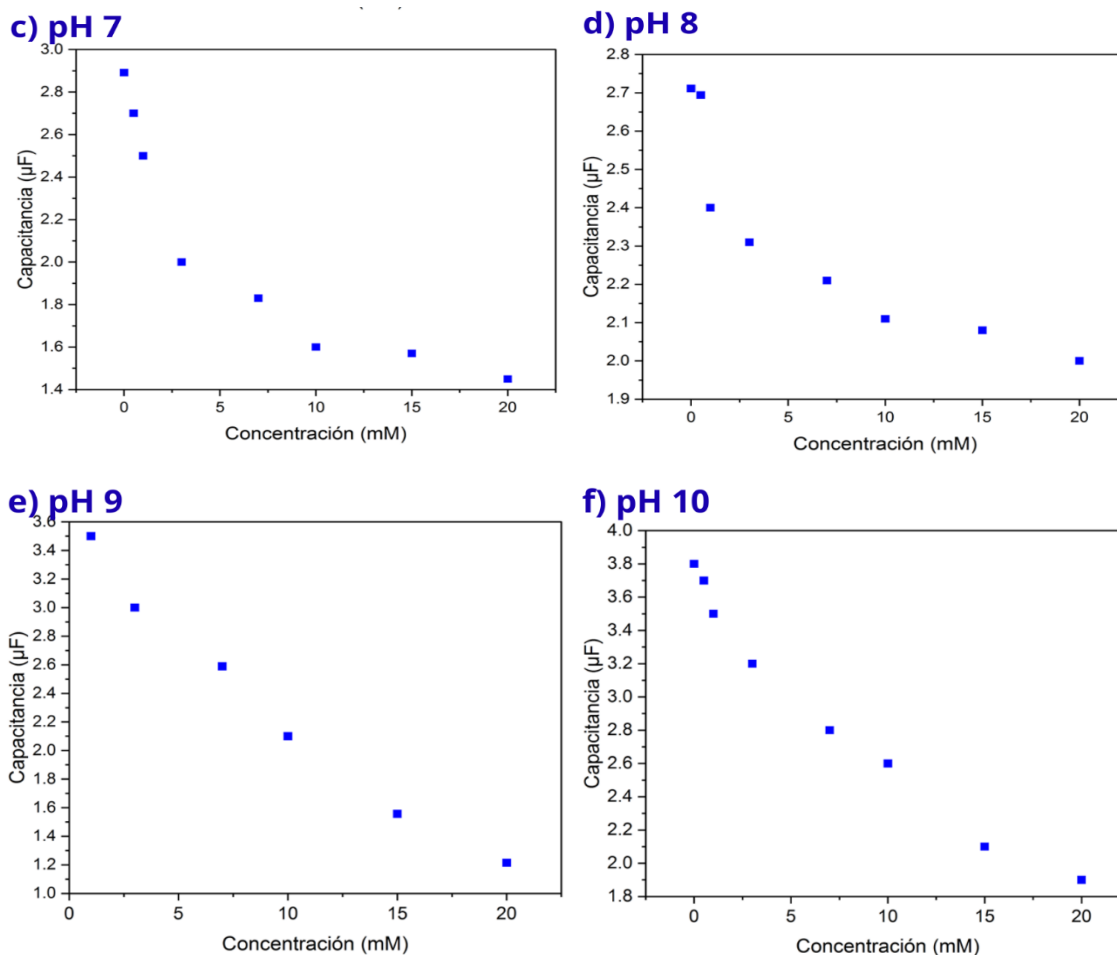


Figura 3.26. Mediciones de capacitancia en función de la concentración de glucosa a la frecuencia de 1000 Hz. Para el sistema bifásico $\text{Ni}(\text{OH})_2\text{--Cu}$ a) pH 5, b) pH 6, c) pH 7 d) pH 8 y sistema bimetálico Cu--Ni e) pH 9 f) pH 10.

A partir de la información presentada en la Figura 3.26 se realizó la curva de calibración presentada en la Figura 3.27, donde se evaluó el valor de sensibilidad para cada uno de los materiales sintetizados a diferente pH. Así mismo, se determinó el parámetro de linealidad (R^2) para garantizar la confiabilidad de los datos.

