



**UNIVERSIDAD NACIONAL
AUTÓNOMA DE MÉXICO**



**FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES
ARAGÓN**

**PREPARACIÓN DE CARBONO
NANOESTRUCTURADO POR MEDIO DE
UN ARCO ELÉCTRICO**

T E S I S

**QUE PARA OBTENER EL TÍTULO DE:
INGENIERO MECÁNICO ELÉCTRICO
(ÁREA MECÁNICA)**

**P R E S E N T A :
OMAR PIZANO MONTOYA**

DIRECTOR DE TESIS: DR. STEPHEN MUHL SAUNDERS



MÉXICO

2005

0350349



Universidad Nacional
Autónoma de México



UNAM – Dirección General de Bibliotecas
Tesis Digitales
Restricciones de uso

DERECHOS RESERVADOS ©
PROHIBIDA SU REPRODUCCIÓN TOTAL O PARCIAL

Todo el material contenido en esta tesis esta protegido por la Ley Federal del Derecho de Autor (LFDA) de los Estados Unidos Mexicanos (México).

El uso de imágenes, fragmentos de videos, y demás material que sea objeto de protección de los derechos de autor, será exclusivamente para fines educativos e informativos y deberá citar la fuente donde la obtuvo mencionando el autor o autores. Cualquier uso distinto como el lucro, reproducción, edición o modificación, será perseguido y sancionado por el respectivo titular de los Derechos de Autor.

DEDICATORIAS

A MIS PADRES:

MIGUEL PIZANO ROSILES
ÁNGELA GRACIELA MONTOYA GARCÍA

A TODOS MIS HERMANOS, SOLEDAD, JAVIER, ENRIQUE Y MIGUEL.

A TODOS MIS AMIGOS DEL INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN EN MATERIALES,
FERMÍN, JAIRO, MANUEL, SARA, TOÑO Y WENDI.

A TODOS LOS MAESTROS QUE ME APOYARON DURANTE MI VIDA
ACADÉMICA.

A TODOS MIS AMIGOS Y COMPAÑEROS DE LA ESCUELA.

AGRADECIMIENTOS

- A mi asesor Dr. Stephen Muhl Saunders, por su valiosa ayuda y apoyo para este trabajo.
- Al Dr. Dwight Roberto Acosta Najarro, por su valiosa ayuda en el análisis de las muestras en microscopia de barrido, así como la facilidad que me dio en la utilización de su equipo, para obtener las distancias interplanares y el patrón de difracción de electrones.
- A la Dr. Sandra Rodil, por la ayuda recibida para la realización de este trabajo.
- Al Instituto de Investigación en Materiales, por la facilidad que se me dio para la utilización de las instalaciones y de los equipos para la realización de este trabajo.
- Carlos Flores Morales, por su ayuda en Microscopia Electrónica de Transmisión.
- A Fis. Lázaro Huerta por su ayuda para obtener los análisis en XPS.
- A la I.Q. Leticia Baños, por su ayuda en la utilización del equipo de XRD.
- Dr. Guzmán Mendoza. por su ayuda en Microscopia Electrónica de Barrido.
- M. en C. Fermín Maya Romero. Por su ayuda para obtener los espectros de XRD.

ÍNDICE

TEMA	PAG.
CARÁTULA.....	1
DEDICATORIAS.....	2
AGRADECIMIENTOS.....	3
ÍNDICE.....	4
OBJETIVO.....	6
JUSTIFICACIÓN DEL TEMA.....	6
INTRODUCCIÓN.....	7
1. NANOTECNOLOGÍA.	
1.1. Bosquejo histórico.....	8
1.2. ¿Que es la nanotecnología?.....	8
1.3. Alcances de la nanotecnología.....	8
1.3.1 La miniaturización de componentes electrónicos.....	9
1.3.2 Utilización de adhesivos en el área de ingeniería mecánica.....	9
2. EL CARBONO.	
2.1 Introducción.....	10
2.2 El elemento carbono.....	10
2.3 Estructura del átomo del carbono.....	10
2.4 Hibridación de orbitales atómicos de carbono.....	11
2.5 Las formas alotrópicas del carbono.....	12
2.6 El grafito.....	14
2.6.1 Estructura del grafito.....	14
2.7 El diamante.....	15
3. NANOESTRUCTURAS DE CARBONO.	
3.1 Introducción.....	16
3.2 Nomenclatura y propiedades de las nanoestructuras de carbón.....	17
3.3 Solubilidad.....	18
3.4 Estabilidad térmica y oxidante.....	19
3.5 Estabilidad química.....	19
3.6 Nanotubos de carbono.....	19
3.6.1 Estructura de los nanotubos de carbono.....	20
3.6.2 Elasticidad de los nanotubos de carbono.....	20
3.6.3 Propiedades eléctricas, mecánicas y aplicaciones de los nanotubos de carbono.....	21
a) Propiedades eléctricas.....	21
b) Propiedades mecánicas.....	21
c) Otras propiedades y aplicaciones de los nanotubos de carbono...	22
4. SÍNTESIS DE NANOESTRUCTURAS DE CARBONO	
4.1 Introducción.....	24
4.2 Síntesis de nanoestructuras de carbono por el método de arco eléctrico... 24	24
4.2.1 Producción de hollín.....	25
4.2.2 Condiciones y variables en la síntesis de los fullerenos por el método de arco eléctrico.....	25
4.3 Síntesis de nanoestructuras de carbono por el método (Ablación láser). ...	26

4.4 Síntesis de nanoestructuras de carbono por el método de combustión.....	26
4.5 Extracción y separación de las nanoestructuras de carbono.....	27
4.5.1 Extracción de las nanoestructuras de carbono.....	27
4.5.2 Separación de las nanoestructuras de carbono.....	28
4.6 Síntesis de nanotubos de carbono.....	28
4.6.1 Síntesis de nanotubos de carbono por arco eléctrico y ablación láser.	28
4.6.2 Síntesis de nanotubos de carbono por el método de depósito termoquímico de vapor de gases (CVD)	29
4.6.3 Mecanismos de crecimiento de los nanotubos de carbono.....	29
4.6.4 Purificación de los nanotubos de carbono.	30
4.7 Salud y problemas de seguridad.....	30
4.8 Técnicas de caracterización.....	31
4.8.1 Microscopia electrónica.....	31
a) Microscopia electrónica de transmisión.	31
b) Microscopia electrónica de barrido.	31
4.8.2 Difracción de rayos x.....	32
a) Composición química.	32
b) Fases cristalinas.	32
5. DESARROLLO EXPERIMENTAL	
5.1 Introducción.	34
5.2 Descripción del equipo.	34
5.3 Proceso.	39
5.4 El experimento.	41
5.5 Mapeos de Temperaturas.....	41
6. RESULTADOS Y DISCUSIÓN	
6.1 Depósito.....	44
6.2 Presión.....	45
6.3 Amperaje.....	45
6.4 Caracterización	
6.4.1 XPS.....	45
6.4.2 Microscopia Electrónica.....	51
6.5 Mapeo de temperaturas, en el cátodo.	64
7. CONCLUSIONES.....	72
8. TRABAJO A FUTURO.	73
8.1 Introducción.	73
8.2 Encapsulado de óxidos de metal dentro de la estructura de los nanotubos de carbono.	73
8.3 Magnetostricción.....	74
8.4 Trabajo a realizar.....	75
ANEXOS.....	76
BIBLIOGRAFÍA.	80

PREPARACIÓN DE CARBONO NANOESTRUCTURADO POR EL MÉTODO DE ARCO ELÉCTRICO.

OBJETIVO:

Determinar la factibilidad de sintetizar carbono nanoestructurado utilizando la técnica de arco eléctrico de corriente continua, mediante el uso de un catalizador en una cámara de vacío. En la cual se usaran como ánodo un recipiente de grafito y como cátodo un electrodo del mismo material.

JUSTIFICACIÓN.

México ha sufrido años de atraso científico y tecnológico por diferentes circunstancias a través de toda su historia, y que lo han orillado a la pobreza y a la marginación de una gran cantidad de su gente. Japón hace años estuvo sumergido en una situación parecida, con varios años de atraso, pero en el momento en que la electrónica estaba en pañales este país supo aprovechar esta oportunidad para entrar de lleno al estudio, y la investigación de esta nueva ciencia logrando así dar un gran salto, del atraso y la pobreza a la vanguardia y la riqueza, logrando así alcanzar a los países mas poderosos y el hoy por hoy es un país que crece a pasos agigantados, incluso más rápido que Estados Unidos, y siendo reconocido mundialmente por sus avances científicos y tecnológicos en esta área. Si en estos momentos México hiciera lo mismo, al tratar de alcanzar a los países industrializados en la micro tecnología es casi imposible ya que nos llevan años de investigación, y por mas que lo intentemos y nos esforcemos no los alcanzaremos jamás. Desde hace muy poco tiempo en el mundo a aparecido una nueva ciencia, llamada nano tecnología la cual promete ser una revolución tecnológica, y la cual remplazaría a la tecnología actual tanto en la electrónica en la computación, en la mecánica y en otras áreas más, esta ciencia trata sobre la posibilidad de construir mecanismos complejos con el tamaño de unos pocos átomos. El surgimiento de esta nueva ciencia (nano tecnología) que apenas comienza es una oportunidad de oro y talvez la última que tiene este país y muchos otros, para dar un gran salto y ponerse al tu por tu con los países más poderosos del mundo, por tal motivo despierta mi interés en esta nueva ciencia que apenas comienza. En esta ciencia existe nano tubos de carbono los cuales se les encontró la propiedad mecánica de ser 100 veces más resistentes que el acero y 7 veces más ligero, y para mí es de gran interés el estudio de esta ciencia como futuro ingeniero mecánico, y como tal, me doy cuenta del enorme potencial que esto representa en la mecánica, en donde se puede lograr una revolución que jamás se soñó en esta área. Esto representaría el lograr que las maquinas del futuro sean más ligeras y resistentes llevándonos a lograr naves que puedan salir al espacio sin dificultad, y también lograr la combinación de varios ciclos termodinámicos combinados, y así hacer que las maquinas logren una alta eficiencia de trabajo y aprovechamiento de la energía la cual es muy importante en nuestros tiempos, ya que hoy vivimos con la problemática del calentamiento global por la quema de combustibles fósiles, y al lograr que las maquinas sean más eficientes reduciríamos enormemente la quema de los mismos.

INTRODUCCIÓN

Desde hace varios años los científicos en las áreas de química y ciencia de materiales, han aprendido bastante sobre la estructura y propiedades del carbono, en sus dos formas alotrópicas conocidas: el grafito y el diamante, los cuales a pesar de estar conformados enteramente por átomos de carbono, presentan propiedades muy diferentes entre ellos, esto nos prueba que el arreglo geométrico molecular es el que determina las propiedades de los materiales en la naturaleza.

En el año de 1985, en la Universidad de Rice de Houston, Texas, los investigadores Harold Kroto y otros, descubrieron una tercera forma alotrópica del carbono, en donde cada molécula poseía sesenta átomos de carbono, al estudiar las condiciones de las proximidades de las estrellas rojas. A este tipo de moléculas tienen un arreglo geométrico en donde se forman entre los átomos de carbono, hexágonos y pentágonos, al igual que los domos geodésicos, y gracias a esto se les puso el nombre de Buckminsterfullerenos, en honor a Buckminster Fuller, que fue el que estudio a los domos geodésicos, pero por comodidad únicamente se les denomina fullerenos.

Los fullerenos son mucho mas abundantes de lo que se piensa, incluso posiblemente sean mas abundantes que el grafito y el diamante, ya que estos se pueden hallar en el humo y en el hollín producto de una combustión, también se hallan al estudiar las estrellas y el espacio interestelar, o en las capas terrestres que nos muestran las eras geológicas del planeta, también se han encontrado en los meteoros, que caen en la tierra y los últimos estudios también nos dicen que cada organismo vivo presenta cierta cantidad de fullerenos, en su composición química, dándonos una noción de que estos materiales tienen un enorme campo de estudio.

Existen varios tipos de fullerenos, en donde el más común, es el C_{60} , pero en 1991 se encontró una forma más de carbono, este es el nanotubo de carbón, que es el principal objeto de estudio de esta tesis, y del cual se hablara más adelante con mas detalle.

1.- NANOTECNOLOGÍA

1.1- BOSQUEJO HISTÓRICO.

La nanotecnología como tal, lleva apenas un poco más de una década, pero en 1959, ya el físico Richard Feynman mencionaba que algún día sería posible construir máquinas tan pequeñas, que sólo consistirían de algunos miles de átomos, y en 1986, apareció un libro escrito por K. Eric Drexler, llamado "Engines of Creation", en donde hablaba de lo fabuloso, que sería la manipulación de la materia tal y como la hace la naturaleza, pero hasta 1991, es cuando inicia la nanotecnología cuando lijima de Sumio, un microscopista de los laboratorios y Corporación NEC en Tsukuba, Japón, describió una estructura que iba a revolucionar la ciencia. Esta estructura se había formado en la punta de un electrodo de grafito y que tenía simplemente el tamaño de unos nanómetros y que estaba hecho de puro carbón, este era un nanotubo de carbón, y a raíz de este descubrimiento se han mejorado la precisión de los microscopios para observar mejor a la nanoescala y empezar una nueva revolución en todo el mundo.

1.2- ¿QUE ES LA NANOTECNOLOGÍA?

El término "nanotecnología" es utilizado para describir cualquier cosa medida, en una escala nano (nano significa 1-mil-millón). La nanotecnología molecular trata de la ubicación y diseño exacto de los átomos. En otras palabras si nosotros tomamos como referencia el metro, como ya sabemos si a este lo dividimos una milésima parte, tendríamos los milímetros, y si a un milímetro lo dividimos mil veces más, en entonces tendríamos a los micrómetros, y esta es la escala en la que se encuentra la tecnología actualmente, por tal motivo es llamada micro tecnología, pero si a un micrómetro lo dividimos una vez más, mil veces, llegamos a los nanómetros, y es aquí, en donde la manipulación de la materia a esta escala, a lo que llamamos nanotecnología, que es básicamente la manipulación átomo a átomo de la materia.

1.3- ALCANCES DE LA NANOTECNOLOGÍA:

Los alcances de la nanotecnología son enormes, ya que la idea es de crear máquinas moleculares capaces de controlar la ubicación de los átomos a escala individual, en otras palabras crear átomo a átomo todo lo que hoy nos rodea tal y como lo hace la naturaleza, en donde con un cierto diseño de los átomos la naturaleza es capaz de formar desde una fabulosa fruta como por ejemplo una fresa fresca.

El poder establecer un inesperado e imaginado control sobre la materia que nos rodea, se tendría la capacidad de poder hacer hasta lo imaginado, como por ejemplo, modificar nuestros átomos para no envejecer. Hoy en día algunos científicos son capaces de crear submarinos de varias micras de tamaño, que se pueden programar para dirigirse a cualquier parte del cuerpo humano, para ejecutar una operación sin la necesidad de abrir al paciente,

ya que estos se introducen con una jeringa por el torrente sanguíneo, pero hasta el momento su costo es excesivo.

La Miniaturización de componentes electrónicos.

Uno de los alcances de la nanotecnología de gran importancia, es la reducción de los componentes electrónicos, que permitiría incrementar su portabilidad, su autonomía, en suma su movilidad, conmutabilidad y oportunidad. Como resultado de la adaptación forzosa de las necesidades de espacio y de tiempo de la vida moderna. Esto es debido a que desde los años sesenta, que fue la década en la que se crearon los primeros circuitos integrados; el número de componentes electrónicos alojados en los "chips", se ha duplicado casi anualmente.

Utilización de adhesivos en el área de ingeniería mecánica.

En ingeniería mecánica, existen muchos problemas, en los métodos tradicionales de soldadura, debido a que en todas las técnicas se debe trabajar a altas temperaturas, lo que afecta a las propiedades mecánicas de los materiales, aunados a que el material de aporte suele ser considerablemente alto. Por lo regular estas dos características afectan al buen funcionamiento de la mayoría de las maquinas. Desde hace un par de años, se ha estado probando en el ramo automotriz, pegamentos que remplacen la utilización a la soldadura, con muy buenos resultados, debido a que con los pegamentos no se afecta a las propiedades mecánicas del material y lo que se aporta es mínimo. Aquí la nanotecnología tendrá un papel muy importante en los próximos años, debido a que se ha probado con éxito un adhesivo de alta tecnología, llamado One-Bottle-Bond, el cual tiene una alta tasa de retención, una calidad marginal excelente, ausencia de decaimientos recurrentes y unas propiedades de manejo excelente. A este adhesivo se le desea incorporar en su formula nanopartículas, 100 veces más pequeñas que las partículas de relleno tradicionales para aumentar su resistencia. Estas pequeñas partículas refuerzan significativamente el adhesivo manteniendo sus propiedades esenciales de alto rendimiento. La idea es que estas nanopartículas penetren entre las típicas micro retenciones creadas por el grabado ácido, al igual que entre los mas pequeños túmulos. El tamaño de las partículas a incorporar en este adhesivo, es de aproximadamente 7 nanómetros. Una vez allí, estas diminutas partículas refuerzan los componentes naturales de la dentina, mientras se crea el ambiente adecuado para una perfecta unión entre la sustancia del diente y el material restaurador. Todas estas características que se esperan de este adhesivo, remplazaría prácticamente en su totalidad las técnicas de soldadura, teniendo enormes mejoras en el funcionamiento de la mayoría de las maquinas.

2.- EL CARBONO

2.1 INTRODUCCIÓN.

Con respecto al elemento carbono, que es la sustancia fundamental de ésta tesis, podemos decir que, en la forma de carbón de leña, es un elemento de descubrimiento prehistórico y estaba familiarizado a muchas civilizaciones antiguas. Como diamante, también ha sido conocido desde la historia temprana de la humanidad. En el anexo No. (1), se presenta un cuadro que muestra las fechas importantes del carbono a través de la historia.

2.2 EL ELEMENTO CARBONO.

La palabra carbono se deriva el latín "Carbo", que quiere decir carbón de leña (o brasa). En el mundo moderno, el carbono es, por supuesto, mucho más que el carbón de leña. A partir del carbono proceden: las fibras de resistencia más altas, los mejores lubricantes (grafito), el cristal más fuerte y material más duro (diamante), un producto esencialmente no cristalino (carbono vítreo), uno de los mejores absorbedores de gas (carbón de leña activado), y una de las mejores barreras de gas de helio (carbono vítreo). Una gran cantidad de formas son conocidas, sin embargo, todavía están descubriéndose nuevas formas de carbono como las moléculas de fullerenos y los polítipos hexagonales de diamante.

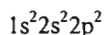
Éstos materiales tan diversos (formas en las que se presenta el carbono), que tienen diferencias muy grandes en sus propiedades, tienen el mismo elemento de construcción (el carbono), es decir, estas formas alotrópicas (o polimórficas) tienen al mismo átomo, pero su forma física es diferente y la manera que los átomos (estructura atómica) se enlazan es diferente también, ellos tienen formas moleculares o cristalinas distintas.

Para entender la formación del grafito y el diamante, así como sus propiedades, es esencial tener una clara imagen de la configuración atómica del átomo de carbono y las diferentes maneras en las que se une a otros átomos del carbono, pero antes de describir la estructura atómica, se resumirá las principales propiedades del elemento carbono en el anexo No. (2)

2.3 ESTRUCTURA DEL ÁTOMO DEL CARBONO.

Todos los átomos tienen un núcleo cargado positivamente compuesto de uno o más protones (cada uno con una carga eléctrica positiva de +1), y de neutrones que son eléctricamente neutros. Los electrones, se encuentran en una nube electrónica alrededor del núcleo, cada uno con una carga eléctrica negativa de -1. El número de electrones es igual que el número de protones para que la carga positiva, del núcleo sea equilibrada por la carga negativa de los electrones y el átomo sea eléctricamente neutro. Así el carbono tiene 6 protones y 6 electrones, además de 6 neutrones.

Al átomo de carbono con número atómico 6 le corresponde la configuración electrónica:



En cualquier orbital, no pueden estar más de dos electrones presentes y éstos deben tener giros opuestos como lo dice el principio de exclusión de Pauli. En la configuración $1s^2 2s^2 2p^2$: el número 1 (y 2) denota el número cuántico principal n, la s (y p) denota el número

cuántico de momento angular l , y el exponente 2 denota el número de electrones en el orbital o subnivel.

Siguiendo el **principio de máxima multiplicidad de Hund**¹, podemos representar la configuración como se muestra en la figura (2.3-1):



Figura (2.3-1). Configuración del carbono.

Esta configuración corresponde a un átomo en estado normal (neuro), y justifica una covalencia 2 para el carbono. A pesar de esto, el carbono sólo presenta la covalencia 2 en el monóxido de carbono y en un grupo de compuestos conocidos como isonitrilos.

El carbono, de ordinario, presenta covalencia 4, y ello no es explicable por la configuración que presenta en estado normal. De hecho, lo que sucede es que al formarse los enlaces, uno de los dos electrones 2s capta energía y es promocionado al orbital $2p_z$ en el subnivel de 2p, esto se muestra en la figura (2.3-2).

¹ **Principio de máxima multiplicidad de Hund:** este establece que la distribución más estable de electrones en los subniveles es aquella que tenga el mayor número de espines paralelos.

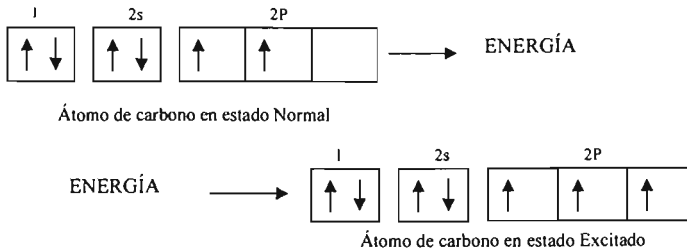


Figura (2.3-2). Proceso de excitación de un electrón en el carbono.

Esta última configuración (átomo excitado) nos ayudara para comprender un proceso llamado hibridación.

2.4 HIBRIDACIÓN DE ORBITALES ATÓMICOS DE CARBONO

El átomo de carbono, debido a su configuración electrónica, presenta una importante capacidad de combinación. Los átomos de carbono pueden unirse entre si formando estructuras complejas (hibridación) y enlazarse a átomos o grupo de átomos que confieren a las moléculas resultantes propiedades específicas.

La hibridación es la mezcla de orbitales atómicos de un átomo (comúnmente un átomo central) para generar un conjunto de nuevos orbitales atómicos, llamados **orbitales híbridos**. Los orbitales híbridos, son orbitales atómicos que se obtienen cuando dos o más orbitales no equivalentes del mismo átomo se combinan.

Las condiciones para que haya hibridación son:

- a) Los orbitales que se hibridan han de tener energías muy próximas.
- b) La energía liberada en la formación de enlaces con los orbitales hibridados ha de ser superior a la energía que se liberaría en la formación de los mismos enlaces con los orbitales sin hibridar, y la diferencia ha de ser mayor que la energía consumida en la hibridación.

Cumpléndose estas condiciones, la formación de orbitales híbridos está favorecida, pues las estructuras resultantes son más estables.

Para entender mejor el proceso de hibridación, los siguientes puntos nos ayudaran a comprender mejor:

El concepto de hibridación no se aplica a átomos aislados. Sólo se usa para explicar un esquema de enlace en una molécula, o conjunto de átomos

La hibridación es la mezcla de al menos dos orbitales atómicos no equivalentes, por ejemplo, orbitales s y p. En consecuencia, un orbital híbrido no es un orbital atómico puro (esto es, nativo). Los orbitales híbridos tienen formas muy diferentes de las de los orbitales atómicos.

El número de orbitales híbridos generados es igual al número de orbitales atómicos puros que participan en el proceso de hibridación

La hibridación requiere de energía; sin embargo, el sistema recobra de sobra esta energía al formarse este enlace.

Los enlaces covalentes en moléculas poliatómicas se forman mediante el traslape de orbitales híbridos, o de orbitales híbridos con orbitales no hibridados. En consecuencia, el esquema de hibridación en el enlace está aún en el contexto de la teoría enlace valencia; se supone que los electrones en una molécula ocupan orbitales híbridos de los átomos individuales.

