



ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO

FACULTAD DE CIENCIAS

ESCUELA DE CIENCIAS QUÍMICAS

“SÍNTESIS DE NANOTUBOS DE CARBONO DE ALTO RENDIMIENTO MEDIANTE EL CONTROL DE PARÁMETROS FÍSICOS - QUÍMICOS”

Trabajo de titulación

Tipo: PROYECTO DE INVESTIGACIÓN

Presentado para obtener al grado académico de:

QUÍMICO

AUTORES: FÁTIMA NATALY BRONCANO CABEZAS

DEYSI ALEJANDRA VILLEGAS PAREDES

TUTOR: ROBERT ALCIBAR CAZAR. PHD

Riobamba – Ecuador

2018

© 2018, Fátima Nataly Broncano Cabezas y Deysi Alejandra Villegas Paredes

Se autoriza la reproducción total o parcial, con fines académicos, por cualquier medio o procedimiento, incluyendo la cita bibliográfica del documento, siempre y cuando se reconozca el Derecho de los Autores.

ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO
FACULTAD DE CIENCIAS
ESCUELA DE CIENCIAS QUÍMICAS

El Tribunal de Trabajo de titulación certifica que: El trabajo de investigación: Tipo: Proyecto de Investigación “SÍNTESIS DE NANOTUBOS DE CARBONO DE ALTO RENDIMIENTO MEDIANTE EL CONTROL DE PARÁMETROS FÍSICOS”, de responsabilidad de las señoritas FÁTIMA NATALY BRONCANO CABEZAS y DEYSI ALEJANDRA VILLEGAS PAREDES, ha sido prolijamente revisado por los Miembros del Tribunal del Trabajo de titulación, quedando autorizada su presentación.

FIRMA

FECHA

Dr. Robert Cazar PhD.

**DIRECTOR DE TRABAJO
DE TITULACIÓN**

Ing. Carlos Medina M.Sc.

MIEMBRO DEL TRIBUNAL

Nosotras, FÁTIMA NATALY BRONCANO CABEZAS y DEYSI ALEJANDRA VILLEGAS PAREDES, somos responsables de las ideas, doctrinas y resultados expuestos en esta Trabajo de Titulación y el patrimonio intelectual del Trabajo de Titulación pertenece a la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo.

Fátima Nataly Broncano Cabezas.

Deysi Alejandra Villegas Paredes.

DEDICATORIA

Esta investigación se la dedico en primer lugar a Dios, que pese a los diferentes obstáculos que se presentaron en la elaboración de la misma siempre me dio la sabiduría y demás dones necesarios para poder superarlos, la fuerza requerida para no desmayar en este largo y duro camino y la sencillez manifestada en mí.

A mis padres, por darme tanto el apoyo emocional como económico, por nunca haber desconfiado de mis capacidades, por ser la motivación diaria que me impulsó a cumplir una de nuestras principales metas y por haber inculcado en mí lo mejor de su ser.

A mis profesores, que fueron un eje fundamental en el camino de formación profesional, que con su paciencia y vocación supieron transmitir lo mejor de sus conocimientos los cuales fueron la base y pasión de lo que hoy reflejo.

Alejandra.

Esta investigación quiero dedicar en primer lugar a Dios por ser mi fuente de vida y motivación, por nunca abandonarme en momentos difíciles, por hacerme sentir que esta cuando más lo necesito, a mis padres por haber confiado en mí y ser mi apoyo incondicional en todo proyecto que he emprendido, a mis hermanas por el amor infinito que me han reflejado en cada acto, a mis queridos maestros que supieron inculcar en mí sus mejores conocimientos.

Fátima

AGRADECIMIENTO

En primera instancia agradecemos a la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo, a la Facultad de Ciencias y a la Escuela de Ciencias Químicas, por haber sido el pilar fundamental de nuestra formación profesional y habernos ayudado a llevar a cabo el presente trabajo de investigación.

Agradecemos, además, a nuestro tutor Dr. Robert Cazar por habernos guiado el presente trabajo de investigación y habernos ayudado con las inquietudes que se han presentado durante el desarrollo del mismo y de igual forma al Dr. Wiliam Bravo por haber colaborado en el diseño del equipo de arco voltaico para la culminación de dicho trabajo.

Alejandra.

En primera instancia agradecemos a la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo, a la Facultad de Ciencias y a la Escuela de Ciencias Químicas, por haber sido el pilar fundamental de nuestra formación profesional y habernos ayudado a llevar a cabo el presente trabajo de investigación.

Agradecemos, además, a nuestro tutor Dr. Robert Cazar por habernos guiado el presente trabajo de investigación y habernos ayudado con las inquietudes que se han presentado durante el desarrollo del mismo y de igual forma al Dr. Wiliam Bravo por haber colaborado en el diseño del equipo de arco voltaico para la culminación de dicho trabajo.

Fátima

TABLA DE CONTENIDO

	Páginas
RESUMEN.....	xiii
SUMMARY.....	xiv
INTRODUCCIÓN.....	1
OBJETIVOS.....	4
CAPITULO I.....	5
1. MARCO TEÓRICO.....	5
1.1. Nanotecnología.....	5
1.2. Nanotubo.....	6
1.3. Clasificación de los nanotubos de carbono.....	6
1.3.1. <i>Clasificación según su enrollamiento</i>	6
1.3.2. <i>Clasificación Genérica</i>	7
1.3.3. <i>Clasificación de acuerdo a los índices de Hamada (n,m)</i>	7
1.4. Propiedades de los Nanotubos de Carbono.....	9
1.5. Método de obtención.....	9
1.5.1. <i>Cámara de descarga de arco eléctrico</i>	9
1.5.2. <i>CVD (Chemical Vapor Deposition)</i>	10
1.5.3. <i>Ablación láser</i>	11
1.6. Parámetros a controlar dentro del método del arco voltaico.....	12
1.6.1. <i>Efecto de la fuente de alimentación</i>	12
1.6.2. <i>Efecto de la tensión</i>	13
1.6.3. <i>Precusores de carbono en la descarga de arco</i>	14
1.6.4. <i>Papel de la atmósfera</i>	14
1.6.5. <i>Efecto de la presión</i>	15
1.6.6. <i>Efecto del tiempo de síntesis</i>	16
1.7. Tamaño y rendimiento de NTC en el arco de descarga.....	16
1.8. Mecanismos de caracterización.....	17
1.8.1. <i>Espectroscopia IR</i>	17
1.8.2. <i>Espectroscopia UV-Visible</i>	20
1.8.3. <i>Microscopia Electrónica de Barrido (SEM)</i>	21
1.9. Aplicaciones de nanotubos.....	23

1.10.	Materia primas.....	24
1.10.1.	Acero Inoxidable.....	24
1.10.2.	Gas Argón.....	25
1.10.3.	Grafito.....	27
1.11.	Formas alotrópicas de Carbono.....	28
1.11.1.	Fullereno.....	28
1.11.2.	Diamante.....	28
CAPÍTULO II.....		30
2.	METODOLOGÍA.....	30
2.1.	Hipótesis.....	30
2.1.1.	<i>Efecto de la tensión – intensidad de corriente</i>	30
2.1.2.	<i>Efecto del tiempo</i>	30
2.2.	Variables.....	30
2.3.	Área de estudio.....	31
2.4.	Tipo de Investigación.....	31
2.4.1.	<i>Por el nivel de profundidad</i>	31
2.4.2.	<i>Por la secuencia de estudio</i>	31
2.4.3.	<i>Por las condiciones de estudio</i>	31
2.4.4.	<i>Por la utilización del conocimiento</i>	32
2.4.5.	<i>Por la rigurosidad del método implementado</i>	32
2.5.	Mediciones Experimentales.....	32
2.5.1.	<i>Localización y duración del experimento</i>	32
2.5.2.	<i>Unidades Experimentales</i>	32
2.6.	Materiales y Método.....	33
2.6.1.	<i>Materiales</i>	33
2.6.2.	<i>Caracterización</i>	34
2.7.	Población y Muestra.....	34
2.7.1.	<i>Población</i>	34
2.7.2.	<i>Muestra</i>	35
2.8.	Tratamiento y Diseño experimental.....	36
2.9.	Análisis estadístico y pruebas de significancia.....	36

CAPITULO III.....	37
3. MARCO DE RESULTADOS, ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS.....	37
3.1. Elaboración de Equipo.....	37
3.2. Determinación de la mejor combinación.....	38
3.3. Caracterización del material sintetizado.....	41
3.4. Discusiones.....	48
CONCLUSIONES.....	52
RECOMENDACIONES.....	54
GLOSARIO	
BIBLIOGRAFIA.	
ANEXOS.	

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1-1	Nanotubo de Múltiple Capa.....	6
Figura 2-1	Nanotubo de Monocapa.....	7
Figura 3-1	Los nanotubos tipo chiral.....	8
Figura 4-1	Clasificación según índice de Hamada.....	8
Figura 5-1	Esquema de una cámara descarga de arco.....	10
Figura 6-1	Esquema del Método CVD.....	11
Figura 7-1	Esquema del Método CDV.....	12
Figura 8-1	Tipos de Vibraciones moleculares.....	18
Figura 9-1	Esquema del IR.....	19
Figura 10-1	Esquema del IR.....	20
Figura 11-1	Esquema del UV-Visible.....	21
Figura 12-1	Esquema del SEM.....	22
Figura 13-1	Fullereno 60.....	28
Figura 1-3	Comparación de medias mediante sus varianzas.....	38
Figura 2-3	Comparaciones Múltiples para el voltaje.....	38
Figura 3-3	Comparaciones Múltiples para el Tiempo.....	39
Figura 4-3	Espectro IR del primer ensayo Condición 21.6 V – 70 A, 10 s.....	41
Figura 5-3	Espectro IR del segundo ensayo de la Condición: 21.6 V – 70 A, 20 s.....	42
Figura 6-3	Espectro IR del tercer ensayo de la condición: 21.6 V – 70 A, 30 s.....	42
Figura 7-3	Espectro IR del cuarto ensayo de la Condición 22.4 V – 90 A, 10s.....	43
Figura 8-3	Espectro IR del quinto ensayo de la condición 22.4 V – 90 A, 20s.....	44
Figura 9-3	Espectro IR de la Condición 22.4 V – 90 A, 30s.....	44
Figura 10-3	Espectro IR del séptimo ensayo de la condición 30 V – 250 A, 10s.....	45
Figura 11-3	Espectro IR del octavo ensayo de la condición 30 V – 250 A, 20s.....	46
Figura 13-3	Espectro UV-Visible de la novena Condición 30 V – 250 A- 30s.....	47
Figura 14-3	Microscopia Electrónica de la novena Condición 30 V – 250 A, 30s.....	48

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1-1	Propiedades de los Nanotubos de Carbono.....	9
Tabla 2-1	Propiedades del Argón.....	26
Tabla 1-2	Control de Parámetros.....	35
Tabla 1-3	Condición: 21.6 V – 70 A.....	39
Tabla 2-3	Condición: 22.4 - 90 A.....	40
Tabla 3-3	Condición: 30 V - 250 A.....	40

ÍNDICE DE ANEXOS

- ANEXO A.** Diseño Interno del Reactor de Arco.
- ANEXO B.** Diseño Externo del Reactor de Arco.
- ANEXO C.** Barras de grafito.
- ANEXO D.** Argón Industrial
- ANEXO E.** Equipo de Síntesis con todos los aditamentos.
- ANEXO F.** Material Sintetizado nueve ensayos.
- ANEXO G.** Caracterización de las 9 muestras mediante Espectro Infrarrojo.

- ANEXO H.** Caracterización de las 9 muestras mediante UV-Visible.
- ANEXO I.** Caracterización de una muestra selecciona mediante SEM.

- ANEXO J.** Caracterización de una muestra selecciona mediante SEM.

- ANEXO K.** Distribución Normal.
- ANEXO L.** Test de Levene para Varianzas Iguales.

RESUMEN

El objetivo fue sintetizar nanotubos de alto rendimiento mediante el control de parámetros Físicos-Químicos. Para la síntesis se utilizó el método del arco voltaico, en la cual se elaboró un equipo que consta de un cilindro de 20 centímetros de diámetro y 40 centímetros de largo fabricado en acero inoxidable A₃₀₄, en su interior se impregnó dos grafitos los cuales están soportados en dos platinas, los mismos que fueron conectadas a un transformador, el cual generó tres voltajes con amperajes variables 21.6-70 , 22.4-90 y 30-250, la parte posterior del cilindro consta de tres salidas, las dos primeras conectadas al motor que generó vacío y la tercera al gas Argón, los grafitos se calentaron rápidamente generando un salto de chispa que creó un plasma. El plasma formado es la sublimación del grafito que al condensar se depositó en otra forma alotrópica de carbono, una vez finalizado el arco con la ayuda de una espátula se procedió a la recolección del material sintetizado. Se realizó 27 ensayos y se calculó el rendimiento de cada combinación, la prueba de TUKEY determinó que la mejor combinación es 30 Voltios -250 Amperios, 30 segundos, mediante Espectroscopia Infrarroja se observó cuatro picos representativos que corresponden al grupo hidroxilo, metilo, alqueno y al enlace carbono – hidrogeno, mediante Ultravioleta- Visible se determinó 2 longitudes de onda de 182 y 197 nanómetros y a través de las imágenes de la Microscopia Electrónica de Barrido el material presentó estructuras más o menos esféricas con diámetros de 7 a 15 nanómetros. Los resultados obtenidos indican que el diámetro y la morfología del material sintetizado se encuentran dentro de la escala de los fullerenos. Se recomienda que la atmósfera inerte este formada por una mezcla de gases, en la que siempre este presente el hidrogeno.

PALABRAS CLAVES: <CIENCIAS EXACTAS Y NATURALES>, <QUÍMICA>, <NANOTUBO DE CARBONO>, <ARCO VOLTÁICO>, <PARÁMETROS FÍSICOS-QUÍMICOS>, <FULLERENOS>, <VOLTAJE – INTENSIDAD DE CORRIENTE>.

SUMMARY

The objective of this research is to synthesize high-performance nanotubes by controlling Physical-Chemical parameters. For the synthesis the voltaic arc method was used, in which a equipment was elaborated that consists of a cylinder of 20 centimeters in diameter and 40 centimeters long manufactured in stainless steel A₃₀₄, in its interior the graphites were impregnated which are supported on two plates, the same ones that were connected to a transformer, which generated three voltages with variable amperes 21.6-70, 22.4-90 and 30-250, the rear part of the cylinder consists of three outputs, the first two connected to the motor that generated vacuum and the third Argon gas, the graffiti heated up quickly generating a spark gap that created a plasma. The plasma formed is the sublimation of the graphite that when condensed was deposited in another allotropic form of carbon, once the arch was finished with the help of a spatula, the synthesized material was collected 27 tests were performed and the performance of each combination was calculated, the TUKEY test determined that the best combination is 30 Volts- 250 Amperes, 30 seconds, by means of Infrared Spectroscopy four representative peaks were observed corresponding to the hydroxyl group, methyl, alkene and to the carbon-hydrogen bond, by means of Ultraviolet- Visible, 2 wavelengths of 182 and 197 nanometers were determined and through the images of the Scanning Electron Microscopy, the material presented more or less spherical structures with parameters of 7 to 15 nanometers. The results obtained indicated that the diameter and morphology of the synthesized material are within the scale of the fullerenes. It is recommended that the inert atmosphere is formed by a mixture of gases, in which hydrogen is always present.

KEY WORDS: <EXACT AND NATURAL SCIENCES>, <CHEMISTRY>, <CARBON NANOTUBES>, <VOLTAIC ARC>, <CHEMICAL PARAMETERS>, <FULLERENOS>, <CURRENT VOLTAGE-INTENSITY>.

INTRODUCCIÓN

En las dos últimas décadas, la investigación en nanotecnología ha generado gran impacto en diferentes áreas como la mecánica, química, óptica, electrónica, medicina, ambiental entre otras, generando una alta aceptación en la sociedad al que muchos autores consideran la introducción a la nueva revolución industrial. Una de las subdivisiones de la nanotecnología es el área de los materiales nano-estructurados, en los que encajan perfectamente los nanotubos de carbono.

En el año 1985 Harold Kroto, Robert Smalley y otros investigadores, descubrieron por primera vez un arreglo de sesenta átomos de carbono. Ellos determinaron que se trataría de una nueva forma alotrópica del carbono a la que llamaron “fullerenos.” En 1991, Sumio Iijima mientras fabricaba fullerenos, descubrió accidentalmente otra forma alotrópica del carbono a la que denominó los nanotubos de carbono, a los cuales Iijima define como cilindros de grafito concéntricos cerrados en ambos extremos, además en 1993, Sumio Iijima, Toshinari Ichihashi del NEC y Donald Bethune y sus colaboradores de la IBM independientemente reportaron la síntesis de nanotubos de monocapa; SWNT (por las siglas en inglés de Single-wall nanotubes). Estos simplemente consisten en una hoja de grafito enrollada en sí misma.

A partir de estas investigaciones, el estudio en el área de los nanotubos de carbono se ha ampliado drásticamente, aumentando el interés por sus propiedades con el objetivo de una mejor optimización de las mismas, para la cual a lo largo de los años se ha realizado diferentes combinaciones entre los parámetros de fabricación con el fin de aumentar la calidad, el rendimiento y la cantidad de producción de los nanotubos sintetizados, ya que en la actualidad el rendimiento óptimo por el método de descarga eléctrica es solamente el 30 % y además se quiere disminuir los costos de producción facilitando su accesibilidad. Es por ello que diferentes rutas han sido propuestas y establecidas en las últimas dos décadas. Descarga de arco es la más antigua y entre las mejores técnicas para producir nanotubos de carbono de alta calidad.

La profesora Neha Arora (2014, p.135-150), del Instituto de Ciencia y Tecnología BIRLA, India, a través de su trabajo “Arc discharge synthesis of carbon nanotubes”, presenta el mecanismo de crecimiento de los nanotubos en la descarga de arco y los factores que afectan su formación. Con el fin de comprender la física

de este mecanismo, detalla el efecto de los parámetros experimentales como la modificación de la disposición, la fuente de alimentación, la corriente de arco, el catalizador, la presión, el tamaño del grano, la geometría del electrodo, la temperatura en el tamaño y rendimiento de los nanotubos. Este trabajo se relaciona con la investigación en curso, ya que propone un material de instrucción para la síntesis de nanotubos, a través de enunciados claros, objetivos precisos y una estructura de trabajo que aborda paso a paso, las actividades realizadas, así como también el tipo de catalizadores, gases, equipos y materias primas que se utilizaron, permitiendo establecer una comparación entre el rendimiento que obtuvo dicha investigación con el que se obtendrá en la previa.