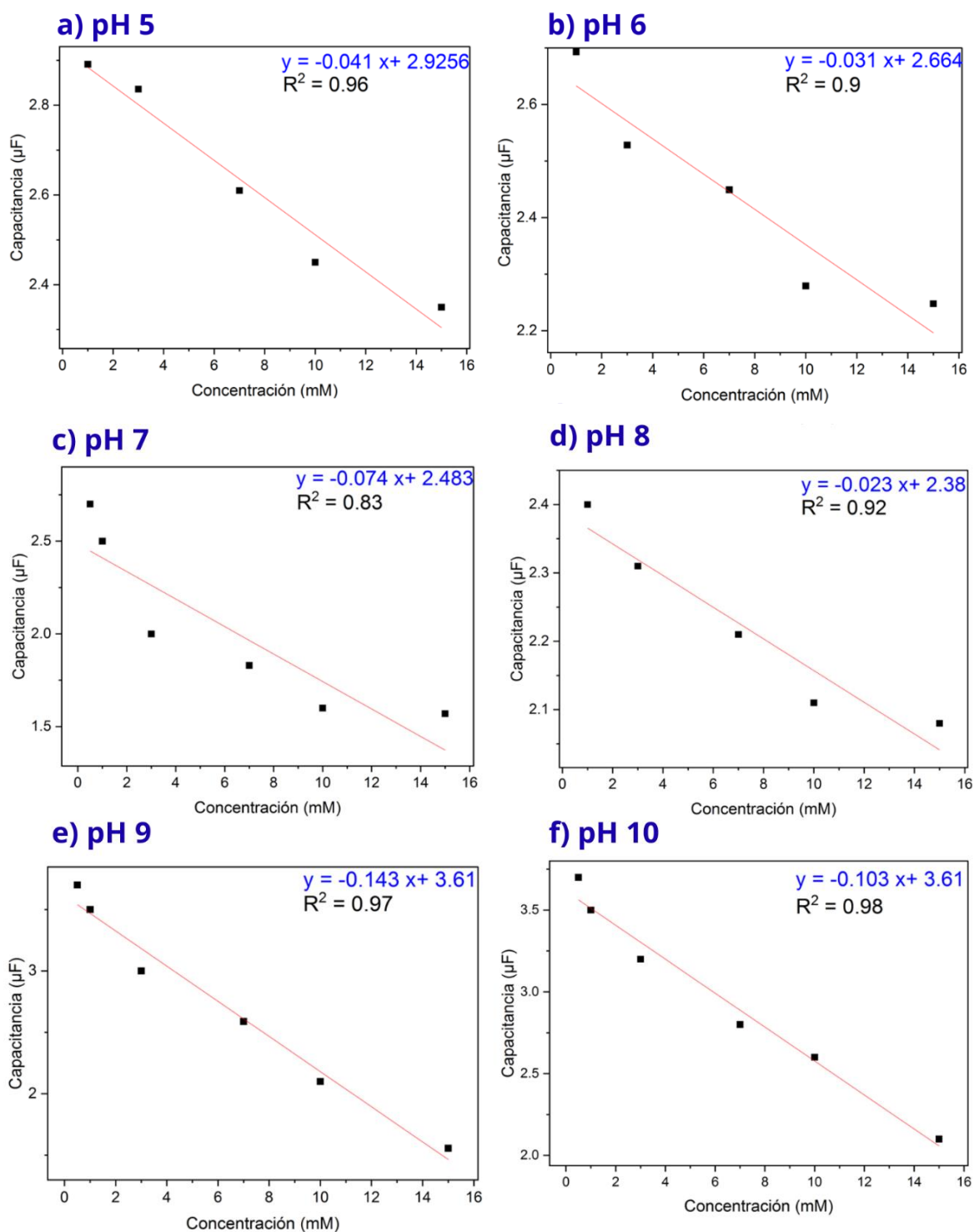


Figura 3.27. Curvas de calibración en función de la concentración de glucosa a una frecuencia de 1000 Hz para el sistema bifásico Ni (OH)₂-Cu (a-d): pH 5, 6, 7 y 8 y el sistema bimetálico Cu-Ni (e-f): pH 9 y 10).

En la Figura 3.27 se observa que todas las curvas de calibración presentan una pendiente negativa, lo cual indica que la capacitancia disminuye conforme aumenta la concentración de glucosa.

A partir de estas curvas se determinaron los valores de sensibilidad para cada sistema. El material bifásico $\text{Ni(OH)}_2\text{-Cu}$ sintetizado a pH 5 (Figura 3.27 a) presenta una sensibilidad de $0.041 \mu\text{F/mM}$; a pH 6 (Figura 3.27 b) se obtiene un valor de $0.031 \mu\text{F/mM}$; a pH 7 (Figura 3.27 c) la sensibilidad incrementa a $0.074 \mu\text{F/mM}$; mientras que a pH 8 (Figura 3.27 d) disminuye a $0.023 \mu\text{F/mM}$.

Por otra parte, el material bimetálico Cu-Ni muestra un desempeño superior. A pH 9 (Figura 3.27 e) se obtiene la mayor sensibilidad $0.143 \mu\text{F/mM}$, mientras que a pH 10 (Figura 3.27 f) se registra un valor de $0.103 \mu\text{F/mM}$. Estos resultados evidencian una mejora significativa en la respuesta del sistema bimetálico en comparación con el bifásico.

Cabe destacar que la mayoría de los biosensores para la detección de glucosa reportados en la literatura se basan en principios electroquímicos, tales como amperometría o voltametría, donde la señal se genera a partir de procesos de transferencia de carga. En contraste, el sistema desarrollado en este trabajo corresponde a un biosensor capacitivo, en el cual la variación de la capacitancia se emplea como parámetro de detección. Esta aproximación presenta ventajas relevantes, como una respuesta rápida y alta sensibilidad.

En la Tabla 3.6 se presenta una comparación entre los valores de sensibilidad obtenidos en este trabajo y los reportados en la literatura. Se observa que el material bimetálico Cu-Ni exhibe una sensibilidad superior a la reportada por Dhiman et al [99], lo que resalta su potencial para aplicaciones en biosensores de glucosa.

Tabla 3.6. Comparación de los valores de sensibilidad de los materiales evaluados y los reportados en la literatura para la detección de glucosa.

Material a evaluar	Sensibilidad $\mu\text{F/mM}$	Referencia
$\text{Ni(OH)}_2\text{-Cu}$ (pH 5)	0.041	Este trabajo
$\text{Ni(OH)}_2\text{-Cu}$ (pH 6)	0.031	Este trabajo
$\text{Ni(OH)}_2\text{-Cu}$ (pH 7)	0.074	Este trabajo
$\text{Ni(OH)}_2\text{-Cu}$ (pH 8)	0.023	Este trabajo
Cu-Ni (pH 9)	0.143	Este trabajo
Cu-Ni (pH 10)	0.103	Este trabajo
CuO-PVA	0.028	[99]
CuO-PVA	4.72	[97]

Estos resultados evidencian que el material bimetálico Cu-Ni presenta los valores más altos sensibilidad, lo cual puede asociarse a sus propiedades estructurales y morfológicas bajo las condiciones de síntesis evaluadas.

Los análisis de DRX indican que el sistema bimetálico presenta tamaños de cristalito menores en comparación con el material bifásico $\text{Ni}(\text{OH})_2\text{-Cu}$, mientras que las imágenes de MEB muestran la formación de estructuras con dimensiones más reducidas a pH 9 y 10. Estas características favorecen una mayor área superficial y, por ende, una interacción más eficiente con el analito.

En conjunto, estos factores se reflejan en un mejor desempeño en la detección de glucosa, posicionando al sistema Cu–Ni como un candidato prometedor para aplicaciones en biosensores. Asimismo, los resultados sugieren que la combinación de cobre y níquel genera un efecto sinérgico que mejora las propiedades estructurales y funcionales del material [100].

