

UNIVERSIDAD DEL VALLE DE GUATEMALA

Facultad de Ciencias y Humanidades



Evaluación de una metodología local para el crecimiento de
nanotubos de carbono por deposición química de vapor

Trabajo de graduación presentado por

Luis Gabriel Chico Chocano

para optar por al grado académico de Licenciado en Química

Guatemala

2016

Evaluación de una metodología local para el crecimiento de nanotubos de carbono por deposición química de vapor

UNIVERSIDAD DEL VALLE DE GUATEMALA

Facultad de Ciencias y Humanidades



Evaluación de una metodología local para el crecimiento de
nanotubos de carbono por deposición química de vapor

Trabajo de graduación presentado por


Luis Gabriel Chico Chocano

para optar por al grado académico de Licenciado en Química

Guatemala

2016


Vo. Bo.

(f) 
Lic. Ángel César Ramírez Sandoval

Tribunal Examinador:

(f) 
Lic. Ángel César Ramírez Sandoval

(f) 
Licda. Ana Luisa Mendizábal de Montenegro

(f) 
Lic. Jonathan Josué van der Henst Solís

Fecha de aprobación: Guatemala 26 de Julio de 2016.

PREFACIO

Agradezco a todas las personas que me ayudaron, apoyándose en todo momento, que escucharon mis bromas y frustraciones, que estuvieron dándome razones para seguir adelante con este proyecto, que cuidaron de mí, que me brindaron amor en todo momento, ustedes saben quiénes son. Quiero agradecerle en especial a Isabelle Catalán, quien dio todo conmigo y me estuvo acompañando todos los días en las largas horas de experimentación, que me entretenía con su jovialidad y felicidad, que me apoyó en todo el transcurso del proyecto. A mis padres, Luis Vicente y Pamela, por ayudarme con temas que ellos no se imaginaban que iban a tener que aprender para seguirme el paso cuando les pedía consejo. A mi hermano, Luis Guillermo, por ser una guía en todo momento, por estar me apoyando y retarme a superar mis metas. A Cristian Chau, por darme las ideas y mostrarme a cómo buscar soluciones por otros caminos que no había tomado en cuenta, incluso a invitarme a su casa a trabajar hasta altas horas de la noche en nuestros proyectos. A José Javier Pérez por siempre traerme problemas para que los analizáramos y así tener más ideas para trabajar. A Mónica Donis Padilla por ser una gran amiga quien siempre me estaba preguntando sobre mis avances y dándome ánimos para seguir adelante con el proyecto. A mis profesores, Ángel Ramírez, Ana Luisa Mendizábal, Jonathan van der Henst, Karla Reyes, Angelika Hasselmann, José Carlos Chiquín, Sandra Bocaletti, Krisztina Fulop Ríos-González, Pablo Mazariegos, José Guillermo Juárez, quienes siempre estuvieron pendientes de mi proyecto, me alentaron a llevarlo a cabo y me acompañaron hasta terminarlo.

Agradezco al Departamento de Química de la Universidad del Valle de Guatemala por su apoyo brindándome equipo, reactivos y un sitio para trabajar. Al Licenciado Ángel Ramírez por su apoyo durante todo el proyecto como asesor del mismo, una amigo y colega que siempre buscó el éxito del proyecto. A la Doctora Krisztina Fulop Ríos-Gonzales por su ayuda para encontrar un método de caracterización y su interés en todos los resultados obtenidos. A la Licenciada Ruth García y la Licenciada Isabel Mata del INACIF que nos apoyaron en todo momento con los análisis en el SEM. A la Universidad del Valle de Guatemala por ser una casa de estudios que busca la excelencia.

ÍNDICE

PREFACIO	vi
ÍNDICE	vii
LISTA DE CUADROS	ix
LISTA DE FIGURAS	x
SINOPSIS	xiii
I. INTRODUCCIÓN	1
II. OBJETIVOS	2
III. JUSTIFICACIÓN	3
IV. MARCO TEÓRICO	4
A. NANOTUBOS DE CARBONO.....	4
1. Tipos de pliegue.	4
2. Tipos de nanotubos de carbono	7
3. Metodologías de crecimiento	9
4. Mecanismos de crecimiento.	11
5. Equipos para la caracterización de los CNT	12
B. ESTUDIOS DE NANOTUBOS DE CARBONO EN EL MUNDO.	15
C. NANOTECNOLOGÍA EN GUATEMALA.....	16
V. METODOLOGÍA.....	17
A. DISEÑO	17
1. Enfoque de la investigación.	17
2. Tipo de investigación.	17
3. Diseño de la investigación.....	17
4. Contexto de la investigación, tiempo y lugar.	17
5. Población, muestra y tipo de muestra.....	17
6. Hipótesis.....	17

B. MATERIALES Y MÉTODOS.....	19
1. Crecimiento de nanotubos:.....	20
2. Caracterización de CNT:.....	21
3. Determinación de parámetros óptimos para el sistema propuesto.....	21
VI. RESULTADOS.....	22
VII. DISCUSIÓN.....	27
VIII. CONCLUSIONES.....	31
IX. RECOMENDACIONES.....	32
X. BIBLIOGRAFÍA.....	33
XI. APÉNDICE.....	37
Lista de acrónimos.....	67