Un segundo trabajo corresponde a Takuya S y M.Yoshimura (2014, p.1035-1045), denominado “Growth of linear Ni-filled carbon nanotubes by local arc discharge in liquid ethanol”. Este estudio detalla las características más importantes de la geometría cilíndrica de los nanotubos obtenidos y las principales técnicas de identificación como la microscopía electrónica de transmisión (TEM) que examina la relación entre las condiciones de pirólisis y la relación entre longitud - diámetro de los nanotubos de carbono. El Nanotubo de carbono formado fue identificado por un espectroscopio de rayos X de dispersión de energía equipado con TEM y se encontró que tenía una estructura de FCC monocristal mediante difracción de nano-haz. Además adjunta los espectros de las diferentes técnicas permitiendo nuevamente su comparación.

En el estudio de Bera D, Kuirt S, Kruize A (2014, p.364-368), denominado “In situ synthesis of palladium nanoparticles-filled carbon nanotubes using arc-discharge in solution”, se describe la importancia de los parámetros del proceso en la deposición de boro y nitrógeno dopando “multi-walled” a los nanotubos de carbono a través del proceso de descarga de arco. El proceso de fabricación se fundamenta en la vaporización de nitruro de boro hexagonal sólido incrustado en cilindros de grafito en una atmósfera de nitrógeno con una presión que varía de 350 mbar a 700 mbar y una densidad de corriente controlada entre 150 y 420 A/cm². Obteniéndose mediante este método nanotubos con una distribución de diámetro (20-30 nm) y una longitud de hasta 1 μm las mismas que fueron analizadas mediante microscopía electrónica de barrido y microscopía electrónica de transmisión. Además del estudio experimental, se realizaron simulaciones numéricas para determinar la temperatura y las distribuciones de especies químicas en el plasma de arco bajo condiciones específicas de síntesis de nanotubos carbono con nitruro de boro, proporcionando información valiosa sobre el crecimiento de nanotubos de carbono y los mecanismos de dopaje en el arco.

Según Nishizaka H, Namura M (2014, p.3607-3614), indica que en su investigación denominada “Influence of carbon structure of the anode on the production of graphite in single walled carbon nanotube soot synthesized by arc discharge using a Fe-Ni-S catalyst”, establece que la densidad de corriente óptima

para la formación SWNT como es de 250-270 A/Cm², observaron mejores rendimientos de SWNT a una densidad de corriente de ~ 450 A /cm².

Zhao y Liu (2014, p.244-250), en su investigación “One-step synthesis of metal encapsulated carbon nanotubes by pulsed arc discharge in water, e-J. Surf. Sci. Nanotechnol”, reportan un aumento en rendimiento de SWNTs utilizando seis ánodos. Han utilizado un cátodo de carbono rotatorio para un micro-descarga homogéneo resultante en nanotubos de buena calidad.

Los nanotubos de carbono han llamado la atención de áreas científicas como tecnológicas debido a sus sorprendentes propiedades: físicas, químicas, eléctricas, térmicas, su alta resistencia mecánica, absorción óptica, e incluso propiedades metálicas y semiconductoras. Muchas de estas propiedades de los nanotubos de carbono han hecho volar la imaginación de los científicos, en la elaboración de robots microscópicos, en la fabricación de conexiones y dispositivos activos con nanotubos de carbono a un tamaño de diez nanómetros o inferior, circuitos electrónicos dopados con nanotubos de carbono generarían más eficiencia al consumir menor energía que los actuales, carrocerías de automóviles resistentes a impactos y edificios a prueba de terremotos entre algunas de sus asombrosas aplicaciones.

Los nanotubos sintetizados crearán un beneficio a la sociedad, pues con este método se podrá sintetizar en mayor cantidad y a precios accesibles, permitiendo su aplicación en varios campos como la medicina, la electrónica, ambiental, en la que sus distintas aplicaciones mejoraran la calidad de vida del hombre, tal es el caso de los nanotubos de carbono aplicados en la elaboración de fármacos localizados. Además, se generará investigación en un campo poco estudiado en el país, siendo la investigación de interés, alta originalidad y de beneficio.

La presente investigación explica cómo se da la síntesis de los nanotubos de carbono de multicapa por el método del arco voltaico con una fuente de alimentación controlada. Además se presentan los resultados que se obtuvo en dicho proceso en el cual se controlarán parámetros como el efecto de la tensión, intensidad de la corriente y el efecto del tiempo, con el objetivo de mejorar el rendimiento de los nanotubos de carbono tanto morfológica como químicamente.

OBJETIVOS

Objetivo General.

- Sintetizar Nanotubos de Carbono de alto rendimiento mediante el control de parámetros físicos- químicos.

Objetivos Específicos.

- Elaborar un equipo en acero inoxidable A₃₀₄ para la síntesis de nanotubos de Carbono que cuente con todos los aditamentos necesarios.
- Determinar la mejor combinación para los parámetros físicos-químicos como el efecto de la tensión - intensidad de corriente y el efecto de tiempo en la síntesis de nanotubos de carbonos, a través de las comparaciones múltiples de medias TUKEY y por el cálculo del rendimiento.
- Caracterizar los nanotubos de carbono obtenidos mediante Espectroscopia UV- Visible e Infrarroja y Microscopia Electrónica de Barrido (MEB).

CAPITULO I

1. MARCO TEÓRICO

1.1. Nanotecnología

El término nanotecnología fue incrustado por primera vez por el Japonés Norio Taniguchi, palabra que se utilizó para definir a una nueva tecnología que iba más allá del control de materiales y la ingeniería a escala micrométrica. Sin embargo, el significado actual de la palabra define tanto la manipulación átomo por átomo como la metodología del procesamiento de tecnología dura. Aunque debido a muchos conceptos erróneos, más tarde la aproximación al nanodiseño está hoy generalmente referido al ensamblaje molecular” (Uskokovic, 2014, p.240-245).

A continuación se presentan algunas definiciones para esta tecnología:

“Nanotecnología es el arte y ciencia de fabricación de materiales, aparatos y sistemas con muy pequeña, pero muy precisa arquitectura, que son invisibles a los microscopios ópticos” (Murooka et al., 2015, p.456-460).

“La nanotecnología se enfoca en la caracterización, fabricación, y manipulación de estructuras biológicas y no biológicas más pequeñas que 100 nm. Las estructuras en esta escala han mostrado tener propiedades funcionales novedosas. Consiguientemente, el interés y actividades en esta área de investigación, se ha incrementado enormemente en comparación con años anteriores. De acuerdo con el National Nanotechnology Initiative (Murooka et al., 2015, p.456-460).

“Nanotecnología” es el entendimiento y control de la materia en dimensiones de aproximadamente de 1 a 100 nm, donde aplicaciones nuevas de fenómenos únicos se hacen posibles” (Murooka et al., 2015, p.456-460).

1.2. Nanotubo

Son aquellas estructuras cilíndricas, en la cual su diámetro se encuentra dentro del rango de los nanómetros. Antiguamente se creía que el termino nanotubo solo se lo podía aplicar para referirse a la forma alotrópica del carbón, sin embargo las múltiples investigaciones realizadas han demostrado que existen nanotubos de muchos materiales uno de ellos es el silicio. Los nanotubos pueden presentar distinto diámetro y geometría, estas características van a depender del grado de enrollamiento y de la conformación de la lámina original. Si los nanotubos están enrollados por sus extremos como si fuera una hoja papel estos dan lugar a nanotubos de monocapa, mientras que los nanotubos que se encuentran incluidos unos dentro de otros, se denominan de multiple capa. Existen derivados en los que el tubo está cerrado por media esfera de fullereno, y otros que no están cerrados.

Otra forma alotrópica que está siendo estudiada ampliamente son los fullerenos, por su interés fundamental para la química y por sus aplicaciones tecnológicas. Es el primer material conocido por la humanidad capaz, en teoría, de soportar indefinidamente su propio peso suspendido sobre nuestro planeta, además es el primer material existente desde la creación. (Neha, 2014, p.135-140).

1.3. Clasificación de los nanotubos de carbono.

1.3.1. Clasificación según su enrollamiento.

Nanotubos de capa múltiple (MWNT): “Se denominan a aquellos que están formados internamente por diferentes tubos de menor diámetro” (Sumio, 1991, pp 56-58).

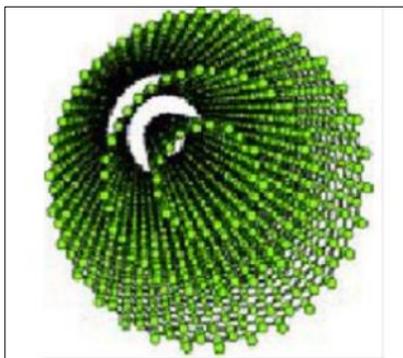


Figura 1-1: Nanotubo de Múltiple Capa

Fuente: Hamada, 1992, p 68.

Nanotubos de capa única (SWNT): “Son aquellos que están formados únicamente por un solo tubo de un mismo diámetro, los cuales pueden poseer en sus extremos semi-estructuras de fullerenos” (Neha, 2014, p.135-140).

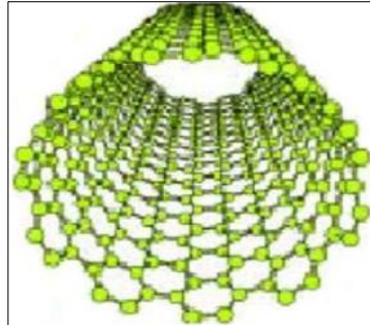


Figura 2-1: Nanotubo de Monocapa

Fuente: Hamada, 1992, p 68.

1.3.2. Clasificación Genérica.

- Nanotubos chiral: Son aquellos nanotubos que no poseen simetría de reflexión y no son isomorficos (Neha, 2014, p.135-140).
- Nanotubos no-chiral: Son aquellos que poseen simetría de reflexión y son isomorficos, también se los conoce como nanotubos de zigzag y armchair (Neha, 2014, p.135-140).

1.3.3. Clasificación de acuerdo a los índices de Hamada (n,m).

- Nanotubos armchair (sillón): Se dice que son nanotubos armchair si el índice de n es igual a m ($n=m$) y si además posee un hélice de $\Phi = 0^\circ$ (Hamada, 1992, p 68).
- Nanotubos Zigzag: Se dice que son nanotubos de tipo Zigzag llamará así cuando $m = 0$ y poseen además una hélice de $\Phi = 30^\circ$ (Hamada, 1992, p 68).

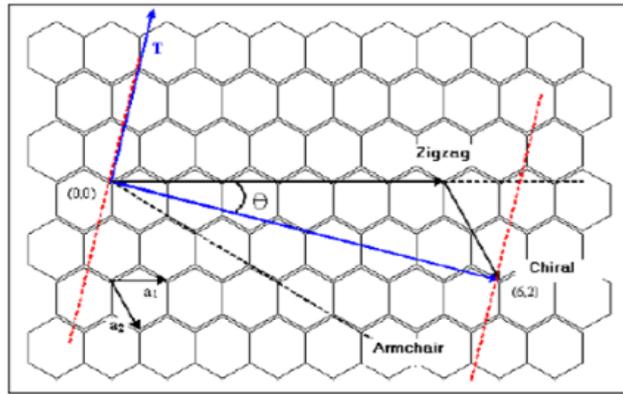


Figura 3-1: Los nanotubos tipo chiral.

Fuente: Huber; 2002, pp 59-61.

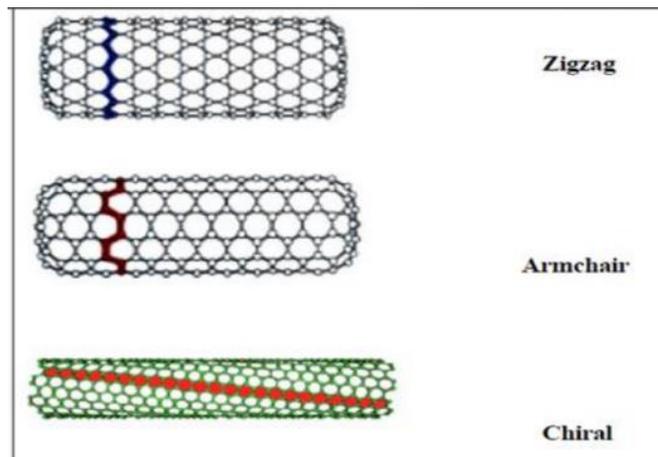


Figura 4-1: Clasificación según índice de Hamada.

Fuente: Hamada, 1992, p 68.

1.4. Propiedades de los Nanotubos de Carbono.

Las principales propiedades que poseen los nanotubos de Carbono se pueden visualizar en la siguiente tabla:

Tabla 1-1: Propiedades de los Nanotubos de Carbono.

Propiedades	
Densidad	1.33 a 1.44g/cm ³
Resistencia a la tracción	45 X 10 ⁹ Pascal
Elasticidad	Se pueden doblar hasta grandes ángulos y recuperarse sin sufrir daños.
Capacidad de transporte de corriente	Estimada en 10 ⁹ A/cm ² aproximadamente
Emisión de Campo específico	A un voltaje de 1 a 3 V activa fósforo.
Transmisión de calor	6000 W/m - °K
Estabilidad térmica	Estables hasta 2800° C en vacío, 750° C en aire.

Fuente: Pedro Atienzar Corvillo, 2014.

Realizado por: Fátima Broncano y Alejandra Villegas, 2018.

1.5. Método de obtención.

1.5.1. Cámara de descarga de arco eléctrico.

“Este método consta de dos electrodos de grafito conectados a una fuente de alimentación y separados unos milímetros. Los electrodos están sumergidos en una atmósfera de helio, argón, nitrógeno e incluso oxígeno en condiciones de baja presión, de manera que cuando se hace circular una corriente de 100 Amperios, salta una chispa que crea un plasma y al separarlos se forma el denominado arco voltaico. El carbono del ánodo se evapora en el plasma, debido a su alta temperatura alcanzada, pero se deposita a su vez en el cátodo. El material depositado está compuesto por nanotubos y otras nanopartículas de carbono” (Zhou, 2015, p. 1045-1450).

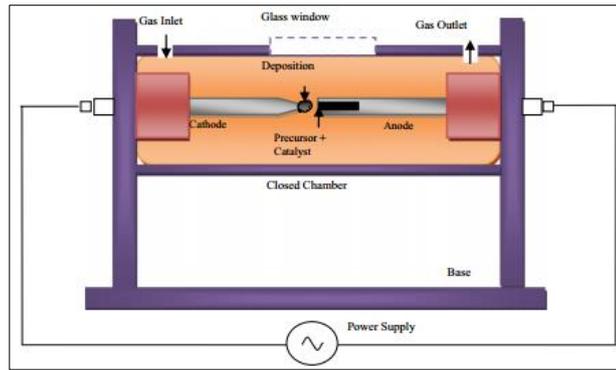


Figura 5-1: Esquema de una cámara descarga de arco.

Fuente: Iijima, 1991.

La cámara consta de dos electrodos que se colocan de manera horizontal o verticalmente según sea el caso; uno de los cuales (ánodo) está relleno con un precursor de carbono en polvo junto con el catalizador y el otro electrodo (cátodo) es una varilla de grafito puro. En la cámara se introduce un gas o es sumergida dentro de un ambiente líquido. Después la cámara es conectada a la fuente de alimentación (CA o CC), los electrodos entran en contacto para generar un arco y se mantienen a una distancia aproximada de 1-2 mm para lograr una descarga constante. Se mantiene una corriente que debe ser constante a través de los electrodos para obtener un arco estable. Una fluctuación del arco produce plasma inestable y la calidad del producto sintetizado es afectada. La corriente de arco genera plasma de elevada temperatura $\sim 4000\text{-}6000\text{ K}$, que sublima el precursor de carbono relleno dentro del ánodo. Los vapores de carbono se acumulan en la fase gaseosa y el cátodo se enfría debido al gradiente de temperatura. Después de un tiempo de aplicación de arco de pocos minutos la descarga se detiene y el cátodo contiene CNT junto con el hollín se recoge de las paredes de la cámara. El depósito se purifica y observa adicionalmente bajo un microscopio electrónico para investigar su morfología, (Neha, 2014, p.135-140).

Sin embargo, aunque la producción de nanotubos mediante este método resulta sencilla y barata, tiene limitaciones para obtener cantidades de nanotubos de carbono de alta calidad. Además los nanotubos tienden a ser cortos y a depositarse en formas y tamaños aleatorios” (Zhou, 2015, p. 1045-1450).

1.5.2. CVD (Chemical Vapor Deposition).

“Consiste en colocar, en una cámara, un soporte con una capa de partículas de un metal catalítico (Fe, Co, Ni y otros), que se calienta hasta $700\text{ }^{\circ}\text{C}$. A continuación en la cámara se introduce un gas de un hidrocarburo como el metano u otros. Al descomponerse el gas, libera átomos de

carbono que se van depositando sobre las partículas catalíticas del soporte para dar lugar a los nanotubos de carbono. Los diámetros de los nanotubos van a depender del tamaño de las partículas de metal catalítico. Este tamaño se puede controlar por deposición de capas de metal. Esta técnica es la más sencilla para su aplicación a nivel industrial. Sin embargo, los nanotubos fabricados así suelen ser de pared múltiple y presentan gran cantidad de defectos (Zhou, 2015, p. 1045-1450).

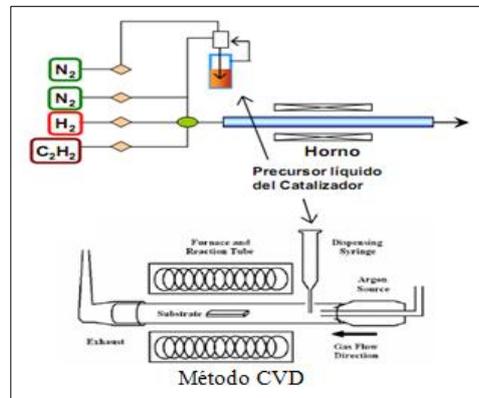


Figura 6-1: Esquema del Método CVD.

Fuente: Zhou, 2015.

1.5.3. Ablación láser.

Consiste en bombardear una barra de grafito con intensos pulsos de haz láser, en un reactor a alta temperatura, en presencia de un gas inerte y con condiciones de extremo control. Así se genera el gas de carbono el cual está caliente y a partir del cual se forman los nanotubos al condensarse en las paredes frías del reactor (Zhou, 2015, p. 1045-1450).

Los nanotubos obtenidos son de pared única y además poseen una amplia gama de diámetros que se puede controlar variando la temperatura de reacción. Es un método con un buen rendimiento, pero es muy costoso ya que requiere láseres de alta potencia (Zhou, 2015, p. 1045-1450).



Figura 7-1: Esquema del Método CDV.

Fuente: Juan Perdomo, 2010.

1.6. Parámetros a controlar dentro del método del arco voltaico.

1.6.1. Efecto de la fuente de alimentación.

La fuente de alimentación influye en la corriente de arco ya que afecta a la temperatura del plasma que es muy importante en el producto de la descarga de arco.