Conclusiones

En la presente investigación se logró la síntesis, caracterización y evaluación de un sistema bimetálico Cu–Ni sintetizado mediante el método hidrotermal, analizando de manera sistemática la influencia del pH como parámetro de control. A partir de los resultados experimentales y su análisis se establecen las siguientes conclusiones.

- El análisis por difracción de rayos X (DRX) evidenció que el pH desempeña un papel determinante en la formación de fases. En el intervalo de pH 5-8, el níquel permanece en forma de $\text{Ni}(\text{OH})_2$, mientras que el cobre se reduce de manera independiente, dando lugar a un sistema bifásico. En contraste, a pH 9-10, la hidracina actúa como un agente reductor más eficiente, favoreciendo la reducción simultánea de ambas especies y la formación del sistema bimetálico Cu–Ni. El refinamiento de Rietveld permitió complementar este análisis mediante la determinación de estructurales, tamaño de cristalito y microdeformación.
- El análisis morfológico mediante microscopía electrónica de barrido (MEB) reveló la presencia de estructuras cuasi-esféricas aglomeradas y estructuras tipo barra, observándose una disminución en el tamaño de partícula al incrementar el pH. Este comportamiento se asocia con procesos de nucleación más favorecidos en condiciones alcalinas, lo que conduce a obtención de dimensiones en la escala nanométrica.
- De manera complementaria, el análisis por espectroscopia de dispersión de energía (EDS) confirmó la presencia de los elementos Cu y Ni en todas las muestras, así como una disminución en el contenido de oxígeno conforme aumenta el pH. Este resultado es consistente con la transición de un sistema bifásico $\text{Ni}(\text{OH})_2\text{-Cu}$ hacia la formación del sistema bimetálico Cu–Ni, en concordancia con los resultados de DRX.
- La caracterización por FTIR-ATR permitió identificar variaciones en los grupos funcionales en función del pH de síntesis, evidenciando diferencias entre el sistema bifásico y el bimetálico. Estos resultados son consistentes con los análisis estructurales y confirman que el pH influye directamente en la composición química del material.

- En la formulación de tintas, el análisis de ángulo de contacto demostró que la adición de SDS al 0.4 % p/p proporciona el mayor grado de humectación sobre los sustratos evaluados favoreciendo la formación de películas homogéneas y estables, condición fundamental para su aplicación en dispositivos.
- El análisis por FTIR-ATR en presencia de glucosa evidenció modificaciones en las bandas características, lo que sugiere la existencia de interacciones entre el material compuesto y el analito. Si bien esta técnica no es concluyente en términos de desempeño como biosensor, sí permite confirmar la afinidad química del material hacia la glucosa.
- La evaluación eléctrica mediante mediciones de capacitancia (LCR) permitió determinar la respuesta del material frente a diferentes concentraciones de glucosa. Se observó una disminución de la capacitancia con el incremento de la concentración, atribuida a la interacción del analito con los sitios activos del material. El sistema bimetálico Cu–Ni sintetizado a pH 9 presentó la mayor sensibilidad (0.143 $\mu\text{F}/\text{mM}$), superando al sistema bifásico y evidenciando un mejor desempeño.

En conjunto, los resultados obtenidos demuestran que el control del pH es un factor clave para dirigir la formación del sistema bimetálico Cu–Ni y modular sus propiedades estructurales, morfológicas y funcionales. La correlación entre estas propiedades y el desempeño en la detección de glucosa evidencia un efecto sinérgico entre el cobre y el níquel, que favorece la respuesta del sistema.

En este sentido, se confirma la hipótesis planteada, ya que la variación del pH durante la síntesis induce cambios estructurales y morfológicos que influyen directamente en la interacción del material con la glucosa, lo cual se refleja en un incremento en la sensibilidad del sistema, particularmente en el material bimetálico Cu–Ni sintetizado a pH 9. Finalmente, este trabajo establece una base sólida para el desarrollo de materiales bimetálicos en aplicaciones de detección, y abre la posibilidad de explorar nuevas variables en la síntesis y optimización para mejorar el desempeño de estos sistemas en biosensores

Referencias

- [1] Instituto Nacional de Estadística y Geografía (INEGI). (2025). Estadísticas de defunciones registradas Enero - Junio 2025. https://www.inegi.org.mx/contenidos/saladeprensa/boletines/2026/edr/edr2025_RR_en-jun.pdf
- [2] Zhou, Y., Wang, J., Liang, C., & Zheng, F. Nanotechnology and materials science: Innovations for industry and infrastructure. En S. George, & B. Tawiah, *Nanotechnology in Societal Development* 375-394, 2024. https://doi.org/10.1007/978-981-97-6184-5_11
- [3] Stephanie, R., Woo Kim, M., Hyun Kim, S., Kim, J.-K., Yeong Park, C., & Jung Park, T. Recent advances of bimetallic nanomaterials and its nanocomposites for biosensing applications. *TrAC Trends in Analytical Chemistry*, 135, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.trac.2020.116159>