LISTA DE CUADROS

CUADRO 1. Operacionalización de variables	18
CUADRO 2. Presupuesto necesario para la realización del proyecto de evaluación de una..... metodología local para el crecimiento de nanotubos de carbono por deposición química de vapor	38
CUADRO 3. Protocolo de seguridad para trabajar con gases inflamables	40
CUADRO 4. Control de parámetros del sistema el 13/04/2016.....	45
CUADRO 5. Observaciones respecto a los parámetros del sistema el 13/04/2016.....	45
CUADRO 6. Control de parámetros del sistema el 14/04/2016.....	45
CUADRO 7. Observaciones respecto a los parámetros del sistema el 14/04/2016.....	46
CUADRO 8. Control de parámetros del sistema el 13/06/2016.....	46
CUADRO 9. Observaciones respecto a los parámetros del sistema el 13/06/2016.....	47
CUADRO 10. Control de parámetros del sistema el 16/06/2016.....	47
CUADRO 11. Observaciones respecto a los parámetros del sistema el 16/06/2016.....	48
CUADRO 12. Control de parámetros del sistema el 17/06/2016.....	48
CUADRO 13. Observaciones respecto a los parámetros del sistema el 17/06/2016.....	49
CUADRO 14. Control de parámetros del sistema el 04/07/2016.....	49
CUADRO 15. Observaciones respecto a los parámetros del sistema el 04/07/2016.....	50
CUADRO 16. Control de parámetros del sistema el 06/07/2016.....	51
CUADRO 17. Observaciones respecto a los parámetros del sistema el 06/07/2016.....	51
CUADRO 18. Control de parámetros del sistema el 11/07/2016.....	52
CUADRO 19. Observaciones respecto a los parámetros del sistema el 11/07/2016.....	52
CUADRO 20. Control de parámetros del sistema el 13/07/2016.....	52
CUADRO 21. Observaciones respecto a los parámetros del sistema el 13/07/2016.....	53
CUADRO 22. Cronograma de actividades por semana.	66

LISTA DE FIGURAS

FIGURA 1. Ángulos de pliegue de membranas de grafeno.	6
FIGURA 2. Tipos de pliegues de CNT.	7
FIGURA 3. Formas de pliegue de los MWCNT.	8
FIGURA 4. Esquema del sistema para deposición química de vapor.	10
FIGURA 5. Representación de los mecanismos aceptados del crecimiento de CNT (a)..... desplazamiento en la superficie y (b) crecimiento desde la base.....	12
FIGURA 6. Diagrama interno de SEM con detector de rayos X.	13
FIGURA 7: Sistema de regulación de paso de etanol en atmósfera inerte (propuesta propia).....	19
FIGURA 8. Imagen de estructuras cilíndricas tomada con detector de electrones..... retrodispersados a 800x 10kV en SEM de muestra raspada de superficie de níquel (750 °C, vidrio..... pyrex, 27/04/2016).	22
FIGURA 9. Imagen de estructuras cilíndricas tomada con detector de electrones..... retrodispersados a 800x 10kV en SEM de muestra raspada de superficie de níquel (750 °C, vidrio..... pyrex, 27/04/2016).	23
FIGURA 10. Imagen de CNT tomada con detector de electrones retrodispersados a 4500x..... 10kV en SEM de muestra raspada de superficie de níquel (750 °C, vidrio pyrex, 27/04/2016).	23
FIGURA 11. Imagen de fibra de vidrio tomada con detector de electrones retrodispersados a..... 1500x 10kV en SEM de muestra raspada de superficie de níquel (750 °C, vidrio pyrex, 27/04/2016)..	24
FIGURA 12. A) (izquierda) Imagen de CNT tomada con detector de electrones..... retrodispersados a 3000x 10kV en SEM de muestra raspada de superficie de níquel (750 °C, vidrio..... pyrex, 27/04/2016) y B) (derecha) imagen donde se resalta la estructura de los CNT en la imagen..... de la izquierda.	24
FIGURA 13. Imagen de fragmento de níquel tomada con detector de electrones..... retrodispersados a 1500x 10kV en SEM de muestra raspada de superficie de níquel (750 °C, vidrio..... pyrex, 27/04/2016).	25
FIGURA 14. Cápsula de hierro galvanizado para generar atmósfera inerte y crecimiento de..... CNT.....	41
FIGURA 15. Sistema de reacción para crecimiento de CNT con prototipo de vidrio pyrex	42
FIGURA 16. Sistema de reacción para crecimiento de CNT con cápsula de hierro galvanizado ...	43