2.5 LAS FORMAS ALOTRÓPICAS DEL CARBONO.

El carbono presenta cuatro formas alotrópicas diferentes, que son: en carbono que está compuesto por una estructura hexagonal, como grafito que tiene una estructura tetragonal, como diamante que tiene una estructura tetraédrica y como fullereno que tiene una estructura de pentágonos y hexágonos, en estas cuatro formas alotrópicas, las propiedades mecánicas varían ampliamente, estas pueden ser ligero, débil y suave. En la figura (2.5-1) que se muestra a continuación, contiene las 4 diferentes alotrópicas formas del carbono.

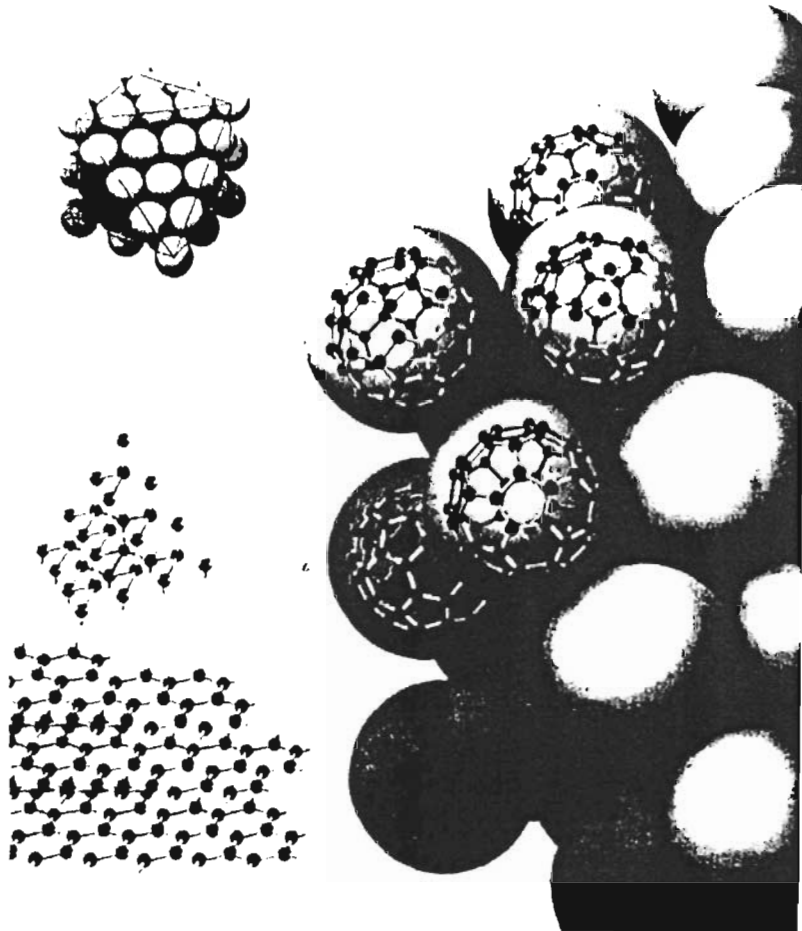


Figura (2.5-1). Las cuatro formas del carbono como sólido. En la parte de la derecha se presenta al C₆₀, en la parte izquierda inferior se presenta en el plano, su fase cristalina, en donde las moléculas se apilan en forma hexagonal. El diamante y el grafito se muestran en la parte superior izquierda y en medio.

Las que tienen estructura sp^2 que incluyen al grafito, los materiales grafiticos, carbón amorfo y otros materiales de carbono.

Los que tienen estructura sp^3 que incluyen al diamante. Carbono amorfo, sp . Ejemplo: negro de humo. -Los fullerenos, sp^2 distorsionado.

2.6 EL GRAFITO.

El origen de la palabra grafito viene del griego "graphein" que significa "para escribir". De hecho, el grafito se ha usado para escribir (y dibujar) desde el alba de la historia y los primeros lápices se fabricaron en Inglaterra en el siglo XV. En el siglo XVIII, se demostró que el grafito realmente es una forma alotrópica del carbono.

El grafito es extraordinario por la gran variedad de materiales que pueden producirse de su forma básica como: fibras sumamente fuertes, lubricantes, barreras de gas firmes, y absorbedores de gas. Todos estos diversos materiales tienen una característica en común: todos ellos están contruidos en el orbital trigonal sp^2 de átomos de carbono.

Hablando estrictamente, el término "grafito" por sí mismo describe un material ideal en absoluto con una estructura perfecta y sin ningún defecto. Sin embargo, también se usa normalmente, aunque incorrectamente, para describir materiales con grafito. Estos materiales son cualquiera "carbonos no grafiticos", es decir, materiales que consisten en carbono con la estructura de grafito, pero con varios defectos estructurales, es decir, materiales que consisten en átomos de carbono con la estructura de redes hexagonales planares (grafito), pero faltando el orden cristalográfico en la dirección. Esta es la diferencia fundamental y estos dos grupos de materiales son distintos en muchos aspectos, con propiedades distintas y aplicaciones diferentes.

2.6.1 Estructura del grafito.

El grafito se compone de capas de átomos de carbono con enlaces trigonales fuertes (enlaces sp^2) con una distancia interatómica de 0.1415 nm en el plano básico. El cuarto electrón en la capa externa forma un enlace débil del tipo de Van der Waals entre los planos con una separación de 0.3354 nm, y de 0.6708 nm entre dos planos A. De acuerdo a la figura (2.6.1-1) que se muestra abajo. Tales características dan al grafito: una buena conductividad eléctrica, excelentes características como lubricante, una densidad baja, un aspecto grisáceo-negro, y es un material suave. En el anexo No. (3) se resumen las principales propiedades físicas del grafito

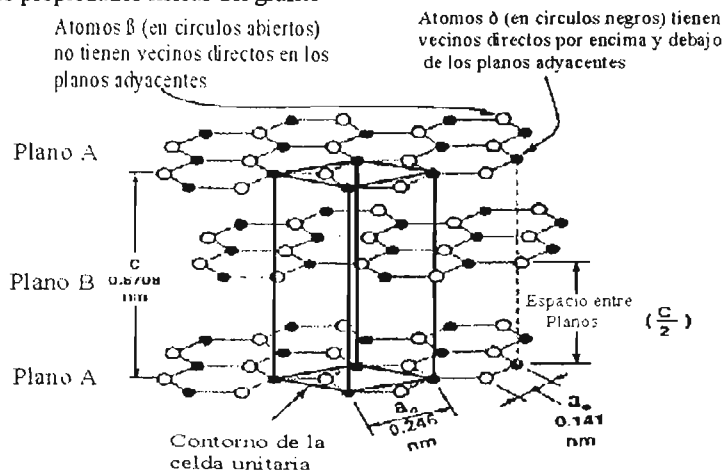


Figura (2.6.1-1). Estructura del grafito.

2.7 EL DIAMANTE.

Como ya lo habíamos mencionado anteriormente, el diamante es una de las formas alotrópicas del elemento carbono, el cual está formado por una estructura tetraédrica con enlaces fuertes sp^3 . Este se forma bajo una presión y temperatura alta a gran profundidad de la tierra (en un proceso de deformación natural). A pesar de que el diamante está compuesto de carbono, éste es muy escaso, costoso y sumamente codiciado debido a que tienen unas propiedades excelentes que a continuación se describen:

1. Tiene la conductividad térmica más alta de cualquier sólido a temperatura ambiente ($20 \text{ W cm}^{-1} \text{ K}^{-1}$), cinco veces a la del cobre.
2. Es el material óptico ideal, capaz de transmitir luz desde el infrarrojo lejano al ultravioleta.
3. Tiene un índice de refracción extraordinariamente alto (3.1).
4. Sus propiedades de semiconductor son notables, con quince veces el voltaje de rompimiento en promedio de los semiconductores comunes ($1 \times 10^7 \text{ V cm}^{-1}$), cinco veces su movilidad de huecos en promedio ($2000 \text{ cm}^2 \text{ V}^{-1} \text{ s}^{-1}$ a 300 K) y una constante dieléctrica que es la mitad de la del silicón.
5. Es sumamente resistente a la radiación del neutrón.
6. Es por mucho el material más duro conocido (90 -100Gpa).
7. Tiene un coeficiente de fricción excelente en el aire, similar a la del teflón.
8. Tiene fuerza sumamente alta y es muy rígida.
9. Tiene la densidad de número de átomos más alta de cualquier material.

Debido a las propiedades excelentes antes mencionadas el diamante, se ha reproducido sintéticamente en el laboratorio con propiedades similares y hasta la fecha siguen las investigaciones.

En el capítulo siguiente se describirán las demás estructuras del carbono, las cuales son objeto de estudio de este trabajo de investigación.

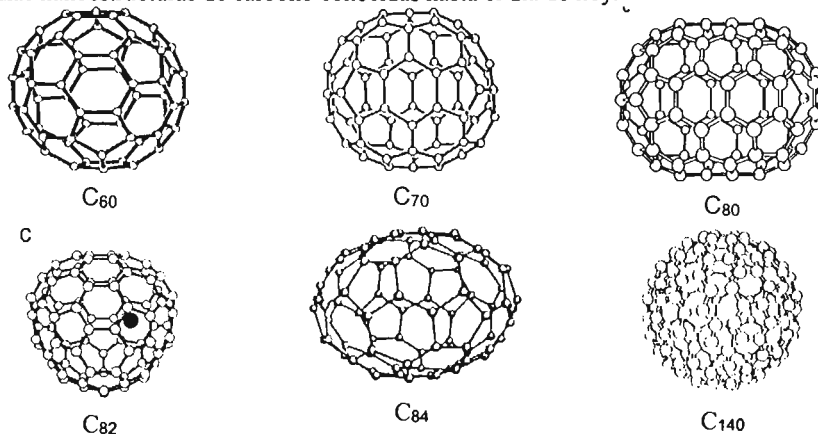
3.- NANOESTRUCTURAS DE CARBONO.

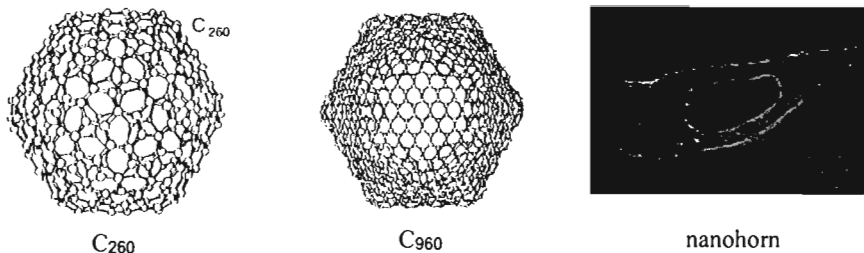
3.1 INTRODUCCIÓN.

En la ciencia de los materiales existe una evidencia de que el nacimiento de los fullerenos, empezó 1966 en un artículo de David Jones (escribiendo bajo el seudónimo de Daedalus en el Nuevo Científico), menciona la posibilidad de crear una estructura gigante de grafito en forma de balón similar a las jaulas geodésicas. Pero hasta en el año de 1985 cuando Harry Kroto y su equipo de la Universidad de Sussex y Richard Smalley de la Universidad de Arroz al tener la necesidad de analizar el carbono expedido por las estrellas rojas gigantes se empezó a desarrollar una técnica para analizar los espectros de masa, que al utilizarla encontraron evidencia clara en del grafito que se encontraba una molécula extraordinariamente estable de 60 átomos de carbono. Buscaron explicación del como podría estar formada esta molécula y propusieron una molécula en forma de balón de soccerball con una simetría icosaahedral. Esta era esférica y consistía en 12 pentágonos y 20 hexágonos. Debido a su similitud a los domos geodésicos, y en honor al arquitecto Buckminster Fuller quien fue el que estudio a los domos geodésicos, a estas moléculas se les puso su nombre Buckminsterfullerene, pero por comodidad hoy en día se les dice solamente fullerenos.

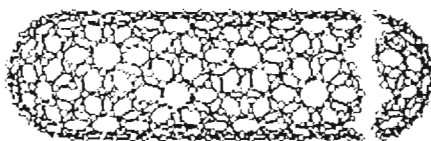
Existe una gran variedad de nanoestructuras de carbono, a las cuales una parte de los científicos a través de los años se han empeñado en nombrarles fullerenos, pero como el nombre de fullereno se le dio originalmente a estructuras cerradas en forma de jaula siguiendo el patrón de pentágonos y hexágonos, y como la mayoría de estas estructuras no siguen este patrón, en esta tesis se decidió no cometer el mismo error y simplemente nombrarlas nanoestructuras de carbono. A continuación se muestran algunas de las nanoestructuras conocidas.

Algunas nanoestructuras de carbono conocidas hasta el día de hoy.





Dentro de las nanoestructuras de carbono existen los nanotubos de carbono, los cuales son objeto de estudio de esta tesis, motivo por el cual estos serán abordados más adelante.



Endohedral Fullerenos.

De algunas de las nanoestructuras que se acaban de mostrar, se ha encontrado que en su estructura en forma de jaula pueden atrapar en su interior átomos de metal, en donde los átomos de los elementos cautivos más comunes son: Y, Sc, Ce, Nd, Sm, Eu, Gd, Tb, Dy, Ho, cuando dentro de su estructura tienen atrapado metal son llamados metalofullerenos. Uno de los ejemplos es el del C₆₀ que puede acomodar un átomo de cualquier elemento de la tabla periódica incluso el del uranio, esto ocasiona que los fullerenos adquieran otras propiedades químicas y eléctricas.

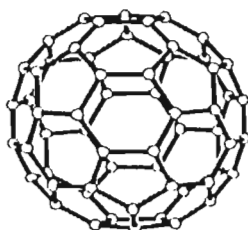
3.2 NOMENCLATURA Y PROPIEDADES DE LAS NANOESTRUCTURAS DE CARBONO.

Debido a que existe una gran cantidad de fullerenos y cada uno de estos con un número diferente de átomos, en la química se llegan a describir como una jaula cerrada con átomos de carbono formando hexágonos y pentágonos, en donde puede haber un número indefinido de hexágonos, por ejemplo a la molécula del fullereno con 60 átomos de carbono contiene doce pentágonos y veinte hexágonos.

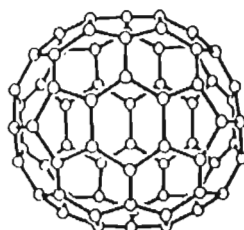
La nomenclatura usada comúnmente para este tipo de moléculas es colocando el símbolo del elemento y después la cantidad de átomos que está molécula, por ejemplo la fórmula

para el fullereno de 60 átomos de carbón se representa como C_{60} . Sin embargo, también lo suelen representar a estas mismas moléculas colocando primero entre paréntesis la cantidad de átomos de la molécula y enseguida el nombre científico de la misma, poniendo como ejemplo nuevamente la molécula con sesenta átomos de carbón su nomenclatura sería la siguiente [60] fullereno. El carbón tiene la capacidad de 4 enlaces en cada átomo lo que significa que existe en cada anillo pentagonal o hexagonal la presencia de un enlace doble, para que exista estabilidad dentro del mismo.

(La nota que el número global de ataduras en un fullereno C_n , es $3n/2$.)



[60]Fullereno



[70]Fullereno

Con respecto a la nomenclatura utilizada para los metalofullerenos o endohedral fullerenos es la siguiente, por ejemplo el fullereno C_{76} teniendo atrapado en su interior el átomo del lantano (La) su nomenclatura es $La@C_{76}$.

3.3 SOLUBILIDAD.

La solubilidad de las nanoestructuras de carbono, tiene un gran interés, debido a que esta propiedad es aprovechada para poder extraerlas con mayor facilidad, dentro de las cámaras de vacío después de su síntesis. También esta propiedad es aprovechada por los químicos sintéticos, para su manipulación con polímetros. Para determinar la solubilidad de los fullerenos es muy complicado, ya que las soluciones son oscuras y opacas, y esto dificulta determinar si el fullereno sólido se ha disuelto por completo.

Los fullerenos llegan hacer solubles en una gama muy amplia de solventes, y se han realizado varios estudios para encontrar un patrón que ayude a explicar su solubilidad, la cual no se ha podido encontrar, y la única manera de saber su solubilidad es consultando en tablas, que se han hecho con base a varios estudios de laboratorio. En el anexo No. (4), se muestran los estudios de solubilidad del C_{60} y del C_{70} hechos en laboratorio. Cabe mencionar, que los solventes más utilizados son el tolueno y el metanol, debido a su bajo costo y relativa seguridad.

3.4 ESTABILIDAD TÉRMICA Y OXIDANTE.

Hasta ahora se ha estimado que la matriz principal de los fullerenos se sublima alrededor de los 1000 °C. Pero en el caso de los derivados de fullerenos con polímeros es probable que este disminuya alrededor de los 750 °C.

La descomposición de los fullerenos es mucho más rápida en la presencia de oxígeno, ya que puede absorberse a la magnitud de 4% de O₂, y esto se agrava más en presencia de rayos UV, a tal grado que puede llegar a descomponerse alrededor de los 250 °C. En el anexo No. (5), se muestran las propiedades como sólido del fullereno C₆₀.

3.5 ESTABILIDAD QUÍMICA.

Se ha comprobado que las nanoestructuras de carbono son químicamente estables, al realizarse un experimento cuando se están produciendo con el método de ablación láser, el cual será explicado más adelante en el próximo capítulo. En este experimento, dentro de la cámara de evaporación de grafito por láser, se obtuvo su espectro de masa de los racimos condensados y después se agregó al final de la cámara un tubo de reacción el cual contenía los siguientes reactivos NO, H₂, CO, SO₂, O; y se inyectó NH₃ en el arroyo de gas. Cuando esto fue hecho, se volvió a sacar el espectro de masa, en el cual se encontró que no existía ninguna variación llegándose a la conclusión de que los fullerenos eran químicamente estables.

3.6 NANOTUBOS DE CARBONO.

Además de los fullerenos hay otra clase, la cual es llamada nanotubos de carbono, que tienen forma de tubo, estos fueron descubiertos en 1991, por Sumio Iijima en los laboratorios NEC, cuando observaba la punta de un electrodo de grafito que había sido sometido a una descarga eléctrica, encontrando un tubito que estaba formado con átomos de carbono, las investigaciones subsecuentes revelaron que los nanotubos de carbono están formados en las paredes del cilindro con hexágonos, y en los extremos están en ocasiones formados de hexágonos y pentágonos, como si tuvieran la mitad de un fullereno como por ejemplo el del C₆₀. La longitud de los nanotubos llega a variar, se han encontrado de 10 nm, hasta de varias micras, su semejanza a un cilindro los hace estructuras fascinantes, aptas para muchas tareas en el ámbito de la nanotecnología. Como lo es en materiales compuestos, al tener excelentes propiedades mecánicas, ya que estos llegan a ser 100 veces más resistentes y 6 veces más ligeros que el acero, en caso de la electrónica, se pueden utilizar en almacenamiento magnético de información, almacenamiento de gas, catálisis, separación química, etc. Otro ejemplo, es que los investigadores de IBM han conseguido utilizar nanotubos de carbono para crear circuitos lógicos

Así los nanotubos de carbono tienen una enorme cantidad de aplicaciones más, que no se ha podido explotar, ya que su problema radica en la dificultad que se tiene en su manipulación así como las cantidades tan pequeñas que se producen de este material que son del orden de un par de gramos, como para darles un uso comercial, pero con los avances que se logran en este campo, se espera que en poco tiempo las aplicaciones comerciales sean una realidad.

3.6.1 Estructura de los nanotubos de carbono.

Los nanotubos son unos cilindros, en donde sus paredes, están esencialmente formadas por anillos en forma de hexágonos, formando una trampa cilíndrica, con una geometría que tiene forma de celosía. Las distancias que existen entre átomos son de alrededor de 0.315nm. Dentro de los nanotubos existen 2 clases, los de pared única y los de pared múltiple. Los nanotubos de pared única, están formados por únicamente una capa de átomos y llegan a tener un diámetro mínimo de hasta de 1 o 2 nanómetros (Figura 3.6.1-1), y los de pared múltiple, están formados de varias capas de nanotubos uno dentro de otro y así sucesivamente, el espacio existente entre las paredes o un nanotubo dentro de otro es de 0.34 nm (Figura 3.6.1-2).

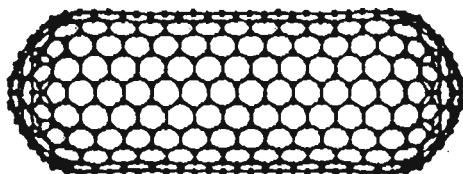


Figura (3.6.1-1). "Nanotubo de pared única."

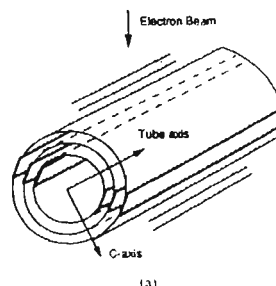


Figura (3.6.1-2). "Nanotubo de pared múltiple."

3.6.2 Elasticidad de los nanotubos de carbono.

Cuando los nanotubos fueron descubiertos en 1991 por Sumio Iijima, éste al tratar de estudiar la superficie para sacar los modelos para la difracción de electrones descubrió que las series hexagonales en la estructura apalada tenían una gran elasticidad alrededor de la circunferencia de los nanotubos de carbono.

3.6.3 Propiedades eléctricas, mecánicas y aplicaciones de los nanotubos de carbono.

a) Propiedades eléctricas.

Desde el inicio del estudio de los nanotubos de carbono se intuyó que podrían ser semiconductores, si cumplían cierto diámetro y elasticidad. Esto fue lo que origino que se incrementara su estudio enormemente. Hoy en día se ha encontrado que estos llegan a comportarse como semiconductores, pero que no tiene nada que ver el diámetro y la elasticidad, si no que si su estructura geométrica de hexágonos se observa en un plano se ve que tiene una secuencia de zigzag, y los defectos que llegan a presentar en los nodos de está secuencia y sobre todo en los extremos de los mismos, es lo que origina que sean semiconductores. También se ha encontrado que los nanotubos tienen la propiedad de ser superconductores a tempera ambiente cuando a estos están sujetos a una presión externa.

b) Propiedades mecánicas.

Aparte del las propiedades eléctricas únicas de los nanotubos de carbono, estos también tienen propiedades mecánicas únicas, y se ha considerado como la ultima fibra de carbono que se puede utilizar como refuerzo en un material compuesto. Las pruebas que se han hecho a nanotubos de carbono individualmente se ha comprobado que es el material mas resistente que hasta hoy se conoce, ya que estos están compuestos por enlaces covalentes, que es el enlace más fuerte conocido en la naturaleza y aunado a que los nanotubos de carbono se basan en una estructura con un arreglo geométrico perfecto, haciéndolo el material y la fibra de carbono mas fuerte conocida hasta hoy.

Los estudios hechos hasta el momento en los nanotubos de carbono, para determinar su resistencia a la tensión han sido con diferentes técnicas como lo son: microscopia electrónica tanto en TEM, SEM y muy recientemente con microscopia de fuerza atómica, en donde los nanotubos son atados en sustratos y se someten a vibraciones muy intensas, en estas pruebas se han encontrado variaciones, que están en el rango de 0.8 hasta 5 TPa.

De acuerdo a todas las simulaciones que se han hecho los nanotubos de carbono, presentan la propiedad conocida como memoria de forma, de tal forma que está sería la razón del por que prácticamente siempre aparecen en forma recta.

Los nanotubos presentan una gran flexibilidad para ser doblado, y se ha sugerido que esta flexibilidad, depende de varios parámetros, como del espacio interior, espesor y longitud del tubo, las simulaciones hechas arrojan que esta conducta de deformación es una de las propiedades mas interesantes de los nanotubos de carbono, ya que regresan a su posición original y pueden sostener tensiones extremas de 40% antes de llegar a la fractura y en caso de llegar a la fractura de sus ataduras, los nanotubos vuelven a recuperarse de severos daños, y esto se debe a que los átomos de carbono quedan inestables y vuelven nuevamente a rehibridarse, y enlazarse para quedar nuevamente estables, y estas propiedades son sumamente importantes para sus aplicaciones mecánicas. A continuación se presentan dos imágenes, una en donde se muestra la simulación por computadora, de la flexibilidad que tienen los nanotubos de carbono al ser doblados (Figura 6.3.6-1), y la otra imagen que se presenta es la de una imagen real de un nanotubo, en donde se demuestra la flexibilidad que tienen (Figura 6.3.6-2).