- [4] Wang, J., Zhao, G., Feng, L., & Chen, S. Metallic nanomaterials with biomedical applications. *Metals*, 12, 2133, 2022. <https://doi.org/10.3390/met12122133>
- [5] Zhang, S., Zhao, W., Zeng, J., He, Z., Wang, X., Zhu, Z., Hu, R., Liu, C., & Wang, Q. Wearable non-invasive glucose sensors based on metallic nanomaterials. *Materials Today Bio*, 20, 2023. <https://doi.org/10.1016/j.mtbio.2023.100638>
- [6] Naikoo, G. A., Arshad, F., Hassan, I. U., Omar, F. B., Tambuwala, M., Mustaqeem, M., & Saleh, T. Trends in bimetallic nanomaterials and methods for fourth-generation glucose sensors. *TrAC Trends in Analytical Chemistry*, 162, 117042, 2023. <https://doi.org/10.1016/j.trac.2023.117042>
- [7] Aggarwal, K., Brahma, A., Sharma, N. Y., Rajput, P., Sachdeva, B., Singh, A., Chandra, R., & Singh, S. Recent progress in copper nanomaterials: catalysis, energy, biomedicine, and environmental applications. *Materials advances*, 6, 9296, 2025. <https://doi.org/10.1039/d5ma00484e>
- [8] Silva, F. A., Salim, V. M. M., & Rodrigues, T. S. Controlled nickel nanoparticles: A review on how parameters of synthesis can modulate their features and properties. *AppliedChem*, 4, 86-106, 2024. <https://doi.org/10.3390/appliedchem4010007>
- [9] Jaji, N., Lee, H., Hussin, M., Akil, H., Zakaria, M. & Othman, M. Advanced nickel nanoparticles technology: From synthesis to applications. *Nanotechnology Reviews*, 9, 1456-1480, 2020. <https://doi.org/10.1515/ntrev-2020-0109>
- [10] Pan, W., Zheng, Z., Wu, X., Gao, J., Liu, Y., Yuan, Q., & Gan, W. Facile synthesis of 2D/3D hierarchical NiCu bimetallic MOF for non-enzymatic glucose sensor. *Microchemical Journal*, 170, 106652, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.microc.2021.106652>
- [11] Dai, Z., Bradley, J., Joswiak, D., Brownlee, D., Hill, H., & Genge, M. Possible in situ formation of meteoritic nanodiamonds in the early solar system. *Nature*, 418, 157-159, 2002. <https://doi.org/10.1038/nature00897>
- [12] Barhoum, A., Garcia Bentacourt, M. L., Jeevanandam, J., Hussien, E., Mekkawy, S., Mostafa, M., Omram, M., Abdalla, M., & Bechelany, M. Review on natural, incidental, bioinspired, and engineered nanomaterials: History, definitions, classifications, synthesis, properties, market, toxicities, risks, and regulations. *Nanomaterials*, 12(2), 177, 2022. <https://doi.org/10.3390/nano12020177>
- [13] Lou Franco, J., Das, B., Elliott, C., & Cao, C. Gold nanozymes: From concept to biomedical applications. *Nano-Micro letters*, 13(10), 1-36, 2021. <https://doi.org/10.1007/s40820-020-00532-z>
- [14] Sarfraz, N., & Khan, I. Plasmonic gold nanoparticles (AuNPs): Properties, synthesis and their advanced energy, environmental and biomedical applications. *Chemistry an asian journal*, 16(7), 720-742, 2021. <https://doi.org/10.1002/asia.202001202>
- [15] Xia, C., Jin, X., Garalleh, H., Garaleh, M., Wu, Y., Hill, J., & Pugazhendhi, A. Optimistic and possible contribution of nanomaterial on biomedical applications. *Environmental Research*, 218(1), 114921, 2023. <https://doi.org/10.1016/j.envres.2022.114921>
- [16] Comotti, M., Della Pina, C., Matarrese, R., & Rossi, M. The catalytic activity of “naked” gold particles. *Heterogeneous catalysis*, 43, 5812-5815, 2004. <https://doi.org/10.1002/anie.200460446>

- [17] Papavassiliou, G. (1976). Surface plasmons in small Au-Ag alloy particles. *Metal Phys*, 6(4), 103-105. <https://doi.org/10.1088/0305-4608/6/4/004>
- [18] Kim, S. E., & Muthurasu, A. Metal-organic framework–assisted bimetallic Ni@Cu microsphere for enzyme-free electrochemical sensing of glucose. *Journal of Electroanalytical Chemistry*, 873, 114356, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.jelechem.2020.114356>
- [19] Dhiman, T. K., Lakshmi, G. B., Kumar, R., Asokan, K., & Solanki, P. R. Non-enzymatic detection of glucose using a capacitive nanobiosensor based on pva capped CuO synthesized via co-precipitation route. *IEEE Sensors Journal*, 20(18), 10415-10423, 2020. <https://doi.org/10.1109/JSEN.2020.2994356>
- [20] Wang , B., Luo, Y., Gao, L., Liu, B., & Duan, G. High-performance field-effect transistor glucose biosensors based on bimetallic Ni/Cu metal-organic frameworks. *Biosensors and Bioelectronics*, 171, 112736, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.bios.2020.112736>
- [21] Radwan, A. B., Paramparambath, S., Cabibihan, J. J., Al-Ali, A. K., Kasak, P., Shakoar, R. A., Malik, R. A., Mansour, S. A., & Sadasivuni, K. K. (2021). Superior non-invasive glucose sensor using bimetallic CuNi nanospecies coated mesoporous carbon. *Biosensor*, 11(11), 463. <https://doi.org/10.3390/bios11110463>
- [22] Barbee, B., Muchharla, B., Adedeji , A., Karoui, A., Kumar Sadasivuni, K., Sha, M. S., Abdullah, A. M., Slaughter, G., & Kumar, B. Cu and Ni Co-sputtered heteroatomic thin film for enhanced nonenzymatic glucose detection. *Scientific reports*, 12(1), 7507, 2022. <https://doi.org/10.1038/s41598-022-11563-4>
- [23] Ghosh, R., Li, X., & Yates, M. Nonenzymatic glucose sensor using bimetallic catalysts. *ACS Applied Materials & Interfaces*, 16(1), 17-29, 2024. <https://doi.org/10.1021/acsami.3c10167>
- [24] Wang, R., Liu, X., & Yin , J. Integrated Wireless real-time glucose sensing system using copper-nickel composite SPE electrode. *EEE International Symposium on Radio-frequency integration technology (RFIT)*, 1-3, 2024. <https://doi.org/10.1109/RFIT60557.2024.10812504>
- [25] Li, J., Ban, X., Sun, A., Lai, H., Li, H., Yang, Z., Pan, P., He, J., Zhang, R. A highly sensitive non-enzymatic glucose sensor based on coral-like Cu/nickel foam bimetallic structure. *Materials Today Communications*, 46, 2025. <https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2025.112791>
- [26] Callister, W. *Introducción a la ciencia e ingeniería de los materiales*, 1997. Reverte.
- [27] Marschallek, B. E., & Jacobsen, T. Classification of material substances: Introducing a standards-based approach. *Materials & design*, 193, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.matdes.2020.108784>
- [28] Mekuye, B., Höfer, R., & Abera, B. Nanomaterials: Terms, definition and classification. *Reference module in materials science and materials engineering*, 3-32, 2024. <https://doi.org/10.1016/B978-0-323-95486-0.00039-9>
- [29] Ray, S. S., & Salehiyan, R. Fundamental definition and importance of nanomaterials, nanostructured, and bulk nanostructured materials. In S. S. Ray, & R. Salehiyan, *Nanostructured immiscible polymer blends*, 15-28, 2020. Elsevier. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-816707-6.00002-X>