FIGURA 17. Sistema completo para crecimiento de CNT por deposición química de vapor	44
FIGURA 18. Imagen de CNT tomada con detector de electrones retrodispersados a 6000x..... 10kV en SEM de muestra raspada de superficie de níquel (750 °C, vidrio pyrex, 27/04/2016).	53
FIGURA 19. Imagen de toma general de muestra de CNT raspada de superficie de níquel..... tomada con detector de electrones retrodispersados a 600x 10kV en SEM (750 °C, vidrio pyrex,..... 27/04/2016).	54
FIGURA 20. Imagen aumentada de toma panorámica de muestra raspada de superficie de..... níquel tomada con detector de electrones retrodispersados a 2200x 10kV en SEM (750 °C,..... hierro galvanizado, 15/07/2016).....	54
FIGURA 21. Imagen de CNT en muestra raspada de superficie de níquel tomada con..... detector de electrones retrodispersados a 1300x 10kV en SEM (750 °C, hierro galvanizado,..... 15/07/2016).	55
FIGURA 22. Imagen de CNT en muestra raspada de superficie de níquel tomada con..... detector de electrones retrodispersados a 1800x 10kV en SEM (750 °C, hierro galvanizado,..... 15/07/2016).	55
FIGURA 23. Imagen de CNT en muestra raspada de superficie de níquel tomada con..... detector de electrones retrodispersados a 2200x 10kV en SEM (750 °C, hierro galvanizado, 15/07/2016).	56
FIGURA 24. Imagen de CNT en muestra raspada de superficie de níquel tomada con..... detector de electrones retrodispersados a 5500x 10kV en SEM (750 °C, hierro galvanizado, 15/07/2016).	56
FIGURA 25. Imagen de CNT en muestra raspada de superficie de níquel tomada con..... detector de electrones retrodispersados a 1400x 10kV en SEM (800 °C, hierro galvanizado, 15/07/2016).	57
Figura 26. Escaneo de resultados de análisis de rayos X de CNT de la muestra raspada de..... superficie de níquel (750 oC, vidrio pyrex, 27/04/2016) presentes en la Figura 10.	58
Figura 27. Escaneo de resultados de análisis de rayos X de fibra de vidrio de la muestra..... raspada de superficie de níquel (750 °C, vidrio pyrex, 27/04/2016) presentes en la Figura 11.	59
Figura 28. Escaneo de resultados de análisis de rayos X de CNT de la muestra raspada de..... superficie de níquel (750 °C, vidrio pyrex, 27/04/2016) presentes en la Figura 12A.	60
Figura 29. Escaneo de resultados de análisis de rayos X de fragmento de níquel de la muestra..... raspada de superficie de níquel (750 °C, vidrio pyrex, 27/04/2016) presentes en la Figura 13.	61

Figura 30. Escaneo de resultados de análisis de rayos X de de CNT de la muestra raspada de..... superficie de níquel (750 °C, vidrio pyrex, 27/04/2016) presentes en la Figura 18.....	62
Figura 31. Escaneo de resultados de análisis de rayos X de CNT de la muestra raspada de..... superficie de níquel (750 °C, hierro galvanizado, 15/07/2016) presentes en la Figura 23.	63
Figura 32. Escaneo de resultados de análisis de rayos X de CNT en la muestra raspada de..... superficie de níquel (750 °C, hierro galvanizado, 15/07/2016) presentes en la Figura 24.	64
Figura 33. Escaneo de resultados de análisis de rayos X de CNT en la muestra raspada de..... superficie de níquel (800 °C, hierro galvanizado, 15/07/2016) presentes en la Figura 25.	65

SINOPSIS

Se evaluó la factibilidad de la metodología de deposición química de vapor (CVD) para el crecimiento de nanotubos de carbono (CNT) como una alternativa a los equipos especializados para el crecimiento de estas estructuras. Con la finalidad de desarrollar un sistema simple y de bajo costo, se realizó una cámara de hierro galvanizado con la cual se garantizó una atmósfera inerte por la que se hizo fluir una fuente de carbono (etanol) acarreada con gas inerte (argón) a una temperatura de 750°C. Dentro de la cámara de hierro galvanizado se colocó una placa de níquel en la cual ocurrió el crecimiento de CNT por la deposición del carbono; posteriormente se determinaron las mejores condiciones del sistema propuesto para la técnica de CVD con la cual se permitió la producción de estas estructuras. Se estableció la metodología utilizada para el crecimiento de CNT por CVD, corroborando los resultados con análisis de los CNT en el microscopio de barrido de electrones (SEM) del Instituto Nacional de Ciencias Forenses de Guatemala (INACIF).