El tipo de fuente de alimentación juega un papel vital en la formación de nanotubos. Cuando la corriente de arco es continua se aplica a través de los electrodos, con emisión continua de bomba de electrones entre el cátodo y ánodo a alta velocidad. El diámetro del cátodo suele ser mayor que el diámetro del ánodo, lo que resulta en una menor densidad de corriente del cátodo que ánodo. Así, se observa un gradiente de alta temperatura a través de los electrodos que sublima el precursor de carbono relleno dentro del ánodo y resulta en la formación de CNTs. En la descarga de arco alterna, la corriente se altera periódicamente a través de los electrodos y no se observa ninguna deposición en lado de los electrodos. Los vapores de carbono salen del plasma debido a efectos térmicos que producen formación de CNT en las paredes de la cámara. En el caso de suministro de CC, el gas ionizado se desplaza hacia el cátodo y dificulta la deposición continua de iones de carbono sobre el cátodo. Con el fin de eliminar los iones de gas, el cátodo no debe cargarse negativamente. Este problema puede ser superado a través del uso de una fuente de alimentación de corriente alterna o pulsada. La desventaja de usar el suministro de CA es que la formación de nanotubos ocurre solamente en ciclo positivo y por lo tanto el rendimiento menor. La descarga de arco es la más favorable para la formación de nanotubos (Ashraf, et al., 2014, p.33-42).

La descarga continua del arco resulta en una mayor cantidad de C₂ que es el precursor para la formación de nanotubos. Descarga pulsada contenía una cantidad adicional de C₁ debido a la desintegración de C₂, que no forma estructuras de carbono cerradas. Sin embargo, el arco pulsado es ventajoso ya que proporciona más control sobre el proceso. Se encuentra que el arco pulsado

es más energético que un arco continuo. La energía de un electrón es más alta en el momento de la eyección y microsegundos para que el electrón alcance la distribución de energía de Maxwell. Así, el bombardeo continuo de ánodos con impulsos de anchura más corto de tiempo da como resultado una energía de electrones más alta que aumenta el rendimiento. En contra de esto, la fuente de alimentación continua tiene menor distribución de energía electrónica (Ashraf, et al., 2014, p.33-42). Itkis (2014, p.1272-1277) produjeron 5-15 g de CNT usando descarga de arco DC.

Los científicos también han utilizado la fuente de alimentación de CA de frecuencia constante para generar arco entre los electrodos. La ventaja de usar el arco CA de descarga es la formación de depósitos en la pared de la cámara. Muy pocos intentos experimentales se han hecho para sintetizar CNTs utilizando descarga de arco de CA. El rendimiento de CNT en AC se encuentra menor que la de DC, ya que se produce durante una parte del ciclo (Ebbesen, 2016, p.220-222).

Pocos investigadores han sintetizado nanotubos de carbono usando fuente de alimentación DC. El arco pulsado es ventajoso sobre otra fuente de alimentación ya que no se requiere cámara de presión y puede realizarse al aire libre. Se observa que el rendimiento aumenta en el caso de pulsos en comparación con el suministro de CC, donde se establece que el rendimiento encontrado de SWNT aumenta a medida que aumenta el ancho de pulso (Sugai, 2013, p.769-773).

1.6.2. Efecto de la tensión.

En la descarga de arco, se aplica voltaje a través de los electrodos para generar descomposición eléctrica del gas dieléctrico. El voltaje a través de los electrodos para la síntesis CNT oscila entre 40 y 70 V. Este voltaje debe mantenerse constante para un plasma estable. El cambio repentino en el voltaje del arco da la formación de estructuras parecidas a bambú. Sugieren que el efecto principal de la variación de voltaje se encontró en la distribución espacial y la nitidez de los pilares CNT en el depósito. Se observó fullerenos a 10 V y observó CNTs al aumentar el voltaje a 30 V. Además se observó depósitos de carbono amorfo con pocos nanotubos para tensiones menos de 22 V y no encontró depósitos catódicos para tensiones superiores de 27 V. También han reportado un aumento en la calidad de los nanotubos cuando el voltaje aumenta de 15 V a 20 V. Sin embargo, en la síntesis también se han reportado altas tensiones (~ 700 V). Además del voltaje, el tiempo de síntesis también se ha investigado en la literatura para la formación de CNT. Generalmente, el voltaje a través de los electrodos es mantenido durante 30-120 s. Sin embargo CNTs se han sintetizado en el momento que van desde milisegundos a un tiempo de síntesis de 15 min, Kia (2016, p.20-30), 20 min, 40 min, 30 - 150 min, 60 min, 60-90 min, 1-2 h, y 3-30 h arco de tiempo de ejecución. Este es interesante y plantea una cuestión de impacto de la aplicación de arco de tiempo en la formación de nanotubos de carbono (Kia, 2016, p.20-30).

1.6.3. Precursores de carbono en la descarga de arco.

La síntesis de CNTs se lleva a cabo por sublimación de un carbono precursor utilizando una fuente de energía externa; en caso de descarga de arco, la corriente aplicada es el precursor de carbono para formar vapores de carbono, que se nuclea para formar un nanotubo. La mayor parte del arco descarga de CNT se ha llevado a cabo utilizando el grafito como precursor. Es un excelente conductor de calor y electricidad y es comercialmente disponible en alta pureza. Cuando el grafito se somete a corriente, la estructura reticular se rompe y libera especies de carbono C1 o C2 que se vaporizan debido a la alta temperatura. Algunos grupos han utilizado el negro de carbono como materia prima para producir CNTs. El negro de carbón es amorfo en la naturaleza, fácilmente disponible en la tierra y puede ser un precursor potencial para sintetizar CNT por razones tecno-económicas. La síntesis de CNTs del negro de carbón requerirá un valor de corriente mayor que el grafito. Negro de carbón sobre la aplicación de corriente se convierte primero en grafito y luego forma estructuras tubulares de CNTs. Algunos investigadores han utilizado el carbón como material de partida para sintetizar CNTs. El carbón es una mezcla de moléculas de hidrocarburos aromáticos y alifáticos, que son de naturaleza altamente reactiva. Se ha discutido al carbón como un material de partida ideal para la síntesis grande de DWNTs. Cuando la corriente de arco pasa a través del carbón, los eslabones débiles entre el polímero y las estructuras de arilo se descomponen en alquino y especies aromáticas forman DWNTs. El carbón contiene azufre, lo que favorece el crecimiento de DWNTs y afecta la distribución del diámetro de los nanotubos producidos (Lange, 2016, p.12-16).

Otras fuentes de carbono como fullereno, residuos de hollín, tolueno, polvo neumáticos, polivinil-alcohol, MWNT / nanofibras de carbono y otros hidrocarburos se han utilizado para producir CNTs por método de descarga de arco. Mientras que el grafito es el precursor más investigado, los otros materiales precursores necesitan mayor comprensión e investigaciones (Zhou, 2015, p. 1045-1450).

1.6.4. Papel de la atmósfera.

La atmósfera juega un papel importante en los efectos termo-iónicos, en la formación del plasma y proporciona el crecimiento térmico de la CNT. Cuando la corriente de arco fluye a través de los

electrodos, el gas se ioniza debido a las altas temperaturas y se forma plasma. El gas ionizado actúa como un medio altamente conductor que proporciona la transferencia de masa a cada lado. Los iones en el plasma se agitan térmicamente y proporcionan la energía necesaria para el movimiento de los vapores de carbono (Farhat, 2015, p. 675-679). La atmósfera también juega un papel importante en el crecimiento térmico de CNTs. La conductividad térmica de la atmósfera proporciona efectos al cátodo que es esencial para la formación de nanotubos. La atmósfera también regula la temperatura del plasma dependiendo de su potencial de ionización. El gas con mayor potencial de ionización requerirá una gran corriente de arco para avería. Así, la elección de la atmósfera depende de su potencial de ionización, conductividad térmica y eléctrica. La cámara de arco se llena con un gas como nitrógeno, hidrógeno, helio o argón o sumergidos en un ambiente líquido. El hidrógeno tiene conductividad térmica más alta y se considera como la más eficiente en el crecimiento de nanotubos. Sugirieron que el hidrógeno promueve el crecimiento de CNTs y reduce materiales de carbono mediante la formación de hidrocarburos y encontró que el hidrógeno da lugar a una superficie más limpia de CNT mientras que ataca selectivamente las impurezas amorfas de carbono. Sin embargo, sugirió que el hidrógeno puro es desfavorable para la producción en masa de SWNT por la inestabilidad del plasma de descarga de arco (Zhou, 2015, p. 1045-1450).

La rápida introducción de hidrógeno evita que en los extremos de los nanotubos se dé el cierre. Debido a este problema, el hidrógeno se mezcla generalmente con un gas noble como argón o helio para estabilizar el plasma, el cambio de gas del hidrógeno al helio promueve el crecimiento de SWNT (Fowler, 2015, p.428). Además observó que la atmósfera de helio afecta fuertemente el rendimiento de SWNTs (Tang, 2015, 1663-1670).

1.6.5. Efecto de la presión.

En el método de descarga de arco, el papel de la presión es proporcionar energía a las moléculas de gas y actuar como una pared para un flujo constante de iones entre los electrodos. El rango óptimo de presión para la síntesis de CNT que se encuentran entre 300 y 700 Torr. A una presión inferior a 300 Torr el rendimiento se encuentra muy bajo, ya que la densidad de iones es baja resultando en plasma inestable (Geohegan, 2016, p. 593). Mientras que a alta presión, más número de iones participan en el plasma restringiendo así el movimiento de vapores de carbono de ánodo a cátodo y disminuye el rendimiento. Es por eso que la alta presión es desfavorable para la síntesis de CNT y un número muy menor de investigadores ha usado presión más allá de 700 Torr. Los efectos de la presión sobre el rendimiento y la calidad de los nanotubos han sido ampliamente explorados (Scalese, 2015, p.2-4). Se encontró que el rendimiento del nanotubo disminuye para presiones bajas y altas de nitrógeno, además la presión eficiente para el nitrógeno es 350 Torr.

En caso de aire, se ha encontrado que 45-90 Torr es la presión óptima. Sin embargo, el rendimiento se reduce al aumentar la presión de aire de 40 a 300 Torr (Grebenyukov, 2015, p.330-334). Observó MWNTs en aire y helio a 300 Torr y 500 Torr respectivamente. La tendencia de la presión comparada con la del helio ha sido estudiado por pocos grupos y la presión que oscila entre 500 y 700 Torr se ha comprobado que es óptima, (Kim, 2015, p. 458-495). También, informó un alto rendimiento de 2,5 g / h para la presión de helio de 1520 Torr. La presión óptima de hidrógeno se encuentra en 500 Torr (Zhao, L 2014, p.244-250). El rendimiento aumenta de 100 a 700 Torr pero disminuye más allá de 700 Torr. La presión óptima de argón es de 100 Torr. De los informes publicados se puede concluir que la condición de presión para el alto rendimiento de CNTs ha sido ~ 500 Torr, (Zhao, L 2014, p.244-250).

1.6.6. Efecto del tiempo de síntesis.

Además del voltaje, el tiempo de síntesis también se ha investigado en la literatura para la formación de CNT. Generalmente, el voltaje a través de los electrodos es mantenido durante 30-120 s. Sin embargo CNTs se han sintetizado en el momento que van desde milisegundos a un tiempo de síntesis de 15 min. Kia (2016, p.20-30), 20 min, 40 min, 30 - 150 min, 60 min, 60-90 min , 1-2 h, y 3-30 h arco de tiempo de ejecución (Zhao, L 2014, p.244-250).

1.7. Tamaño y rendimiento de NTC en el arco de descarga.

El mayor interés de la síntesis de la CNT por descarga de arco es el rendimiento del producto. Sin embargo, la técnica de descarga de arco no ha sido exitosa en producir CNTs puros a gran escala debido a la dificultad en el control los parámetros experimentales. Los rendimientos de los nanotubos de corriente de arco, la composición del catalizador y su tamaño de partícula, los efectos atmosféricos, forma y composición del electrodo representan la mayor complejidad del método. Sin embargo, el enfriamiento depende de la corriente de arco, el tamaño del cátodo y la conductividad térmica de gas y gradiente de temperatura (Harry, 2014, p.27-29). Los rendimientos típicos son del orden de unos pocos miligramos para una síntesis que dura varios minutos y por lo tanto hace esto menos preferente a la CVD. Sin embargo, los investigadores han mejorado el rendimiento a través de esta técnica mediante el control de los parámetros de síntesis (Sumio, 2014, p.243-250). Algunos informes sobre variaciones en los valores de corriente y presión, diámetro de electrodo, la composición del catalizador y la atmósfera se han sugerido para optimizar la descarga del arco (Shanov, 2016, p.377-390). El rendimiento típico de los nanotubos obtenido en la

descarga de arco es ~ 20-50 mg / min por síntesis (Ando, 2016, p.123-128). Sin embargo pocos intentos de producir CNT a través de semicontinuo y continuo por descarga de arco y se obtuvieron rendimientos de 2 g / h y 6,5 g / h. El tamaño de SWNTs puede ser controlado usando el tamaño de las partículas de catalizador. El diámetro SWNT aumenta en 0,2 Å al aumentar la proporción de helio de argón en un 10% (Zhao, L 2014, p.244-250).

1.8.Mecanismos de caracterización.

Luego de realizar algunos ensayos de síntesis de nanotubos de carbono a diferentes condiciones es imprescindible realizar su caracterización para obtener información de su grado de pureza, del tamaño de su diámetro, entre otras propiedades, dentro de los métodos más utilizados tenemos

1.8.1. Espectroscopia IR.

Esta técnica se basa en la absorción de la radiación IR por las moléculas que se encuentran en estado vibracional, donde la molécula va a absorber energía de un haz de luz infrarroja cuando dicha energía incidente sea igual a la necesaria para que de esta forma se dé una transición vibracional de la molécula, por ello la molécula empieza a vibrar de una determinada manera debido a la energía que se le suministra mediante luz infrarroja.

Existen dos tipos de vibraciones:

- Tensión.- Presentan cambios en la distancia interatómica a través del eje del enlace entre dos átomos de la molécula.
- Flexión. - Ocurren por cambios en el ángulo que forman dos enlaces de la molécula.

Se muestra los diferentes tipos de vibraciones moleculares en la siguiente figura:

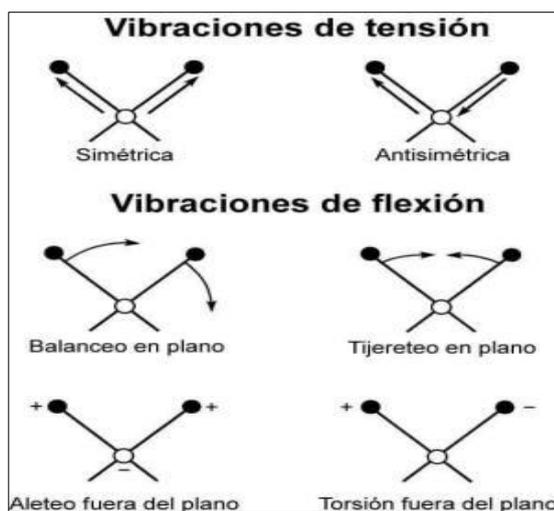


Figura 8-1: Tipos de Vibraciones moleculares.

Fuente: Nakamoto K, 2016.

Tiene aplicación en el análisis cualitativo que permite la detección de las moléculas presentes en el material.

En la zona del espectro electromagnético IR con longitudes de onda entre 4000 y 1300 cm^{-1} , suelen visualizar una serie de bandas de absorción producidas por las vibraciones entre únicamente los dos átomos de la molécula. Estas vibraciones se derivan de grupos que poseen hidrógeno o de grupos con dobles o triples enlaces aislados presentes en la molécula.

En la zona del espectro electromagnético IR con longitudes de onda de 1300 y 400 cm^{-1} correspondiente al infrarrojo lejano, asignar bandas de absorción a vibraciones moleculares es más difícil de realizar, debido a que cada una de ellas está originada por absorciones individuales sumadas siendo así multiplicidad de bandas, correspondiendo así a la zona de la huella dactilar que comprende flexión de enlaces CH, CO, CN, CC, entre otros, en esta zona pequeñas diferencias en la estructura y constitución de las moléculas promueve a variaciones importantes en los máximos de absorción (Pretsch et al., 2014, p. 591-594).

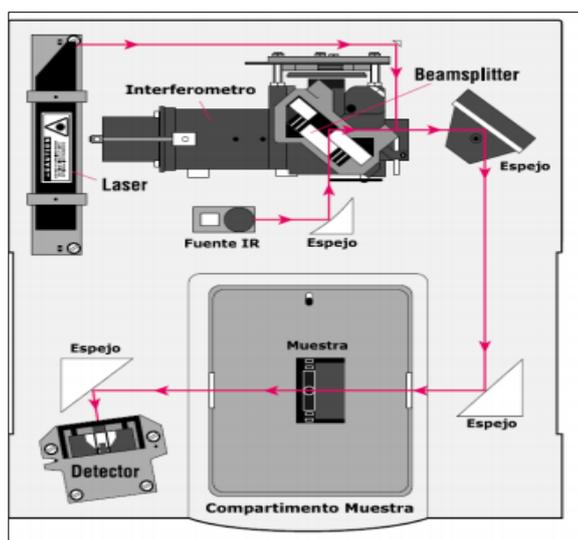


Figura 9-1: Esquema del IR.

Fuente: Pretsch et al., 2014, p. 591-594.

➤ Preparación de la muestra:

Para muestras gaseosas se necesita poca preparación incluida su purificación, se debe emplear una celda de muestra con una longitud de celda de 5-10 cm debida a que los gases presentan absorbancias relativamente débiles (Rubinson K.A., 2015, p. 136-140).

Para muestras líquidas se emplea dos placas de una sal de elevada pureza, generalmente se utiliza cloruro de sodio, u otras sales como bromuro de potasio o fluoruro de calcio, las placas son transparentes a la luz infrarroja y no introducirán líneas en el espectro, en cambio otras placas de sal son altamente solubles en agua (Rubinson K.A., 2015, p. 136-140).

Para muestras sólidas se prepara de dos maneras: la primera es moler la muestra con un agente aglomerante para formar una suspensión. Una fina película de suspensión se coloca sobre una placa de sal y se realiza la medición. El segundo método es triturar una cantidad de la mezcla con una sal especialmente purificada habitualmente bromuro de potasio (Rubinson K.A., 2015, p. 136-140).

Es importante describir que los espectros obtenidos a partir de preparaciones distintas del analito son distintos debido a los diferentes estados físicos en los que se encuentra la muestra y a que en algunos casos los agentes aglomerantes también absorben en IR mostrando bandas características (Rubinson K.A., 2015, p. 136-140).