- [30] Xiao, S., Hu, W., Wu, Y., Li, X., & Deng, H. Size effect on alloying ability and phase stability of immiscible bimetallic nanoparticles. *The European physical journal b*, 54, 479-484, 2007. <https://doi.org/10.1140/epjb/e2007-00018-6>
- [31] Rodriguez, J., & Goodman, W. The nature of the metal-metal bond in bimetallic surfaces. *Science*, 257(5072), 897-903, 1992. <https://doi.org/10.1126/science.257.5072.897>
- [32] Molahalli, V., Sharma, A., Bijapur, K., Soman, G., Shetty, A., Sirichandana, B., Patel, B. G., Chattham, N., & Hegde, G. Properties, synthesis, and characterization of Cu-based nanomaterials. In A. Srivastava, & A. Srivastava, *Copper-Based Nanomaterials in Organic Transformations*, 1-33, 2024. <https://doi.org/10.1021/bk-2024-1466.ch001>
- [33] Jaji, N. D., Lee, H. L., Hussin, M. H., Akil, H. M., Zakaria, M. R., & Othman, M. H. Advanced nickel nanoparticles technology: From synthesis to applications. *Nanotechnology Reviews*, 9(1), 1456-1480, 2020. <https://doi.org/10.1515/ntrev-2020-0109>
- [34] Li, G., Zhang, W., Luo, N., Xuo, Z., Hu, Q., Zeng, W., & Xu, J. Bimetallic nanocrystals: Structure, controllable synthesis and applications in catalysis, energy and sensing. *Nanomaterials*, 11(8), 1926, 2021. <https://doi.org/10.3390/nano11081926>
- [35] Zaleska Medynska, A., Marchelek, M., Diak, M., & Grabowska, E. Noble metal-based bimetallic nanoparticles: the effect of the structure on the optical, catalytic and photocatalytic properties. *Advances in Colloid and Interface Science*, 229, 80-107, 2016. <https://doi.org/10.1016/j.cis.2015.12.008>
- [36] Tojo, C. Bimetallic nanoparticles via microemulsions: The effects of concentration in surface composition. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 699, 134716, 2024. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2024.134716>
- [37] Namakka, M., Rahman, R., Mohamad Bin Said, K. A., Mannan, M. A., & Majed Patwary, A. A review of nanoparticle synthesis methods, classifications, applications, and characterization. *Environmental nanotechnology, monitoring & management*, 20, 1-30, 2023. <https://doi.org/10.1016/j.enmm.2023.100900>
- [38] Duan, S., & Wang, R. Bimetallic nanostructures with magnetic and noble metals. *Progress in natural science: Materials international*, 23(2), 113-126, 2013. <https://doi.org/10.1016/j.pnsc.2013.02.001>
- [39] Abid, N., Khan, A. M., Shujai, S., Chaudhary, K., Ikram, M., Imran, M., Haider, J., Khan, M., & Maqbool, M. Synthesis of nanomaterials using various top-down and bottom-up approaches, influencing factors, advantages, and disadvantages: A review. *Advances in Colloid and Interface Science*, 300, 102597, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.cis.2021.102597>
- [40] Elsayed, K., Alomari, M., Drmash, Q. A., Alheshibri, M., Baroot, A. A., Kayed, T. S., Manda, A. A. & Al-Alotaibi, A. Fabrication of ZnO-Ag bimetallic nanoparticles by laser ablation for anticancer activity. *Alexandria Engineering Journal*, 61(2), 1449-1457, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.aej.2021.06.051>

- [41] Pandey, J. K., Bobde, P., Patel, R. K., & Manna, S. Introduction to engineered nanomaterials. *Disposal and recycling strategies for nano-engineered materials*, 1-23, 2024. <https://doi.org/10.1016/B978-0-323-99501-6.00012-9>
- [42] Idris, D. S., & Roy, A. Synthesis of bimetallic nanoparticles and applications—An updated review. *Crystals*, 13(4), 637, 2023. <https://doi.org/10.3390/cryst13040637>
- [43] Li, Y., Huang, Y., Zhao, P., Fei, J., & Xie, Y. A review on Pd-M bimetallic electrochemical sensors: Techniques, performance, and applications. *Talanta*, 282, 126989, 2025. <https://doi.org/10.1016/j.talanta.2024.126989>
- [44] Behera, A., Mittu, B., Padhi, S., Patra, N., & Singh, J. Bimetallic nanoparticles: Green synthesis, applications, and future perspectives. In K. Abd-El Salam, *Multifunctional hybrid nanomaterials for sustainable agrifood and ecosystems*, 639-682, 2020. <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-821354-4.00025-X>
- [45] Mares Briones, F. *Síntesis verde de nanopartículas monometálicas (Au, Ag); bimetalicas (Au-Pt, Au-Pd, Ag-Pt, Ag-Pd) y su decoración en NTC para evaluación de su actividad catalítica*. Universidad Michoacana De San Nicolas De Hidalgo, 2019.
- [46] Szczyglewska, P., Feliczak-Guzik, A., & Nowak, I. Nanotechnology—general aspects: A chemical reduction approach to the synthesis of nanoparticles. *Molecules*, 28(13), 4932, 2023. <https://doi.org/10.3390/molecules28134932>
- [47] Rodrigues, T., Zhao, M., Yang, T.-H., Gilroy, K., Da Silva, A., Camargo, P., & Xia, Y. Synthesis of colloidal metal nanocrystals: A comprehensive review on the reductants. *Colloids*, 24, 16944 – 16963, 2018. <https://doi.org/10.1002/chem.201802194>
- [48] Vilardi, G., Verdone, N., & Bubbico, R. Combined production of metallic-iron nanoparticles: exergy and energy analysis of two alternative processes using hydrazine and NaBH₄ as reducing agents. *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers*, 118, 97-111, 2021. <https://doi.org/10.1016/j.jtice.2020.11.020>
- [49] Goia, D. V., & Matijevic, E. Preparation of monodispersed metal particles. *New J. Chem*, 22(11), 1203-1215, 1998. <https://doi.org/10.1039/A709236I>
- [50] Safardoust-Hojaghan, H., & Salavati Niasari, M. Degradation of methylene blue as a pollutant with N-doped graphene quantum dot/titanium dioxide nanocomposite. *Journal of Cleaner Production*, 148, 31-36, 2017. <https://doi.org/10.1016/j.jclepro.2017.01.169>
- [51] Abdullah, Hussain, T., Faisal, S., Rizwan, M., Zaman, N., Iqbal, M., Iqbal, A., & Ali, Z. Green synthesis and characterization of copper and nickel hybrid nanomaterials: Investigation of their biological and photocatalytic potential for the removal of organic crystal violet dye. *Journal of Saudi Chemical Society*, 26(4), 101486, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.jscs.2022.101486>
- [52] Argueta Figueroa, L., Morales Luckie, R., Scougall Vilchis, R. J., & Olea Mejía, O. F. Synthesis, characterization and antibacterial activity of copper, nickel and bimetallic Cu–Ni nanoparticles for potential use in dental materials. *Progress in Natural Science: Materials International*, 24(4), 321-328, 2014. <https://doi.org/10.1016/j.pnsc.2014.07.002>