I. INTRODUCCIÓN

Los nanotubos de carbono (CNT) son estructuras delgadas cuyas partículas de carbono tienen una organización distinta a la del grafito o diamante (Kumar 1999; Thiébaud 2011). Se pueden identificar dos tipos de nanotubos: el de una pared (SWCNT) que es un cilindro que se forma por un pliegue, y el de múltiples paredes (MWCNT) que es un cilindro que puede formarse por un pliegue de múltiples capas cercanas o por múltiples revoluciones de una sola capa – aunque, este último no es tan común – (Belin y Epron 2005; Kumar 1999; Puzos *et al.* 2008). Estas variaciones en su estructura permiten que los CNT tengan una variedad de características como excelente conductividad, resistencia a impactos, flexibilidad, almacenamiento de moléculas y otras de importancia para campos de investigación de la actualidad (Belin y Epron 2005; Kumar 1999). Los CNT presentan características prometedoras para producción de nuevas tecnologías en campos como la medicina con enfoque al crecimiento de tejidos (He *et al.* 2013; Tran, Zhang, y Webster 2009), al análisis de actividad de fármacos (He *et al.* 2013; Peretz y Regev 2012) y detección de enfermedades (Cheung *et al.* 2010; Harutyunyan *et al.* 2002; He *et al.* 2013; Usui *et al.* 2012), transporte de medicamentos (He *et al.* 2013; Madani *et al.* 2011; Peretz y Regev 2012); el desarrollo de nuevos materiales (Lau y Hui 2002; Paipetis y Kostopoulos 2013; Rius 2015), la electrónica (Avouris 2002; McEuen, Fuhrer, y Park 2002; Peng, Zhang, y Wang 2014), desarrollo de energía verde (Assfour *et al.* 2011; Chen *et al.* 2013; Froudakis 2011; Kumar y Ando 2010). Los diferentes tipos de nanotubos dependen de la metodología utilizada para su crecimiento. Las metodologías más utilizadas para la producción de CNT son las de láser, arco eléctrico y deposición química de vapor (Elich 2004; Kumar y Ando 2010; Puzos *et al.* 2008; Yick *et al.* 2015).

Actualmente en Guatemala, obtener equipos especializados para el desarrollo y análisis químico es dependiente de donaciones, lo que hace que la investigación sea un campo hostil y usualmente genera que sea poco atractivo su desarrollo en el país. Sin embargo, el desarrollo de estas tecnologías permitiría el desarrollo de campos con alta demanda en el país, como la medicina, electrónica, mecatrónica, química, entre otras. Este trabajo evaluó la factibilidad de una metodología de bajo costo para la producción de CNT y el fácil manejo de esta metodología por CVD. De esta manera, se estableció la metodología para su crecimiento y se obtuvo la caracterización de los resultados con un SEM del INACIF.

II. OBJETIVOS

A. OBJETIVO GENERAL

Evaluar la factibilidad de una metodología para el crecimiento de nanotubos de carbono por deposición química de vapor en la Universidad del Valle de Guatemala.

B. OBJETIVOS ESPECÍFICOS

1. Desarrollar el prototipo de una cápsula de hierro galvanizado para el crecimiento de nanotubos de carbono por deposición química de vapor.
2. Establecer una metodología de bajo costo para el crecimiento de nanotubos de carbono por deposición química de vapor.
3. Identificar las mejores condiciones para el crecimiento de nanotubos de carbono por deposición química de vapor en el sistema propuesto.

III. JUSTIFICACIÓN

Para el crecimiento de CNT con características apropiadas de diversos campos, independientemente de la metodología utilizada, se requiere de equipos especializados (Kumar 1999). Sin embargo, estos equipos tienen un alto costo – de entre cinco mil a diez mil dólares –, por tener los componentes de precisión, procesados y trabajados para especializarse en el crecimiento de nanotubos o ramas similares (Belin y Epron 2005; Kumar 1999). En el mundo de la investigación, los CNT son estructuras muy estudiadas al día de hoy, por tener una gran gama de aplicaciones (Belin y Epron 2005). Las aplicaciones de los CNT pueden ser desde desarrollo de nuevos materiales hasta la mejora de tecnologías que tienen faltas o partes ineficientes. De por sí, la información que se encuentra disponible es vasta, pero en muchos de los casos, no se cuenta con los recursos económicos para poder aplicarla, eso es, comprando los equipos o reactivos necesarios para su desarrollo. Este es el caso que le ocurre a Guatemala, país en el cual la investigación depende de donaciones económicas o de los mismos equipos especializados para la investigación. En Guatemala, no hay equipos para la producción de CNT, se propone desarrollar una metodología eficiente y de bajo costo. Esto genera una nueva necesidad y es que, debido a que no se tiene una metodología para el crecimiento de CNT que sea accesible para lugares con dificultades para obtener equipos especializados, se deben estudiar las mejores condiciones para el crecimiento de las estructuras y aportar información para su aplicabilidad en otros países. Esto generaría nuevos campos de investigación y desarrollo – tanto de recursos como de metodologías – para los países que no tienen los recursos necesarios.

IV. MARCO TEÓRICO

A. NANOTUBOS DE CARBONO.

Los nanotubos de carbono, o CNT (en inglés Carbon Nanotubes), fueron mencionados en estudios realizados por Radushjevich y Lukyanovich (1952), Bollmann y Spreadborough (1960) y Endo, Oberlin y Koyama (1976), pero el acceso a estos estudios no fue posible debido a la Guerra Fría. Fue hasta 1991 que se interesó y se inició con el financiamiento para el estudio de CNT con las investigaciones de Iijima y, en base a estos, se forjó el término de nanotubos de carbono a nivel internacional. Es desde entonces que la investigación de estas estructuras han predicho aplicaciones prometedoras en campos como la medicina, la electrónica, el almacenamiento de energía verde, la comunicación, entre otras (Bollmann y Spreadborough 1960; Monthieux y Kuznetsov 2006; Oberlin, Endo, y Koyama 1976).