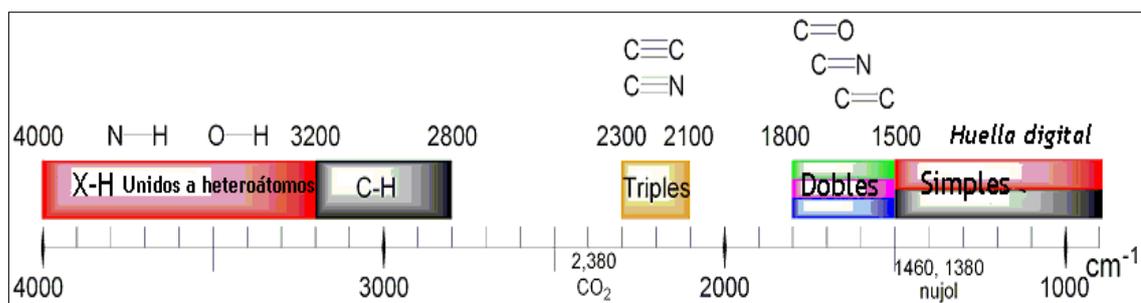


Figura 10-1: Esquema del IR.

Fuente: Rubinson K.A., 2015, p. 136-140.

1.8.2. Espectroscopia UV-Visible.

Esta técnica de espectrometría UV-Vis implica la espectroscopia de fotones en la región de radiación ultravioleta-visible. Utiliza la luz en los rangos visible y adyacente, es decir la luz ultravioleta y el infrarrojo, en dicha región del espectro electromagnético, las moléculas se someten a transiciones electrónicas (F.C. Jentoft et al., 2013, p.420-450).

$$A = -\log_{10}(I/I_0) = \epsilon \cdot c \cdot L$$

El instrumento utilizado en ultravioleta-visible se llama espectrofotómetro UV-Visible, donde mide la intensidad de luz que pasa a través del analito (I), y de esta forma la compara con la intensidad de luz antes de pasar a través del analito (I₀). La relación I / I₀ se denomina transmitancia, y se expresa como el porcentaje (%T). La absorbancia (A) se basa en la transmisión donde se obtiene la siguiente expresión:

$$A = -\log (\%T)$$

- Consta de las siguientes partes:

Las partes fundamentales del espectrofotómetro son una fuente de luz, un soporte para la muestra, una rejilla de difracción o monocromador, con la finalidad de separar las diferentes longitudes de onda de la luz, y un detector.

El detector puede ser un fotodiodo o un CCD. Los fotodiodos se usan con monocromadores, que de esta forma filtran la luz permitiendo que una sola longitud de onda alcance el detector. Las rejillas de difracción se utilizan con CCDs, que almacenan la luz de diferentes longitudes de onda en píxeles.

Un espectrofotómetro puede hallarse de uno o de doble haz. En un equipo de un solo haz toda la luz pasa a través del analito. La I₀ debe medirse retirando el analito.

- Preparación de muestras:

Las muestras para espectrofotometría UV-Vis generalmente pueden ser líquidas, e incluso se puede medir la absorbancia de gases y sólidos. Las muestras son colocadas cubeta en cubetas de cuarzo. Las cubetas son rectangulares, con una anchura interior de 1 cm, donde dicha anchura se convierte en la longitud de ruta, L , en la Ley de Beer-Lambert. Se emplea cubetas de cuarzo que son de alta calidad, sin embargo se utiliza las de vidrio o plástico. El cristal y los plásticos absorben en el UV, lo que restringe su utilidad para longitudes de onda visibles.

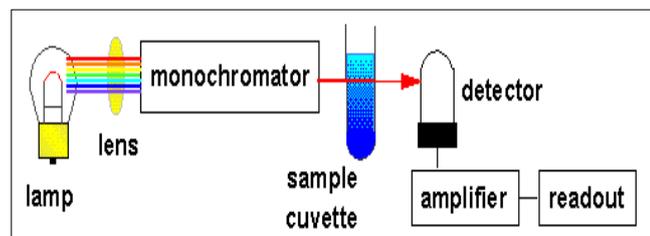


Figura 11-1: Esquema del UV-Visible.

Fuente: F.C. Jentoft et al., 2013, p.420-450.

1.8.3. *Microscopia Electrónica de Barrido (SEM).*

El microscopio electrónico de barrido también conocido como SEM por sus siglas en inglés Scanning Electron Microscope. Es un instrumento que permite la visualización y caracterización superficial de materiales orgánicos e inorgánicos, proporcionando información morfológica del material de estudio. A partir del mismo se producen distintos tipos de señal que se generan desde la muestra, y se utilizan para examinar muchas de sus características, con él se puede realizar estudios de los aspectos morfológicos de zonas microscópicas de los distintos materiales con los que trabajan los científicos y las empresas privadas, además del procesamiento y análisis de las imágenes obtenidas (Ibanez, 2014, p. 308-316). El microscopio electrónica de barrido puede estar formado por diversos detectores en los que se puede mencionar: un detector de electrones secundarios para obtener imágenes de alta resolución SEI (Secondary Electron Image), un detector de electrones retro-dispersados que permite la obtención de imágenes de composición y topografía de la superficie BEI (Backscattered Electron Image), y un detector de energía dispersiva EDS (Energy Dispersive Spectrometer) que permite recolectar los rayos X generados por la muestra y realizar diversos análisis e imágenes de distribución de elementos en superficies pulidas. El SEM moderno consta de las siguientes partes:

- Una unidad óptica-electrón, que genera el haz que se desplaza sobre la muestra.
- Un porta-muestra con diversos grados de movimiento.

- Una unidad de detección de la señal que se origina en la muestra, acoplada de un sistema de amplificación adecuado.
- Un sistema de visualización de las imágenes (tubos de rayos catódicos).
- Un sistema de vacío, un sistema de refrigeración y un sistema de suministro eléctrico, relativamente similares a los del MET.
- Un sistema de registro fotográfico, magnético o de video.
- Un sistema de procesamiento de la imagen con ayuda computacional (optativo).

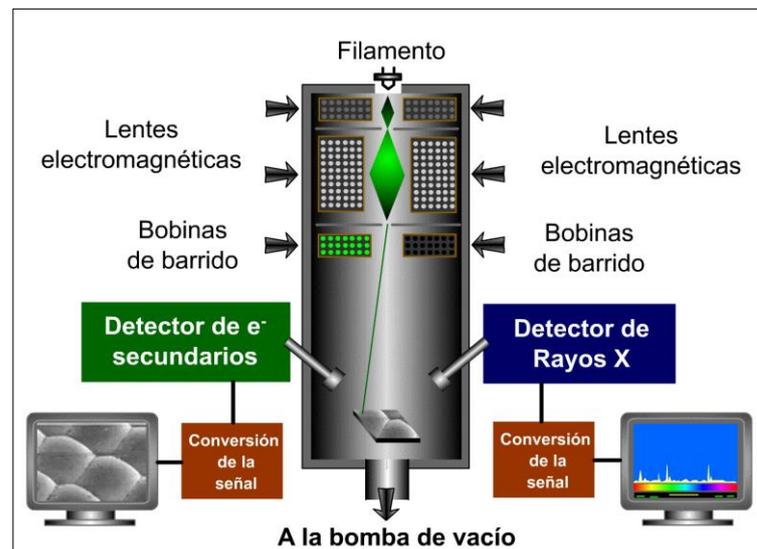


Figura 12-1: Esquema del SEM.

Fuente: José Luis Encinas Esteban, 2015.

➤ Funcionamiento del SEM

En el microscopio electrónico de barrido se acelera a los electrones en un campo eléctrico para aprovechar de esta manera su comportamiento ondulatorio, lo cual se lleva a cabo en la columna del microscopio, donde son acelerados mediante una diferencia de potencial que van desde 50 hasta 30000 voltios. Los electrones que son acelerados por un voltaje pequeño se usan para analitos muy sensibles como muestras biológicas sin preparación adicional o muestras muy aislantes. Ahora los voltajes elevados se utilizan para muestras metálicas ya que estas no sufren daños en su estructura como las muestras biológicas y de esta manera se aprovecha la menor longitud de onda para tener una mejor resolución. Dichos electrones acelerados salen del cañón, y se aceleran mediante lentes condensadoras y objetivas, cuya función es disminuir la imagen del filamento y así de esta manera hacer incidir en la muestra un haz de electrones lo más pequeño posible para tener una mejor resolución. Con las bobinas deflectoras se barre este fino

haz de electrones sobre la muestra punto por punto y línea por línea. Cuando el haz incide sobre la muestra se produce muchas interacciones entre los electrones del mismo haz y los átomos de la muestra, puede haber por ejemplo electrones que reboten como las bolas de billar, por otra parte la energía que pierde los electrones al chocar contra la muestra, pueden hacer que otros electrones salgan despedidos (electrones secundarios), producir rayos x y electrones Auger. El más común de estos es el que detecta electrones secundarios y es con el que se hace la mayoría de imagen de microscopios de barrido (Ibañez, 2014, p.308-316).

1.9. Aplicaciones de nanotubos

Los NTC's debido a las propiedades eléctricas que presentan y a su tamaño nanométrico se consideran los biosensores ideales. Se ha reportado la inserción química de moléculas de ADN y proteínas con un reconocimiento específico de estas. La detección de proteínas se puede llevar a cabo con un sistema semiconductor de NTC's con anticuerpos y antígenos específicos, es importante considerar que los NTC 's poseen una afinidad natural por ciertas proteínas a través de interacciones hidrófobas o electrostáticas (Balasubramanian K, 2016, p.277-284).

Se ha utilizado la 1-etil-3-(3-dimetilaminopropil)-carbodiimida en la funcionalización de nanotubos oxidados en medio ácido, por conjugación de tipo covalente o adsorción de moléculas. Se ha investigado el comportamiento de adsorción del sistema estreptavidina/biotina y SWCNT's encontrando las mejores condiciones utilizando un surfactante (Tritón) y polietilenglicol (PEG) (Balasubramanian K, 2016, p.277-284).

La nanomedicina es una disciplina joven, en la cual la síntesis de nanofármacos con diversas aplicaciones es el centro de numerosas investigaciones. Dentro de éstos se encuentran los nanotubos de carbono modificados, debido a sus particularidades en sus propiedades. El interés del uso de los NTC's en aplicaciones biológicas surge del reporte en el cual los NTC's modificados con péptidos y proteínas son introducidos dentro de la célula espontáneamente (Cui Y, Wei Q, Park H, 2014, p. 931-939).

Las características fisicoquímicas de los NTC's como su tamaño nanométrico, composición química, superficie de funcionalización y dispersión ayudan a la administración y transporte de fármacos, lo que se ha demostrado en estudios in vitro (Cui Y, Wei Q, Park H, 2014, p. 931-939).

Los NTC's tienen el potencial de llevar los fármacos en el organismo ya que son más pequeños que las células sanguíneas. Algunos de los métodos desarrollados ha sido el unir moléculas como el ADN, péptidos y proteínas dentro y fuera de los NTC's. Esto le da la capacidad de detectar y

destruir células individuales que pueden ser cancerosas o infectadas por virus (Cui Y, Wei Q, Park H, 2014, p.931-939).

Fabricación de baterías de iones de litio para ordenadores portátiles y teléfonos móviles, celdas de combustible, células solares, e incluso para la purificación del agua (Zeng, 2016, p.17-37).

1.10. Materia primas

1.10.1. Acero Inoxidable.

Se denomina acero a la aleación que existe entre el hierro con una cantidad de carbono variable entre el 0,03 % y el 2,14 % en masa de su composición, mientras que al acero inoxidable se lo conoce como la aleación formada entre el acero anteriormente ya mencionado y el cromo, este último con un contenido mínimo de 10 % al 12 %, aunque puede contener otros metales, como por ejemplo molibdeno y níquel (Cedinox, 2018, p.15).

➤ Tipos de Aceros Inoxidables

De forma general se consideran cuatro familias básicas de aceros inoxidables: martensíticos, ferríticos, austeníticos y dúplex (Cedinox, 2018, p.15).

- Austeníticos

Son aleaciones de hierro, cromo, níquel y carbono, la adición de níquel consigue modificar la estructura de estos materiales. El Acero que caracteriza a este grupo es el AISI 304, en 1.4301. Es el grupo de aceros inoxidables con mayores prestaciones desde el punto de vista de fabricación de componentes y equipos, así como de comportamiento en servicio. Tienen propiedades de conformación excelente, muy buena soldabilidad y gran resistencia a los distintos tipos de corrosión (Cedinox, 2018, p.15).

- Ferríticos

Los aceros ferríticos son también aleaciones de hierro, cromo y carbono, con mayor contenido de cromo y menor de carbono que los martensíticos. Los valores típicos de estos elementos son: C<0,10%; Cr 16-18% (Cedinox, 2018, p.15).

- **Dúplex**

Los aceros inoxidable dúplex están constituidos micro-estructuralmente por dos fases: ferrita y austenita. Contienen, como elementos aleantes, hierro, cromo, carbono y níquel, este último elemento en menor porcentaje, que en los austeníticos. Como norma general, presentan unas propiedades mecánicas y una resistencia a la corrosión mayores que los ferríticos y austeníticos (Cedinox, 2018, p.15).

- **Martensíticos**

Estos aceros inoxidable son aleaciones de hierro, cromo y carbono con contenidos típicos de C: 0.10% y Cr: 12-14%. El tipo de acero que caracteriza a este grupo es el AISI-420, EN 1.4028. Estos aceros sufren modificaciones estructurales con la temperatura, por lo que suelen someterse a tratamientos térmicos de temple y revenido, tras estos procesos alcanzan buenas propiedades mecánicas y tienen suficiente resistencia a la corrosión. Su aplicación más característica es la cuchillería (Cedinox, 2018, p.15).

1.10.2. Gas Argón.

“El argón es un elemento químico de número atómico 18 y símbolo Ar. Es el tercero de los gases nobles, es incoloro e inerte como ellos, constituye el 0,934 % del aire seco. Su nombre proviene del griego *ἀργός*, que significa inactivo debido a que no reacciona” (Garritz, 2015, p.189-190).

➤ **Propiedades del Argón**

Las principales propiedades del gas Argón se pueden visualizar en la siguiente tabla:

Tabla 2-1: Propiedades del Argón.

Símbolo Químico	Ar
Número Atómico	18
Densidad	1.784 kg/m ³
Masa Atómica	39.948 u
Radio Atómico	71
Radio Covalente	97 pm
Radio de Van der Waals	188 pm
Configuración Electrónica	[Ne]3s ² 3p ⁶
Electrones por capa	2,8,8
Estructura Cristalina	Cúbica centrada en las caras
Estado	Gaseoso
Punto de Fusión	83.8 K
Punto de Ebullición	87.3 K
Calor de Fusión	1.188 kJ/mol
Presión de Vapor	No aplicable
Temperatura Crítica	150.87 K
Presión Crítica	4.898 – 106 Pa
Calor Específico	520 J/(K- kg)
Conductividad Térmica	300 K (0,01772 W/(K-m))

Fuente: Garritz, 2015, p.189-190.

Realizado por: Broncano Fátima y Villegas Alejandra, 2018.

➤ **Aplicaciones**

- El gas argón se utiliza en quemadores eléctricos de grafito para evitar la combustión del grafito. El grafito se quema en si se calienta con aire normal por la presencia de oxígeno.
- Los cristales de silicio y germanio se obtienen utilizando argón.
- De vez en cuando, el argón se utiliza para apagar incendios en los que es vital que el equipo no sufra daños.
- El argón, en forma líquida, es utilizado por los científicos para buscar la materia oscura.
- El argón se puede utilizar para preservar la pintura, el barniz y cosas similares cuando se quieren almacenar una vez abiertas.

- El Archivo Nacional Americano usa el argón para almacenar importantes documentos nacionales (como la Declaración de Independencia). Esto evita que los documentos sean destruidos por el aire.
- En los laboratorios de ciencias, el argón se utiliza a menudo como un gas portador en cromatografía de gases.
- Si bien existen algunos riesgos, el argón licuado puede ser usado para destruir las células cancerosas en un procedimiento llamado coagulación con argón.
- Los láseres azules de argón se utilizan en cirugía para soldar las arterias y corregir problemas oculares (Garritz, 2015, p.189-190).

1.10.3. Grafito.

El grafito es una de las formas alotrópicas que posee el carbono junto al diamante, los fullerenos, los nanotubos y el grafeno, sus átomos están unidos mediante tres enlaces covalentes formando ángulos de 120° esto quiere decir que poseen hibridación sp^2 y que un orbital Π perpendicular a ese plano queda libre. Los átomos de una capa se encuentran unidos fuertemente mediante enlaces covalentes, mientras que los enlaces existentes entre capa y capa son relativamente débiles y se los denomina Fuerzas de Van der Waals e interacciones entre los orbitales Π . El grafito al igual que el diamante, es un mineral semimetálico (Yoshida, 2016, p. 317-325).

Propiedades.

El grafito en su estado basal es de color negro con brillo más o menos metálico, refractario y se exfolia con facilidad, presenta una baja conductividad eléctrica aunque esta aumenta con la temperatura, por lo que se lo denomina semiconductor. Aunque tanto el grafito como el diamante están formados exclusivamente por átomos de carbono, el grafito es muy blando y opaco, mientras que el diamante se caracteriza por ser según la escala de Mohs el mineral más duro y además deja pasar la luz a través de sí. Estas marcadas diferencias físicas se deben exclusivamente a las diferentes redes cristalinas o retículos sobre las que se disponen los átomos de carbono en el grafito (átomos de carbono en los vértices de prismas hexagonales) y en el diamante (la red cristalina está hecha de tetraedros regulares cuyos vértices son átomos de carbono) (Garritz, 2015, p.189-190).

1.11. Formas alotrópicas de Carbono.

1.11.1. Fullerenos.

Molécula compuesta por carbono que adopta una forma geométrica similar a una esfera, son similares al grafito, compuesto de hojas de anillos hexagonales enlazadas, pero conteniendo anillos pentagonales y en algunas ocasiones heptagonales, lo que impide que la hoja sea plana. Son estructuras poliédricas constituidas por átomos de carbono con hibridación sp^2 , siendo además la tercera forma molecular más estable conocida de carbono (Wang, W.Z, 2015, p.150-162).

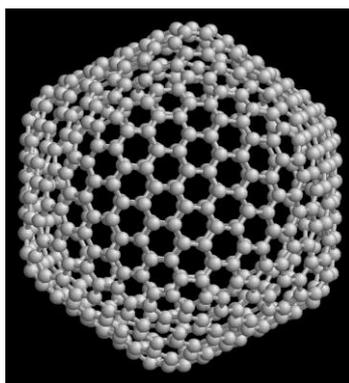


Figura 13-1: Fullerenos 60.

Fuente: Wang, W.Z, 2015.