Figura (6.3.6-1). Simulación por computadora, en donde se muestra la flexibilidad de los nanotubos de carbono.

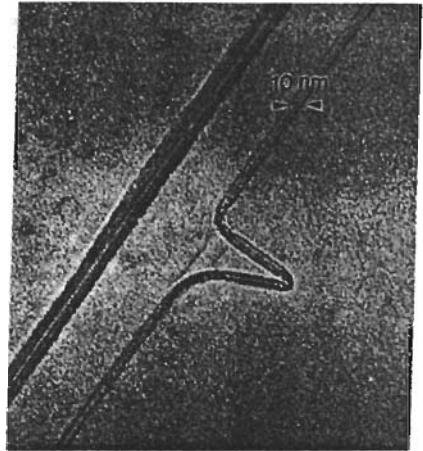


Figura (6.3.6-2). Imagen real de un nanotubo de carbono en donde se muestra la propiedad fascinante de su flexibilidad.

c) Otras Propiedades y aplicaciones de los nanotubos de carbono.

Otras propiedades que son de gran importancia dentro de los nanotubos de carbono a parte de las propiedades ya descritas son que tienen una densidad muy baja de 0.8 g/cm^3 hasta 1.40 g/cm^3 , que comparado con el grafito que es de 2.26 g/cm^3 , dándole una gran cantidad de aplicaciones en donde se necesita una gran ligereza, también tienen una buena resistencia al ataque químico y una estabilidad térmica alta y otras propiedades más. Otra de las aplicaciones con gran potencial es que dentro de los nanotubos de carbono llegan a quedar atrapados óxidos metálicos, dándoles otras propiedades muy distintas, y con base a esto se ha especulado que si se agrega un óxido metálico, magnético dentro de su estructura se pueden utilizar para la creación de unidades de almacenamiento de datos.

También se ha encontrado que los nanotubos semiconductores cambian de resistencia de un modo drástico cuando se exponen a álcalis, halógenos y otros gases a temperatura ambiente. De ahí la esperanza en lograr mejores sensores químicos.

Unas de las cosas que se han especulado es que los nanotubos podrían almacenar hidrógeno en su interior hueco y liberarlo gradualmente, lo que representaría en la creación de pilas de combustible baratas y eficientes. También albergan iones de litio, que podrían llevarnos a pilas de mayor duración.

Otra de las propiedades de los nanotubos de carbono y que ya esta por salir al mercado, es que al unir nanotubos en la punta de un microscopio barrido, los nanotubos pueden amplificar la resolución lateral del instrumento en factor de diez o más, permitiendo representaciones claras de las proteínas y otras moléculas.

Una de las aplicaciones que se les ha dado a los nanotubos, es que se han combinado con un polímero y se ha encontrado que estos refuerzan al polímero dándole fuerza y dureza altas, y se ha considerando pueden ser usados como un material estructural compuesto de gran ligereza.

Hay otra propiedad dentro de los nanotubos de carbono llamado emisión de campo, esta propiedad consiste que el nanotubo de carbono es capaz de emitir electrones en uno de sus extremos. Esta propiedad permitirá sustituir a los televisores y los monitores de ordenador, voluminosos y poco eficientes, por paneles planos de menor volumen y mayor rendimiento, sin disminuir el brillo, varias compañías están utilizando esta propiedad como por ejemplo la Samsung, que esta apunto de sacar al mercado monitores con nanotubos de carbono, en donde cada nanotubo de carbono emite un haz. Al tener miles de nanotubos en la pantalla, es lo que permite que se formen las imágenes. Otra compañía que está utilizando esta propiedad es Ise Electronics que ha fabricado prototipos de bombillas de tubos de vacío en seis colores, que tienen un consumo energético de 1/10 y el doble de brillo de las bombillas tradicionales, También tienen una mayor duración, ya que el primer prototipo ha funcionado bien durante más de 10.000 horas y aún no ha fallado.

A continuación se muestra un cuadro en donde se muestran algunas de las propiedades de los nanotubos, comparándolo con otros materiales.

Propiedad	Nanotubos de pared única	Comparación
Tamaño	0.6 a 1.8 nanómetros de diámetro	La litografía de haz electrónico puede crear líneas de 50 nm de ancho.
Densidad	0.8 a 1.40 g/cm ³	El aluminio tiene una densidad de 2.7 g/cm ³
Resistencia a la tracción	45 mil millones de pascales	Las aleaciones de acero de alta resistencia se rompen a alrededor de 2 mil millones de pascales.
Elasticidad	Pueden doblarse a grandes ángulos y vuelven a su estado original sin daño.	Los metales y las fibras de carbón se fracturan ante similares esfuerzos.
Capacidad de transporte de corriente	Estimada en mil millones de amperes por centímetro cuadrado	Los alambres de cobre se funden a un millón de amperes por centímetro cuadrado aproximadamente.
Emisión de campo	Pueden activar fósforos con 1 a 3 voltios si los electrodos están espaciados una micra	Las puntas de molibdeno requieren campos de 50 a 100 voltios/m y tienen tiempos de vida muy limitados.
Transmisión de Calor	Se predice que es tan alta como 6,000 vatios por metro Kelvin, a temperatura ambiente.	El diamante casi puro transmite 3,320 V/mK
Estabilidad térmica	Estable aún a 2,800 grados Celsius en el vacío, y 750 °C en aire.	Los alambres metálicos en microchips funden entre 600 y 1000°C.

4 SÍNTESIS DE NANOESTRUCTURAS DE CARBONO

4.1 INTRODUCCIÓN.

Los métodos de síntesis de fullerenos comenzaron cuando Harry Kroto y su equipo de la Universidad de Sussex y Richard Smalley de la Universidad de Rice, empezaron a realizar experimentos para producir artificialmente polvo estelar como el que se encontraba en las estrellas rojas, usando un evaporador de carbono de campanilla, esto consistió en evaporar el carbono al calentarlo con unas resistencias en una atmósfera de helio a 20 Torr de presión. En estas pruebas generaron un desorden en el humo producido dentro de la cámara, que posteriormente el cual fue analizado bajo el espectro de masa, encontrándose que se habían formado moléculas del C_{60} .

Hoy en día existen varios métodos para la síntesis de los fullerenos, pero en su gran mayoría básicamente es lo mismo, se basan en la evaporación del grafito con diferentes técnicas. A continuación se presentan algunas de ellas.

4.2 SÍNTESIS DE NANOESTRUCTURAS DE CARBONO POR MÉTODO DE ARCO ELÉCTRICO.

La producción de Fullerenos por este método es un proceso simple. Se pasa una corriente eléctrica grande a través de la barra de grafito, en una atmósfera de gas inerte, mientras se evaporan las barras se genera una pelusa llamada hollín de fullerenos. A pesar del uso del término "hollín," éste no es un producto de la combustión; si no de la evaporación del puro carbono en esa atmósfera inerte, para después condensarse y formar las nanopartículas. En la figura (4.2-1) se muestra la imagen de una cámara utilizada en el sistema de arco eléctrico.

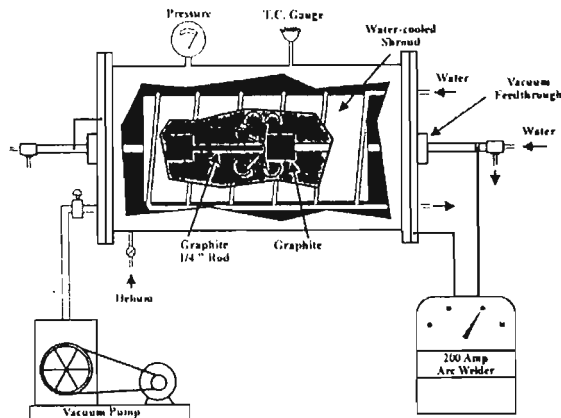


Figura (4.2-1). Cámara de Producción de Hollín, para la formación de carbono nanoestructurado.

4.2.1 Producción de hollín.

Actualmente para la generación del hollín para la producción de nanoestructuras de carbono pueden ser divididos en dos clases de acuerdo a su uso, la primera se le conoce de bajo rendimiento para la producción de cantidades limitadas de unos cuantos gramos por alrededor de 10 a 20 días y la de alto rendimiento en donde se pueden producir centenares de gramos de hollín al día.

4.2.2 Condiciones o variables en la síntesis de los fullerenos por el método de arco eléctrico.

Las condiciones óptimas para la producción de hollín dentro de la cámara son sumamente dependientes. De hecho, no se han identificado todas las variables influyentes en el proceso pero las más importantes que se han identificado hasta el momento son la especie de gas y su pureza, presión de la cámara, y tamaño de la barra de grafito, entre otras menos importantes como el voltaje, la proporción de la distancia de los electrodo, el uso de a.c. contra un d.c., la fuente de alimentación, dimensiones de la cámara y geometría.

El gas utilizado debe ser de una especie inerte, y debe de ser de una pureza muy alta, para esto se han utilizado argón y nitrógeno pero en la actualidad el helio es la opción universal porque los rendimientos son substancialmente superiores.

Con lo que respecta a las presiones se han hecho varias pruebas que van de 25 Torr hasta 3 atmósferas y la investigación hecha por R. E. Haufler nos dice que el rango optimo es de 100-200 Torr. Mientras que científicos como Scrivens que utilizan una cámara diferente, salen de este rango y nos dicen el máximo rendimiento lo tiene a los 450Torr.

Con lo que respecta a las barras de grafito estas deben tener una pureza de 99.99%, ya que en uno de los estudios realizados, el grafito no tenia está pureza y contamina la cámara de vacío con un 10% de H₂, y esto significo el fracaso de la producción ya que no se formo ningún fullereno. Otra de las variantes que influye en el proceso dramáticamente, es el diámetro del electrodo en donde el rendimiento se cae cuando el diámetro de la barra aumenta, como lo muestra la tabla (4.2.2-1).

Tabla 4.2.2-1

Diámetro del electrodo en mm.	Diámetro del electrodo en Pulg.	Eficiencia %
12.5	½	7
6	¼	10
3	1/8	20

4.3 SÍNTESIS DE NANOESTRUCTURAS DE CARBONO POR EL MÉTODO DE (ABLACIÓN LÁSER).

La síntesis de nanoestructuras de carbono, por este método consiste en la evaporación de grafito por medio de un láser pulsado, en donde se enfoca intensamente un rayo con una energía de 10- 100 MJ, en un plato de grafito con una duración de 5ns, el material vaporizado por este rayo es expulsado por un motor a reacción supersónico que genera una ráfaga de gas inerte (helio), que fluye por toda la superficie, originándose una mezcla con el hollín. Este a su vez apaga y enfría la superficie del plato. Al salir esta mezcla de la cámara como un arroyo de gas, sufre una expansión supersónica enfriándose, y el cual origina que se condensen racimos que contienen varios cientos de átomos, tal y como lo muestra la figura (4.3-1).

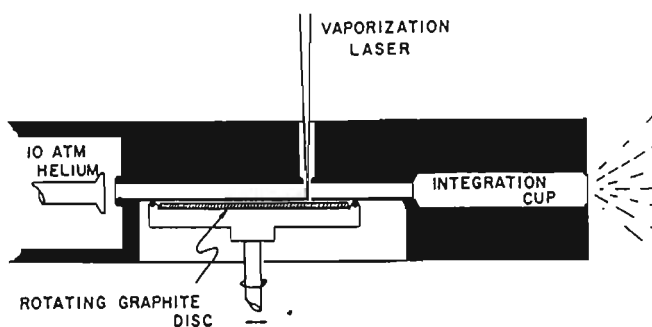


Figura (4.3-1). En esta figura se muestra el proceso mediante el cual se evapora un disco de grafito por medio de un rayo láser.

4.4 SÍNTESIS DE NANOESTRUCTURAS DE CARBONO POR EL MÉTODO DE COMBUSTIÓN.

Este método para la producción de nanoestructuras de carbono es muy simple, consiste en generar una flama de benceno (C_6H_6)/oxígeno, en un quemador enfriado con agua dentro de una cámara, a baja presión, con gas inerte (Helio). En donde dicha cámara consta con ventanas para la supervisión visual de la ignición eléctrica y la observación de la flama. En la figura (4.4-1), se muestra la cámara usada para tal fin.

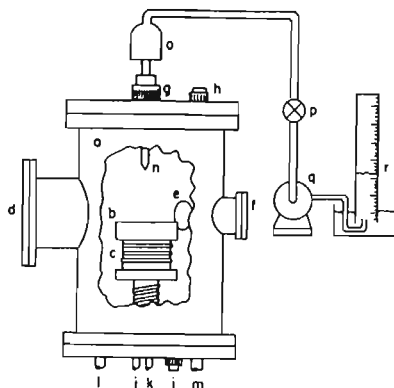


Fig. (4.4-1). Cámara utilizada para la síntesis de fullerenos por combustión: b. quemador para la combustión, c. serpentín con flujo de agua para enfriamiento d, e, y f. ventanas q, p, o, y g. equipo de bombeo l, j, k, i, y m. entradas y salidas de agua y combustible.

El quemador consiste de un tubo de cobre horizontal, de 100mm de diámetro con 12mm de espesor, y en donde en la parte superior se encuentran orificios de 1mm de diámetro, con una separación de 2.5mm. Alrededor de este tubo de cobre se encuentra un serpentín, en donde se hace pasar agua para el enfriamiento del mismo.

Las condiciones dentro de la cámara, en donde se obtienen los mejores rendimientos, es ha un rango de 37-70 Torr en una atmósfera de Helio, en donde la velocidad del flujo del combustible es de 50m/s, todo esto durante 1 a 2hrs. Resultando que el 5% del hollín generado dentro de la cámara son fullerenos.

4.5 EXTRACCIÓN Y SEPARACIÓN DE LAS NANOESTRUCTURAS DE CARBONO

4.5.1 Extracción de las nanoestructuras de carbono.

Para la extracción de los fullerenos se usa la solubilidad del mismo y para esto se han utilizado una gran variedad de solventes, pero él más usado es el tolueno debido a su bajo costo, seguridad relativa, bajo punto de ebullición, y por el tener una gran capacidad para almacenar fullerenos en la solución.

Como primer paso se extrae en frío el hollín disolviéndolo con el tolueno al punto máximo de saturación que es de una proporción de (2.8 mg/ml), en un aparato de Soxhlet filtrándose. En donde se encontraran fullerenos en los siguientes porcentajes $\approx 80\%$ C60, $\approx 20\%$ C70, y $\approx 1\%$ de fullerenos más grandes. Este procedimiento se recomienda hacerlo más de una vez. En la Universidad de Arizona se han obtenido excelentes resultados usando la proporción de 40g en 4 litros de tolueno este se agita en una botella vigorosamente dejándola de pie durante toda la noche para posteriormente filtrarlo con

papel filtro fino enseguida se usa la cromatografía y finalmente se separa el tolueno con un evaporador rotatorio, dejando la mezcla de fullerenos

4.5.2 Separación de las nanoestructuras de carbono.

El método usado para la separación de los fullerenos es la cromatografía columna modificada de alumina, el cual puede obtener grandes cantidades de C_{60} en 2 a 3 días y C_{70} en 7-10 días en un alto porcentaje de pureza. Hay otro método apenas descubierto en donde también se usa la cromatografía y es un sistema que obtiene resultados en unas cuantas horas, en vez de unos días, la única diferencia es que se usa 10 litros de diclorobenceno a su punto de ebullición de 178°C para posteriormente quitarse con un evaporador rotatorio.

4.6 SÍNTESIS DE NANOTUBOS DE CARBONO.

4.6.1 Síntesis de nanotubos de carbono por arco eléctrico y ablación láser.

En la síntesis de nanotubos de carbono por arco eléctrico, únicamente existen dos variables que cambian significativamente, en donde la primera variable es la presión que debe ser superior a los 500 Torr en lugar de los 100-200 Torr usuales, la otra variable es del uso de un catalizador, que esta compuesto por la mezcla de (Fe, Co, Ni) el cual es colocado en los electrodos de grafito. En la técnica de ablación láser la única variable existente es la presión que se debe ser arriba de los 400torr, sin la utilización de ningún catalizador.

Ventajas y desventajas del método de arco eléctrico.

Rendimiento normal: Hasta un 30 % en peso.

Ventaja: Las altas temperaturas y los catalizadores metálicos añadidos a las barras puede producir nanotubos de pared única y múltiple con pocos defectos estructurales o ninguno.

Limitaciones: Los tubos tienden a ser cortos (50 micras o menos) y depositarse en formas y tamaños aleatorios.

Ventajas y desventajas del método por Ablación láser.

Rendimiento normal: Hasta un 70 %.

Ventajas: Producen nanotubos de pared única con una gama de diámetros que se pueden controlar variando la temperatura de reacción.

Limitaciones: Este método necesita un láser muy costoso.

En este método se pueden obtener nanotubos libres de impurezas de alrededor de un 10% y la mayoría de las aplicaciones en dispositivos en electrónica han sido por el éxito de este método.

4.6.2 Síntesis de nanotubos de carbono por el método de depósito químico de vapores de gases (CVD).

En la síntesis de nanotubos de carbono además de las técnicas anteriores hay otra llamada deposición química en fase vapor (CVD). Esta fue desarrollada e introducida por Morinubo Endo, de la Universidad de Shinshu en Nagano, con la única finalidad de fabricar nanotubos. Esta técnica consiste en colocar un sustrato con una capa de catalizador metálico (como lo son alumina, óxido de silicio, cobalto, níquel y hierro), en su superficie, para después ser colocado dentro de un horno, el cual se calienta a 720 grados centígrados y lentamente se le añade un hidrocarburo, en donde el más usado es el metano, el cual libera átomos de carbono, que se pueden recombinar en forma de nanotubos. En la figura (4.6.2-1), se muestra el diagrama de una cámara utilizada en esta técnica.

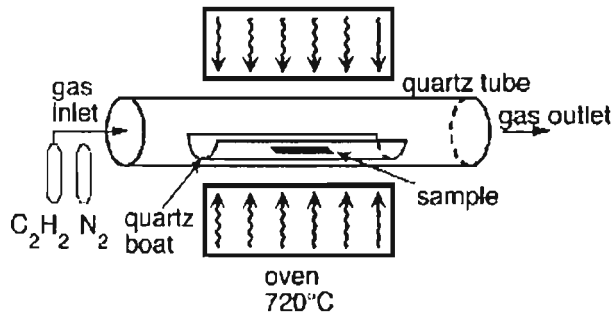


Figura (4.6.2-1). Cámara utilizada para la síntesis deposición química en fase vapor (CVD).

Este método tiene un rendimiento normal: de 20 a casi 100 %.

Ventajas: la técnica de CVD es la más sencilla de los tres métodos para su aplicación a escala industrial. Podría emplearse para fabricar nanotubos largos, necesarios en las fibras empleadas en materiales compuestos.

Limitaciones: Los nanotubos fabricados suelen ser de pared múltiple y a veces están plagados de defectos. De ahí que los tubos tengan sólo una décima de la resistencia a la tracción respecto a los fabricados por la descarga de arco.

4.6.3 Mecanismos de crecimiento de los nanotubos de carbono.

A pesar de que a ciencia cierta no se sabe con exactitud los mecanismos de crecimiento, y después de varios años de estudio de los nanotubos de carbono de pared múltiple, se ha propuesto que el crecimiento ocurre cuando la precipitación del carbono disuelto en una partícula catalizadora, esta tiene la función de una base en donde se empieza a formar la estructura tubular y esta continua al irse agregando átomos de carbono en todo el perímetro

hasta formarse el nanotubo de carbono. Esto se basa en dos cosas en donde la primera es que se ha encontrado partículas del catalizador en los extremos de los nanotubos de carbono. Sea considerado hasta hoy en día probablemente dos mecanismos diferentes que operan en el crecimiento, por un lado el catalizador y por el otro la inestabilidad de las energías presentes del medio en donde se forma el nanotubo de carbono, que origina anillos pentagonales llevando al colapso del crecimiento del mismo.

Se ha encontrado que cuando se le agrega Y(itrio), al catalizador de Ni, Co y Fe, aumenta el crecimiento de los nanotubos de carbono, pero este no funciona como catalizador y esto se pudo constatar al ser usado exclusivamente, mostrando una nula actividad catalizadora.

4.6.4 Purificación de los nanotubos de carbono.

Para los nanotubos que se obtienen por el método de arco eléctrico y ablación láser, para poder ser utilizados en una aplicación, ellos deben ser purificados por que tienen algunas impurezas, como lo es grafito, carbono amorfo y el catalizador. Estas sustancias deben ser quitadas para dejar puras estructuras tubulares. El método utilizado para purificar los nanotubos de carbono, se basa en la oxidación del carbono someténdolos a temperaturas de alrededor de 400 a 700°C, en presencia de aire, en donde el reactivo sería el oxígeno. Esta es una técnica destructiva, en donde se tiene una pérdida de los nanotubos de carbono de alrededor de un 5 %. Últimamente se han estado utilizando ácidos concentrados, para remover los metales (Ni, Co y Fe), que se utilizan como catalizador.

4.7 SALUD Y PROBLEMAS DE SEGURIDAD.

En la síntesis de nanoestructuras de carbono, con la técnica de arco eléctrico, hay varias consideraciones que se deben tomar en cuenta, como lo es a la exposición del hollín, ya que esta compuesto por partículas muy pequeñas cubiertas de pelusa, que se pueden aerotransportar a distancias muy grandes y estas se pueden inhalar, para esto se recomienda una máscara para polvo, y también se deben de usar guantes apropiados para evitar el contacto directo con el hollín. Aun que los fullerenos no son peligrosos, la inhalación de pequeñas partículas por periodos prolongados puede provocar problemas de salud, por tal motivo se deben tomar las precauciones normales de laboratorio. Otra precaución que se debe tomar en cuenta es el uso de gafas protectoras de rayos UV ya que estas pueden dañar al ojo humano.

Los solventes usados en la síntesis de los fullerenos son tóxicos, inflamables o explosivos, y estos pueden originar mutaciones genéticas, cánceres y otras, lo cual el manejo de estos debe ser cuidadoso y se deben de usar los procedimientos de seguridad normales de laboratorio.

En el manejo de metales pesados en la síntesis de los fullerenos no son peligrosos, pero no esta por demás tomar las debidas precauciones en su manejo para no ingerirlos, inhalarlos o tener contacto con la piel

4.8 - TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN.

Existen varias técnicas de caracterización en los materiales, pero en esta tesis solo se utilizaron la microscopía electrónica, rayos x y difracción de electrones. De las cuales a continuación se da una explicación de que consisten estas técnicas.

4.8.1 Microscopía electrónica.

La microscopía electrónica es una herramienta muy poderosa, ya que en esta, se pueden conseguir alrededor de 2,000,000 aumentos, permitiendo la posibilidad de observar estructuras del orden de unos cuantos nanómetros, lo cual para esta tesis lo hace sumamente esencial.

El microscopio electrónico se desarrolló en el año de 1932, este consiste en utilizar un flujo de electrones en un tubo de rayos catódicos, el cual se debe mantener en un vacío, para que las partículas del aire no desvíen la dirección de los electrones.

En la microscopía electrónica existen 2 tipos de sistemas que son: Microscopía de Barrido (SEM) y Microscopía de Transmisión (TEM) que consisten en lo siguiente:

a) Microscopía de transmisión.

Este sistema consiste en dirigir el haz de electrones acelerados para que iluminen una sección muy fina de la muestra, en donde una parte de los electrones rebotan o son absorbidos por el objeto y otros los atraviesan, siendo estos últimos que crean una imagen aumentada de la misma. Se muestra una imagen de un microscopio de transmisión en la figura (4.8.1-a)

b) Microscopía de Barrido.