- [53] Harikumar, P. S., & Hridya, T. K. Application of CuNi bimetallic nanoparticle as an adsorbent for the removal of heavy metals from aqueous solution. *International Journal of Environmental Analytical Chemistry*, 101(6), 869-883, 2019. <https://doi.org/10.1080/03067319.2019.1673383>
- [54] Bhatia, D., Paul, S., Acharjee, T., & Ramachairy, S. S. Biosensors and their widespread impact on human health. *Sensors International*, 5, 100257, 2024. <https://doi.org/10.1016/j.sintl.2023.100257>
- [55] Karunakaran, C., Rajkumar, R., & Bhargava, K. Introduction to Biosensors. *Biosensors and Bioelectronics*, 1-68, 2015. Elsevier.
- [56] Ozan Polat, E., Cetin, M., Fatih Tabak, A., Bilget Güven, E., Özüğür Uysal, B., Arsan, T., Kabbani, A., Hammed, H., & Berfin Gül, S. Transducer technologies for biosensors and their wearable applications. *Biosensors*, 12(6), 385, 2022. <https://doi.org/10.3390/bios12060385>
- [57] Noori, H., & Abdulameer, A. A review of biosensors; definition, classification, properties, and applications. *Iraqi Journal of Science*, 64(11), 5665-5690, 2023. <https://doi.org/10.24996/ijs.2023.64.11.18>
- [58] Ardakani, H. K., Gerami, M., Chashmpoosh, M., Omidifar, N., & Gholami, A. Recent progress in nanobiosensors for precise detection of blood. *Biochemistry research international*, 1-12, 2022. <https://doi.org/10.1155/2022/2964705>
- [59] Patel, M., Agrawal, M., & Srivastava, A. Signal amplification strategies in electrochemical biosensors via antibody immobilization and nanomaterial-based transducers. *Materials Advances*, 3(24), 8864-8885, 2022. <https://doi.org/10.1039/D2MA00427E>
- [60] Mostufa, S., Rezaei, B., Ciannella, S., Yari, P., Gomez Pastora, J., He, R., & Wu, K. Advancements and perspectives in optical biosensors. *ACS Omega*, 9(23), 24181-24202, 2024. <https://doi.org/10.1021/acsomega.4c01872>
- [61] Suma, B. P., & Adarakatti, P. S. Brief overview of different biosensors: Properties, applications, and their role in chemistry. 1-32, 2024. *Royal Society of Chemistry*.
- [62] Ren, L., Yu, K., & Tan, Y. Applications and advances of magnetoelastic sensors in biomedical engineering: A review. *Materials*, 12(7), 1135, 2019. <https://doi.org/10.3390/ma12071135>
- [63] Hartono, A., Sanjaya, E., & Ramli, R. Glucose sensing using capacitive biosensor based on polyvinylidene fluoride thin film. *Biosensors*, 8(12), 2018. <https://doi.org/10.3390/bios8010012>
- [64] Berggren, C., Bjarnason, B., & Johansson, G. Capacitive biosensors. *Electroanalysis*, 13(3), 173-256, 2001. [https://doi.org/10.1002/1521-4109\(200103\)13:3<173::AID-ELAN173>3.0.CO;2-B](https://doi.org/10.1002/1521-4109(200103)13:3<173::AID-ELAN173>3.0.CO;2-B)
- [65] Ahmad, R., Wolfbeis, O. S., Hahn, Y.-B., Alshareef, H. N., Torsi, L., & Salama, K. Deposition of nanomaterials: A crucial step in biosensor fabrication. *Materials today communications*, 17, 289-321, 2018. <https://doi.org/10.1016/j.mtcomm.2018.09.024>
- [66] Eslamian, M., Soltani-Kordshuli, F. Development of multiple-droplet drop-casting method for the fabrication of coatings and thin solid films. *J Coat Technol Res* 15, 271–280, 2018. <https://doi.org/10.1007/s11998-017-9975-9>