El primer fullereno descubierto fue el C_{60} , que consta de 12 pentágonos y 20 hexágonos. Cada pico corresponde a un átomo de carbono y cada lado a un enlace covalente. (Wang, W.Z, 2015, p. 150-162).

En el campo de la nanomedicina, el fullereno C_{60} se ha estudiado su potencial uso medicinal como fijador de antibióticos específicos en su estructura para atacar bacterias resistentes y ciertas células cancerígenas, tales como el melanoma (Arbogast, J.W., 2015, p.235-240).

Los fullerenos no son muy reactivos debido a la estabilidad de los enlaces tipo grafito, y son también muy poco solubles en la mayoría de los disolventes. Entre los disolventes comunes para los fullerenos se incluyen el tolueno y el disulfuro de carbono (Arbogast, J.W., 2015, p.235-240).

1.11.2. Diamante.

Es otra forma alotrópica del carbono en la que sus átomos están distribuidos dentro de una estructura cristalina cúbica centrada en la cara conocida como red de diamante. El diamante es la segunda forma más estable de carbono, después del grafito. Presenta características físicas

superlativas, de las cuales derivan del fuerte enlace covalente entre sus átomos. En particular, tiene la más alta dureza y conductividad térmica (Wei L et al., 2015, p. 30-45).

Los átomos de carbono de un diamante se encuentran unidos tetraedralmente dentro de una hibridación sp^3 la misma que es una variación de la estructura cúbica centrada en la cara. Dentro de sus principales propiedades se puede destacar ampliamente a la extrema dureza que este presenta al no poder ser rayado por ningún otro material, la conductividad térmica (900–2.320 W/(m·K)), así como también la amplia banda prohibida y alta dispersión óptica. Los diamantes existentes en la naturaleza tienen una densidad que va desde 3,15–3,53 g/cm³, con diamantes muy puros generalmente extremadamente cerca de 3,52 g/cm³ (Zaitsev, A. M., 2015, p. 125-130).

CAPÍTULO II

2. METODOLOGÍA.

2.1. Hipótesis

El control de parámetros físicos- químicos como el efecto de la tensión- intensidad de corriente y el efecto del tiempo influye en la síntesis de nanotubos de carbono.

2.1.1. Efecto de la tensión – intensidad de corriente.

Ho: La síntesis de nanotubos de Carbono sintetizados por el método del arco voltaico no es influenciada por el efecto de la tensión- intensidad de corriente.

Ha: La síntesis de nanotubos de Carbono sintetizados por el método del arco voltaico es influenciada por el efecto de la tensión - intensidad de corriente.

2.1.2. Efecto del tiempo.

Ho: La síntesis de nanotubos de Carbono sintetizados por el método del arco voltaico no es influenciada por el efecto del tiempo.

Ha: La síntesis de nanotubos de Carbono sintetizados por el método del arco voltaico es influenciada por el efecto del tiempo.

2.2. Variables.

H1: La síntesis de nanotubos de Carbono sintetizados por el método del arco voltaico es influenciada por el efecto de la tensión – intensidad de corriente.

- **Variable Dependiente:** La síntesis de nanotubos de Carbono sintetizados por el método del arco voltaico.
- **Variable Independiente:** Efecto de la tensión-intensidad de corriente.

H2: La síntesis de nanotubos de Carbono sintetizados por el método del arco voltaico es influenciada por el efecto del tiempo.

- **Variable Dependiente:** La síntesis de nanotubos de Carbono sintetizados por el método del arco voltaico.
- **Variable Independiente:** Efecto del tiempo.

2.3. Área de estudio.

La presente investigación es de tipo experimental porque parámetros como: el efecto de la tensión - la intensidad de corriente y el efecto del tiempo que se requieren para la síntesis de Nanotubos de Carbono a partir del método del arco voltaico requieren de extremo control, ambiente óptimo y el uso metodología cuantitativa.

2.4. Tipo de Investigación.

2.4.1. Por el nivel de profundidad.

Esta investigación es de tipo explicativo, ya que busca determinar las posibles causas del bajo rendimiento en la síntesis de nanotubos por el método del arco voltaico, trata de explicar porque ocurre el bajo rendimiento y en qué condiciones se da. Además, intenta determinar la relación existente entre las variables de estudio, así como la influencia que ejerce una sobre otra.

2.4.2. Por la secuencia de estudio.

Esta investigación tiene una secuencia de estudio de tipo transversal ya que las diferentes pruebas de síntesis de nanotubos en las que se modifica sus condiciones anteriormente explicadas se realizarán en tiempos cortos y la toma de datos será instantáneamente.

2.4.3. Por las condiciones de estudio.

Por las condiciones de estudio esta investigación es de laboratorio ya que las condiciones como el efecto de la tensión - intensidad de corriente, y el efecto del tiempo necesario para la síntesis

de Nanotubos de Carbono a partir del método del arco voltaico, requieren de extremo control, ambiente óptimo y además se emplea metodología cuantitativa.

2.4.4. Por la utilización del conocimiento.

La investigación es de tipo aplicativo porque emplea teorías, métodos, técnicas ya establecidos en investigaciones anteriores.

2.4.5. Por la rigurosidad del método implementado.

La presente investigación es de tipo experimental porque las condiciones como el efecto de la tensión - intensidad de corriente y el efecto del tiempo necesarias para la síntesis de Nanotubos de Carbono a partir del método del arco voltaico requieren de extremo control, ambiente óptimo y además se emplea metodología cuantitativa.

2.5. Mediciones Experimentales.

2.5.1. Localización y duración del experimento.

El presente trabajo se realizó en la Facultad de Ciencias de la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo ubicada en la Panamericana Sur km 1 1/2 del Cantón Riobamba, provincia de Chimborazo.

2.5.2. Unidades Experimentales.

Las unidades experimentales estuvieron conformadas por 27 y cada una de ellas correspondió a un resultado, en el cual cada uno se analizó por efecto de diferentes tensiones, corrientes y tiempos.

2.6. Materiales y Método.

2.6.1. Materiales.

Para la aplicación del método del arco voltaico se diseñó (ANEXO A) un equipo que consta con todos los aditamentos necesarios, el mismo comprende un cilindro de 20 cm de diámetro y 40 cm de largo elaborado en acero inoxidable A₃₀₄ de 2 mm de grosor, además en la parte frontal del mismo se colocó un visor formado por una base de hierro, en el cual se impregnó un vidrio de 6 líneas de espesor con el objetivo de evitar fugas y quiebres, además se instaló en su interior dos soportes de hierro recubiertos de nylon y soportados en 2 platinas para evitar contacto con el cilindro, en dichos soportes se impregnó dos electrodos de barras de grafito de 2mm y 5mm de diámetro respectivamente (ANEXO C), las mismas que se obtuvieron de dos pilas de marca Everedy y Westinghouse las mismas que fueron conectadas a un transformador de soldadora marca TEKNO (W 5250 BM) como fuente de alimentación, el cual generó tres voltajes de salida con amperajes variables, el primero de 21.6 con una corriente de 70 A, el segundo 22.4 V con 90 A, y el tercero de 30 V con 250 A. Los electrodos de grafito están separados entre sí a una distancia de 3 milímetros, en la parte superior del cilindro se colocó un manómetro marca PAOLO con acople de 1/4, mientras que en la parte posterior del mismo consta de tres salidas en las que se instaló tres tuberías de cobre de 1/4, dos de ellas conectadas al motor de refrigeradora marca EMBRACO., que generan vacío, mientras que por la última entrada ingresa el gas Argón grado Industrial (ANEXO D). Se procedió a conectar el motor de la refrigeradora al interruptor generando así el vacío deseado, una vez que el motor dejó de expulsar aire fuera de la cámara se procedió a llenarla con el gas Argón hasta una presión de 100 torr posteriormente se conectó el transformador de la soldadora a la fuente de alimentación de 220 V (ANEXO E). La corriente sale de la fuente de alimentación con un voltaje de 21.6, 22.4 y 30 generando una intensidad de corriente de 70, 90, 250 A respectivamente, esta corriente avanzó a través del cable sólido N° 8 hasta llegar a los electrodos de grafito, en el que previamente uno de ellos (ánodo) se encontraba girando a velocidad manual, los electrodos se calentaron rápidamente generando un salto de chispa que creó un plasma y que fue separado a diferentes tiempos. El plasma formado es la sublimación del grafito, sublimación creada por la alta temperatura generada en el interior de la cámara, dicho cambio de estado permite el reordenamiento de los átomos de grafito que al disminuir la temperatura precipitaron en otras formas alotrópicas de carbón. Una vez finalizado el arco con la ayuda de una espátula se procedió a la recolección del material sintetizado, y se colocó en un tubo de ensayo previamente esterilizado y pesado, se realizó el mismo procedimiento para cada uno de los ensayos.

2.6.2. Caracterización.

Para cada una de las nueve combinaciones (ANEXO F) se realizó tres repeticiones, se procedió a recolectar el material sintetizado de cada repetición y se colocó las tres repeticiones juntas de cada combinación en un tubo de ensayo debido a la escasa cantidad que se recolectó, posteriormente se procedió a pesar los nueve tubos de ensayo en una balanza analítica digital de marca OHAUS, se diluyó en alcohol isopropílico marca MALLINCKRODT con una pureza de 100% con el objetivo de generar una mejor lectura al analizarlo por Espectroscopia Infrarroja.

El equipo utilizado para el previo análisis es de marca JASCO FT/IR – 4100 (ANEXO G), se colocó con la ayuda de una pipeta Pasteur una pequeña cantidad de la muestra en el equipo de análisis previamente calibrado y se procedió a visualizar los espectros de cada muestra, los mismos que fueron comparados con espectros IR teóricos. Además, se realizó otra caracterización en el espectro UV- Visible marca THERMO (ANEXO H), para lo cual se diluyó las muestras de los nueve tubos de ensayo en alcohol isopropílico y se procedió a realizar un barrido con una longitud de onda de 200- 400 nm.

Finalmente se realizó la Microscopia Electrónica de Barrido (SEM) en un equipo de marca JEOL JSM – IT 100 (ANEXO J), para lo cual se colocó una pequeña cantidad de la muestra en una banda de carbono y se procedió a su respectivo análisis.

2.7. Población y Muestra.

2.7.1. Población.

En la tabla N° 3 -2 se muestra el número de ensayos que se realizó modificando los diferentes parámetros anteriormente explicados a los cuales se tomó como población.

2.7.2. Muestra.

En la presente investigación se tomó a las mismas unidades de la población como unidades de muestra.

Tabla 1-2: Control de Parámetros.

Número de Ensayos	Parámetro 1 TENSIÓN – INTENSIDAD	Parámetro 2 TIEMPO
1	21.6 – 70	10
2	21.6 – 70	10
3	21.6 – 70	10
4	21.6 – 70	20
5	21.6 – 70	20
6	21.6 – 70	20
7	21.6 – 70	30
8	21.6 – 70	30
9	21.6 – 70	30
10	22.4 – 90	10
11	22.4 – 90	10
12	22.4 – 90	10
13	22.4 – 90	20
14	22.4 – 90	20
15	22.4 – 90	20
16	22.4 – 90	20
17	22.4 – 90	20
18	22.4 – 90	20
19	30 – 250	10
20	30 – 250	10
21	30 – 250	10
22	30 – 250	20
23	30 – 250	20
24	30 – 250	20
25	30 – 250	30
26	30 – 250	30
27	30 – 250	30

Realizado por: Broncano Fátima y Villegas, 2018.

Entre el parámetro Efecto de la Tensión - Intensidad de Corriente y el efecto del tiempo existen nueve posibles combinaciones, de la cual se realizó tres repeticiones para una mayor confiabilidad dando como resultado un total de 27 ensayos.

2.8. Tratamiento y Diseño experimental.

Se evaluó la calidad de los nanotubos por efecto de diferentes voltajes – amperajes, y tiempos, por lo que en el presente trabajo experimental se utilizó un diseño completamente al azar en arreglo bifactorial con tres niveles, donde:

Factor A: Efecto de la Tensión- Intensidad de corriente.

Factor B: Efecto del tiempo.

Y para su análisis estadístico se utilizará el siguiente modelo lineal aditivo.

Ecuación:

$$\hat{Y} = \mu + A + B + AB + E$$

\hat{Y} : Valor parámetro en determinación.

μ : Media General.

A: Efecto iésimo de las diferentes voltajes - amperajes

B: Efecto iésimo de los diferentes tiempos.

AB= Efecto de la interacción entre voltajes - amperajes y el tiempo.

E = Efecto del error experimental.

2.9. Análisis estadístico y pruebas de significancia.

Los resultados experimentales que se obtuvo fueron sometidos a los siguientes análisis estadísticos:

- Comparación de medias mediante sus varianzas (ANOVA)
- Comparaciones Múltiples mediante la prueba de Tukey a nivel de $P \leq 0.05$ y $P \leq 0.01$.

CAPITULO III

3. MARCO DE RESULTADOS, ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS.

3.1. Elaboración de Equipo.

Se diseñó (ANEXO A) un equipo que consta con todos los aditamentos necesarios, el mismo comprende un cilindro de 20 cm de diámetro y 40 cm de largo elaborado en acero inoxidable A₃₀₄ de 2 mm de grosor, además en la parte frontal del mismo se colocó un visor formado por una base de hierro, en el cual se impregnó un vidrio de 6 líneas de espesor, además se instaló en su interior dos soportes de hierro recubiertos de nylon y soportados en 2 platinas, en dichos soportes se impregnó dos electrodos de barras de grafito de 2mm y 5mm de diámetro respectivamente (ANEXO C), las mismas que se obtuvieron de dos pilas de marca Everedy y Westinghouse las mismas que fueron conectadas a un transformador de soldadora marca TEKNO (W 5250 BM) como fuente de alimentación, el cual generó tres voltajes de salida con amperajes variables, el primero de 21.6 con una corriente de 70 A, el segundo 22.4 V con 90 A, y el tercero de 30 V con 250 A. En la parte superior del cilindro se colocó un manómetro marca PAOLO con acople de 1/4, mientras que en la parte posterior del mismo consta de tres salidas en las que se instaló tres tuberías de cobre de 1/4, dos de ellas conectadas al motor de refrigeradora marca EMBRACO, mientras que por la última entrada ingresa el gas Argón grado Industrial (ANEXO

3.2. Determinación de la mejor combinación.

Tests of Between-Subjects Effects

Dependent Variable: REPETICIONES

Source	Type III Sum of Squares	df	Mean Square	F	Sig.
Corrected Model	.593 ^a	8	.074	2.993	.025
Intercept	2.065	1	2.065	83.370	.000
VOLTINTEN	.560	2	.280	11.296	.001
TIEMPO	.014	2	.007	7.283	.025
VOLTINTEN * TIEMPO	.019	4	.005	4.197	.014
Error	.446	18	.025		
Total	3.104	27			
Corrected Total	1.039	26			

Figura 1-3: Comparación de medias mediante sus varianzas.

Realizado por: Broncano Fátima, Villegas Alejandra, 2018.

En la figura anterior se observa que los dos factores individualmente y su interacción presentan valores de significancia menor a 0.05.

- Comparación múltiple de medias TUCKEY

Multiple Comparisons

REPETICIONES
Tukey HSD

(I) VOLTINTEN	(J) VOLTINTEN	Mean Difference (I-J)	Std. Error	Sig.	95% Confidence Interval	
					Lower Bound	Upper Bound
21.6 V- 70 A	22.4 V- 90 A	-.04089	.074191	.847	-.23024	.14846
	30 V- 250 A	-.32378 [*]	.074191	.001	-.51313	-.13443
22.4 V- 90 A	21.6 V- 70 A	.04089	.074191	.847	-.14846	.23024
	30 V- 250 A	-.28289 [*]	.074191	.003	-.47224	-.09354
30 V- 250 A	21.6 V- 70 A	.32378 [*]	.074191	.001	.13443	.51313
	22.4 V- 90 A	.28289 [*]	.074191	.003	.09354	.47224

Figura 2-3: Comparaciones Múltiples para el voltaje.

Realizado por: Broncano Fátima y Villegas Alejandra, 2018.

En la figura anterior se puede visualizar que existe diferencia significativa de voltajes para el factor 30 V – 250 A.

Pairwise Comparisons						
Dependent Variable: REPETICIONES						
(I) TIEM PO	(J) TIEM PO	Mean Difference (I- J)	Std. Error	Sig. ^a	95% Confidence Interval for Difference ^a	
					Lower Bound	Upper Bound
10 s	20 s	-.046	.074	.547	-.201	.110
	30 s	-.051	.074	.002	-.207	.105
20 s	10 s	.046	.074	.547	-.110	.201
	30 s	-.005	.074	.045	-.161	.151
30 s	10 s	.051	.074	.002	-.105	.207
	20 s	.005	.074	.045	-.151	.161

Figura 3-3: Comparaciones Múltiples para el Tiempo.

Realizado por: Broncano Fátima y Villegas Alejandra, 2018.

En la figura anterior se puede visualizar que existe diferencia significativa de tiempos para el factor 30s.

- Rendimiento del material sintetizado.

Tabla 1-3: Condición: 21.6 V – 70 A.

Tiempo de Reacción(s)	Repeticiones			Peso Total (g)	Rendimiento (%)
	1	2	3		
10	0.30	0.25	0.20	0.75	25
20	0.13	0.33	0.23	0.69	23
30	0.23	0.12	0.33	0.68	22.6

Realizado por: Broncano Fátima y Villegas Alejandra, 2018.

En la tabla anterior se puede visualizar que el mayor rendimiento es para el tiempo de 10 segundos para condición 21.6 V – 70 A.

Tabla 2-3: Condición: 22.4 - 90 A.

Tiempo de Reacción(s)	Repeticiones			Peso Total (g)	Rendimiento (%)
	1	2	3		
10	0.25	0.38	0.11	0.74	24.6
20	0.22	0.12	0.10	0.54	18
30	0.39	0.29	0.11	0.79	26.3

Realizado por: Broncano Fátima y Villegas Alejandra, 2018.

En la tabla anterior se puede visualizar que el mayor rendimiento es para el tiempo de 30 segundos para la condición 22.4 - 90 A.

Tabla 3-3: Condición: 30 V - 250 A.

Tiempo de Reacción(s)	Repeticiones			Peso Total (g)	Rendimiento
	1	2	3		
10	0.32	0.22	0.25	0.79	26.3
20	0.42	0.32	0.15	0.89	29.6
30	0.41	0.32	0.25	0.98	32.7

Realizado por: Broncano Fátima y Villegas Alejandra, 2018.

En la tabla anterior se puede visualizar que el mayor rendimiento es para el tiempo de 30 segundos para la condición 30 V - 250 A.

3.3. Caracterización del material sintetizado.

➤ Espectros Infrarrojos.