Comparado con el sistema de transmisión, este sistema tiene una menor resolución de los objetos pero tiene la capacidad de generar imágenes más útiles para conocer la estructura tridimensional de los objetos, ya que este sistema consiste en dirigir el haz de electrones para estos choques contra la muestra produciéndose una imagen ampliada de la superficie observada a través de la pantalla de un monitor. Se muestra una imagen de un microscopio de Barrido en la figura (4.8.1-b)



Figura (4.8.1-a). Microscopio de Transmisión (TEM)

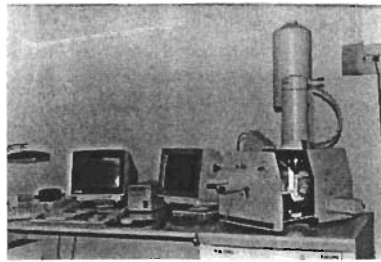


Figura (4.8.1-b). Microscopio de barrido (SEM)

Dentro de la microscopía electrónica se puede obtener el patrón de difracción de electrones, el cual nos da información muy importante como las distancias interplanares, que nos permiten determinar el tipo de material que se tiene, haciendo una comparación de las distancias entre planos que se obtienen experimentalmente, con las encontradas en una base de datos.

4.8.2 Difracción de rayos X.

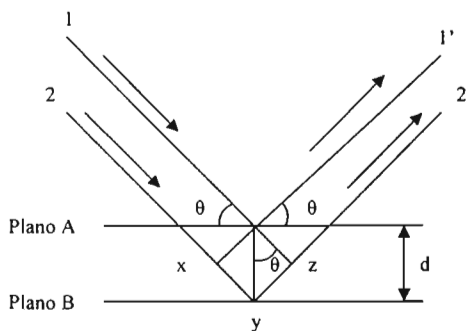
Las técnicas de difracción de rayos X aplicadas al estudio de materiales cristalinos, permiten obtener, en forma no destructiva, importante información sobre distintos aspectos de los mismos. Esta técnica es imprescindible para determinar: fases cristalinas presentes, proporción relativa de las mismas, orientaciones cristalinas preferenciales (textura cristalográfica), tensiones residuales y micro deformaciones.

a) Composición química (XPS).

Para determinar la composición química de la muestra que se desea analizar con esta técnica, en términos generales consiste en que cada elemento de la tabla periódica al ser bombardeado con un haz de rayos X a cierta magnitud, éste desprende los electrones que se encuentran en la orbita inferior, ya que está es la de menor energía, y por lo tanto es en donde se desprenden con mayor facilidad, una vez que ocurre esto, los electrones que se encuentran en las orbitas superiores tienden a bajar para cubrir los espacios dejados por los electrones desprendidos, y de esta manera es como los átomos vuelven a mantenerse nuevamente estables. De esta forma se emite a diferentes magnitudes el haz de rayos X sobre la muestra, y de acuerdo a la magnitud a la que se tuvo respuesta en el desprendimiento de los electrones, es como se determina la composición química y los porcentajes de los elementos presentes dentro de la muestra que se esta analizando.

b) Fases cristalinas (XRD).

Para determinar las fases cristalinas de la muestra que se esta analizando con la difracción de los rayos X se utiliza la ley de Bragg, la cual es mas fácil de entender con la siguiente figura.



Aquí lo que se hace es lanzar dos rayos X, 1 y 2, que son reflejados por los planos de la celda cristalina A y B, en donde el rayo 2-2' tiene que viajar una distancia de xy que el rayo 1-1'. La distancia entre los planos "d" y el ángulo de incidencia " θ " se relaciona con la distancia xy . Y con base a esto se puede sacar la siguiente relación: $xy=yz=d\text{sen}\theta$, así $xyz=2d\text{sen}\theta$, pero como $xyz=n\lambda$, por lo tanto $2d\text{sen}\theta=n\lambda$ y esta última es la ley de Bragg. Cuando la ley de Bragg se satisface, los rayos reflejados, están en fase e interfieren constructivamente.

Con base a esto se hacen incidir una gran cantidad de rayos a diferentes ángulos, para así generar una imagen tridimensional de los planos de la muestra que se está analizando y determinar con una mayor precisión las fases cristalinas del material, la cual se compara con una base de datos ya existente.

5.- DESARROLLO EXPERIMENTAL

5.1 INTRODUCCIÓN.

En este capítulo se presenta la descripción y el funcionamiento del equipo utilizado para sintetizar nanoestructuras de carbono por medio de un arco eléctrico continuo de c.d. En éste sistema se utiliza una cámara de vacío, en donde en su interior se producirá un arco eléctrico entre un recipiente hecho de grafito y una varilla del mismo material, bajo una atmósfera de una gas inerte.

5.2 DESCRIPCIÓN DEL EQUIPO.

Cátodo:

Se construyeron dos cátodos, en donde el primero se tuvo que armar, ya que éste es un recipiente, hecho por placas de grafito y forrado de una lamina de latón para mantener la forma hexagonal, sus dimensiones son de 9.5cm de profundidad con una inclinación lateral de 60°, con un diámetro mayor de aproximadamente de 13cm y un diámetro menor de aproximadamente de 5cm, en el interior del mismo. Se construyó una pieza de forma hexagonal, hecha de puro grafito, con un diámetro de 4cm y de 2cm de ancho, la cual se colocó en la parte inferior del cátodo como tapa de fondo. A continuación se presentan las imágenes del cátodo en donde:

Figura (5.2-a). Son las placas de grafito utilizadas.

Figura (5.2-b). Es la lamina de latón que le dará forma de un recipiente al cátodo.

Figura (5.2-c). Cátodo terminado.

Figura (5.2-d). Imagen de la tapa de grafito, que se colocó en la parte inferior del Cátodo.

Figura (5.2-e). Dimensiones de la tapa de grafito.

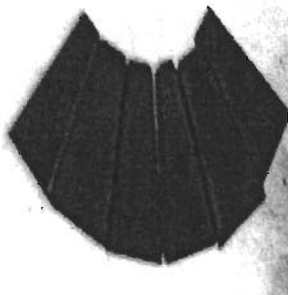


Figura (5.2-a). Placas de grafito de $\frac{1}{2}$ cm. de espesor.

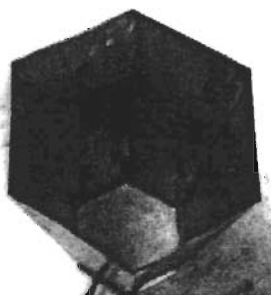


Figura (5.2-b). Carcasa de latón.

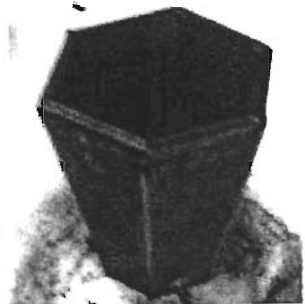


Figura (5.2-c). Cátodo terminado.

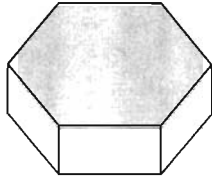


Figura (5.2-d). Imagen de la tapa de grafito, que se colocó en la parte inferior del Cátodo.

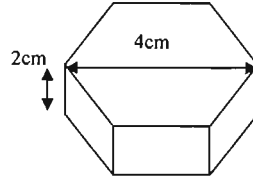


Figura (5.2-e). Dimensiones de la tapa de grafito.

Una vez terminado el cátodo, éste montó en la base de la cámara de vacío como a muestra en la figura (5.2-1).



Figura (5.2-1). Cátodo montado en la base de la cámara de vacío.

En la base del cátodo se colocó un sistema de enfriamiento de agua corriente, ya que aquí será, el punto en donde se producirá el arco eléctrico requerido para dicho experimento.

Las dimensiones del cátodo son como se muestran en la figura (5.2-2).

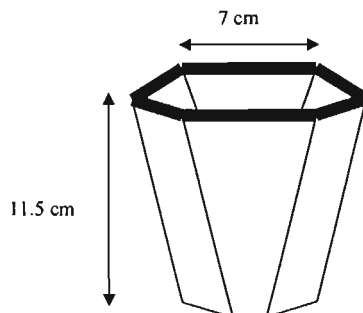


Figura (5.2-2). Dimensiones del cátodo con la carcasa de latón.

El ancho de las paredes del cátodo es de $\frac{1}{2}$ cm, y las medidas que se muestran en el dibujo anterior, son las del exterior del cátodo.

Cátodo de grafito.

El cátodo número dos que se utilizó para este trabajo, está hecho de puro grafito. El cual se muestra en la figura (5.2-3), y en la figura (5.2-4), se muestran las medidas del mismo.

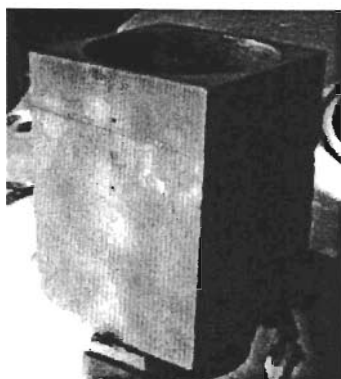


Figura (5.2-3). Cátodo de grafito.

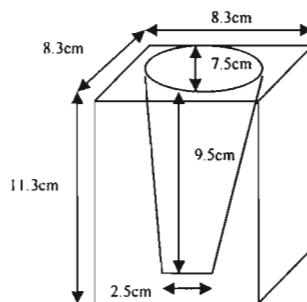


Figura (5.2-4). Esquema en donde se muestran las dimensiones del cátodo de grafito.

Ánodo.

Como ánodo se utiliza una varilla de grafito de 19mm de diámetro, montado en un tubo de cobre de $\frac{3}{4}$ " de diámetro, con una longitud de 50cm de largo. En el centro del tubo de cobre se colocó un tubo de vidrio como aislante, el cual fue pegado con un pegamento especial llamado Torr-Seal para vacío, que es muy estable a altas temperaturas. Este aislante fue colocado debido a que el ánodo atraviesa la tapa superior de la cámara, la cual está conectada a el cátodo. Entre la tapa superior de la cámara y el aislante de vidrio se colocó un o-ring, el cual permite ajustar, el acercamiento y alejamiento del ánodo al cátodo. En el interior del tubo de cobre se hizo pasar agua corriente como sistema de enfriamiento. En la figura (5.2-5) se muestra el ánodo montado en el tubo de cobre, y en la figura (5.2-6) se muestra un diagrama del ánodo.



Figura (5.2-5). Ánodo de grafito de 19mm de diámetro, montado al tubo de cobre

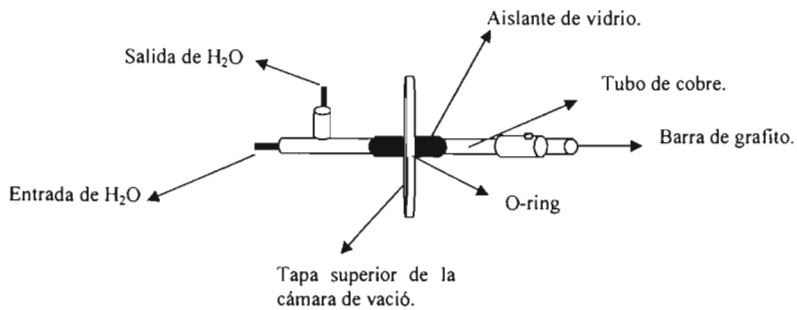


Figura (5.2-6). Diagrama en donde se muestra con más detalle el sistema en donde esta montado el ánodo.

Cámara de vacío.

La cámara de vacío utilizada, es del tipo campana, en la figura (5.2-7) se muestra la cámara que se utilizo para esta tesis.

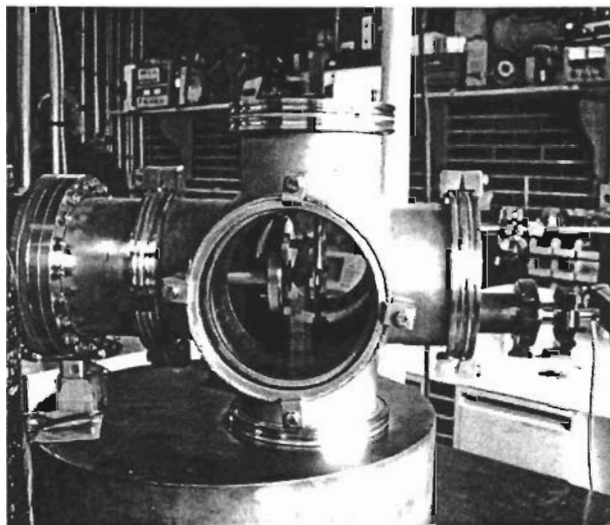


Figura (5.2-7). Cámara de vacío tipo campana, utilizada en esta tesis

Las dimensiones de esta cámara se muestran en la figura (5.2-8).

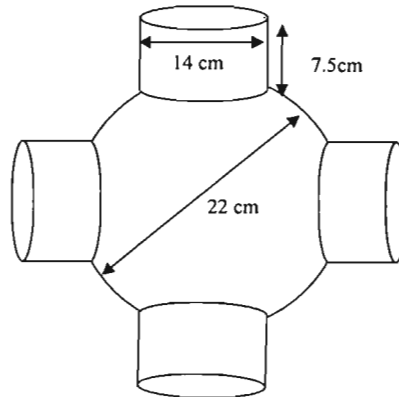


Figura (5.2-8). Las medidas aquí presentadas, son las del interior de la cámara.

Bomba de vacío.

Para formar vacío se utiliza una bomba mecánica de paletas rotatorias que consiste básicamente de un compresor de desplazamiento positivo sellado con aceite, el cual también sirve para lubricar las partes más ajustadas. La bomba tiene una cavidad cilíndrica interior donde se encuentra un cilindro excéntrico. Las paletas s' y s están colocadas en una ranura de dicho cilindro y empujadas por muelles que hay entre ellas, dividiendo en dos partes el espacio comprendido entre el cilindro y la pared interior de la caja. Este tipo de bomba tiene un rango de vacío de aproximado de 10^{-3} Torr y una velocidad aproximada de 1-400 litros/seg.

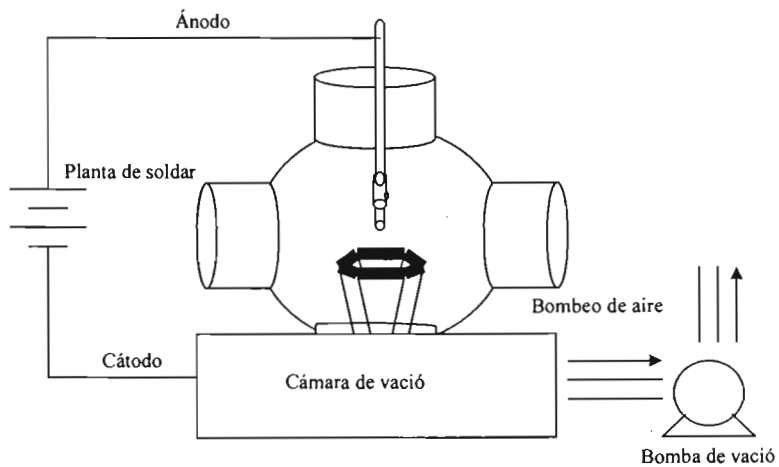
Arco eléctrico.

Para generar el arco eléctrico se utilizó una planta de soldar de la marca INFRA, con una salida de corriente continua de c.d., máxima de hasta de 200Amp, y un voltaje constante en la salida de 65Volts, la carga positiva a la salida de la planta se conecta al tubo de cobre en el cual está montado la varilla de grafito para ser utilizado como ánodo, y la carga negativa se conecta a la base de la cámara de vacío, la cual tiene montado el cátodo.

La planta utilizada se muestra a continuación:



Enseguida se muestra un esquema, en donde se puede observar como quedo montado el sistema utilizado para esta tesis.



5.3 PROCESO

El proceso constituye en intentar producir nanoestructuras de carbono, principalmente nanotubos, utilizando el método de arco eléctrico.

Para la realización de esta tesis, nos basamos en un artículo publicado por H. Huang, *et.al*, en la revista científica *Chemical physics Letters*, 343 (2001) 7-14, titulado "Large-scale rooted growth of aligned super bundles of single-walled carbon nanotubes using a directed arc plasma method", de tal forma que la mayoría del equipo y datos utilizados en este trabajo, provienen de dicha publicación.

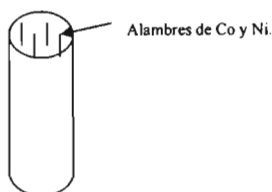
En primer lugar en la varilla de grafito utilizada como ánodo, se le hicieron 6 barrenos en una de sus caras, en donde se le agrego, en cada barreno un alambre de níquel y de cobalto, en una proporción de 1.5% por cada uno con una longitud de 2mm, tal y como se muestra a continuación. La preparación de este ánodo, con sus proporciones se obtuvo del artículo antes mencionado.

El diámetro de los alambres son los siguientes:

Diámetro del alambre de Níquel: 0.020".

Diámetro del alambre de Cobalto: 0.010".

Para obtener la cantidad de hilos de los alambres que se utilizarán como catalizador y mantener los porcentajes descritos en el artículo. Primeramente se obtuvo el peso de la barra de grafito, la cual peso 28g y tendiendo como longitud 8.3cm y por medio de la densidad del níquel y del cobalto, el cual es de 8.9g/ml para ambos, y considerando que en toda la barra tendrá las mismas proporciones de catalizador, esto es, si los alambres se encontraran en toda la longitud de la barra de grafito, nosotros obtuvimos por medio de la fórmula de densidad $\rho=M/V$, la cantidad de alambres que deberían ser colocados en dicha barra. De acuerdo a los cálculos realizados debían colocar 3 hilos de níquel y 12 de cobalto. La decisión de poner únicamente 2cm de longitud de los alambres de níquel y cobalto, es debido a que en cada prueba difícilmente se iba a consumir 2cm de la longitud de la barra de grafito.



Terminado de colocar los alambres en el ánodo, este se monto en el tubo de cobre, y sé continuo, colocando en el interior del cátodo (7%Ni, 7%CoO, 7%Fe) y 3%S, como medio de transporte, dentro de la cámara de vacío, estos dos electrodos ánodo y cátodo se colocaron verticalmente para la descarga eléctrica de c.d. Cabe mencionar que las proporciones de catalizador que se puso en el cátodo también se obtuvieron del mismo artículo.

Una vez montados el ánodo y el cátodo, la cámara se selló, y se empezó hacer vacío con la bomba mecánica, y se espero hasta que la presión de la cámara llegara en los rangos 40-70mTorr. Al llegar a esta presión se dejo de bombear para empezar a inyectar el helio.

Una vez inyectado el helio con 99.999% de pureza, se conecto la planta de soldar, y se acerco el ánodo hasta el cátodo, a una distancia aproximada de 2mm, para iniciar el arco eléctrico que se mantendrá durante 5min.

5.4 EL EXPERIMENTO

Mantener las cantidades catalizador y amperaje, descritas en el artículo en el que nos basamos para realizar este trabajo y realizar pruebas a tres diferentes presiones, que son de 400 Torr, la cual la consideraremos como baja presión, 550 Torr, a la cual la denominaremos como presión media y de 700Torr que será alta presión, estas pruebas se harán utilizando una corriente continua de 180A c.d. El objetivo de realizar estas pruebas a diferentes presiones, es debido a que en los artículos publicados, hay una variación con respecto a está misma, para la obtención de nanotubos de carbono.

Estas pruebas se realizaran, tanto con el cátodo revestido de latón, como con el cátodo de puro grafito.

Al terminar con las pruebas de presiones se iniciaran pruebas variando el amperaje de 100Amp a 180Amp y para concluir se realizara una prueba cambiando de c.d. a c.a. a 200A.

5.5 MAPEOS DE TEMPERATURAS

Mapeos de Temperatura a diferentes presiones y con flujos de helio.

El objetivo de realizar los mapeos de temperaturas con dos termopares a diferentes alturas del cátodo fue para estudiar el comportamiento de las temperaturas dentro de la cámara de vacío conforme a las diferentes presiones, y la segunda es debido a que existen reportes en donde en las técnicas de ablación láser y en la de deposito de vapor de gases, la temperatura es un factor que influye en la formación de los nanotubos de carbono. Así como para controlar hasta cierto punto la longitud de los mismos. Uno de los termopares, tomará las temperaturas de la superficie del cátodo, y el otro termopar la temperatura del helio a 1.5cm de distancia de la superficie de esté. Para identificar a los dos termopares, al termopar que se utilizara para obtener las temperaturas de la superficie del cátodo le nombraremos (A), y el que se encontrara midiendo la temperatura del helio lo nombraremos (B). Las pruebas se realizarán con tres presiones diferentes, que son de 250trr, 550trr y a 700trr.

Una vez concluidas estas pruebas, se realizaran pruebas utilizando flujos de helio, para observar las variaciones que puedan existir de la temperatura, al tener dicho flujo y determinar si podemos utilizar este flujo en la producción de las nanoestructuras de carbono. Las pruebas de flujos se realizarán a una presión media constante de 550trr, con tres flujos distintos los cuales serán de 100 ml/seg, 200ml/seg y 300ml/seg, esto debido a que a un flujo mayor provocaría la disminución de la temperatura dentro de la cámara de vacío impidiendo la formación de las nanoestructuras.

Para la realización de dichas pruebas se colocaron 2 tubos de acero inoxidable de 1/4" de diámetro en la tapa superior, en donde el primero de ellos, se coloco un resorte en uno de sus extremos. En uno de los extremos del resorte se colocaron los dos termopares A y B. En el otro extremo del tubo de acero de 1/4" se conecto un multímetro para realizar las mediciones correspondientes. Entre este tubo y la tapa superior de la cámara se coloco un o-ring para poder desplazar el tubo hacia arriba y hacia abajo y así poder hacer mediciones de las temperaturas a diferentes alturas del cátodo. En lo que respecta al segundo tubo, éste se utilizo para introducir el flujo de helio dentro de la cámara de vacío, pero a diferencia del otro éste se mantuvo fijo y muy cerca del fondo del cátodo, esto con el objetivo de disminuir la temperatura generada en esa zona y dispersarla a las zonas mas frías dentro de toda la cámara. En el diagrama 5.5-1 se muestra como se realizaron dichas pruebas, mediciones, así como la entrada y salida del gas.

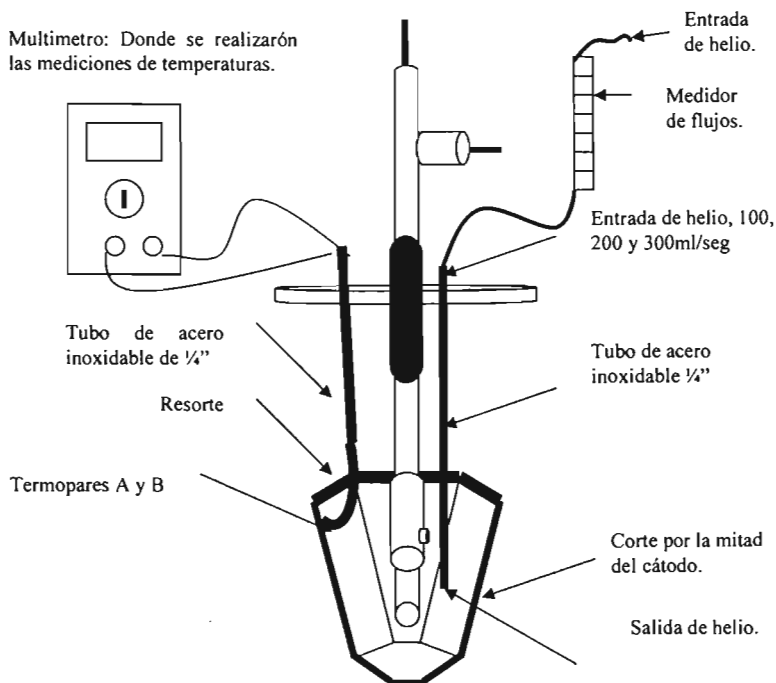


Diagrama 5.5-1. Figura que muestra un corte del cátodo, en donde se aprecia el sistema para realizar los mapeos de temperaturas.