- [67] Lee, S. *Mastering Drop Casting Techniques: A Comprehensive Guide for Materials Researchers and Scientists*; Number Analytics Blog, June 11, 2025. Available at: <https://www.numberanalytics.com/blog/ultimate-guide-drop-casting-materials-research>
- [68] Rein, M. Phenomena of liquid drop impact on solid and liquid surfaces. *Fluid Dynamics Research*, 12(61), 1993. [https://doi.org/10.1016/0169-5983\(93\)90106-K](https://doi.org/10.1016/0169-5983(93)90106-K)
- [69] Ilakkiya, R., Iyyappan, L., Jayasri, S., Dey, B., & Manoharan, C. Unveiling the role of surfactant SDS concentration in controlling the physical, electrochemical and LPG gas sensing characteristics of CoFe₂O₄ nanoparticles. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 36(1047), 2025. <https://doi.org/10.1007/s10854-025-15089-z>
- [70] Kumar, P., Soni, A., Kumar, V., Gwag, J. S., Singhal, R., & Kumar, A. M. pH dependent microstructural changes of α -Ni(OH)₂ hollow-sphere nanostructure thin films. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 35, 2024. <https://doi.org/10.1007/s10854-024-12129-y>
- [71] Qin, W., Nagase, T., Umakoshi, Y., & Szpunar, J. A. Relationship between microstrain and lattice parameter change in nanocrystalline materials. *Philosophical Magazine Letter*, 88, 2008. <https://doi.org/10.1080/09500830701840155>
- [72] Kniess, C. T., Cardoso de Lima, J., & Prates, P. B. The quantification of crystalline phases in materials: Applications of Rietveld method. *Sinthesing – Methods and Products*. 2012 <https://doi.org/10.5772/34400>
- [73] Runčevski, T., & Brown, C. M. The Rietveld Refinement Method: Half of a Century Anniversary. *Crystal Growth & Design*, 21(9), 2021. <https://doi.org/10.1021/acs.cgd.1c00854>
- [74] Purwaningsih, S. Y., Rosidah, N., Zainuri, M., Triwikantoro, T., Pratapa, S., & Darminto, D. Comparison of X-ray diffraction pattern refinement using Rietica and MAUD of ZnO nanoparticles and nanorods. *Journal of Physics: Conference Series*, 1153(1), 2019. <https://doi.org/10.1088/1742-6596/1153/1/012070>
- [75] Vidhya, M. S., Ravi, G., Yuvakkumar, R., Velauthapillai, D., Thambidurai, M., Dang, C., & Saravanakumar, B. Nickel-cobalt hydroxide: a positive electrode for supercapacitor applications. *Journal of RSC Advances*, 10, 19410-19418, 2020. <https://doi.org/10.1039/D0RA01890B>
- [76] Ma, W., Wang, L., Xue, J., & Cui, H. A bottom-up strategy for exfoliation-free synthesis of soluble α -Ni(OH)₂ monolayer nanosheets on a large scale. *Journal of RSC Advances*, 6, 85367-85373, 2016. <https://doi.org/10.1039/C6RA16917A>
- [77] Ahmed, J., Ramanujachary, K. V., Lofland, S. E., Furiato, A., Gupta, G., Shivaprasad, S. M., & Ganguli, A. K. Bimetallic Cu–Ni nanoparticles of varying composition (CuNi₃, CuNi, Cu₃Ni). *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 331(3), 206–212, 2008. <https://doi.org/10.1016/j.colsurfa.2008.08.007>
- [78] Saeed, M., Radiman, S., Gasaymeh, S. S., & Lim, H. Mild hydrothermal synthesis of Ni–Cu nanoparticles. *Journal of Nanomaterials*, 5, 2010. <https://doi.org/10.1155/2010/184137>

- [79] Vidhya, S., Ravi, G., Yuvakkumar, R., Velauthapillai, D., Thambidurai, M., Dang, C., & Saravanakumar, B. Nickel–cobalt hydroxide: a positive electrode for supercapacitor applications. *RSC Advances*, 10, 19410-19418, 2020. <https://doi.org/10.1039/D0RA01890B>
- [80] Ma, W., Wang, L., Xue, J., & Cui, A. A bottom-up strategy for exfoliation-free synthesis of soluble α -Ni(OH)₂ monolayer nanosheets on a large scale. *RSC Advances*, 88(6), 85367-85373, 2016. <https://doi.org/10.1039/C6RA16917A>
- [81] Yi, X., Sun, H., Robertson, N., & Kirk, C. Nanoflower Ni(OH)₂ grown in situ on Ni foam for high-performance supercapacitor electrode materials. *Sustainable Energy Fuels*, 5, 5236-5246, 2021. <https://doi.org/10.1039/D1SE01036K>
- [82] Sarker, M. Z., Rahman, M. M., Minami, H., Suzuki, T., & Ahmad, H. Amine functional silica-supported bimetallic Cu–Ni nanocatalyst and investigation of some typical reductions of aromatic nitro-substituents. *Colloid and Polymer Science*, 2022. <https://doi.org/10.1007/s00396-021-04910-w>
- [83] Mohamed Saeed, G. H., Radiman, S., Gasaymeh, S. S., Lim, H. N., & Huang, N. M. Mild hydrothermal synthesis of Ni–Cu nanoparticles. *Journal Of Nanomaterials*, 1, 2010. <https://doi.org/10.1155/2010/184137>
- [84] Tiago Fonseca, W., Ribeiro Castro, K., Regina de Oliveira, T., & Censi Faria, R. Disposable and Flexible Electrochemical Paper-based Analytical Devices Using Low-cost Conductive Ink. *Electroanalysis*, 33(6), 1520-1527, 2021. <https://doi.org/10.1002/elan.202060564>
- [85] Yoon, S., & In, I. Role of poly(N-vinyl-2-pyrrolidone) as stabilizer for dispersion of graphene via hydrophobic interaction. *Journal of Materials Science*, 46, 1316-1321, 2010. <https://doi.org/10.1007/s10853-010-4917-2>
- [86] Htwe, Y., Mariatti, M., & Khan, J. Review on solvent- and surfactant-assisted water-based conductive inks for printed flexible electronics applications. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 35(1191), 2024. <https://doi.org/10.1007/s10854-024-12927-4>
- [87] Aydemir, C., Nazli Altay, B., & Akyol, M. Surface analysis of polymer films for wettability and ink adhesion. *Color research and application*, 46(2), 489-499, 2020. <https://doi.org/10.1002/col.22579>
- [88] Zhang, Z., Wang, W., Korpacz, A. N., Dufour, C. R., Weiland, Z. J., Lambert, C. R., & Timko, M. T. Binary Liquid Mixture Contact-Angle Measurements for Precise Estimation of Surface Free Energy. *Langmuir*, 35, 12317-12325, 2019. <https://doi.org/10.1021/acs.langmuir.9b01252>
- [89] Morsy, F. A. Adsorption of various surfactants in aqueous solutions: And their applications in water-based inks. *Ink Maker*, 85(5), 18-23, 2007.
- [90] Elarbi, F. M., Janger, A. A., Abu-sen, L. M., & Ettarhouni, Z. O. Determination of CMC and interfacial properties of anionic (SDS) and cationic (CPB) surfactants in aqueous solutions. *American Journal of Engineering Research*, 9(8), 118-126, 2020.
- [91] Htwe, Y. Z., Abdullah, M. K., & Mariatti, M. Effect of sodium dodecyl concentration on the properties of graphene conductive inks. *Materials Today: Proceedings*, 66(5), 2836-2839, 2022. <https://doi.org/10.1016/j.matpr.2022.06.525>