Los CNT son alótropos de carbono que se caracterizan por tener una estructura cilíndrica cuyo diámetro es de orden de nanómetro. La estructura de tubo se genera a partir del pliegue de una membrana de grafeno, la cual se conforma por átomos de carbono sp^2 enlazados. Por el hecho de tener un diámetro de la magnitud del nanómetro se suelen analizar espacialmente como una estructura unidimensional (1D); esta simplificación se debe a que, al comparar longitud contra diámetro de los CNT, su longitud es millones de veces más grande que el diámetro, 132,000,000:1 de acuerdo a Wang *et al.* (2009), haciendo despreciable las dimensiones que aporta el diámetro (Dresselhaus, Dresselhaus, y Saito 1995; Kadam *et al.* 2014; Kumar 1999; Kumar 2011; Sahoo y Mishra 2014).

1. **Tipos de pliegue.** Los pliegues de la membrana de grafeno son de gran importancia para la estructura de los CNT, puesto que de estos dependen las características del CNT formado. Se presentan dos principales variaciones que puede poseer el pliegue, una es la cantidad de unidades de carbono que lo conforman y la otra es el ángulo con el cual se genere el pliegue (ver Figura 1, p. 6). Estas variaciones hacen que los CNT tengan una disposición diferente entre los átomos de carbono (ver Figura 2, p. 7) y, por lo tanto, diferentes campos electromagnéticos, comportamiento óptico y mecánico (Belin y Epron 2005).

Para poder identificar el tipo de pliegue de los CNT se suele utilizar la notación vectorial (n, m) , donde n y m son números enteros que representan el número de unidades de átomos de carbono que se encuentran en cada una de las dos dimensiones de la membrana de grafeno. Si $m = 0$ el pliegue se llama de zigzag; si $n = m$, de silla y cualquier otra combinación se llama quiral. Las componentes n, m son las

componentes del vector quiral \vec{C} . Este vector se puede expresar de acuerdo a la siguiente expresión (Belin y Epron 2005; Dresselhaus, Dresselhaus, y Saito 1995):

$$\vec{C} = n\vec{a}_1 + m\vec{a}_2 \quad (\text{Ecuación 1})$$

Donde \vec{a}_1 y \vec{a}_2 son los vectores unitarios que se asignan desde una esquina inicial a otra de las esquinas de la estructura hexagonal del grafeno (ver Figura 1, p. 6). Para la magnitud del vector quiral se puede proponer la siguiente expresión a partir de las propiedades generales de vectores (Belin y Epron 2005):

$$c = |\vec{C}| = a\sqrt{n^2 + nm + m^2} \quad (\text{Ecuación 2})$$

Considerando que a es la distancia entre dos átomos de carbono, lo que indica que se puede calcular por medio de la magnitud de \vec{a}_1 o \vec{a}_2 (Belin y Epron 2005).

$$a = |\vec{a}_1| = |\vec{a}_2| = a_{cc}\sqrt{3} \quad (\text{Ecuación 3})$$

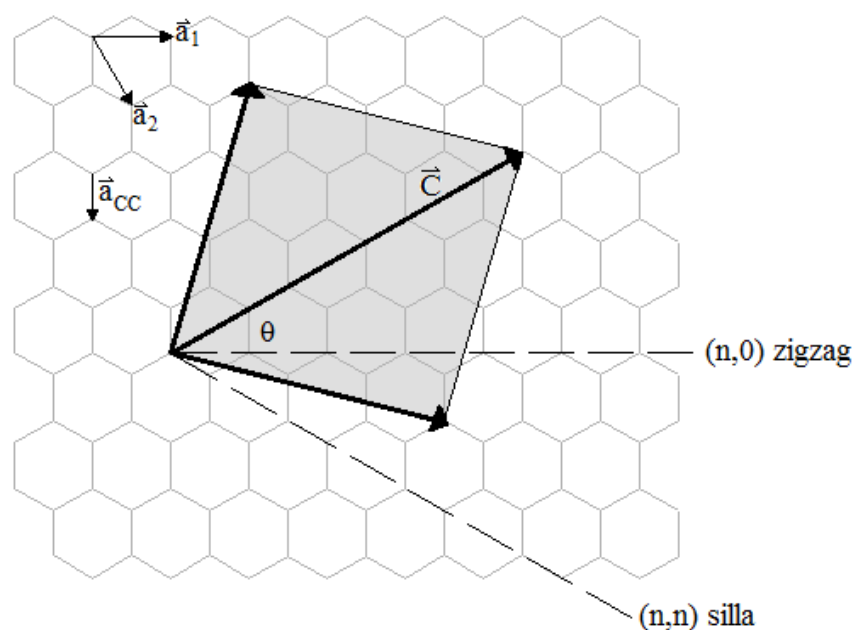
El valor teórico para un enlace de carbono-carbono es de $a_{cc} = 0.1421 \text{ nm}$, pero se utiliza una aproximación mayor para tomar en consideración que los cilindros de los CNT sufren deformaciones, por lo que se utiliza $a_{cc} = 0.144 \text{ nm}$. Posteriormente, se puede encontrar una relación entre la circunferencia c y el diámetro del pliegue por la relación (Belin y Epron 2005):

$$D = \frac{c}{\pi} \quad (\text{Ecuación 4})$$

Por último, se puede calcular el ángulo quiral, que es el ángulo entre el vector quiral y el eje del nanotubo, por la siguiente expresión (Belin y Epron 2005):

$$\theta = \tan^{-1}\left(\frac{m\sqrt{3}}{m+2n}\right) \quad (\text{Ecuación 5})$$