6. RESULTADOS Y DISCUSIÓN.

Al iniciar con los experimentos, en la producción de las nanoestructuras de carbono se carecía del catalizador adecuado, por lo que se utilizó óxido de cobalto y hierro granulado, que era lo único que se tenía por el momento en el laboratorio. Se realizaron alrededor de 20 experimentos, utilizando una presión de 580torr, con 180Amp. de c.d. durante 5min, que son las condiciones que marcaba el artículo, en que nos basamos. No se logró obtener depósito alguno, pero se observó que los metales utilizados como catalizador en el ánodo, se fundían inmediatamente después de iniciar el arco eléctrico, formando una mezcla de metales en estado líquido en el fondo del cátodo, impidiendo que existiera evaporación de carbono, por lo que se decidió eliminar los metales utilizados en el ánodo, también se decidió que los metales utilizados como catalizador en el cátodo se mezclaran con un lubricante de grafito, de la marca (SLIP PLATE), formando una pasta homogénea. Debido a que el lubricante de grafito contenía un solvente, la pasta se dejó en el horno a 300°C, durante 24hrs, para eliminar a este para que no contaminara la cámara durante la descarga eléctrica.

Al realizar el primer experimento con estos nuevos cambios se logró obtener los primeros depósitos de material entre la malla colocada alrededor de ánodo y el cátodo. En estos depósitos obtenidos con óxido de cobalto y hierro se logró obtener nanotubos de carbón, fullerenos como el C_{60} , y otros fullerenos muy grandes llamados cebollas, tal y como se muestra en las imágenes 6-1 y 6-2.



Figura (6-1). Imagen obtenida en TEM, en donde se observan algunas nanoestructuras como los nanotubos de carbono.



Figura (6.2). Imagen obtenida en TEM, en donde se observa alguno que otro nanotubo de carbono y varias nanoestructuras.

Las imágenes 6-1 y 6-2 se obtuvieron por microscopía electrónica de transmisión. En estas imágenes se puede observar varias nanoestructuras que contienen material atrapado dentro de su estructura.

Debido a que el objetivo de este trabajo no era obtener este tipo de nanoestructuras de carbono, se decidió dejar a un lado el estudio de estas nanoestructuras, para un trabajo posterior, del cual se hablara más adelante en el capítulo 8, como un trabajo a futuro.

Una vez teniendo el catalizador adecuado, se continuaron con los experimentos tal y como se describe de aquí en adelante.

Depósito:

En el tubo de cobre del ánodo, dentro de la cámara, se colocó una malla de acero a una distancia de 2cm arriba del cátodo, de tal forma que la malla no hiciera contacto con el cátodo. En los experimentos realizados se logró obtener depósitos de fibras de carbono, los cuales son llamados pelusa de hollín, estos se depositaron entre el cátodo y la malla de acero, estas fibras de carbono se recolectaron con unas pinzas para su posterior análisis. A continuación se muestran las figuras 6-a, 6-b, 6-c y 6-d, en donde se muestra el depósito en la malla colocada, dentro de la cámara de vacío.

Depósito de las fibras de nanoestructuras de carbono dentro de la cámara.



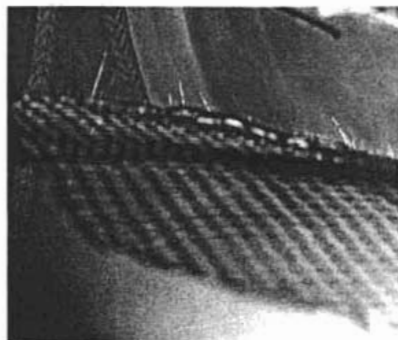
6-a) Aquí se puede observar el humo denso que se forma dentro de la cámara.



6-b) Aquí se observa como las fibras empiezan depositarse entre el cátodo y la malla de acero.



6-c) Aquí se observar el depósito de la pelusa de hollín en la malla de acero.



6-d) Aquí se puede ver las fibras con un largo de alrededor de 2cm en la malla de acero.

Uno de los primeros análisis que se hicieron al material depositado dentro de la cámara de vacío fue el de rayos x para determinar la composición y las fases cristalinas del material tal y como se describe más adelante.

Presión:

Con lo que respecta a la presión, se realizaron pruebas a 400, 550, y a 700 Torr, para ambos cátodos sin flujos de gas, y determinar en cual había mayor producción de nanoestructuras. Al concluir cada una de las pruebas se pudo observar que la presión final era alrededor de 30 a 40Torr, mayor que la inicial, debido al aumento de temperatura dentro de la cámara.

Amperaje:

El amperaje utilizado fue de 180Amp., debido a que este fue utilizado en el artículo en el que nos basamos para realizar este trabajo de investigación. Después de utilizar una corriente de c.d., se decidió realizar una prueba con corriente alterna a 180 Amp., para ver que efecto tenía, pero no se logró ningún depósito de material dentro de la cámara de vacío, por lo que se decidió continuar con la corriente directa.

Caracterización.

Rayos X.

Se obtuvieron espectros en XPS y XRD, para obtener la composición química y las fases cristalinas presentes del material recolectado de la cámara de vacío, estos análisis se presentan a continuación.

Composición química XPS.

Del material obtenido se le dio un par de muestras a un técnico encargado, para que le realizara las pruebas de XPS, el cual las realizó en las condiciones siguientes:

Se hizo el análisis en Espectroscopia de Fotoelectrones por rayos X, XPS (por sus siglas en inglés, X-Ray Photoelectron Spectroscopy). Se utiliza un sistema de ultra alto vacío de VG-Scientific Microtech Multilab ESCA2000, con un detector analizador CLAM4 MCD. Se utilizó una fuente de rayos X de Al K_{α} ($h\nu= 1456.6\text{eV}$) a 25 mA de intensidad de haz, con ánodo polarizado a 15 kV. El espectro XPS se obtuvo a 55° respecto de la normal a la superficie con un paso de energía constante $E_0=50\text{eV}$ para obtener la composición elemental.

Las muestras se erosionaron superficialmente con iones de Ar con 3 kV de energía, corriente de haz $2\mu\text{A}$ en 18mm^2 , para remover la contaminación ambiental. La cuantificación elemental se obtuvo con erosión superficial, después de erosionar 30 segundos.

Se hizo el análisis con el software SDPv4.1® usando el factor de sensibilidad reportado por Scofield [1]. La presión se mantuvo, durante la medición a $75\mu\text{Torr}$. La posición en energía se calibró con el orbital de Ag $3d^{5/2}$ en la posición de 367.6 eV , con una resolución (FWHM) de 1.0 eV .

El análisis de XPS se realizó a las fibras obtenidas a las condiciones de 550 Torr de presión, del cátodo con la carcasa de latón y del de puro grafito. En el espectro de la figura 6-3, se muestra el análisis hecho a las muestra obtenida del cátodo de latón y en la figura 6-4 se muestra el espectro hecho a las muestra obtenida en el cátodo de puro grafito.

En el espectro que se muestra en la figura 6-3, se puede observar que las muestras obtenidas con el cátodo que tiene la carcasa de latón, presentan contaminación del elemento Zinc, esto es debido a que el latón lleva en su composición Zinc, y este elemento su punto de fusión es de 420°C y el de ebullición es de 906°C , y en el cátodo en la parte inferior que es en donde se forma el arco eléctrico la temperatura que llega a superar esas temperaturas.

En el espectro de la figura 6-4 se puede observar, en la parte superior izquierda, la composición química presente en las muestras, y a diferencia de la grafica 6-3 esta no contiene zinc.

Como en la grafica 6-4 no presento contaminación alguna de zinc, se procedió obtener con precisión la composición química, que se puede observar en la parte superior izquierda, las muestras tenían "O" como contaminante, haciendo una comparación únicamente de los elementos de interés tenemos una composición de:

Elemento	%
Ni	2.9
Co	2.1
Fe	2.8
C	92.2
Σ	100

Sample Description: VGX900 ASCII Data Survey

File Type: VGX900
Pass Energy: 50.00 eV
Shift (Offset): 0.0 (0.0) eV
Wed Jan 06 03:04:38 1999

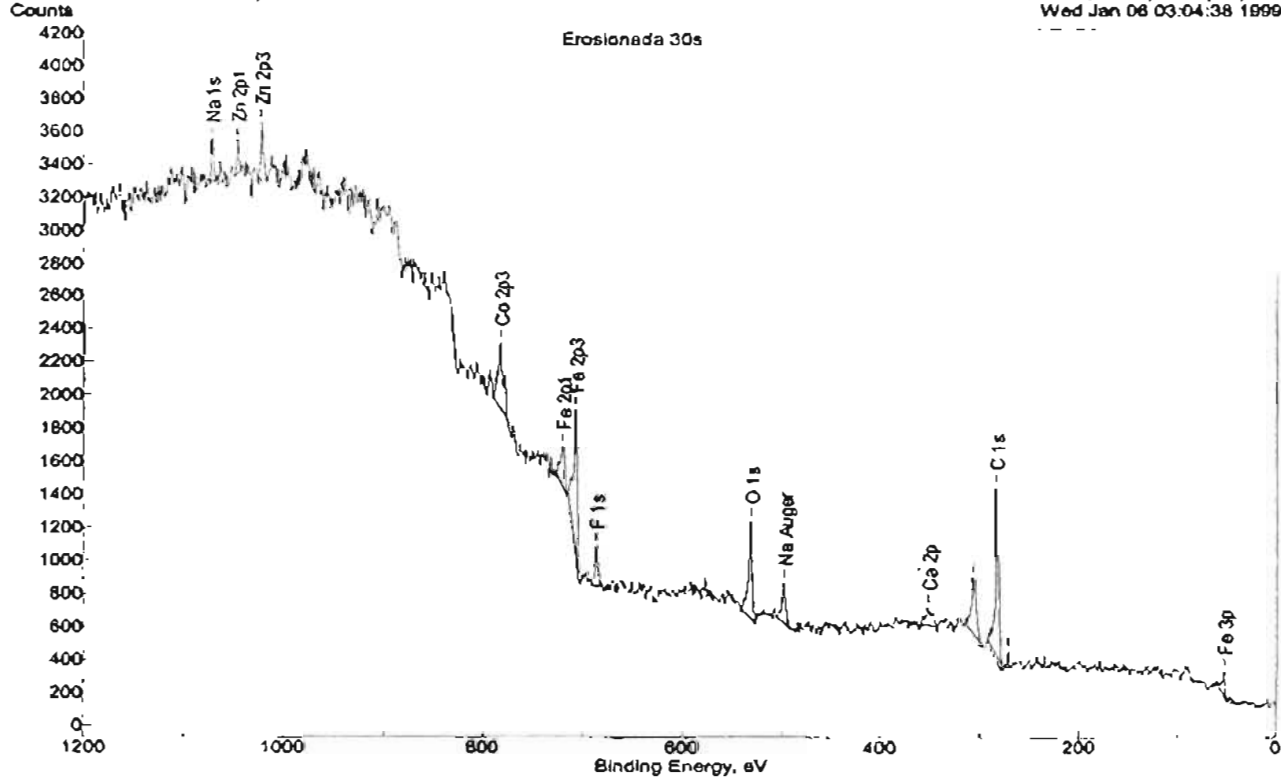


Figura 6-3. Espectro de XPS hecho a las muestras obtenidas con el cátodo de tiene la carcasa de latón.

Sample Description: VGX900 ASCII Data
Survey

File Type: VGX900
Pass Energy: 50.00 eV
Shift (Offset): 0.0 (0.0) eV
Sun Feb 28 18:20:32 1999

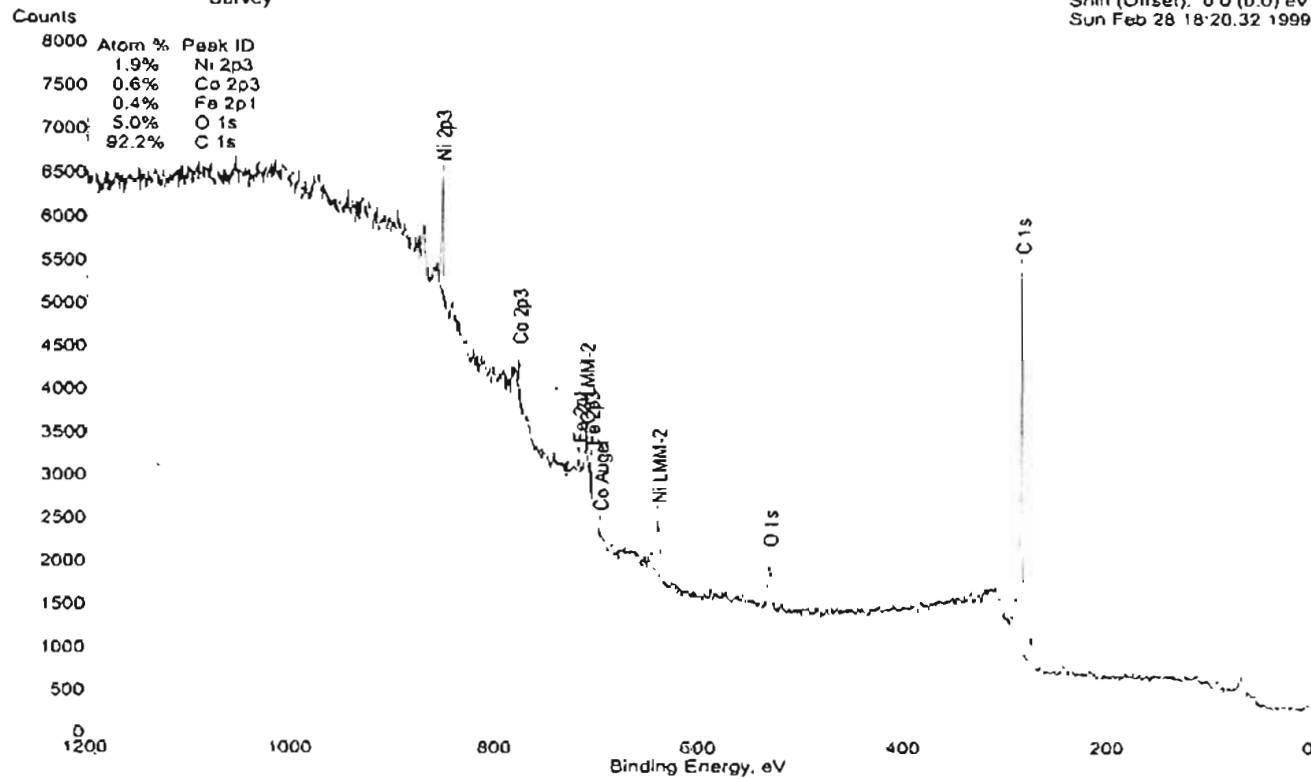
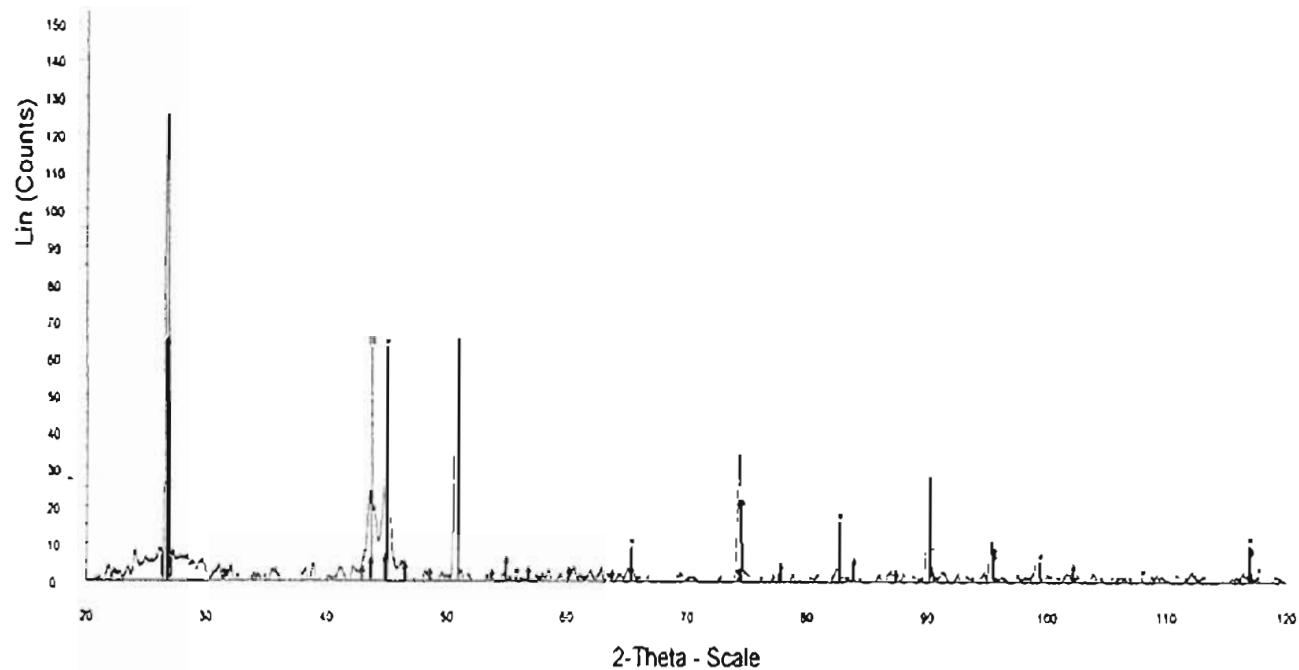


Figura 6-4. Espectro de XPS de las muestras obtenidas del cátodo hecho de puro grafito.

Fases cristalinas XRD.

Al material obtenido a 550 Torr de presión, con el cátodo que tiene el recubrimiento de latón, se les realizó análisis en (XRD), para determinar las fases cristalizadas presentes en dicho material, estas pruebas se realizaron con un equipo de la marca Siemens, modelo D5000. Este equipo funciona en conjunto, con una computadora, la cual tiene una base de datos de los diferentes materiales que existen, con sus diferentes fases cristalinas. El equipo realiza un escaneo de la muestra durante aproximadamente 4hrs, uno introduce en la computadora los elementos presentes, que son los que se obtuvieron en las pruebas de XPS, y la computadora hace una evaluación con toda la base de datos con la que dispone y arroja los resultados,

El espectro obtenido en esta prueba se muestra en la figura 6-4-1. Como se puede ver, los análisis arrojados por este espectro, nos muestra que en el material existe carburo de cobalto (CoC_x), con una estructura cristalina cúbica simple, cobalto de hierro (CoFe), con estructura cúbica simple, hierro - níquel (Fe,Ni) con una estructura cristalina cúbica simple igual que las anteriores y carbono (C), con una estructura cristalina hexagonal compacta. En el espectro también se pudo observar que no existen patrones de óxidos de metal, en el material.



nanotubos.c - Fite fer-omer1 RAW - Type ?Thalze - Start 20 000 ° - End 120 000 ° - Step 0 020 ° - Step time 1.2 s - Temp 25 °C (Room) - Time Started 2 s - 2-Theta 20 000 ° - Theta 3 000 ° - Phi 1
 Operators: Background 0.068, 0.500 | Smooth 0.300 | Impart
 [■] 44-0982 (N) - Cobalt Carbide - CoC₂ - Y 50.00 % - d x by 1 - WL 1.5406 - Cubic - I/c PDF 1 - S-Q 32.3 % -
 [▲] 64-1433 (C) - Wairauite, syn - CoFe - Y 50.00 % - d x by 1 - WL 1.5406 - Cubic - I/c PDF 10.4 - S-Q 31.1 % -
 [●] 47-1417 (N) - Ilmenite - (Fe,Ni) - Y 50.00 % - d x by 1 - WL 1.5406 - Cubic - I/c PDF 1 - S-Q 32.3 % -
 [▲] 26-1076 (C) - Carbon - C - Y 50.00 % - d x by 1 - WL 1.5406 - Hexagonal - I/c PDF 1 - S-Q 32.3 % -

Figura 6-4-1. Espectro de XRD, hecho a las fibras obtenidas en este trabajo de investigación.

Microscopia Electrónica.

Una vez concluido con el análisis con los rayos x, se les realizaron pruebas con microscopia electrónica de barrido (SEM).

Para realizar las pruebas de microscopia electrónica tanto en (SEM y TEM), se tuvieron que preparar las muestras, esta preparación consistió en colocar parte del material con alcohol etílico en un tubo de ensayo, el cual se introdujo en un baño ultrasónico, durante 15 minutos, para dispersar las nanoestructuras de carbono. Enseguida con un gotero se colocó una gota del material en un porta sustrato, se dejó que se evaporara el alcohol para que quedara únicamente las nanoestructuras de carbono y poder observarlas al microscopio.

A continuación se muestran los resultados en SEM, a una resolución de máxima de 4nm.

En la figura 6-4-BP, se muestra una imagen de una de las muestras obtenidas del cátodo con el latón a una presión baja de 400 Torr, en donde se puede ver la existencia de una enorme cantidad de bolitas, que posiblemente sean C_{60} .

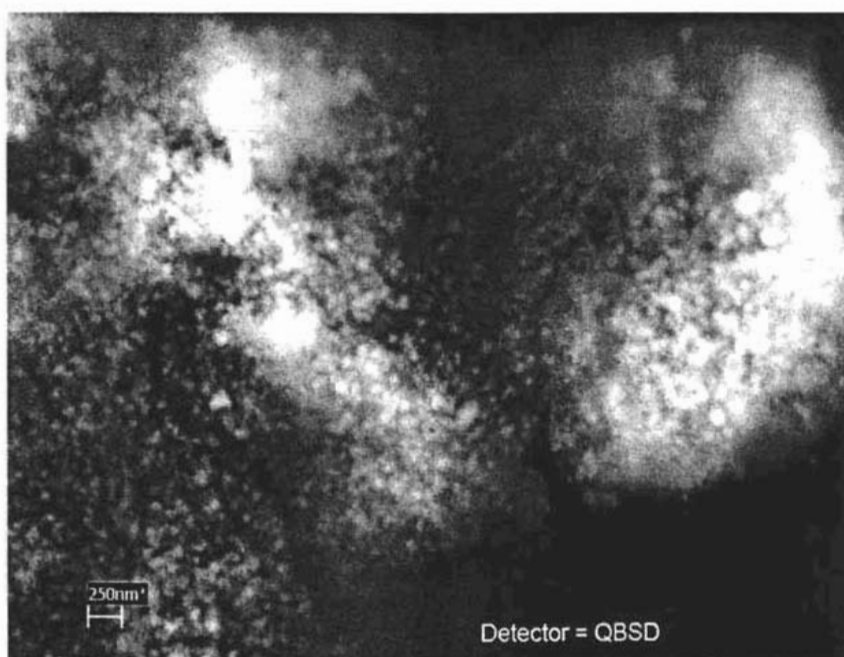


Figura 6-4-BP. Imagen obtenida en SEM con una resolución máxima de 4nm.

En la figura 6-5, es una imagen obtenida a las mismas condiciones de presión y amperaje que la muestra mostrada en la figura 6-4-BP, pero con la diferencia de que esta muestra se obtuvo con el cátodo de puro grafito, en esta imagen como se puede apreciar no se formaron nanoestructuras de carbono, únicamente se encuentran partículas de carbono y catalizador dispersas de una forma aleatoria.

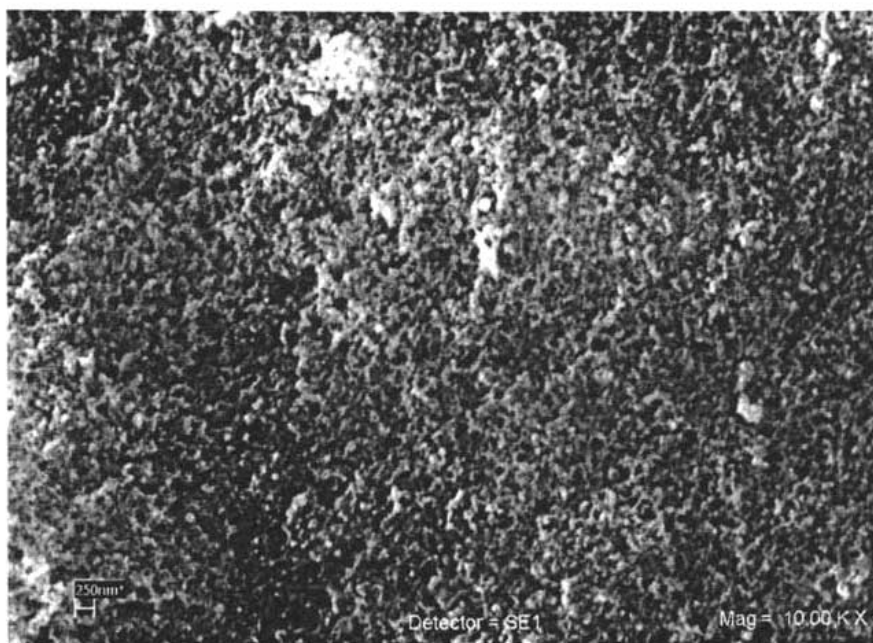


Figura 6-5. Imagen obtenida en SEM. Estas imágenes pertenecen a pruebas hechas a una baja presión que fue de 400Torr, respectivamente.