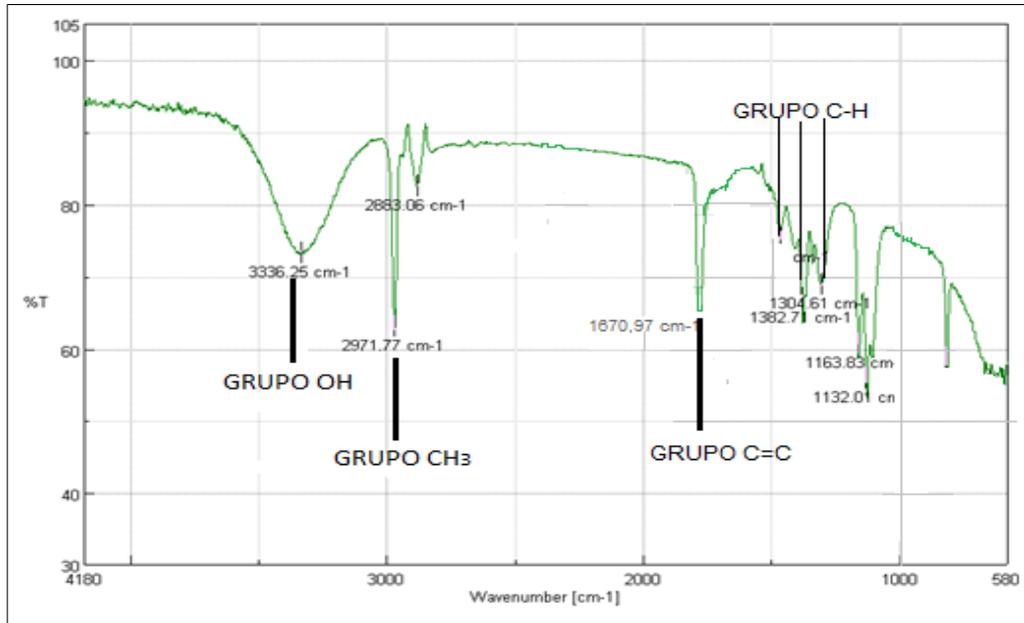


Figura 4-3: Espectro IR del primer ensayo Condición 21.6 V – 70 A, 10 s.

Realizado por: Broncano Fátima y Villegas Alejandra, 2018.

En la figura anterior se observa el espectro infrarrojo del primer ensayo realizado con las condiciones de 21.6 V – 70 A, 10 s, el mismo que presentó una banda de 3336 cm^{-1} característica de la tensión del grupo O-H, estas bandas pueden presentarse entre los 3200 a 3400 cm^{-1} y son típicas del grupo hidroxilo, además, existen bandas de vibración de 2971 cm^{-1} característica de grupos CH_3 , la banda a 1670 cm^{-1} es característica de vibraciones presentes para grupos insaturados, mientras que las vibraciones que van desde 1475 a 1300 cm^{-1} corresponde a los enlaces C-H, (Martinez, 2015, pp. 21-30).

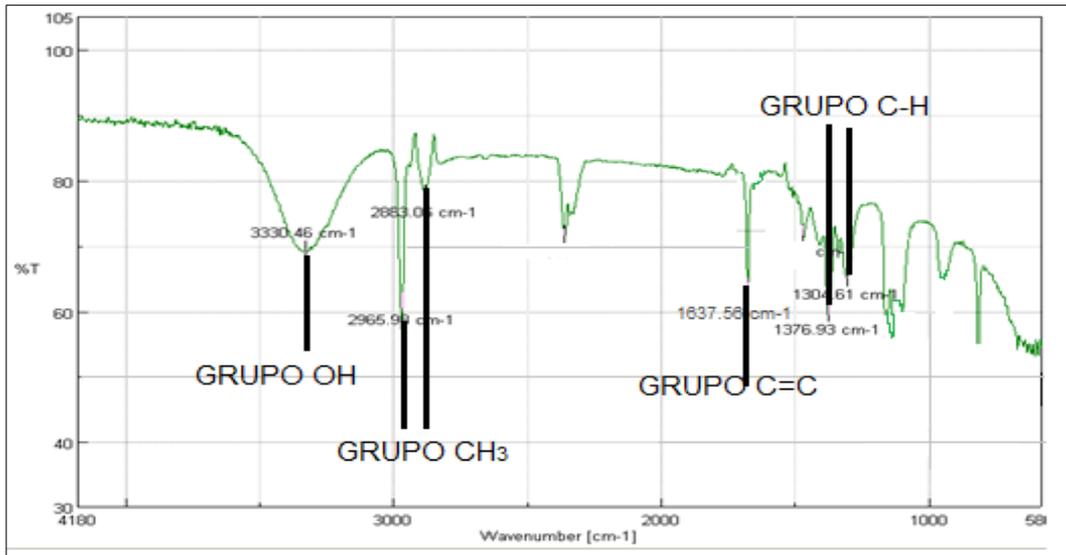


Figura 5-3: Espectro IR del segundo ensayo de la Condición: 21.6 V – 70 A, 20 s.

Realizado por: Broncano Fátima y Villegas Alejandra, 2018.

En la figura anterior se observa el espectro infrarrojo del segundo ensayo realizado con las condiciones de 21.6 V – 70 A, 20 s, el mismo que presentó una banda de 3330 cm⁻¹ característica de la tensión del grupo O-H, estas bandas pueden presentarse entre los 3200 a 3400 cm⁻¹ y son típicas del grupo hidroxilo, además, existen bandas de vibración de 2965 y 2883 .cm⁻¹ característica de grupos CH₃, la banda a 1637 cm⁻¹ es característica de vibraciones presentes para grupos insaturados, mientras que las vibraciones que van desde 1475 a 1300 cm⁻¹ corresponde a los enlaces C-H, (Martinez, 2015, pp. 21-30).

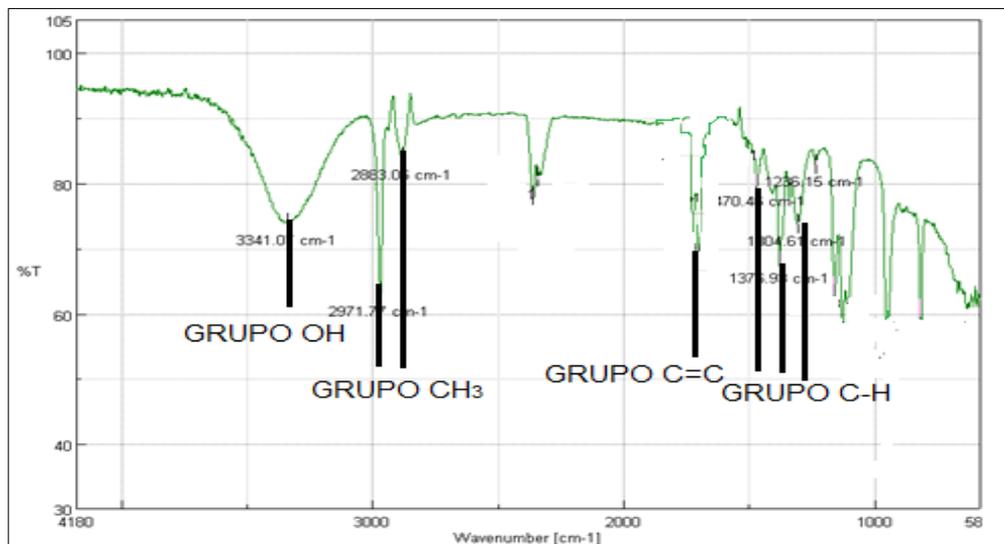


Figura 6-3: Espectro IR del tercer ensayo de la condición: 21.6 V – 70 A, 30 s.

Realizado por: Broncano Fátima y Villegas Alejandra, 2018.

En la figura anterior se observa el espectro infrarrojo del tercer ensayo realizado con las condiciones de 21.6 V – 70 A, 30 s, el mismo que presentó una banda de 3341 cm^{-1} característica de la tensión del grupo O-H, estas bandas pueden presentarse entre los 3200 a 3400 cm^{-1} y son típicas del grupo hidroxilo, además, existen bandas de vibración de 2971 y 2883 cm^{-1} característica de grupos CH_3 , la banda a 1677 cm^{-1} es característica de vibraciones presentes para grupos insaturados, mientras que las vibraciones que van desde 1475 a 1300 cm^{-1} corresponde a los enlaces C-H, (Martinez, 2015, pp. 21-30).

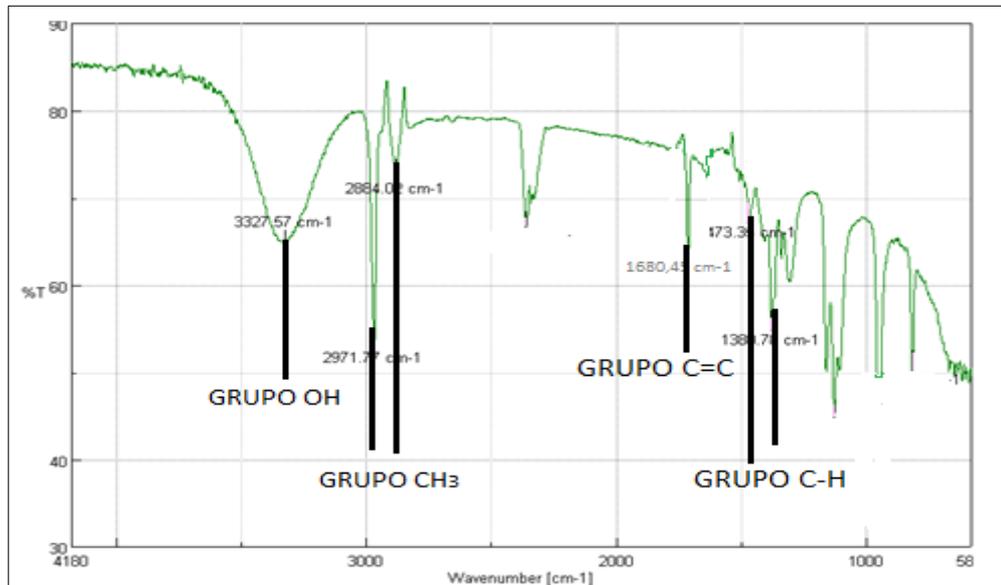


Figura 7-3: Espectro IR del cuarto ensayo de la Condición 22.4 V – 90 A, 10s.

Realizado por: Broncano Fátima y Villegas Alejandra, 2018.

En la figura anterior se observa el espectro infrarrojo del cuarto ensayo realizado con las condiciones de 22.4 V – 90 A, 10 s, el mismo que presentó una banda de 3327 cm^{-1} característica de la tensión del grupo O-H, estas bandas pueden presentarse entre los 3200 a 3400 cm^{-1} y son típicas del grupo hidroxilo, además, existen bandas de vibración de 2971 y 2884 cm^{-1} característica de grupos CH_3 , la banda a 1680 cm^{-1} es característica de vibraciones presentes para grupos insaturados, mientras que las vibraciones que van desde 1475 a 1300 cm^{-1} corresponde a los enlaces C-H, (Martinez, 2015, pp. 21-30).

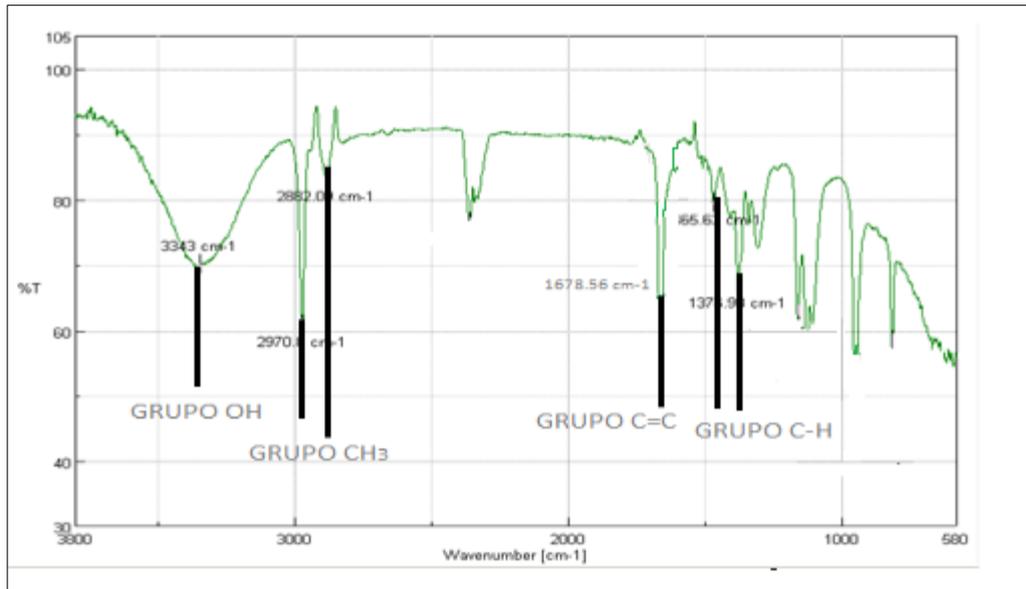


Figura 8-3: Espectro IR del quinto ensayo de la condición 22.4 V – 90 A, 20s.

Realizado por: Broncano Fátima y Villegas Alejandra, 2018.

En la figura anterior se observa el espectro infrarrojo del quinto ensayo realizado con las condiciones de 22.4 V – 70 A, 20 s, el mismo que presentó una banda de 3343 cm⁻¹ característica de la tensión del grupo O-H, estas bandas pueden presentarse entre los 3200 a 3400 cm⁻¹ y son típicas del grupo hidroxilo, además, existen bandas de vibración de 2970 y 2882 .cm⁻¹ característica de grupos CH₃, la banda a 1678 cm⁻¹ es característica de vibraciones presentes para grupos insaturados, mientras que las vibraciones que van desde 1475 a 1300 cm⁻¹ corresponde a los enlaces C-H, (Martinez, 2015, pp. 21-30).

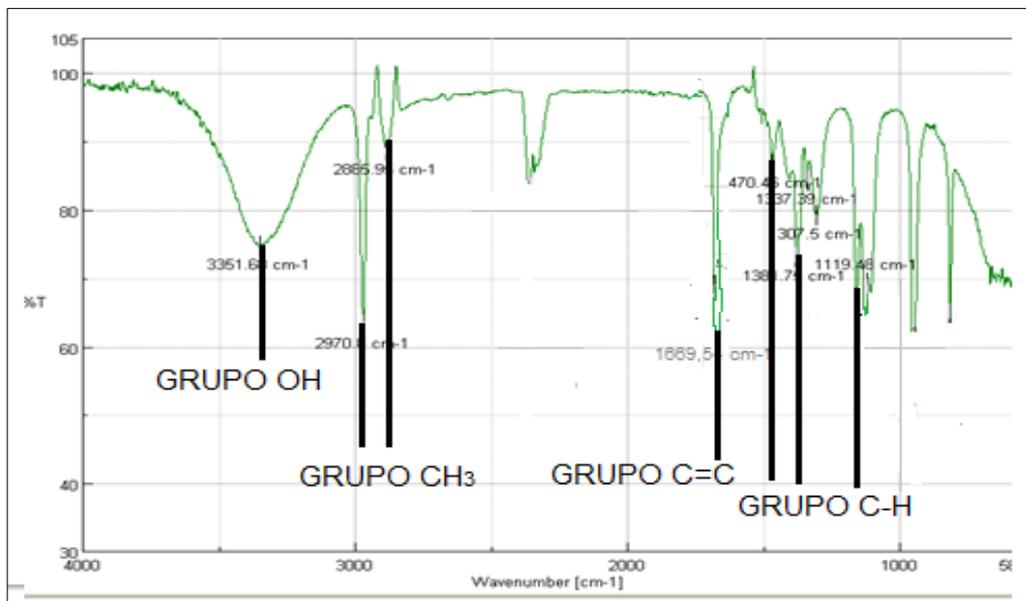


Figura 9-3: Espectro IR de la Condición 22.4 V – 90 A, 30s.

Realizado por: Broncano Fátima y Villegas Alejandra, 2018.

En la figura anterior se observa el espectro infrarrojo del sexto ensayo realizado con las condiciones de 22.4 V – 90 A, 30 s, el mismo que presentó una banda de 3351 cm^{-1} característica de la tensión del grupo O-H, estas bandas pueden presentarse entre los 3200 a 3400 cm^{-1} y son típicas del grupo hidroxilo, además, existen bandas de vibración de 2970 y 2885 cm^{-1} característica de grupos CH_3 , la banda a 1669 cm^{-1} es característica de vibraciones presentes para grupos insaturados, mientras que las vibraciones que van desde 1475 a 1300 cm^{-1} corresponde a los enlaces C-H, (Martinez, 2015, pp. 21-30).

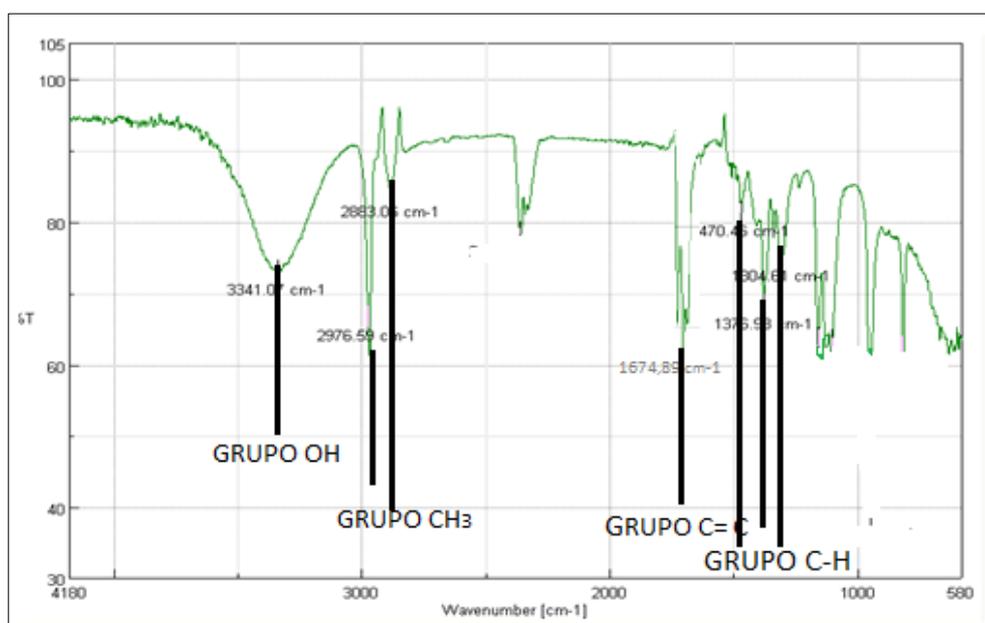


Figura 10-3: Espectro IR del séptimo ensayo de la condición 30 V – 250 A, 10s.

Realizado por: Broncano Fátima y Villegas Alejandra, 2018.