FIGURA 1. Ángulos de pliegue de membranas de grafeno



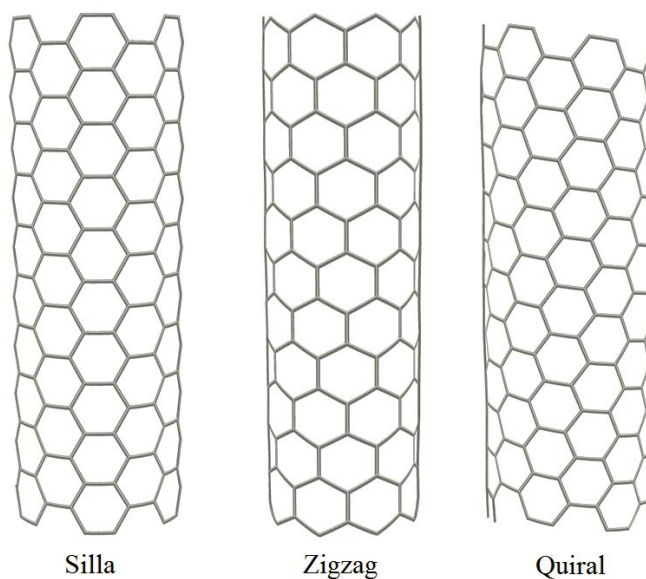
(Sane 2011)

a. Pliegue de silla. Tienen una cantidad de unidades de carbono $n = m$. Esto le permite tener un campo electromagnético homogéneo en todo el volumen interno que se genera dentro del CNT. En promedio, presentan un diámetro de 0.407 nm y un ángulo de 0° . Una de las características más importantes de esta disposición es que han mostrado carácter de conductividad como un metal de acuerdo a McEuen, Fuhrer y Park (2002), lo que hace de esta disposición un candidato atractivo para su uso en el campo de la electrónica (Belin y Epron 2005; McEuen, Fuhrer, y Park 2002).

b. Pliegue de zigzag. Tienen una cantidad de unidades de carbono $m = 0$. Esto genera una espiral en el interior del CNT con un ángulo muy pronunciado, haciendo que el paso de electrones no sea tan eficiente como en el pliegue de silla. En promedio, presentan un diámetro de 0.393 nm y un ángulo de 30° . De acuerdo a McEulen, Fuhrer y Park (2002), la disposición presenta características de un semiconductor (Belin y Epron 2005; McEuen, Fuhrer, y Park 2002).

c. Pliegue quiral. Pueden tener una cantidad de unidades de carbono $n \neq m$ y $m \neq 0$. En promedio, presentan un diámetro de 0.414 nm y puede tener un ángulo entre 0° y 30° . De las combinaciones que se pueden generar a partir de las condiciones de los números n, m y del ángulo, se puede determinar el por qué no se tiene una gran información al respecto de los pliegues quirales (Belin y Epron 2005).

FIGURA 2. Tipos de pliegues de CNT



(Sane 2011)

2. Tipos de nanotubos de carbono. Hasta el momento, se clasifican los CNT en dos grandes grupos por una característica morfológica, el número de paredes que conforman al CNT. Estos dos grupos son los CNT de una pared y de varias paredes. Los pliegues de zigzag, silla y quiral de las membranas de grafeno se presentan en todos los tipos de CNT, por lo que se pueden observar características similares entre ambos grupos, pero el hecho de tener una o varias paredes puede mejorar la conductividad, el comportamiento óptico, la dureza o flexibilidad, el efecto de almacenaje y demás propiedades que se han observado de los CNT (Belin y Epron 2005; Kadam *et al.* 2014; Kumar y Ando 2010).