Cabe recordar que las figuras antes presentadas 6-4 y 6-5 son muestras que se hicieron a una presión baja, la cual nosotros la consideramos de 400 Torr. En estas dos muestras se puede observar una gran diferencia, ya que en una se formaron nanoestructuras de carbono y en la otra no se llegó a formar ninguna, y en donde la única diferencia entre ambas es el cátodo.

Después de analizar las muestras que se obtuvieron a baja presión, se analizaron las que se hicieron a una presión media, que fue de 550 Torr. En la figura 6-6, se tiene la imagen de una de las muestras del cátodo con la carcasa de latón. En esta imagen se puede observar varios nanotubos de carbono.

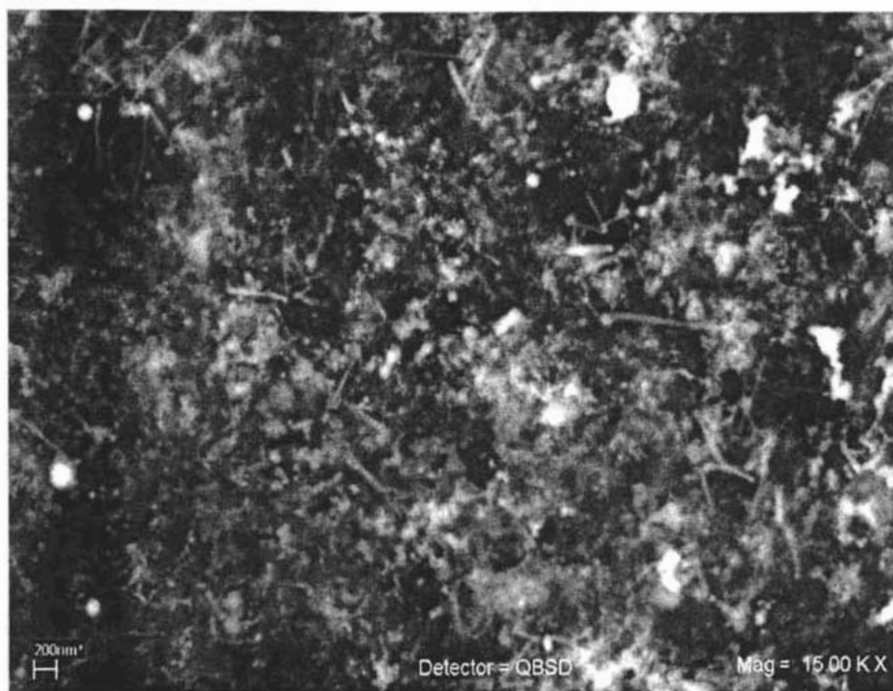


Figura 6-6 .Esta imagen se obtuvo a una resolución de 4nm, que es la máxima resolución del microscopio con el que se tomó esta imagen. Muestra obtenida a una presión de 550 Torr., con el cátodo con la carcasa de latón.

Al observar que la imagen de la figura 6-6 contenía nanotubos de carbono, se decidió colocar una muestra en el porta sustrato, tal y como se recolectó de la cámara. Esto para ver como se veía el material en bruto, la muestra se observó a la escala de micras. La imagen obtenida se muestra en la figura 6-7 en donde se puede observar en la parte derecha de la imagen, la presencia de nanofibras de carbono.

Después de obtener la imagen de la figura 6-7, se continuó con el análisis de SEM de la muestra obtenida con el cátodo de puro grafito, hecha a las mismas condiciones de presión que las muestras de las figuras 6-6 y 6-7, en esta muestra se presenta en la figura 6-8 y se puede observar a penas, una que otra nanoestructura, por lo cual la consideramos como que no hubo formación de nanoestructuras, debido a lo poco relevante de la presencia de estas. La imagen de esta muestra se puede observar en la figura 6-8.

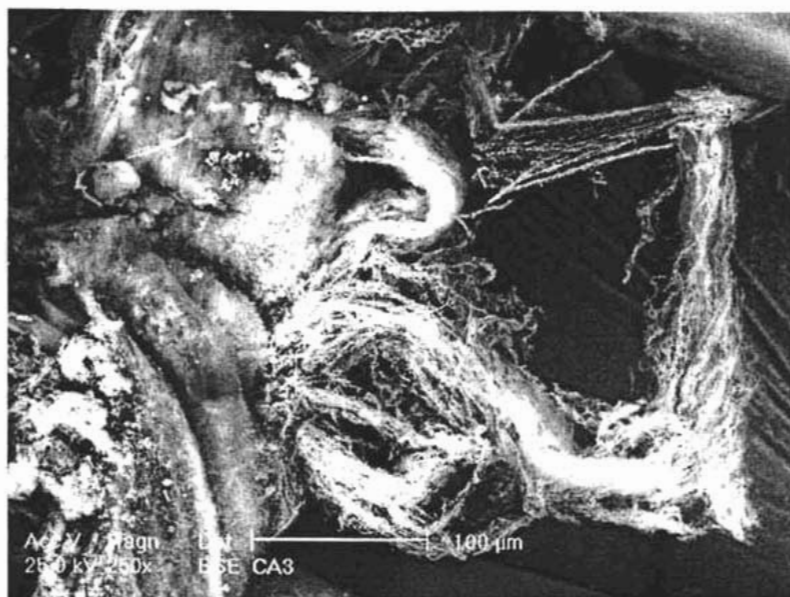


Figura 6-7. Esta imagen se obtuvo con SEM a una escala micrométrica. Muestra obtenida del cátodo con la carcasa de latón a una presión de 550 Torr.

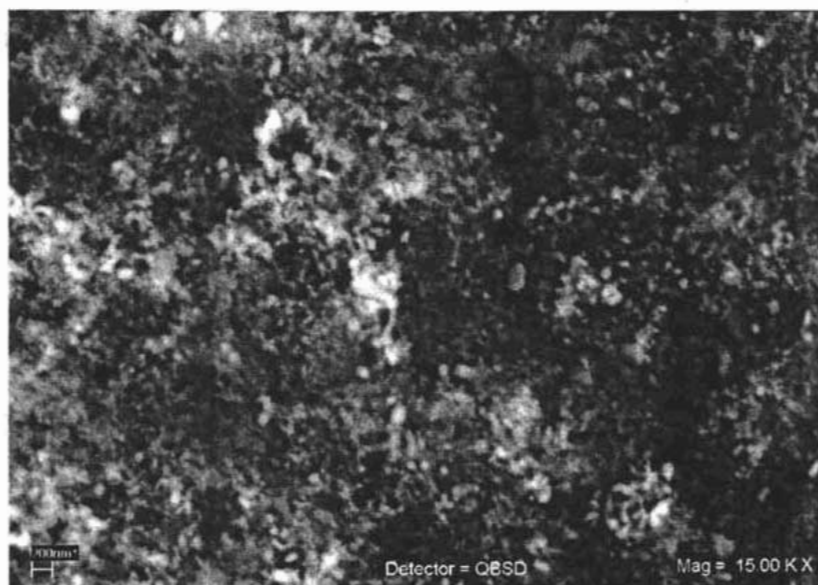


Figura 6-8. Muestra obtenida del cátodo de puro grafito a una presión de 550 Torr., imagen obtenida con SEM a una resolución máxima de 4nm.

Al terminar con las muestras hechas a una presión de 550 Torr, se continuó con el análisis de las muestras obtenidas a una presión más alta que fue de 700 Torr. Se analizó en SEM la muestra que se recolectó del cátodo con la carcasa de latón, en la figura 6-9, en esta imagen obtenida por SEM de dicha muestra, no se encontró ninguna nanoestructura de carbono.

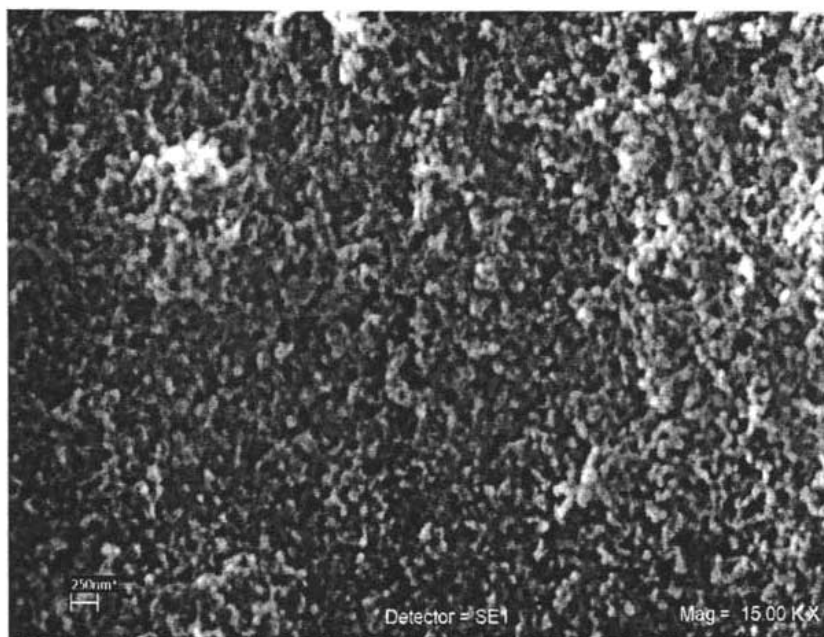


Figura 6-9. Imagen de la muestra obtenida con el cátodo que tiene la carcasa de latón, esta muestra se realizó a una presión de 700 Torr.

Después de revisar la figura 6-9, únicamente restaba realizar el análisis de la última muestra. Esta última muestra es del cátodo de puro grafito, con la última presión de 700 Torr. Al analizar esta última muestra, nos encontramos que no existía la presencia visible de ninguna nanoestructura de carbono, si no únicamente aglomeraciones de carbono y catalizador, esto se puede observar en la figura 6-10.

Al terminar con estos resultados de SEM, se observó que en todas las muestras que se obtuvieron del cátodo con latón, en todas las presiones, no se formó ninguna nanoestructura de carbono, y en el caso contrario con el cátodo de puro grafito, fue en el que se obtuvieron resultados a la presión de 550torr, formándose nanofibras de carbono dentro de la cámara de vacío.

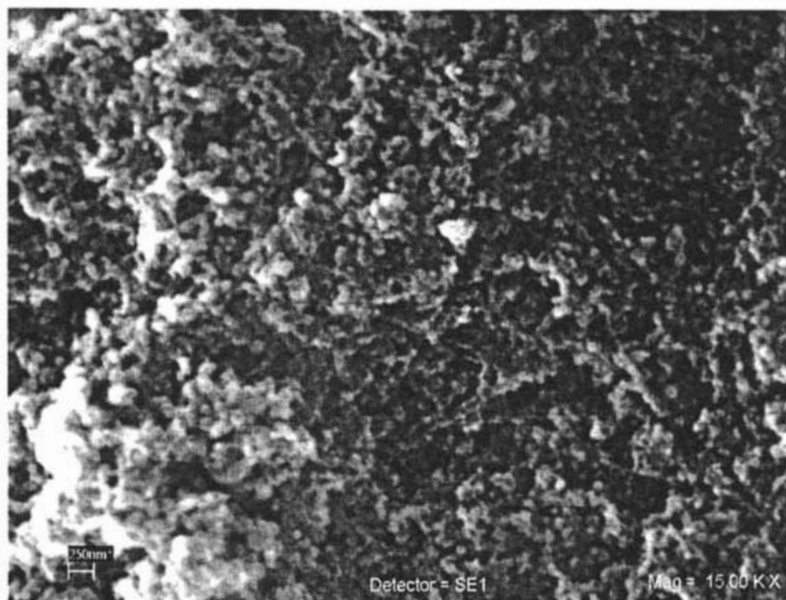


Figura 6-10. Esta muestra se hizo a alta presión, que fue de 750Torr con el cátodo de puro grafito.

Como el microscopio de SEM en el Instituto de Investigación en Materiales (IIM) es de una resolución baja, que es de 4nm, y que es con el que se obtuvieron las imágenes anteriores, nos vimos a la tarea de buscar un lugar, en donde se tuviera un microscopio de TEM de alta resolución, para realizar un análisis más profundo y detallado de las muestras. Para esto logramos conseguir la colaboración del Dr. Dwight Acosta Najarro, Investigador titular del Instituto de Física, quien nos hizo el favor de realizar un análisis de la única muestra en donde apreció la existencia de nanotubos de carbono, esta muestra es la que se obtuvo a una presión de 550 Torr, con el cátodo que contiene latón, el análisis se realizó con un microscopio de SEM que contiene una resolución máxima de 0.18 nm. El análisis se realizó sin ninguna preparación previa de las muestras, estas se analizaron tal y como se recolectaron de la cámara de vacío.

De este análisis se nos proporcionó una base de datos que contiene, entre otras cosas la imagen de la muestra que se observó y el patrón de difracción. Para poder utilizar esta base de datos, fue necesario aprender a usar un software, para poder obtener la imagen de la muestra que se estaba observando, así como el patrón de difracción de electrones, y las distancias interplanares de un área determinada de la muestra.

Una vez que se obtuvo el patrón de difracción, de cada una de las muestras, y con el mismo software de computadora, se obtuvieron las distancias interplanares, para determinar el material que se observa en cada una de las muestras.

Con base a el análisis de la composición química hecho anteriormente, se obtuvieron de una base de datos, las fichas de los elementos presentes en las muestras, dichas fichas contienen como datos las distancias interplanares de la celda cristalina de cada elemento.

Los datos de las fichas obtenidas de cada elemento presente en el material se muestran en la tabla 6-t.

Tabla 6-t, en donde se muestran las distancias interplanares de los elementos presentes.

Carbono (Grafito)				Cobalto carbide (Cúbica)				Nickel (Hexagonal)				Cobalto-hierro (Cúbica)			
D(nm)	h	K	l	D(nm)	h	k	l	D(nm)	h	k	l	D(nm)	h	K	l
3.348	0	0	6	2.077	1	1	1	2.3018	0	1	0	2.857	1	0	0
2.115	1	0	1	1.797	2	0	0	2.1726	0	0	2	2.0202	1	1	0
2.081	1	0	2	1.274	2	2	0	2.0334	0	1	1	1.6495	1	1	1
2.027	1	0	3	1.088	3	1	1	1.5784	0	1	2	1.4285	2	0	0
1.959	1	0	4	1.0406	2	2	2	1.3267	1	1	0	1.2777	2	1	0
1.880	1	0	5	0.9031	4	0	0	1.2239	1	0	3	1.1664	2	1	1
1.709	1	0	7					1.1485	2	0	0	1.0101	2	2	0
1.674	0	0	12					1.1316	1	1	2	0.9523	3	0	0
1.623	1	0	8					1.1103	2	0	1	0.9035	3	1	0
1.540	1	0	9					1.0843	0	0	4	0.8614	3	1	1
1.460	1	0	10					1.0150	2	0	2	0.8247	2	2	2
1.228	1	1	0					0.9804	0	1	4	0.7924	3	2	0
1.153	1	1	6					0.8990	2	0	3				
1.116	0	0	18					0.8678	2	1	0				
0.9902	1	1	12					0.8509	2	1	1				
0.83	0	0	24					0.8390	1	1	4				
0.8259	1	1	18												
0.7982	2	1	3												

Datos obtenidos de una base de datos del laboratorio.

Con estos datos se comparo las distancias encontradas experimentalmente de cada muestra con el de las fichas, y así determinar de qué elemento se trataba. Esta comparación se hará mas adelante, en una tabla con cada una de las muestras, en donde:

Dexp = Distancia obtenida experimentalmente.

Dpc = Distancia del posible compuesto, obtenida de una base de datos de los elementos presentes de acuerdo al análisis químico obtenido anteriormente.

hkl= es el plano en el que se encuentra el átomo, dentro de la celda cristalina.

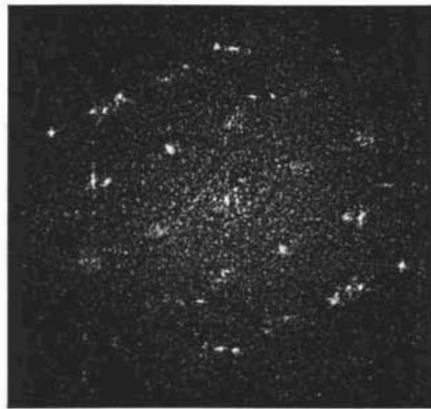
De la muestra se analizaron siete zonas con diferentes resoluciones y obteniéndose de cada una de las zonas con su respectivo patrón de difracción de electrones para su análisis.

En primera instancia se analizaron las dos primeras zonas del material, estas zonas analizadas se observan en las figuras 6-11 y 6-12, como se puede ver en estas imágenes la

escala utilizada en estas zonas es de apenas en 5nm, con su respectivo patrón de difracción a la derecha.



Figura 6-11. Esta imagen se encuentra a una resolución baja, con el microscopio de alta resolución.



Patrón de difracción de la figura 6-11, en donde se puede ver que es cristalino.

En la figura 6-11 se puede ver con detalle la superficie de una de las zonas de la muestra, en esta zona se obtuvo experimentalmente su patrón de difracción electrones, en donde se puede observar que el material es cristalino y que éste forma un patrón hexagonal.

De este patrón se obtuvieron las distancias de dos planos los cuales se compararon con los datos de la tabla 6-t, encontrándose a que esas distancias interplanares pertenecen al elemento carbono como grafito. La comparación se muestra en la tabla 6-11-t.

Tabla 6-11-t. Distancias interplanares del patrón de difracción de la figura 6-11.

Distancia	Dexp		Dpc					Compuesto
	1/nm	nm	nm	Int	h	K	l	
1	4.978	0.201	0.2027	7	1	0	3	Carbono (Grafito)
2	6.932	0.144	0.146	1	1	0	10	Carbono (Grafito)

En esta tabla se compara las distancias interplanares de los datos obtenidos en una base de datos con los datos obtenidos experimentalmente.

La siguiente zona que se analizó se muestra en la figura 6-12, en donde también se puede observar que la escala se encuentra en 5nm, al igual que en la figura 6-11. En esta figura también se puede observar al igual que en la figura anterior que la superficie del material es completamente homogéneo, al realizar el análisis respectivo al patrón de difracción a tres planos, nos encontramos que tiene las mismas características de la zona de la figura 6-11, encontrándose con el mismo elemento presente, el cual fue identificado como grafito al igual que en la muestra anterior (figura 6-11).

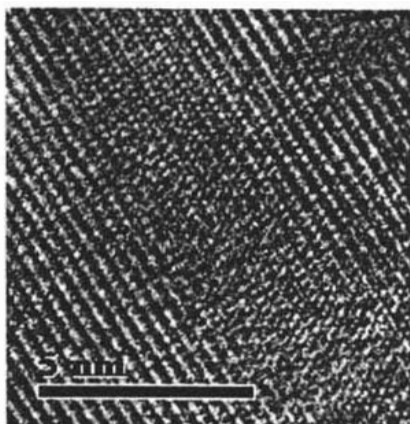
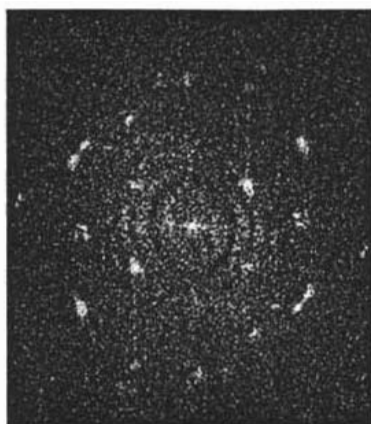


Figura 6-12. Esta imagen se encuentra a una resolución baja, con el microscopio de alta resolución.



Patrón de difracción de la figura 6-12, en donde se puede ver cierta cristalinidad.

Tabla 6-12-t. Distancias interplanares del patrón de difracción de la figura 6-12.

Distancia	Dexp			Dpc				Compuesto
	1/nm	Nm	nm	Int	h	k	l	
1	5.173	0.193	0.1959	4	1	0	4	Carbono (Grafito)
2	4.67	0.214	0.2115	2	1	0	1	Carbono (Grafito)
3	5.51	0.181	0.188	6	1	0	5	Carbono (Grafito)

En esta tabla se compara las distancias interplanares de los datos obtenidos en una base de datos con los datos obtenidos experimentalmente.

Al terminar con las primeras dos zonas de la muestra (figuras 6-11 y 6-12), se procedió a un análisis de otras tres zonas, pero a una resolución mayor, como se puede observar en las figuras 6-13, 6-14 y 6-15, donde la escala utilizada es de 2nm y como podemos recordar a la escala a que se analizaron las muestras anteriores 6-11 y 6-12, que era de 5nm.

En la primera zona analizada (figura 6-13), como es a una resolución mayor, se puede ver con mayor detalle la superficie de la muestra, la cual presenta el mismo patrón de las muestras anteriores, a esta zona también se le realizó el análisis respectivo a su patrón de difracción de electrones, esta se encuentra en la Tabla 6-13-t, en este patrón de difracción de electrones se obtuvieron cuatro distancias interplanares, en la cual no se encontró ninguna diferencia alguna con las muestras anteriores, volviéndose a encontrar nuevamente como grafito.

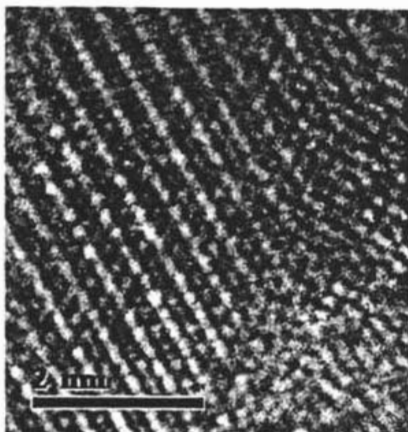
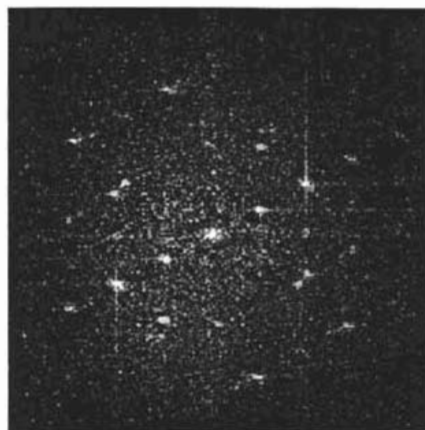


Figura 6-13. Esta imagen se encuentra a una resolución media, con el microscopio de alta resolución.



Patrón de difracción de la figura 6-13, en donde se puede ver la cristalinidad del material.

Tabla 6-13-t. Distancias interplanares del patrón de difracción de la figura 6-13.

Distancia	Dexp		Dpc				Compuesto	
	1/nm	nm	nm	Int	h	k		l
1	8.412	0.119	0.1153	6	1	1	6	Carbono (Grafito)
2	5.284	0.189	0.188	1	1	0	5	Carbono (Grafito)
3	5.381	0.186	0.188	1	1	0	5	Carbono (Grafito)
4	4.887	0.205	0.2027	7	1	0	3	Carbono (Grafito)

En esta tabla se compara las distancias interplanares de los datos obtenidos en una base de datos con los datos obtenidos experimentalmente.

Al continuar con el análisis de la segunda zona a la misma escala (Figura 6-14), en su superficie se observa a simple vista el mismo patrón y homogeneidad de las zonas anteriores pero al obtener el patrón de difracción de electrones y las distancias interplanares, y al realizar la respectiva comparación de las distancias experimentales con las de la base de datos, de los elementos presentes en el material, esto de acuerdo a la tabla 6-t, está zona es también completamente cristalina, pero en esta ocasión al realizar dicha comparación respectiva, las distancias interatómicas de tres planos analizados coincidían con el elemento níquel, y no con grafito, a diferencia de las muestras anteriores. Esto se puede observar en la tabla 6-14-t.