En la figura anterior se observa el espectro infrarrojo del séptimo ensayo realizado con las condiciones de 30 V – 250 A, 10 s, el mismo que presentó una banda de 3341 cm^{-1} característica de la tensión del grupo O-H, estas bandas pueden presentarse entre los 3200 a 3400 cm^{-1} y son típicas del grupo hidroxilo, además, existen bandas de vibración de 2976 y 2883 cm^{-1} característica de grupos CH_3 , la banda a 1674 cm^{-1} es característica de vibraciones presentes para grupos insaturados, mientras que las vibraciones que van desde 1475 a 1300 cm^{-1} corresponde a los enlaces C-H, (Martinez, 2015, pp. 21-30).

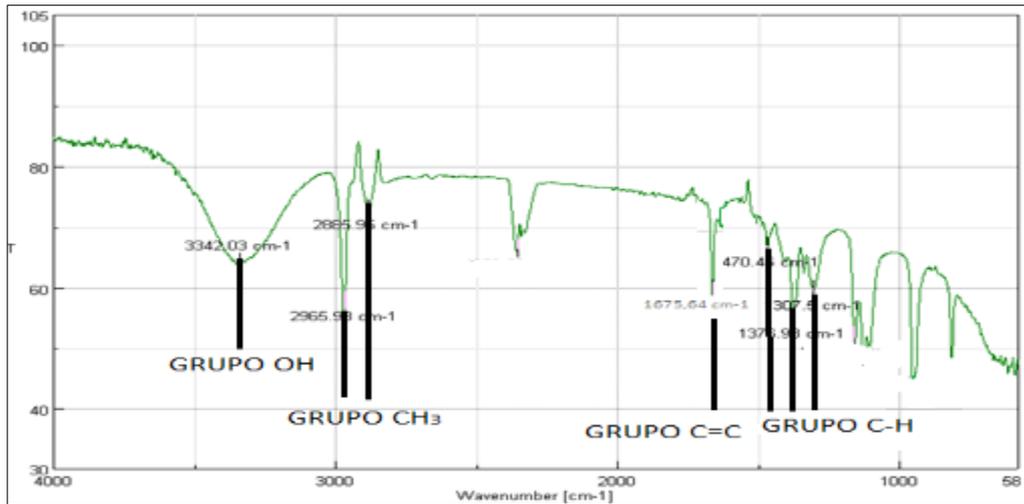


Figura 11-3: Espectro IR del octavo ensayo de la condición 30 V – 250 A, 20s.

Realizado por: Broncano Fátima y Villegas Alejandra, 2018.

En la figura anterior se observa el espectro infrarrojo del octavo ensayo realizado con las condiciones de 30 V – 250 A, 20 s, el mismo que presentó una banda de 3342 cm⁻¹ característica de la tensión del grupo O-H, estas bandas pueden presentarse entre los 3200 a 3400 cm⁻¹ y son típicas del grupo hidroxilo, además, existen bandas de vibración de 2965 y 2885 .cm⁻¹ característica de grupos CH₃, la banda a 1675 cm⁻¹ es característica de vibraciones presentes para grupos insaturados, mientras que las vibraciones que van desde 1475 a 1300 cm⁻¹ corresponde a los enlaces C-H, (Martínez, 2015, pp. 21-30).

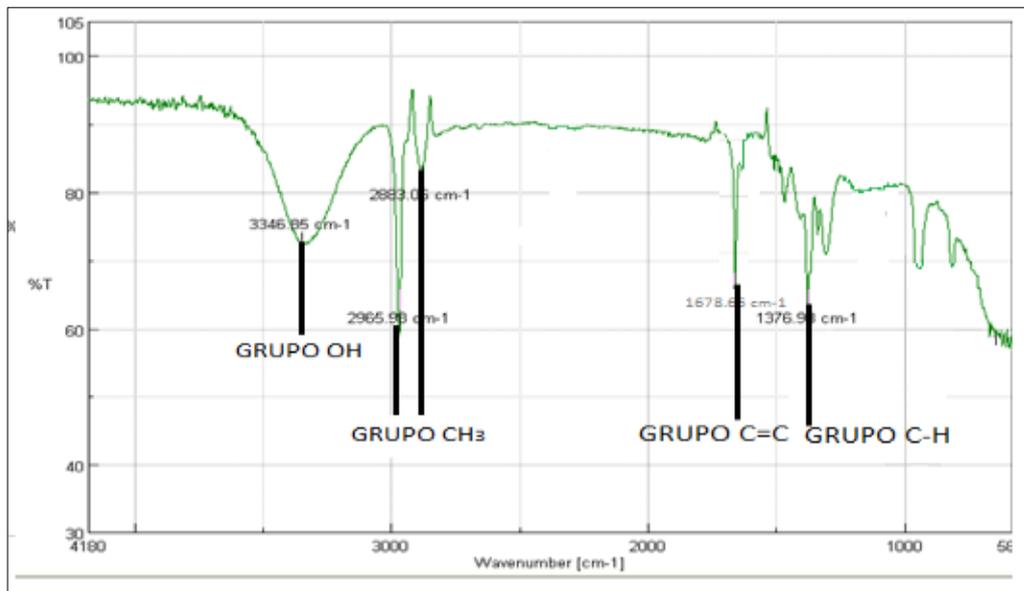


Figura 12-3: Espectro IR del noveno ensayo de la Condición 30 V – 250 A, 30s

Realizado por: Broncano Fátima y Villegas Alejandra, 2018.

En la figura anterior se observa el espectro infrarrojo del noveno ensayo realizado con las condiciones de 30 V – 70 A, 30 s, el mismo que presentó una banda de 3346 cm⁻¹ característica

de la tensión del grupo O-H, estas bandas pueden presentarse entre los 3200 a 3400 cm^{-1} y son típicas del grupo hidroxilo, además, existen bandas de vibración de 2965 y 2883 cm^{-1} característica de grupos CH_3 , la banda a 1678 cm^{-1} es característica de vibraciones presentes para grupos insaturados, mientras que las vibraciones que van desde 1475 a 1300 cm^{-1} corresponde a los enlaces C-H, (Martinez, 2015, pp. 21-30).

➤ Espectro UV- Visible.

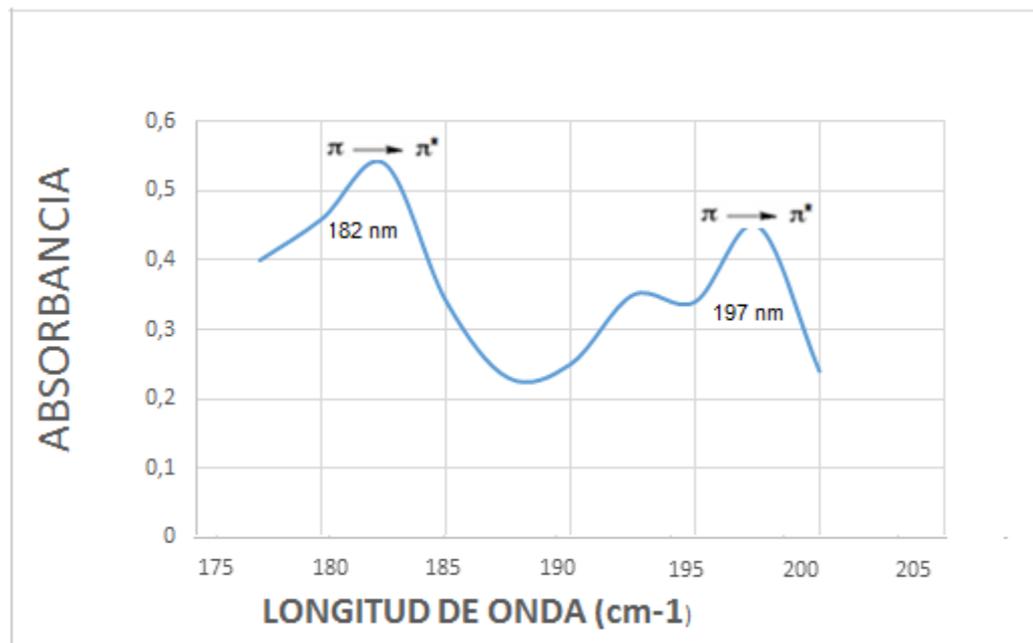


Figura 14-3: Espectro UV-Visible de la novena Condición 30 V – 250 A- 30s.

Realizado por: Broncano Fátima y Villegas Alejandra, 2018.

En la figura 25, se puede observar dos bandas la primera a una longitud de onda de 182 nm correspondiente a la transición de $\pi - \pi^*$ y la segunda a una longitud de onda de 197 nm correspondiente a la transición $\pi - \pi^*$, las cuales son características de la presencia de grupos cromóforos, (Skoog.D.A, 2015, p.150-156).

➤ Microscopia Electrónica de Barrido.

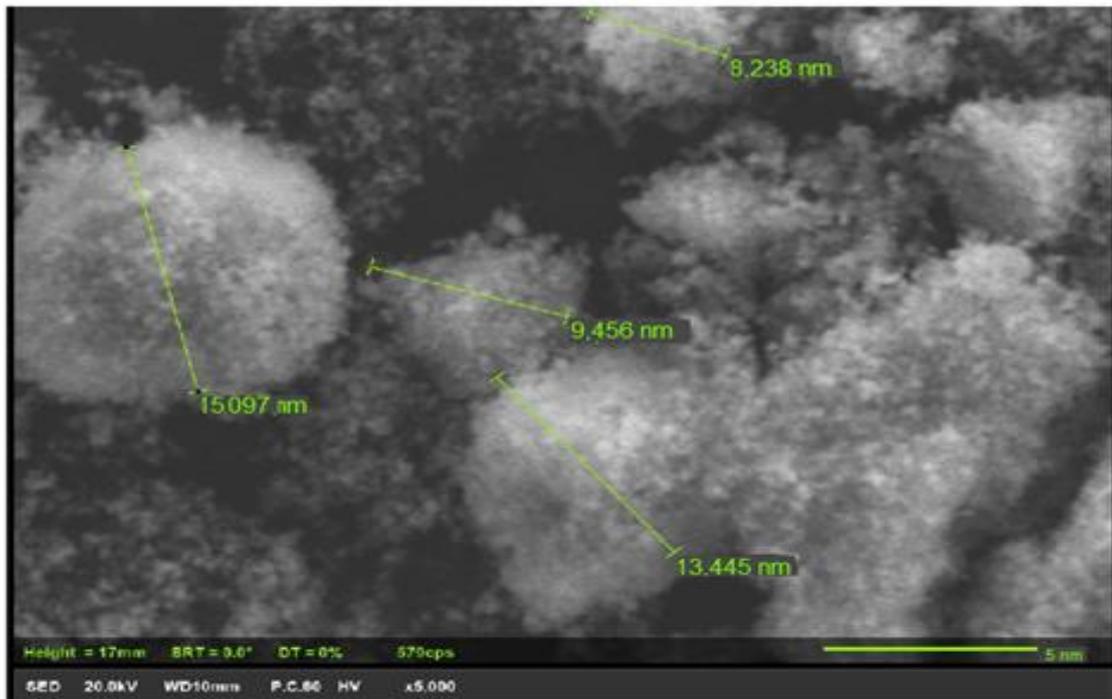


Figura 15-3: Microscopia Electrónica de la novena Condición 30 V – 250 A, 30s.

Realizado por: Broncano Fátima y Villegas Alejandra, 2018.

En la figura anterior se puede observar a cuatro estructuras, cada una de ellas con sus respectivas diámetros, la primera corresponde a un diámetro de 15,097nm, la segunda a 13,445 nm, la tercera con un diámetro de 9,456nm y finalmente la cuarta estructura con un diámetro de 8,238nm, por lo que se puede establecer que las cuatro estructuras presentan diámetros en el intervalo de los fullerenos que oscilan de 7-15nm.

3.4. Discusiones.

Tras describir y analizar los diferentes resultados que se obtuvo en la presente investigación, se procede a realizar discusiones que sirvan para consolidar lo obtenido, al mismo tiempo que se espera que la presente investigación sirva de base de futuras líneas de investigación.

Esta investigación tuvo como objetivo sintetizar nanotubos de carbono de alto rendimiento mediante el control de parámetros físicos, como también determinar si dichos parámetros físicos como el efecto de la tensión-intensidad de corriente y el efecto del tiempo influyen en el rendimiento del material a sintetizar.

Se elaboró un equipo en acero inoxidable Austeníticos 304 debido a su fácil adquisición comercial y excelente maleabilidad, con un grosor de 2mm para evitar sobrecalentamiento del reactor ya que alcanzan temperaturas superiores a los 1000 °K (Lange H., p. 12-16).

De los resultados obtenidos según el análisis estadístico ANOVA a través del programa SPSS 16.0 para el Diseño completamente al azar en arreglo Bifactorial a tres niveles y después de realizar los supuestos de normalidad (ANEXO K), varianza (ANEXO L) se determinó que existe una diferencia significativa entre los tratamientos para los parámetros físico- químicos como el efecto de la tensión- intensidad de corriente y el efecto del tiempo, obteniéndose un valor de p para la tensión – intensidad de corriente de 0.001, de tiempo 0.025 y para su interacción un valor de 0.014 lo que indica que son estadísticamente diferentes. El Test ANOVA al proporcionar información de forma general se aplicó la prueba de TUKEY para comparaciones múltiples de medias dando la mejor combinación para los factores de 30 V-250 A , 30 s, dicho análisis se corroboró mediante el cálculo del rendimiento de los pesos obtenidos en los nueve ensayos donde se determinó que el ensayo que mayor rendimiento presentó fue también para la condición de 30 V – 250 A y 30 s con un porcentaje de 32.7 % superior a la de los demás ensayos, datos que se pueden sustentar con investigaciones previas como es la de Nishizaka (2014, p.3607-3614), que indica en su investigación denominada “Synthesis of straight multi-walled carbon nanotubes by arc discharge in air and their field emission properties”, que la densidad de corriente óptima para la formación SWNT es de 250-270 A, además Scalese (2015, p.2-4), sugiere que el efecto principal de la variación de voltaje influye en la distribución espacial y en la nitidez de los pilares de los nanotubos de carbono, también observo fullerenos a 10 V y observo nanotubos de carbono al aumentar el voltaje a 30 V, en cuanto al tiempo de reacción se han sintetizado nanotubos que van desde milisegundos a un tiempo de síntesis de 15 minutos, debido a la inestabilidad, al difícil control de parámetros para formación del arco y al riesgo que genera manipularlo se determinó un tiempo corto de síntesis de 10, 20 y 30 segundos obviamente el mayor rendimiento se generó al tiempo de 30 segundos al existir mayor tiempo de contacto entre los electrodos de grafito generando mayor desgaste de los mismos y mayor producto sintetizado.

Según los resultados de la espectroscopia Infrarroja para los nueve ensayos realizados se determinó que los nueve espectros para las diferentes condiciones presentaron cuatro picos representativos en diferentes número de onda, el primer pico de los nueve ensayos se encuentra en un intervalo de 3327 cm^{-1} a 3351 cm^{-1} que según S. Martínez (2015, p. 21-30), en su libro titulado “Espectro Infrarrojo para compuestos Orgánicos e Inorgánicos” dicho pico correspondería a la presencia de un grupo OH que tiene un intervalo de número de onda entre 3200 – 3400 cm^{-1} dicha presencia de grupo OH se atribuye a que el material sintetizado fue diluido en alcohol isopropílico por motivos de lectura, además presenta un modo vibracional de

alargamiento y contracción; el segundo pico corresponde a un intervalo de 2863 – 2976 cm^{-1} que según H.F. Shurvel (2015, p. 2-30), de la Queen’s University, Kingston, Ontario, Canada en su libro “Spectra–Structure Correlations in the Mid- and Far-infrared” corresponde a la presencia del grupo CH_3 que presenta intervalos teóricos de 2990–2850 (cm^{-1}), además según la fórmula $3N-6$ presenta nueve modos vibracionales, se atribuye la presencia de grupos CH_3 al alcohol utilizado y también a las posiciones finales del material sintetizado, el tercer pico visualizado presenta un intervalo de número de onda que oscila de 1636 a 1678 cm^{-1} que según H.F. Shurvel (2015, p. 2-30) corresponde a la presencia de dobles enlaces $\text{C}=\text{C}$ que presentan intervalos teóricos desde 1680 -1630 cm^{-1} con modos vibracionales de contracción y alargamiento, la presencia del enlace $\text{C}=\text{C}$ se debe a que este tipo de enlaces es característico de las estructuras de carbono y de sus formas alotrópicas como el grafito, fullereno y los nanotubos de carbono.

Finalmente el último pico presente en los nueve ensayos tiene números de onda que van desde 1304 -1473 cm^{-1} que según bibliografía este pico está dentro del rango de 1475 -1300 cm^{-1} y corresponde al enlace $\text{C}-\text{H}$ nuevamente se atribuye este enlace a las terminaciones del material sintetizado. Se puede afirmar entonces que a través de la Espectroscopia Infrarroja se pudo determinar la presencia de cuatro grupos funcionales en los nueve espectros dos de ellos pertenecientes al alcohol en el cual se diluyó el material, y dos de ellos característicos del material sintetizado.

Adicionalmente se realizó el análisis de espectroscopia UV- Visible para determinar la presencia de grupos cromóforos que son característicos del carbono y de sus formas alotrópicas, en el espectro se puede observar que presenta dos bandas representativas la primera con una longitud de onda de 182 nm y la segunda con una longitud de onda de 197 nm, la primera longitud de onda se le atribuye según Pretsch, E. (2014, p.291-294), a la transición $\pi = \pi^*$ del enlace $\text{C}=\text{C}$ esta banda aparece cuando al ser irradiada la muestra con longitudes de onda menores a 700 nm se produce la excitación de los electrones generando saltos desde el estado basal al estado excitado, la segunda banda con longitud de onda 197 nm se le atribuye a la transición $n = \pi^*$ correspondiente al alcohol presente en la muestra dicha transición aparece cuando la muestra es irradiada y provoca la excitación de los electrones, generando saltos desde la banda no enlazante a la excitada. Con dicho análisis se puede afirmar la presencia de grupos cromóforos en la muestra analizada.