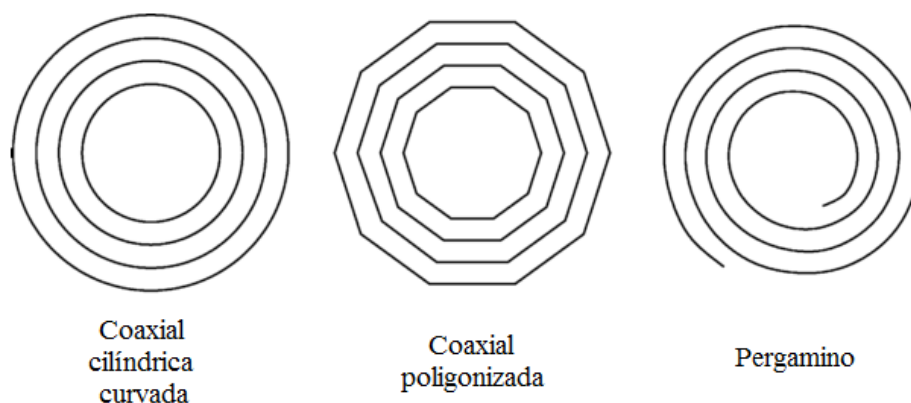
a. De una pared. Los nanotubos de carbono de una pared, o SWCNT (en inglés Single-Walled Carbon Nanotube), se forman por el pliegue de una membrana de grafeno generando una sola pared de forma cilíndrica. Se requiere alcanzar una temperatura entre 1173 K y 1473 K para poder producirlos. Presentan un diámetro de 0.34 nm. Los diferentes tipos de pliegue, que se mencionaron en la sección anterior, pueden ser analizados por medio de los ángulos y diámetros del cilindro formado. Presentan propiedades de conductores tanto metálicos como semiconductores dependiendo de su pliegue, son buenos conductores térmicos, pueden soportar altas temperaturas y químicos agresivos, pueden contener moléculas lo que los hace buenas fuentes de almacenamiento (tanto de hidrógeno como de drogas). Las ventajas que se pueden apreciar de los SWCNT es que puede tener conductividad dependiendo del pliegue, son altamente flexibles, tienen un método de análisis directo, son increíblemente fuertes en dirección axial, pueden soportar altas temperaturas y químicos nocivos sin descomponerse. Tiene las desventajas que se requiere de un catalizador para su crecimiento, la pureza y cantidad de producción es

baja y sus características se pueden ver afectadas por agentes del medio en que se encuentra (Dresselhaus, Dresselhaus, y Saito 1995; Kumar y Ando 2010; Poretzky *et al.* 2008).

b. De varias paredes. Los nanotubos de carbono de varias paredes, o MWCNT (en inglés Multi-Walled Carbon Nanotubes), se forman por el pliegue de membranas de grafeno con un centro común, lo que genera varias paredes cilíndricas, una mayor que la otra. Se requiere alcanzar una temperatura entre 873 K y 1173 K para poder producirlos. Existen tres diferentes formas de pliegue para los MWCNT, las coaxiales cilíndricas curvadas, coaxiales poligonizadas y las de pergamino (ver Figura 3). La forma coaxial cilíndrica curvada es la forma más común junto con la coaxial poligonizada; en esta forma, varias membranas de grafeno separadas cierran su pliegue generando diferentes diámetros para cada membrana individual. La forma coaxial poligonizada es una forma de pliegue similar a la coaxial cilíndrica curvada, pero depende del ángulo con que se forme el pliegue para generar una estructura de polígono. La forma de pergamino ocurre que una sola membrana de grafeno se pliega varias veces alrededor de sí misma. Son las estructuras que menos se presentan, haciendo que su estudio sea escaso y complejo. En todos los casos, la distancia entre las membranas es aproximadamente de 0.34 nm. Tiene el beneficio que no requiere de catalizadores para su producción, su pureza es alta y se puede generar en grandes cantidades. Algunas desventajas de este tipo de CNT es que no es tan flexible como los SWCNT, si su producción inicia de alguna manera que no es deseada (como que exista deflexión en algún punto su crecimiento) es difícil realizar alguna corrección, y puede tener estructuras muy complicadas que no permiten su análisis de manera correcta (Avouris 2002; Belin y Epron 2005; Kumar 1999).

La cantidad de paredes para los MWCNT puede ser de dos en adelante, pero el caso de dos paredes presenta características similares a las de los SWCNT, teniendo mejoras en la resistencia a químicos con los que tenga contacto. La característica de tener varias paredes externas genera un fenómeno de apantallaje, en el cual las moléculas externas no logran penetrar al espacio interno. Este efecto permite que el cilindro más interno mantenga sus propiedades conductoras y magnéticas como lo tendría un SWCNT, lo que lo hace una buena alternativa para su uso en electrónicos, pero hace que pierda su rigidez (Belin y Epron 2005; Kumar 2011; Muramatsu *et al.* 2006).

FIGURA 3. Formas de pliegue de los MWCNT



(Belin y Epron 2005)

3. **Metodologías de crecimiento.** Desde su descubrimiento, se han propuestos diferentes metodologías para el crecimiento de CNT. Las mencionadas a continuación son las tres metodologías más comunes; todas involucran alcanzar altas temperaturas para permitir el pliegue de la membrana de grafeno y trabajar en una atmósfera inerte, puesto que, si existe contacto con oxígeno, el carbono sufre una reacción de combustión. Todas las metodologías pueden producir MWCNT, puesto que en todas se alcanza la temperatura de 873 K, sin embargo, los SWCNT solo pueden sintetizarse si se alcanzan los 1173 K. Puesto que, en la mayoría de los casos, la meta es alcanzar los SWCNT, se deben sopesar aspectos como la pureza que se alcanza obtener con cada metodología. Algunos de los factores que hacen que la selección de la metodología sea difícil en algunos casos son la pureza de los CNT que se desea alcanzar, el uso de equipos especiales y el gasto de reactivos (Jourdain y Bichara 2013; Kumar y Ando 2010; Muramatsu *et al.* 2006; Shang *et al.* 2010).