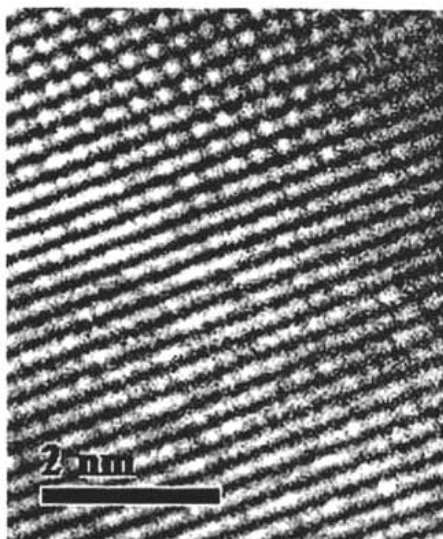
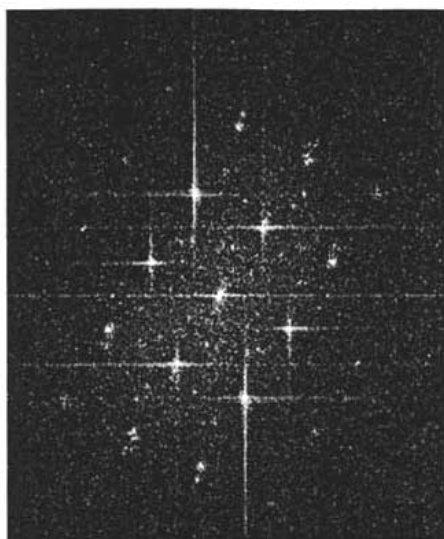


Figura 6-14. Esta imagen se encuentra a una resolución media, con el microscopio de alta resolución.



Patrón de difracción de la figura 6-14, en donde se puede ver que es cristalino.

Tabla 6-14-t. Distancias interplanares del patrón de difracción de la figura 6-14.

Distancia	Dexp		Dpc				Compuesto	
	1/nm	nm	nm	Int	h	k		L
1	7.507	0.133	0.13267	10	1	1	0	Nickel (Cúbica)
2	4.593	0.218	0.21726	30	0	0	2	Nickel (Cúbica)
3	6.466	0.155	0.15784	13	0	1	2	Nickel (Cúbica)

En esta tabla se compara las distancias interplanares de los datos obtenidos en una base de datos con los datos obtenidos experimentalmente.

En la última zona analizada a esta resolución, se observa a simple vista que el material pareciera que es amorfo, por que no se ve homogéneo (figura 6-15), pero al caso contrario de lo que se puede observar, se logra obtener el patrón de difracción de electrones, demostrando que también esta zona es completamente cristalina formando una geometría hexagonal, el patrón de difracción se puede observar a la derecha de la figura 6-15.

Al obtener las cinco distancias intraatómicas de su patrón de difracción de electrones y al hacer la comparación con los elementos presentes de acuerdo a la tabla 6-t, todos los puntos coinciden nuevamente con el grafito. Este análisis se puede observar en la tabla 6-15-t.

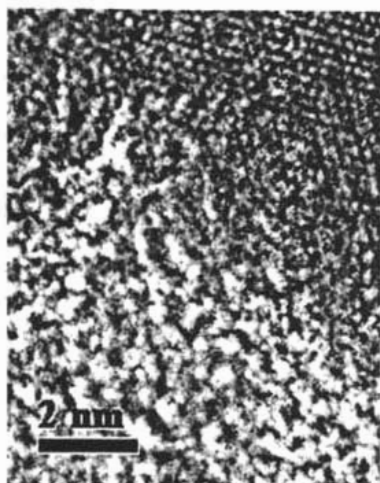
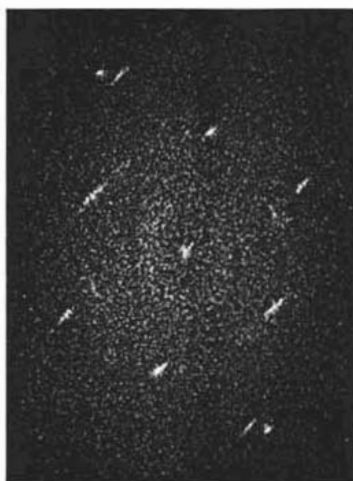


Figura 6-15. Esta imagen se encuentra a una resolución media, con el microscopio de alta resolución.



Patrón de difracción de la figura 6-15, en donde se puede ver que es completamente cristalino.

Tabla 6-15-t. Distancias interplanares del patrón de difracción de la figura 6-15.

Distancia	Dexp		Dpc				Compuesto	
	1/nm	nm	nm	Int	h	k		L
1	4.934	0.203	0.2027	7	1	0	3	Carbono (Grafito)
2	7.9	0.127	0.1228	4	1	1	0	Carbono (Grafito)
3	8.448	0.118	0.1153	6	1	1	6	Carbono (Grafito)
4	5.128	0.195	0.1959	4	1	0	4	Carbono (Grafito)
5	6.081	0.164	0.1623	2	1	0	8	Carbono (Grafito)

En esta tabla se compara las distancias interplanares de los datos obtenidos en una base de datos con los datos obtenidos experimentalmente.

Una vez concluyendo con el análisis de las muestras a la escala de 2nm, se procedió a hacer un análisis de otras dos zonas de la muestra a la más alta resolución del microscopio, estas dos zonas se muestran en las figuras 6-16 y 6-17, en donde la escala es de 1nm. En estas dos zonas se puede observar que son completamente cristalinas a simple vista, incluso prácticamente se puede observar con gran detalle el acomodo atómico.

Al obtener el patrón de difracción de electrones de las dos zonas (Figura 6-16 y 6-17), se comprueba que estas dos son cristalinas. Se continuó con el análisis para obtener las distancias entre planos del patrón de difracción de electrones de ambas zonas, para realizar la comparación correspondiente y determinar de qué elemento se trataba, en la zona de la figura 6-16 se hicieron 3 mediciones y las tres coincidían con el elemento níquel, tal y como se observa en la tabla 6-16-t, y en la figura 6-17, se realizaron de igual manera tres mediciones y estas coincidían nuevamente con el grafito, esto se observa en la tabla 6-17-t.

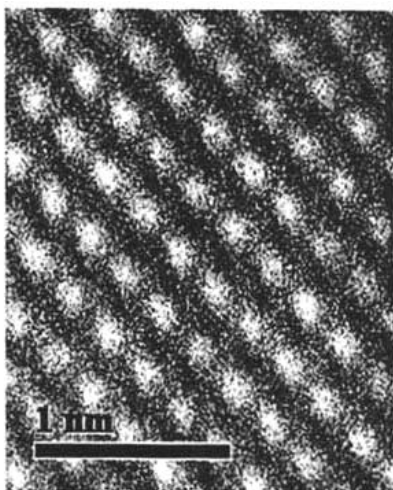
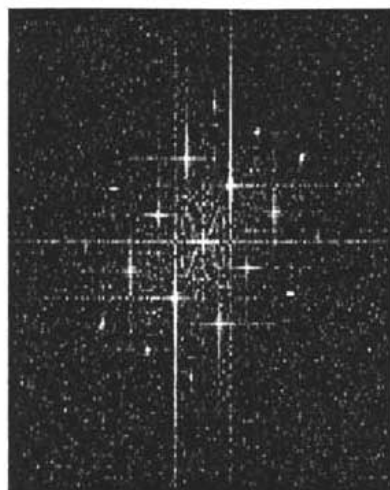


Figura 6-16. Esta imagen se encuentra a una resolución media, con el microscopio de alta resolución.



Patrón de difracción de la figura 6-16, en donde se puede ver que es completamente cristalino.

Tabla 6-16-t. Distancias interplanares del patrón de difracción de la figura 6-16.

Distancia	Dexp			Int	Dpc			Compuesto
	l/nm	nm	nm		H	k	l	
1	4.28	0.234	0.2302	22	0	1	0	Níquel (Cúbica)
2	7.65	0.131	0.13267	10	1	1	0	Níquel (Cúbica)
3	4.89	0.204	0.20334	100	0	1	1	Níquel (Cúbica)

En esta tabla se compara las distancias interplanares de los datos obtenidos en una base de datos con los datos obtenidos experimentalmente.

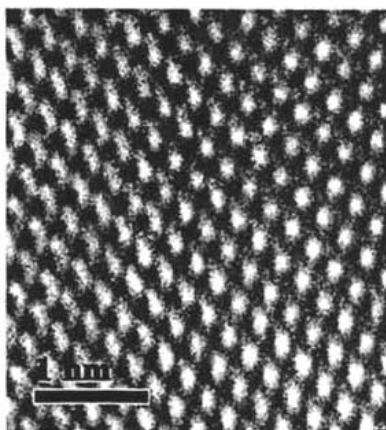
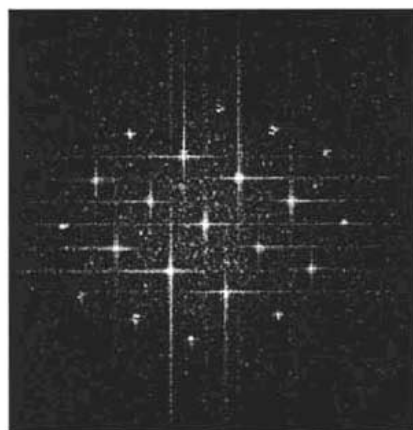


Figura 6-17. Esta imagen se encuentra a una resolución media, con el microscopio de alta resolución.



Patrón de difracción de la figura 6-17, en donde se puede ver que es completamente cristalino.

Tabla 6-17-t. Distancias interplanares del patrón de difracción de la figura 6-17.

Distancia	Dexp		Dpc					Compuesto
	1/nm	Nm	nm	Int	H	k	l	
1	4.93	0.203	0.2027	7	1	0	3	Carbono (Grafito)
2	8.23	0.122	0.1228	4	1	1	0	Carbono (Grafito)
3	6.73	0.149	0.146	1	1	0	10	Carbono (Grafito)

En esta tabla se compara las distancias interplanares de los datos obtenidos en una base de datos con los datos obtenidos experimentalmente.

Terminando con la zona analizada de la figura 6-17, se concluyó con el estudio de SEM a alta resolución, en este estudio se encontró que el material prácticamente en su totalidad estaba compuesto de grafito con una geometría hexagonal, y una pequeña parte de níquel con una estructura cúbica.

Enseguida se continuó con el estudio de mapeos de temperaturas, los cuales se presentan a continuación.

6.5 Mapeo de temperaturas, en el cátodo.

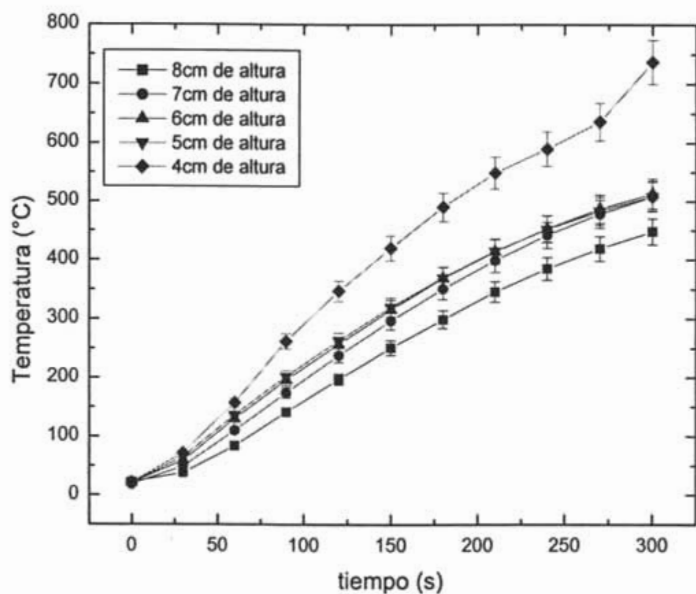
Como se menciona en el capítulo 5 de esta tesis se realizaron mapeos de temperaturas dentro del cátodo a diferentes alturas, en donde la altura mínima fue de 4cm, debido a que a una altura menor, el arco eléctrico generado en el fondo del cátodo fundía los termopares, la altura máxima fue de 8cm, que es la máxima que tiene el cátodo. Estos mapeos de temperatura se realizaron a diferentes presiones que son 250, 550 y 700Torr respectivamente.

El objetivo de realizar estos mapeos de temperatura, es debido a que en algunos reportes con las técnicas de depósito termoquímico de vapor de gases (CVD) y ablación láser, la temperatura es un factor que influye en la formación de los nanotubos de carbono, así como para controlar la longitud de los mismos. Por esta razón se decidió realizar dichos mapeos, también para determinar con mayor precisión las temperaturas que existen en el interior de cátodo y alrededor del ánodo, que es en donde se deposita el material analizado anteriormente.

En estos experimentos las mediciones de temperatura se realizaron a partir de la altura 4cm, esto debido a que a una distancia menor los termopares se fundían por la cercanía que tenían con el arco eléctrico, haciendo imposible realizar mediciones a alturas inferiores del cátodo.

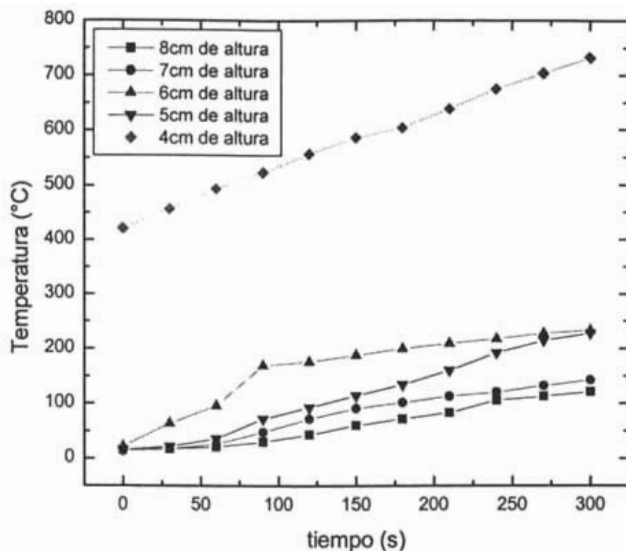
Estos primeros mapeos de temperaturas se realizaron sin flujos de helio dentro de la cámara de vacío, y se presentan a continuación.

La primer grafica obtenida 6-5-1, se realizo a las condiciones de 550Trr de presión a las diferentes alturas del cátodo, en esta grafica se muestran las mediciones tomadas en la superficie del cátodo.



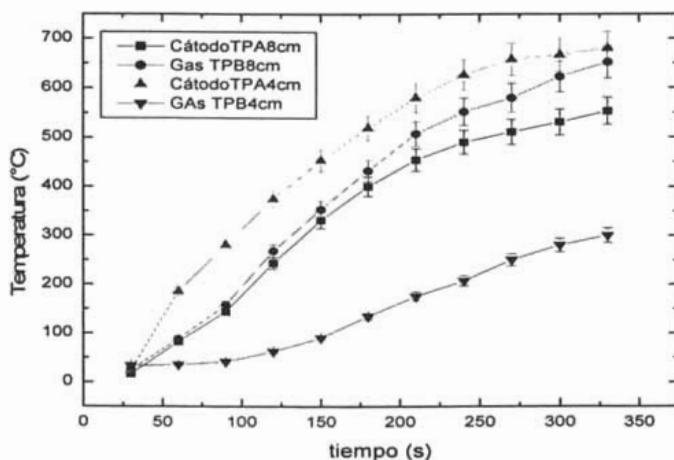
Gráfica 6-5-1. Gráfica obtenida a la presión en la que se formaron nanoestructuras de carbono, la presión fue de 550Torr.

En la segunda grafica obtenida 6-5-2, muestra el mapeo de temperaturas del gas a las diferentes alturas del cátodo. En las mediciones hechas a la altura de 4cm se obtuvo un promedio, debido a que el movimiento oscilatorio del arco eléctrico, afecto las mediciones debido a pulsaciones de gas emitido.

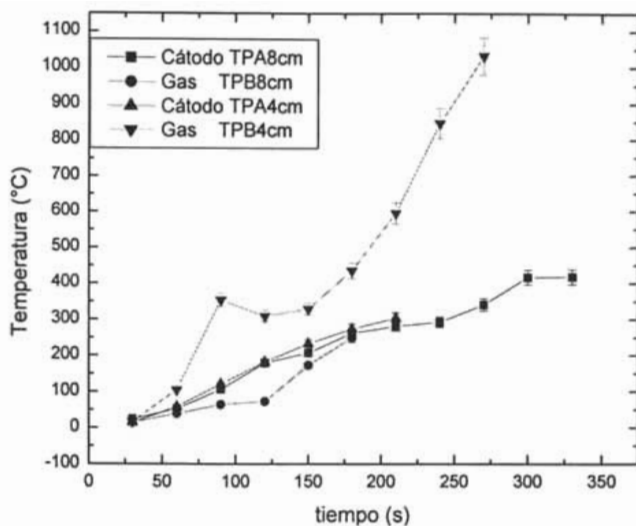


Gráfica 6-5-2. Esta grafica se realizo a los 550Torr de presión, haciendo mediciones de la temperatura en el helio.

Después se realizaron mapeos de la temperatura a una presión más baja, que fue de 250Trr, tanto en el termopar A, como en el termopar B, y también a una presión más alta que fue la de 700Trr, en los dos termopares "A" y "B", las graficas obtenidas son la 6-5-3 y 6-5-4, estas graficas se muestran a continuación.

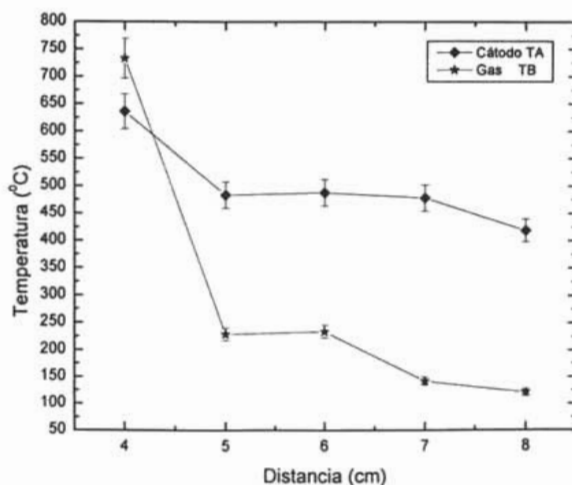


Gráfica 6-5-3. Grafica realizada a una presión de 250Torr.



Grafica 6-5-4. Grafica realizada a una presión de 700Torr.

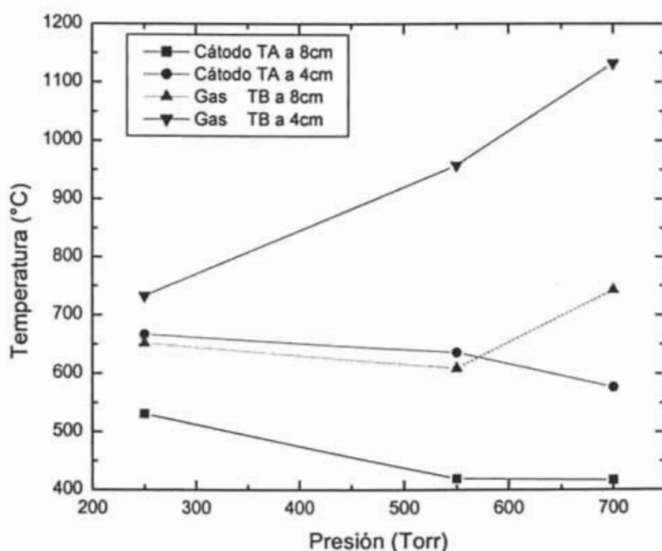
Para ayudar en el análisis en los mapeos de temperaturas, se realizo un concentrado de las graficas, para que fuera más fácil analizar la información obtenida, se tomo el dato obtenido en el tiempo 270 segundos del inicio de la prueba.



Grafica 6-5-5. Grafica obtenida a una presión de 550 torr a diferentes alturas del cátodo, que fueron de 4,5,6,7 y 8 cm respectivamente.

Para la elaboración de la grafica 6-5-5, se considero la presión Torr, sin la existencia de flujos. En esta grafica como era de esperarse, las temperaturas más altas se encontraron en la parte inferior del cátodo, que fueron del orden de 650 a 750 °C. También se puede observar, que la temperatura en la superficie del cátodo era mucho más estable, comparada con la temperatura del helio, se encontró que esta inestabilidad es mucho más grande a una altura menor, esto es debido a la cercanía del arco eléctrico, ya que este sufre una constante fluctuación en el transcurso de la descarga.

Por último se realizo una grafica 6-5-6, en donde se tomo como variable las tres diferentes presiones utilizadas, en las alturas 4 y 8cm respectivamente, tanto en las mediciones de temperatura de la superficie del cátodo y del gas



Grafica 6-5-6. Esta grafica se elaboro con tres diferentes presiones 250, 550 y 750Torr, con dos diferentes alturas del cátodo, que fueron de 4 y 8 cm

En la grafica 6-5-6 se observo que cuando se tienen una presión menor, la temperatura en la superficie del cátodo es mayor, y que cuando aumenta la temperatura en la superficie del cátodo disminuye. A mayor presión la transferencia de calor entre el sólido y el gas es mas eficiente, resultando que superficie del cátodo sea mas fría y el gas mas caliente.

Mapeo de temperaturas, en el cátodo con flujos.

Al realizar el mapeo de temperaturas se pudo observar que las temperaturas de la superficie del cátodo, en el último dato recolectado (Grafica 6-5-1, gráfica hecha a 550Torr), a la altura de 8cm, no sobrepasa los 400 °C, y observando la temperatura del helio a esa misma altura (Grafica 6-5-2, gráfica hecha a 550Torr), no sobrepasa los 150°C, y si observamos esta misma gráfica las alturas 5,6 y 7, las temperaturas no sobrepasan los 250°C, y a la altura de 4 cm, las temperaturas no son constantes, estas cambian todo el tiempo en el rango de 450 a 750°C, debido a la cercanía con el arco eléctrico.

Al analizar esta información, se decidió realizar mapeos de temperaturas, pero utilizando flujos de helio de una forma constante, cerca de donde se forma el arco eléctrico para que así, este transportara el calor generado en esta área, a las zonas más frías y tener una temperatura más uniforme en toda la cámara. En el capítulo 5 de este trabajo explico el diagrama 5.5-1, que muestra la configuración del equipo, y el como se realizaron estas pruebas, para una mayor entendimiento este diagrama se muestra nuevamente en esta sección. La medición de las temperaturas se realizaron con tres flujos diferentes, que fueron a 100, 200 y 300ml/seg, en tres zonas diferentes de la superficie del cátodo (4, 6 y 8cm de altura) a una presión de 550Torr, en el termopar que toma los datos de la superficie del cátodo, esto debido a que el termopar que tomó los datos del gas se fundió haciendo imposible tomar las temperaturas. En las gráficas 6.5-7, 6.5-8 y 6.5-9 se muestran las mediciones obtenidas con flujos de helio.