- [92] Cavalcante de Farias, E. C., Santos Fermam, R. K., & Marques de Mendonça, A. S. Comparison between the wilhelmy surface tension measurement method and the pendant drop shape analysis method. *Acta Polytechnica*, 65(3), 276-281, 2025. <https://doi.org/10.14311/AP.2025.65.0276>
- [93] Berry, J. D., Neeson, M. J., Riley Dagastine, R., Chan, D. Y., & Tabor, R. F. Measurement of surface and interfacial tension using pendant drop tensiometry. *Journal of Colloid and Interface Science*, 454, 226-237, 2015. <https://doi.org/10.1016/j.jcis.2015.05.012>
- [94] Good, R. J. Contact angle, wetting, and adhesion: a critical review. *Journal of Adhesion Science and Technology*, 6(12), 1269-1302, 1992. <https://doi.org/10.1163/156856192X00629>
- [95] Wang, J. Electrochemical Glucose Biosensors. *Chemical Reviews*, 108(2), 814-825, 2007. <https://doi.org/10.1021/cr068123a>
- [96] Sedaghat, S., Arshadi, E., Nafar, A., & Dabbagh, R. Rapid green biosynthesis and characterization of silver nanoparticles using glucose as a green route. *Revue Roumaine de Chimie*, 64(5), 409-413, 2019. <https://doi.org/10.33224/rrch.2019.64.5.04>
- [97] Dhiman, T. K., Lakshmi, G. B., Kumar, R., Asokan, K., & Solanki, P. R. Non-Enzymatic Detection of Glucose Using a Capacitive Nanobiosensor Based on PVA Capped CuO Synthesized via Co-Precipitation Route. *IEEE Sensors Journal*, 20(18), 10415-10423, 2020. <https://doi.org/10.1109/JSEN.2020.2994356>
- [98] Purohit, B., Vernekar, P. R., Shetti, N. P., & Chandra, P. Biosensor nanoengineering: Design, operation, and implementation for biomolecular analysis. *Sensors International*, 1, 2020. <https://doi.org/10.1016/j.sintl.2020.100040>
- [99] Dhiman, T., Poddar, M., Lakshmi, G., Kumar, R., & Solanki, P. R. Non-enzymatic and rapid detection of glucose on PVA-CuO thin film. *Biomed Microdevices* 23(36), 2021. <https://doi.org/10.1007/s10544-021-00568-x>
- [100] Edem Nugba, B., Mousa, N. O., Ossman, A., & El-Moneim, A. A. Development of a high-performance Cu–Ni decorated laser-induced graphene sensor for nonenzymatic glucose monitoring in sweat. *Chemical Papers*, 79, 265-282, 2024. <https://doi.org/10.1007/s11696-024-03779-7>

Productos

Participaciones en congresos.

- *Síntesis y evaluación de tintas bimetálicas Cu-Ni para su potencial aplicación en biosensores de glucosa.* Presentación de poster. **2° Congreso Interpolitécnico de Investigación para alumnos de posgrado** del 22-26 de septiembre del 2025.



- *Síntesis de un sistema bimetálico Cu-Ni por el método hidrotermal.* Presentación de poster. **IX Seminario Regional de Materiales Avanzados** del 7-10 de octubre del 2025.



- *Synthesis and characterization of Cu-Ni bimetallic system for its potential application in glucose biosensors.* Presentación de poster. **The 4th International Online Conference on Materials** del 3-6 de noviembre del 2025.



The 4th International Online
Conference on Materials

3-6 November 2025 | Online | IOCM2025.sciforum.net

Certificate of Participation

This certificate is hereby presented to the attendee
named below in recognition of their active participation.

Selene Rodríguez López

S. Tochev
Stefan Tochev
Chief Executive Officer



- *Evaluación del efecto del pH en la síntesis hidrotermal de materiales bimetálicos Cu-Ni.* Presentación de poster. **Encuentro de Investigación del Área Académica de Ciencias de la Tierra y Materiales** del 4-6 de noviembre del 2025. (premiación del 3er lugar)



- *Síntesis y evaluación de tintas con materiales bimetálicos de Cu-Ni y Ni(OH)₂-Cu.* Presentación de poster. **Simposio de Nanociencias y Nanomateriales del 2° Congreso Multidisciplinario IEEE-Cinvestav** del 26-28 de noviembre del 2025.



Divulgación

- *Descubriendo el método hidrotermal: La ciencia de la creación de los materiales avanzados.* Presentación de poster de divulgación científica. **Encuentro de Investigación del Área Académica de Ciencias de la Tierra y Materiales** del 18-20 de septiembre del 2024



- *Los nanomateriales y su aplicación en el área de biosensores.* Platica virtual. **Divulgadoras mexicanas** el 24 de abril del 2025.



- *Desarrollo de celdas solares. Híbridas Flexibles e impresas: Un enfoque en Sostenibilidad Energética y Ambiental.* **Núcleo CITNOVA.** Vol. 39/2025