Finalmente se realizó la caracterización del material sintetizado mediante la Microscopia Electrónica de Barrido (SEM) en donde se observó cuatro estructuras más o menos esféricas con

diámetros de 8,238; 9, 456; 13,445; 15,097 nm, según Torres Dias, E (2017, p.45-60), el diámetro de un nanotubo de carbono oscila entre 5 a 8 nm llegando a alcanzar longitudes de micras hasta un milímetro, además los nanotubos presentan morfología alargada y cilíndrica, mientras que en la microscopia realizada al material sintetizado se observa ausencia de morfología alargada y diámetros superiores al rango de un nanotubo. Según Flower, P. (2015, p.355-428) en su investigación titulada “Magic Numbers an stable structures for fullerenes, fullerides and fullerenium ions” establece que el diámetro de un fullereno oscila entre 7 a 15 nm, además su morfología es una esfera similar al balón de futbol, los diámetros y morfología que se obtuvo del material sintetizado corresponden a diámetros de los fullerenos, por lo que se afirma que se obtuvo fullerenos. Se cree que las causas por las que no se obtuvo nanotubos de carbono son varias principalmente se debe a la mezcla de gases que según Tang (2015, p.1663-1670), explica que la rápida introducción de hidrogeno evita que en los extremos de los nanotubos se dé el cierre debido a este problema se mezcla el hidrogeno con un gas noble como el argón o helio para estabilizar el plasma, en la presente investigación se utilizó gas Argón de grado industrial sin ninguna otra mezcla de gases, al realizarse el plasma este sublimo y condensa cerrando sus extremos y formando así lo que se conoce como fullerenos.

CONCLUSIONES.

Se diseñó y se elaboró un equipo en acero inoxidable A₃₀₄ para la síntesis de nanotubos de Carbono, el mismo consta de un cilindro de 20 cm de diámetro y 40 cm de largo con 2 mm de grosor, además en la parte frontal del mismo se colocó un visor formado por una base de hierro, en el cual se impregnó un vidrio de 6 líneas de espesor, además se instaló en su interior dos soportes de hierro recubiertos de nylon y soportados en 2 platinas, en dichos soportes se impregnó dos electrodos de barras de grafito de 2 mm y 5 mm de diámetro respectivamente, fueron conectadas a un transformador de soldadora. En la parte superior del cilindro se colocó un manómetro con acople de 1/4, mientras que en la parte posterior del mismo consta de tres salidas en las que se instaló tres tuberías de cobre de 1/4, dos de ellas conectadas al motor de refrigerador que generan vacío, mientras que por la última entrada ingresa el gas Argón grado Industrial.

Se determinó a través de las comparaciones múltiples de medias TUKEY y por el cálculo del rendimiento que la mejor combinación para los parámetros físicos-químicos como el efecto de la tensión - intensidad de corriente y el efecto de tiempo en la síntesis de nanotubos de carbonos es para la condición de 30 V – 250 A, 30 s.

Se caracterizó el material sintetizado mediante Espectroscopia UV- Visible y a través de su análisis se determinó la presencia de grupos cromóforos que son característicos del carbono y de sus formas alotrópicas, en el espectro se puede observar que presenta dos bandas representativas la primera con una longitud de onda de 182 nm y la segunda con una longitud de onda de 197 nm, la primera longitud de onda se le atribuye a la transición $\pi = \pi^*$ del enlace C=C, la segunda banda con longitud de onda 197 nm se le atribuye a la transición $n = \pi^*$ correspondiente al alcohol presente en la muestra. Según los resultados de la espectroscopia Infrarroja para los nueve ensayos realizados se determinó que los nueve espectros para las diferentes condiciones presentaron cuatro picos representativos en diferentes número de onda, el primer pico de los nueve ensayos se encuentra en un intervalo de 3327 cm^{-1} a 3351 cm^{-1} que corresponde a la presencia de un grupo OH; el segundo pico corresponde a un intervalo de 2863 – 2976 cm^{-1} que corresponde a la presencia del grupo CH₃; el tercer pico visualizado presenta un intervalo de número de onda que oscila de 1636 a 1678 cm^{-1} que corresponde a la presencia de dobles enlaces C=C, finalmente el último pico presente en los nueve ensayos tiene números de onda que van desde 1304 -1473 cm^{-1} que corresponde al enlace C-H. Con dicho análisis se puede afirmar la presencia de grupos cromóforos en la muestra analizada.

Se realizó la caracterización del material sintetizado mediante la Microscopía Electrónica de Barrido (SEM) en donde se observó cuatro estructuras más o menos esféricas con diámetros de 8,238; 9,456; 13,445; 15,097 nm que corresponde al diámetro de los fullerenos.

RECOMENDACIONES

- Se recomienda el uso de ropa, guantes, gorra, visor de protección industrial para evitar accidentes de alta tensión.
- Se recomienda que el equipo sea elaborado en acero inoxidable de grosor de 5 mm por la alta temperatura que se genera en el interior del reactor
- Se recomienda el uso de cable sólido número ocho de una sola hebra, debido al empleo de elevados amperajes.
- Se recomienda que la atmósfera inerte sea una mezcla proporcional de gases donde se emplee hidrógeno y otro gas para un mejor rendimiento.
- Se recomienda el uso de una banda de oro para una mejor lectura para la Microscopía Electrónica de Barrido.

GLOSARIO

Ablación Laser. - Este método consiste en bombardear una barra de grafito con intensos pulsos de haz láser, en un reactor a alta temperatura, en presencia de un gas inerte y con condiciones de extremo control. Así se genera el gas de carbono el cual está caliente y a partir del cual se forman los nanotubos al condensarse en las paredes frías del reactor.

Cámara de descarga de arco eléctrico. - Este método consta de dos electrodos de grafito conectados a una fuente de alimentación y separados unos milímetros. Los electrodos están sumergidos en una atmósfera de helio, argón, nitrógeno e incluso oxígeno en condiciones de baja presión, de manera que cuando se hace circular una corriente de 100 Amperios, salta una chispa que crea un plasma y al separarlos se forma el denominado arco voltaico. El carbono del ánodo se evapora en el plasma, debido a su alta temperatura alcanzada, pero se deposita a su vez en el cátodo. El material depositado está compuesto por nanotubos y otras nanopartículas de carbono.

CVD (Chemical Vapor Deposition). - Este método consiste en colocar, en una cámara, un soporte con una capa de partículas de un metal catalítico (Fe, Co, Ni y otros), que se calienta hasta 700 °C. A continuación en la cámara se introduce un gas de un hidrocarburo como el metano u otros. Al descomponerse el gas, libera átomos de carbono que se van depositando sobre las partículas catalíticas del soporte para dar lugar a los nanotubos de carbono.

Diamante. – Es otra forma alotrópica del carbono en la que sus átomos están distribuidos dentro de una estructura cristalina cúbica centrada en la cara conocida como red de diamante. El diamante es la segunda forma más estable de carbono, después del grafito. Presenta características físicas superlativas, de las cuales derivan del fuerte enlace covalente entre sus átomos. En particular, tiene la más alta dureza y conductividad térmica.

Espectroscopia UV-Visible. - Esta técnica de espectrometría UV-Vis implica la espectroscopia de fotones en la región de radiación ultravioleta-visible. Utiliza la luz en los rangos visible y adyacente, es decir la luz ultravioleta y el infrarrojo, en dicha región del espectro electromagnético, las moléculas se someten a transiciones electrónicas.

Espectroscopia IR. – Esta técnica se basa en la absorción de la radiación IR por las moléculas que se encuentran en estado vibracional, donde la molécula va a absorber energía de un haz de luz infrarroja cuando dicha energía incidente sea igual a la necesaria para que de esta forma se dé una transición vibracional de la molécula, por ello la molécula empieza a vibrar de una determinada manera debido a la energía que se le suministra mediante luz infrarroja.

Fullereno. – Molécula compuesta por carbono que adopta una forma geométrica similar a una esfera, son similares al grafito, compuesto de hojas de anillos hexagonales enlazadas, pero conteniendo anillos pentagonales y en algunas ocasiones heptagonales, lo que impide que la hoja sea plana. Son estructuras poliédricas constituidas por átomos de carbono con hibridación sp^2 , siendo además la tercera forma molecular más estable conocida de carbono

Grafito. – El grafito es una de las formas alotrópicas que posee el carbono junto al diamante, los fullerenos, los nanotubos y el grafeno, sus átomos están unidos mediante tres enlaces covalentes formando ángulos de 120° esto quiere decir que poseen hibridación sp^2 y que un orbital Π perpendicular a ese plano queda libre.

Microscopia Electrónica de Barrido (SEM). - El microscopio electrónico de barrido también conocido como SEM por sus siglas en inglés Scanning Electron Microscope. Es un instrumento que permite la visualización y caracterización superficial de materiales orgánicos e inorgánicos, proporcionando información morfológica del material de estudio.

Nanotecnología. – Ciencia que se enfoca en la caracterización, fabricación, y manipulación de estructuras biológicas y no biológicas más pequeñas que 100 nm.

Nanotubo. - Son aquellas estructuras cilíndricas, en la cual su diámetro se encuentra dentro del rango de los nanómetros.

Nanotubos de capa múltiple. - Se denominan a aquellos que están formados internamente por diferentes tubos de menor diámetro.

Nanotubos de capa única. - Son aquellos que están formados únicamente por un solo tubo de un mismo diámetro, los cuales pueden poseer en sus extremos semi-estructuras de fullerenos.

Nanotubos chiral. - Son aquellos nanotubos que no poseen simetría de reflexión y no son isomorficos.

Nanotubos no-chiral. - Son aquellos que poseen simetría de reflexión y son isomorficos, también se los conoce como nanotubos de zigzag y armchair.

BIBLIOGRAFIA.

Ando Y. “Carbon nanotube: story in Ando laboratory discovery of CNTs, Synthesis of carbon nanotubes by arc-discharge method”. *N.Y.*, vol. 15, n° 45 (2016), (USA) pp.123-128.

Arbogast J. “Multiwalled carbon nanotubes produced by direct current arc discharge in hydrogen gas”. *Chem. Phys. Lett.*, vol. 398, n° 3 (2015), (Rusia) pp. 235-240.

Ashraf A., et.al. “Sublimation of graphite in continuous and pulsed arc”. *Science and Medicine*, vol. 34 (2012), (Malasia) pp. 33-42.

Atienzar P. “Síntesis, propiedades fotofísicas y aplicaciones de nanotubos de Carbono de pared única funcional izados”. *Surf. Sci*, vol. 15, n° 45 (2014), (Valencia) pp. 12-15.

Balasubramaniam K. “Theoretical descriptions of carbon nanotubes synthesis in a chemical vapor deposition reactor: a review”. *Chem. Biochem. E*, vol. 3, n° 152 (2016), (Suecia) pp.277–284.

Bera D., et.al. “In-situ synthesis of palladium nanoparticles – filled carbon nanotubes using arc-discharge in solution”. *Chem. Phys*, vol 386, n° 1675 (2013), (Holanda) pp.364-368.

Capaz R., et.al. “Theory and ab initio calculation of radiative lifetime of exciting in semiconducting carbon nanotubes”. *Ciencia Hoje*, vol 33, n° 198, (2003), (Rio de Janeiro) pp. 198.

Ebbesen P., et.al. “Large-scale synthesis of carbon nanotubes”. *Nature*, vol. 358, n° 6383 (2016), (Berlin) pp. 220-222.

Encinas J. “Production of carbon nanoions and nanotubes using an intermittent arc discharge in water”. *Thinlid Films*, vol. 7, n° 163 (2015), (Filipinas) pp. 250.

Farhat, M., et.al. “Diameter control of single-walled carbon nanotubes using argon–helium mixture gases”. *Chem. Phys*, vol. 115, n° 14 (2016), (Paris) pp. 675-679.

Garritz K. “Power supplies for pulsed plasma technologies: state-of-the-art and outlook”. *Rev. Sci. Instrument*, vol. 2, n° 45 (2015), (Filipinas) pp. 189 – 190.

Geohegan A., et.al. “Mechanisms of single-wall carbon nanotube growth by the laser vaporization technique: in situ imaging and spectroscopy”. *MRS Proc*, vol. 5, n° 18 (2016), (Ucrania) pp. 593.

Hamada N., et.al. “New one-dimensional conductors: Graphitic microtubes”. *Phys.Rev.Lett*, vol 68, (1992), (Tsukuba) pp. 1579

Grebenyukov V., et.al. “Arc- synthesis of single- walled carbon nanotubes in nitrogen atmosphere”. *Fullerenes Nanotubes Carbon Nanostruct*, vol. 16, n° 5 (2015), (Moscó) pp. 330-334.

Harris J., et.al. “High-resolution electron microscopy studies of a microporous carbon produced by arc-evaporation”. *J. Chem. Soc.Faraday Trans*, vol. 90, n° 18 (2014), (Bélgica) pp. 27 – 29.

Huber J., et.al. “Charge transfer effects in acid treated single-wall carbon nanotubes”. *Carbon*, vol. 25, (2005), (Brazil) pp. 59-61.

Ibáñez J. “Manufactura, Ingeniería y Tecnología”. *Pearson Educación*, vol. 4, n° 45 (2014), (México) pp. 308-316.

Ijima S. “Helical microtubes of graphitic carbon”. *Nature*, vol. 354, n° 6348 (1991), (Tokyo) pp. 56-58.

Itkis M., et.al. “Haddon, Optimization of the Ni- Y catalyst composition in bulk electric arc synthesis of single- walled carbon nanotubes by use of near-infrared spectroscopy”. *Phys. Chem. B*, vol. 104, n° 34 (2014), (Japon) pp. 1277-1277.

Jentoft M., et.al. “Carbon nanotube synthesis: from large-scaleproduction to atom-by-atom growth, Nanotechnology”. *J. Chem. Soc.Faraday Trans*, vol 23, n° 14 (2013), (Pekin), pp. 420 – 450.

Kia K., et.al. “Electric field induced needle- pulsed arc discharge carbon nanotube production apparatus: circuitry and mechanical design”. *Rev. Sci. Instrument*, vol. 83, n° 12 (2016), (Japon) pp. 20-30.

Kim Y., et.al. “Catalytic metal-free formation of multi-walled carbon nanotubes in atmospheric arc discharge, Carbon”. *N. Y.*, vol. 50, n° 12 (2015), (Tokyo) pp. 458–495.

Kingston B., et.al. “Recent advances in laser synthesis of single-walled carbon nanotubes, J. Nanosci. Nanotechnol”. *J Nanotechnol*, vol. 6, (2006), (Canadá) pp. 1225–1232.

Lange H., et.al. “An optoelectronic control of arc gap during formation of fullerenes and carbon nanotubes”. *Rev. Sci. Instrum*, vol. 68, n° 3723 (2016), (Francia) pp. 12-16.

- Martínez J.** “Los flavonoides: Propiedades y acciones antioxidantes”. *Nutricion Hospitalaria*, vol. 17, n° 6 (2015), (España) pp. 21-30.
- Murooka Y., et.al.** “Self- assembling of hot carbon nanoparticles observed by short pulse -arc-discharge”. *Chem Phys*, vol. 341, n° 5 (2015), (Rusia) pp. 455- 460.
- Nakamoto S.** “Laser ablation process for single-walled carbon nanotube production Nanotechnol”. *N.Y.*, vol. 4, n° 4 (2016), (Korea) pp. 317–325.
- Neha A.** “Diamond & Related Materials”. *Comprehensive Review*, vol. 50, n° 1235 (2014), (India) pp. 135–150.
- Nishizaka H., et.al.** “Influence of carbon structure of the anode on the production of graphite in single walled carbon nanotube soot synthesized by arc discharge using a Fe – Ni- S catalyst”. *Carbon N.Y.*, vol 49, n° 11 (2012), (Japon) pp. 3607-3614.
- Pretsch J., et.al.** “Hydrothermal synthesis of multiwall carbon nanotubes”. *J. Mater. Res*, vol. 15, n° 12 (2014), (Pekin) pp. 291–294.
- Rubinson K.** “Optimization of the Ni—Y catalyst composition in bulk electric arc synthesis of single-walled carbon nanotubes by use of near-infrared spectroscopy”. *J.Phys. Chem. B*, vol. 108, n° 34 (2015), (Murcia) pp. 136 -140.
- Scalese S., et.al.** “Order and disorder of carbon deposit produced by arc discharge in liquid nitrogen”. *Journal of applied physics*, vol. 108, n° 064305 (2015), (Italia) pp. 2 -4.
- Shanov Y., et.al.** “Synthesis and characterization of carbon nanotube materials”. *J. Univ. Chem*, vol. 41, n° 4 (2016), (China) pp. 377–390.
- Skoog D., et.al.** “Principios de análisis Instrumental”. *Interamericano*, vol. 2, n° 15 (2015), (México) pp. 150-156.
- Sugai T., et.al.** “New synthesis of high – quality double- walled carbon nanotubes by high – temperature pulsed arc discharge”. *Nano Lett*, vol. 3, n° 6 (2013), (Spain) pp. 769-773.
- Sumio I, et.al.** “Synthesis of straight multi-walled carbon nanotubes by arc discharge in air and their field emission properties”. *Diamond Relat*, vol. 66, n° 18 (2014), (Saitma) pp. 243 – 250.
- Sumio I.** “Helical microtubes of graphitic carbon”. *Nature*, vol. 354, (1991), (Saitama) pp. 56-58.
- Takuya S., et.al.** “Hydrothermal synthesis of multiwall carbon”. *Diamond Relat* , vol. 35, n° 12 (2014), (Korea) pp. 1035–1044.
- Tang D., et.al.** “Two possible emission mechanisms involved in the arc discharge method of carbon nanotube preparation”. *Carbon N. Y.*, vol. 43, n° 13 (2015), (Japon) pp. 1663 – 1670.

Torres J. “From mesonscale to nanoscale mechanics in single- wall carbon nanotubes”. Carbon Group, vol. 2, n° 6 (2017), (Brasil) pp. 45-60.

Uskokovic D., et.al. “Carbon nanotube synthesis: from large-scale production to atom-by-atom growth”. *Nanotechnology Rew*, vol 2, n° 314 (2000), (Rusia) pp. 240 – 245.

Wei L. “Thermal conductivity of isotopically modified single crystal diamond”. *Physical Review Letters*, vol. 10, n° 103 (2015), (Spain) pp. 30-45.

Yoshida N. “Nanotechnology of new world”. N.Y., vol 5, n° 15 (2016), (Houston – EEUU) pp. 317–325.

Zaitsev A. “Optical Properties”. *Diamond: A Data Handbook.Springer*, vol 9, n° 13, (2015), (Australia) pp. 125-130.

Zeng C., et.al. “Carbon nanotube synthesis via the catalytic CVD method: a reviewon the effect of reaction parameters”. *Fullerenes Nanotubes Carbon Nanostruct*, vol. 14, n° 1 (2016), (Japon) pp. 17–37.

Zhang F., et.al. “In situ synthesisof graphene / single-walled carbon nanotube hybridmaterial by arc-discharge andits application in supercapacitors”. *Nano Energy*, vol. 1, n° 6 (2012), (China) pp. 820–827.

Zhao L., et.al. (2014). “Recent advances in methods of forming carbon nanotubes”. *MRS Bull*, vol. 29, n° 04 (2004), (Japon) pp. 244–250.

Zhou O. “Materials Science of Carbon Nanotubes: Fabrication, integration and properties of macroscopic structures of carbon nanotubes”. *Phys. Rev.Lett*, vol. 35, n° 12 (2015), (Tokio) pp. 1045 – 1050.