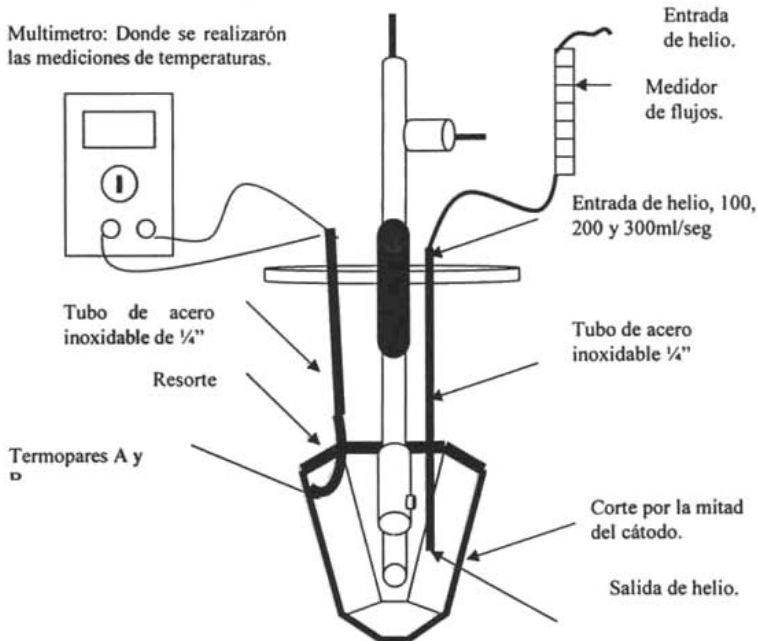
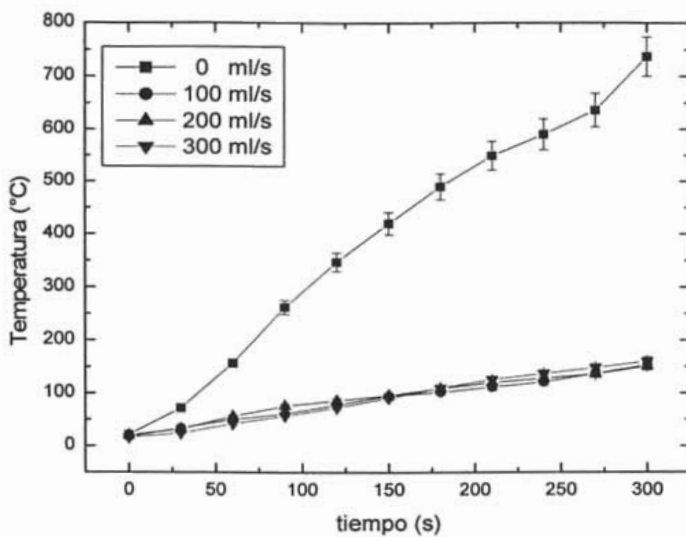
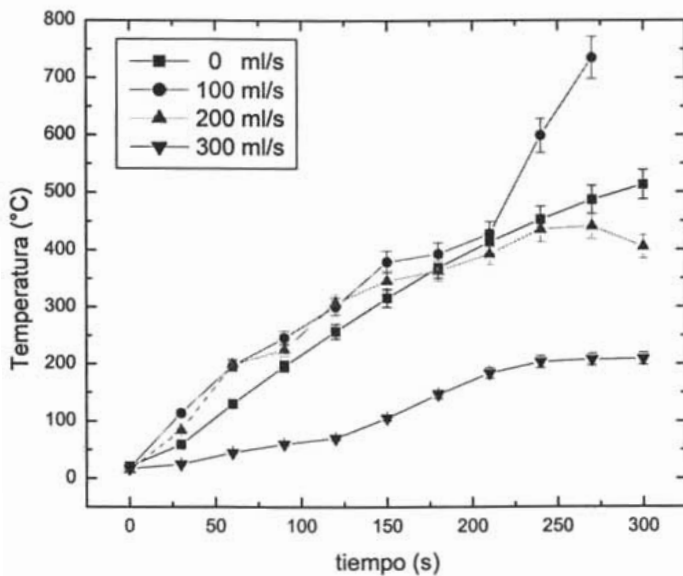


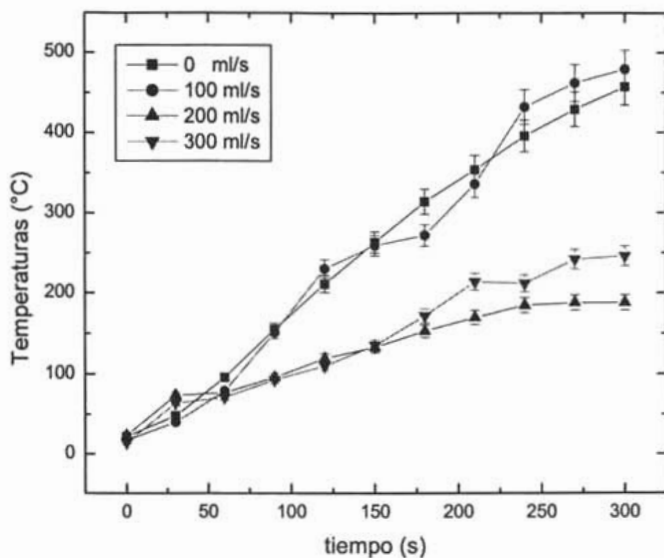
Diagrama 5.5-1. Figura que muestra un corte del cátodo, en donde se aprecia el sistema para realizar los mapeos de temperaturas.



Grafica 6.5-7. En esta grafica se hicieron mediciones con tres flujos 100ml/seg, 200ml/seg y 300ml/seg a la altura de 4cm del cátodo, con una presión de 550Torr.



Grafica 6.5-8. En esta grafica se hicieron mediciones con tres flujos 100ml/seg, 200ml/seg y 300ml/seg a la altura de 6cm del cátodo



Gráfica 6.5-9. En esta gráfica se hicieron mediciones con tres flujos 100ml/seg, 200ml/seg y 300ml/seg a la altura de 8cm del cátodo

Analizando las tres gráficas 6.5-7, 6.5-8 y 6.5-9, en términos muy generales se puede observar que al tener flujos de helio dentro de la cámara d vacío la temperatura disminuye dentro del cátodo. Este comportamiento que se observa en las gráficas no es favorable para la producción de las nanoestructuras de carbono debido a que disminuye la energía requerida dentro de la cámara para la formación de las mismas.

7. CONCLUSIONES

En este trabajo se produjeron nanoestructuras de carbono, de diversos tamaños que van de los 40 a 400nm, por el método de evaporación de grafito por arco eléctrico de corriente directa, en donde se utilizó un catalizador con 7%Ni, 7%Co, 7%Fe y 3%S como medio de transporte, de acuerdo a el artículo publicado por H. Huang, *et.al*, en la revista científica Chemical physics Letters, 343 (2001) 7-14. Se llegó a la conclusión de que la utilización de catalizador en la barra de grafito utilizada como ánodo, no es factible debido a que al fundirse éste cae el fondo del cátodo inhibiendo en gran medida la evaporación de grafito y la formación de las nanoestructuras de carbono. Se utilizaron dos cátodos, debido a que en un principio se maquinó un cátodo, que es el que está revestido de latón, pero al realizar las primeras pruebas, para la producción de nanoestructuras de carbono con este cátodo, los depósitos obtenidos dentro de la cámara con éste, tenían contaminación de zinc (Zn), debido a que el latón contiene dicho elemento, y éste tiene un punto de fusión muy bajo, el cual es de 419.5°C y su punto de ebullición es de 906°C. Dentro de la cámara superó la temperatura de evaporación del zinc a la presión usada, lo que provocó contaminación de este elemento, esto nos llevó a optar a utilizar un cátodo de puro grafito. Una vez teniendo ambos cátodos se realizaron pruebas con ambos a tres presiones distintas.

El cátodo con la carcasa de latón a una presión de 400Torr, se formaron nanoestructuras de carbono que en su mayoría fueron fullerenos, pero en la presión de 550Torr se tuvo presencia de fullerenos, nanotubos y residuos de catalizador, en caso contrario a una presión de 700Torr la formación de nanoestructuras fue nula, llegando a la conclusión de que a una presión igual o mayor a los 700Torr impide la formación de las nanoestructuras de carbono.

En el caso del cátodo hecho de puro grafito, no se pudo encontrar ninguna nanoestructura de carbono, en las tres presiones diferentes, en un principio consideramos la posibilidad de que: en este cátodo encontraríamos una mayor producción de nanoestructuras de carbono, debido a que no existiría contaminación de zinc dentro de la cámara, lo cual nos llevaría a tener una mayor producción de nanoestructuras. Al no existir ninguna formación de nanoestructuras de carbono en ninguna de las pruebas realizadas, y como ambos cátodos estuvieron bajo las mismas condiciones, se llegó a la conclusión de que sería necesario realizar más experimentos, para determinar si la presencia de zinc influye en la formación de las nanoestructuras.

En los mapeos de temperaturas con o sin flujos de helio, se observó que la temperatura en el interior del cátodo y alrededor del ánodo ésta en función de la altura, presión y flujos de gas, llegando a la conclusión de que para hacer uso de estas variables en la producción de las nanoestructuras de carbono, es necesario realizar un estudio más extensivo, en donde podamos controlar con mayor precisión la temperatura dentro de la cámara, posiblemente calentando el gas previamente a diferentes temperaturas, para tener mayor estabilidad energética dentro de la cámara.

8. TRABAJO A FUTURO

Introducción.

El trabajo a futuro se centra en dos líneas de investigación, la primera es demostrar que para la producción de nanotubos de carbono, por la técnica de arco eléctrico, utilizada en este trabajo, influye de manera muy importante la temperatura, lo cual explicaría el por que no se formaron nanoestructuras de carbono en el cátodo construido de puro grafito. La otra línea de investigación se centra en introducir óxidos de metal dentro de la estructura de los nanotubos, para realizarle pruebas eléctricas al acercarle un campo magnético y determinar la factibilidad de ser usados como sensores magnéticos. De esta línea de investigación se hablara con más detalle, debido a que este tema requiere de una explicación mas detallada.

Censores Magnéticos.

De las pruebas realizadas con óxidos de níquel se recolecto una sabanita formada de nanoestructuras la cual se encontró que al acercarle un campo magnético esta se contraía y se estiraba, lo cual nos llevo a realizar una investigación en la literatura encontrando lo siguiente.

Encapsulado de óxidos de metal dentro de la estructura de los nanotubos de carbono.

Investigando en la literatura encontramos que los nanotubos de carbono podían encapsular óxidos de metal dentro de su estructura, y que dan la posibilidad del desarrollo de nuevos materiales compuestos, con diferentes propiedades físicas, que darían importantes avances dentro de la ingeniería de los materiales. En esta investigación se encontraron tres métodos que existen hasta el momento para la encapsular óxidos de metal, estos son los siguientes: el método con un proceso químico, el método por medios de fundición y el método de arco eléctrico. Estos métodos se describen a continuación:

1.- Método químico: En primera instancia este método consiste en abrir el nanotubo de carbono de sus extremos, ya que los nanotubos producidos por arco eléctrico se encuentran cerrados por ambos lados, este proceso consiste en dar un tratamiento a los nanotubos con un ataque de ácido nítrico durante 4 a 24hr, el cual da rendimientos muy altos sin grandes daños en las paredes de los mismos. Una vez concluido este paso los nanotubos se someten en una solución con óxidos de metal durante 16 hrs., dando como producto final nanotubos con partículas de óxidos de metal atrapados dentro de su estructura.

2.- Método por medios de fundición: En este método se sigue el mismo procedimiento para abrir los extremos de los nanotubos, para que enseguida estos se revuelvan en un crisol o en un tubo de cuarzo de sílice llenos de una mezcla de óxido de metal fundido con un haluro de metal en proporción 1:1. Este método por lo general se necesita mucho tiempo para lograr el encapsulado.

3.- Método de arco eléctrico: Por este método es el mismo que se utiliza para la síntesis de nanotubos de carbono la diferencia es que en los electrodos de grafito además de los catalizadores tradicionales se utilizan óxidos de metal, que durante el proceso de formación de los nanotubos de carbono estos atrapan dentro de su estructura óxidos de metal. Durante este proceso también se suele tener como producto final nanopartículas de carbono de gran tamaño cerradas, conteniendo material encapsulado.

A continuación se muestra la figura 8-1, en donde se muestra la existencia de óxidos de metal encapsulados dentro de un nanotubo de carbono. Esta imagen se obtuvo del libro *Nanostructure Materials and Nanotechnology*, de Hari Singh Nalga, capítulo 9.

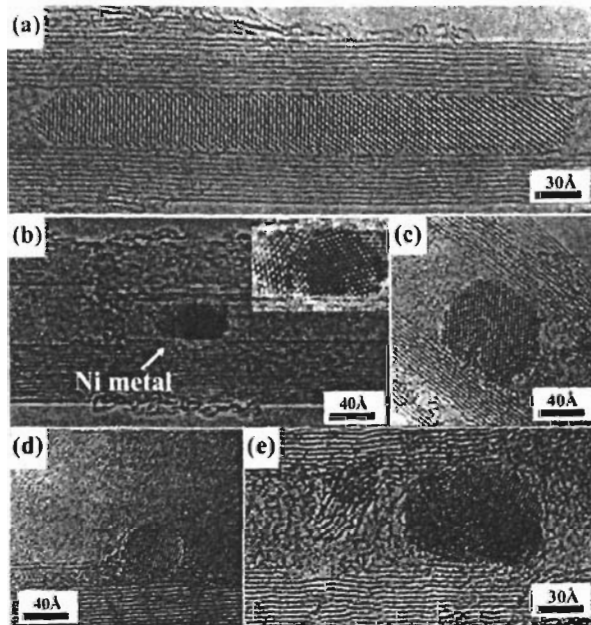


Figura 8-1. En donde se muestra partículas de óxidos de metal contenidos dentro de un nanotubo de carbono

Magnetostricción.

Es la propiedad de materiales magnéticos que provoca que cambien de forma en presencia de un campo magnético. Es decir los materiales sufren una expansión o una compresión al estar en presencia de un campo magnético. Esto causa una vibración a la frecuencia de las fluctuaciones del campo y esto es parte de la causa que se encuentren vibraciones de 120 Hz en máquinas eléctricas como motores y transformadores.

Hasta hoy ha sido imposible aprovechar esta propiedad de los materiales, ya que los cambios de expansión y compresión que sufren los materiales, es casi imperceptible, lo cual ha imposibilitado sus aplicaciones, hasta la fecha.

Trabajo a realizar.

En primer instancia realizar pruebas mas detalladas a las muestras que se obtuvieron al utilizar como catalizador el oxido de cobalto y el hierro granulado, para determinar si existe magnetización y la magnitud de la misma. Si al concluir estas pruebas son satisfactorias, se le harían otras que consistirían en determinar si el catalizador, se encuentra encapsulado dentro de las nanoestructuras, o este se encuentra disperso. En caso de que se encuentre catalizador incrustado dentro de los nanotubos de carbono, se procedería a realizar pruebas para determinar, el grado de magnetostricción de los mismos, y determinar si existen cambios en sus propiedades eléctricas, para así estar en posibilidades de saber si es posible utilizar a los nanotubos de carbono como sensores magnéticos en aplicaciones futuras.

En caso de que en las muestras analizadas, se encuentre que el catalizador se encontraba disperso y no encapsulado, se proseguiría en producir nanotubos de carbono con el método de depósito termoquímico de vapor de gases (CVD), para posteriormente encapsular óxidos de níquel, cobalto y hierro, con el proceso químico antes descrito.

La idea de utilizar el método de (CVD), en la producción de nanotubos para realizar las pruebas de magnetostricción, se basa en que con este método se puede controlar el crecimiento de los nanotubos, tanto en su diámetro y su longitud, que nos permitiría producir nanotubos con dimensiones que nos permitan introducir con mayor facilidad los óxidos de metal, además que tendríamos un mejor control de los resultados, y también ya que con este método, los nanotubos se forman bajo muchos defectos en su estructura, el cual nos podría ayudar a que sus propiedades eléctricas cambien significativamente, al realizarle las pruebas de magnetostricción, teniendo posiblemente mejores resultados.

Nuestro interés en investigar las propiedades de magnetostricción, y los cambios en las propiedades eléctricas, que puedan sufrir los nanotubos de carbono, se debe a que si nuestros resultados son satisfactorios, tendrían un impacto muy grande a nivel mundial, en el futuro de la ingeniería de materiales.

ANEXOS

ANEXO No. (1).

Fechas importantes en el desarrollo del carbono

Primeras puntillas de lápices	1600's
Descubrimiento de la composición del diamante	1797
Primer electrodo de carbono para arco eléctrico	1800
El grafito es reconocido como carbono polimorfo	1855
Primer filamento de carbono	1879
El depósito de vapor químico de carbono (CVD) es patentado	1880
Producción del primer grafito moldeado (Proceso Químico Acheson)	1896
Carbono que fecha con isótopo de Carbono 14 (^{14}C)	1946
Producción industrial de grafito pyrolítico	1950's
La producción industrial de fibras de rayón a partir del carbono	1950's
Desarrollo y producción de carbono vítreo	1960's
Desarrollo de fibras de carbono basado en el proceso PAN	1960's
Desarrollo de fibras del carbono basado en el proceso PITCH	Finales 1960's
Descubrimiento de la síntesis de diamante de presión baja	1970's
Producción de diamante sintético conveniente para comercio de gemas	1985
Desarrollo del Cuasidiamante (DLC)	1980's
Descubrimiento de las moléculas de fullereno	finales 1980's
Producción industrial de diamante mediante CVD	1992

ANEXO No. (2).

Propiedades del Carbono

Punto de Fusión	3500 °C
Punto de Ebullición	4827 °C
Densidad	2.2660 g/cm ³
Dureza (Mohs)	0.8 (grafito)
Potencial Normal de Reducción	+0.52 V CO C solución ácida
Conductividad Térmica	1,59J/m s °C
Conductividad Eléctrica	0,7 (mOhm.cm) ⁻¹
Calor Específico	689,70 J/kg °K
Calor de Vaporización	355,8 kJ/mol
Calor de Atomización	717,0 kJ/mol de átomos
Estados de Oxidación	-4, -3, -2, -1, +1, +2, +3, +4
1ª Energía de Ionización	1086,4 kJ/mol
2ª Energía de Ionización	2352.6 kJ/mol
3ª Energía de Ionización	4620.4 kJ/mol
Afinidad Electrónica	121 kJ/mol
Radio Atómico	0,914 Å
Radio Covalente	0,77 Å
Radio Iónico	C ⁴⁻ =2,60 Å C ⁺⁴ = 0,15 Å
Volumen Atómico	4,58 cm ³ /mol
Polarizibidad	1.8 Å ³
Electronegatividad (Pauling)	2,55

ANEXO No. (3)

Tabla de algunas propiedades del grafito.

GRAFITO	
Forma Cristalina	Hexagonal
Separación entre planos	ao=0.246 nm co=0.6708 nm
Color	Negro-grisáceo
Densidad a 300°k Y 1 Atm.	2.26 g/cm ³
Volumen Atómico	5.315cm ³ /mol
Punto de Sublimación a 1 Atm. (estimado)	4000 K
Punto Triple (estimado)	4200 K
Punto de ebullición (estimado)	4560 K
Calor de fusión	46.84 kJ/mol
Electronegatividad de Pauling	2.5

ANEXO No. (4)

Tabla de solubilidad del [60]fullereno en el mg/mL

Solvente	mg/mL	Solvente	mg/mL
Pentane	0.005, 0.004,	metanol	0.000
Hexano	0.043,0.040	etanol	0.001
Octano	0.025	acetona	0.001
isooctane	0.026	nitromethane	0.000
Decane	0.071. 0.070	nitroethane	0.002
dodecane	0.091	cianometano	0.000
tetradecane	0.126	metilo-2-pyiTolidone	0.89
cyclopentane	0.0020	dioxane	0.041
hexametileno	0.036,0.051	piridina	089
decalins (la mezcla)	4.6	tetrahydrofuran	0.000
cis-decane	2.2	benceno	1.7,1.44
trans-decane	1.3	tolueno	2.8,2.15
diclorometano	0.26	xylenes	5.2
cloroformo	0.16	mesitylene	1.5,0.997
tetracloruro de carbono	0.32,0.45	tetralin	16
tricloretileno	1.4	metilfenolo	0.014
tetrachloroethylene	1.2	benzonitrile	0.41
dichlorodifluoroethane	0.020	fluorobenzene	0.59
1,1,2-trichlorofluoroethane	0.014	chlorobenzene	7.0
1,1,2-tetrachloroethane	5.3	bromobenzene	3.3
tetrahydrothiophene	0.030	1,2-diciliorobenzene	27
2-methylthiophene	6.8	1,2,4-trichlorobenzene	8.5
disulphide del carbono	7.9,5.16	1 - methylnaphthalene	33
		dimethylnaphthalenes	36
		1 - phenylnaphthalene	50
		1 - chloronaphthalenc	51

Tabla de solubilidad de [70]fullereno en el mg/mL

Solvente	Mg/mL	Solvente	mg/mL
pentane	0.002	tetracloruro de carbono	0.121
hexano	0.013	benceno	1.30
heptane	0.047	tolueno	1.406
octano	0.042	p-xylene	3.985
decane	0.053	mesitylene	1.472
dodecane	0.098	1,2-diclorobenceno	36.2
hexametileno	0.080	diclorometano	0.080
acetona	0.019	tetracloruro de carbono	0.121
isopropanol	0.021		

ANEXO No. (5)

Propiedades como sólido del Fullereno C₆₀.

Propiedad	
El molécula C60	
El tamaño: el diámetro de la jaula	0.7 nm
Diámetro de los enlaces de van der waals de Waals	1.0 nm
Simetría	Icosaedro
Las distancias de los enlaces entre:	
Pentágono-Hexágono	0.1404 nm
Hexágono-Hexágono	0.1448 nm
La afinidad del electrón	2.65 eV
Ionización Potencial	7.58 eV
Energía cohesiva	7.4 eV/atom
En sólido	
Densidad	1.68 g cm ⁻³
Estructura cristalina	Fcc
Constante en el enrejado	1.417 nm
Distancia entre los átomos mas cercanos	1.004 nm
Índice de retractación a 630 nm	2.2
Energía cohesiva de la molécula per C60	1.5 eV
Volumen del módulo	18Gpa
Separación entre electrones	1.85 eV
Ionización potencial	7.6 eV
Conductibilidad térmica (300 K)	0.4 W mK ⁻¹
Coefficiente de dilatación térmica	6.2 x 10 ⁻⁵
Cambio de fase	255 K

ESTA TESIS NO SALL
DE LA BIBLIOTECA

BIBLIOGRAFÍA

LIBROS:

Science of Fullerenes and Carbon Nanotubes.

M.S. Dress el Haus

G. Dress el Haus

P.C. Eklund

Academic Press

(Capítulos 1-8)

Clasificación: QD. 181 CI D 74

The chemistry of Fullerenes.

Roger Taylor

World Scientific

(Capítulos 1-3)

Clasificación: QD181 CI C446

The Fullerenes.

Harold W. Kroto

John E. Fischer

David E. Cox

Pergemon Press

(Pag. 1-73).

Clasificación: QD181 CI F847

Nanomaterials: Síntesis, Properties and Applications.

Edit. A.S. Edelstein and RC. Cammarata.

(Capítulo 19), (Pag. 477-491).

Clasificación: TA418.9 N35 N345

Progres in Fullerene Research

Hans Kuzmany

Jorg Fink

Michael Mehring

Slegmar Roth

Word Scientific.

Pag. 62-65

Nanotechnology
Gregory Timp
Los Laboratorios de la Campanilla
Lucent Technologies
La Colina de Murray
SPRINGER
AIP PRESS

Nanostructure Materials and Nanotechnology
Hari Singh Nalga
Academic Press

ARTÍCULOS:

Chemical Physics Letters 343 (2001) 7-14
27 July 2001

Large-scale rooted growth of aligned super bundles of single-walled carbon nanotubes using a directed arc plasma method.

Houjin Huang*, Hisashi Kajiura, Shigemitsu Tsutsui, Yoshiyuki Hirano, Mitsuaki Miyakoshi, Atsuo Yamada, Masafumi Ata.

Frontier Science Laboratories, Yokohama Research Center, Sony Corporation, Yokohama 240-0036, Japan.

Chemical Physics Letters 343 (2001) 7-14

Macroscopic oriented web of single-wall carbon nanotubes

Xinluo Zhao, Sakae Inoue, Makoto Jinno, Tomoko Suzuki, Yoshinori Ando*.

Department of Materials Science and Engineering, Meijo University, Nagoya 468-8502, Japan.

Surface Science 500(2002) 218-241

Carbon nanotubes: opportunities and challenges

Hongjie Dai

Department of Chemistry, Stanford University, Stanford, CA.

J. H. Scofield, "Hartree-Slater Subshell Photoionization Cross-Sections at 1254 and 1487 eV", J. Elect. Spect. and Related Phenom., 8, 129-137 (1976) [Lawrence Livermore Lab work with tabulated values].