a. **Vaporización de láser.** Se utiliza un láser de alto voltaje como de Nd:YAG, KrF, CO₂, Alexandrite, UV o de electrones. El láser evapora una fuente de grafito de alto nivel de pureza. Todo el procedimiento se debe realizar dentro de un horno de alta temperatura. Debido a que el haz que emite el láser es de alta precisión, los CNT obtenidos son alto grado de pureza, en Puretzky (2008) se menciona que se pueden obtener CNT de hasta el 99.9% de pureza luego de realizar purificaciones con ácidos u oxígeno. El haz del láser choca con la fuente de grafito y empieza a separar átomos de carbono, los cuales se van adhiriendo a la superficie de manera ordenada; la atracción electromagnética de los átomos de carbono excitados hace que se ordenen como la membrana de grafeno plegada (Musaddique, Rafique, y Iqbal 2011; Szabó *et al.* 2010).

La ventaja de esta metodología es el alto grado de pureza obtenido, puesto que se puede controlar con alta precisión todo el proceso; lo que hace de esta metodología una alternativa adecuada para el crecimiento de SWCNT. Algunas de las desventajas de la metodología por láser es la baja cantidad de nanotubos (miligramos por cada tanda), la cual se debe a la interacción directa que tiene el haz del láser con la fuente de carbono; el uso de reactivos de alta pureza, fuentes de grafito de >99.0% para obtener CNT sin defectos; y la necesidad de utilizar un láser de alto voltaje, los cuales son cotizados a partir de los US\$10,000 (Elich 2004; Kumar 1999; Puretzky *et al.* 2008).

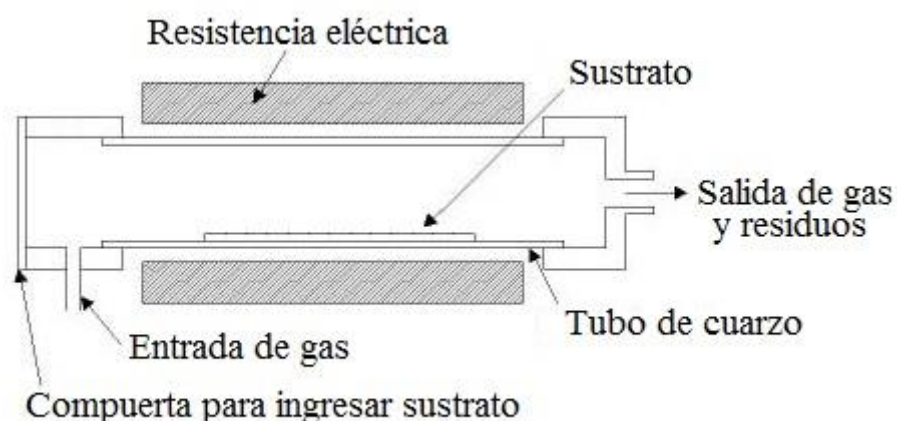
b. **Arco eléctrico.** También conocido como descarga de arco. El método se basa en la evaporación de electrodos de grafito con arcos eléctricos que alcanzan altas temperaturas. Se deben calentar los diodos dentro de una cápsula al vacío para que el carbono se organice de manera específica para su crecimiento. El arco eléctrico puede alcanzar aproximadamente 4000°C. De acuerdo a Muramatsu *et al.* (2006), los CNT obtenidos tienen un grado de pureza entre el 60-70% porque los productos tienen un alto contenido de partículas de metal y carbono amorfo que no puede controlarse con el choque de

electricidad producido. Los electrodos que se usualmente se utilizan son hechos de grafeno (Musaddique, Rafique, y Iqbal 2011; Szabó *et al.* 2010).

Las ventajas del arco eléctrico son la alta producción de CNT, el relativamente alto grado de pureza obtenido y la accesibilidad al equipo utilizado. Las desventajas de esta metodología incluyen que necesitan grandes cantidades de la fuente de carbono, pues se consumen los electrodos directamente; su pureza es dependiente de la pureza de la fuente de carbono utilizada, haciendo que se requiera una fuente de gran grado de pureza; y por último, la necesidad de la cámara de vacío que soporte altas temperaturas y tenga entradas especiales para los electrodos, cápsulas que necesitan ser hechas a la medida (Chattopadhyay y Singh 2012; Muramatsu *et al.* 2006; Teo y Singh 2003).

c. Deposición química de vapor. La metodología consiste en la descomposición de moléculas complejas de carbono por medio de calentamiento a altas temperaturas y la posterior deposición de los átomos de carbono en sustratos. Esta es la metodología más simple para generar condiciones de temperatura ideales para el crecimiento de CNT, al igual que se puede controlar la presión del sistema. La deposición química de vapor requiere de tener una atmosfera inerte, donde se haga fluir en forma de gas la fuente de carbono, por lo que se suelen utilizar gases como nitrógeno o argón en mezclas con metano o etanol vaporizado. La temperatura se alcanza con un horno de alta temperatura, por lo que los sistemas más especializados suelen ser un horno en forma de tubo alargado, donde se puede introducir la superficie de crecimiento y desplazar el aire del sistema para evitar la pirólisis de las moléculas de carbono. A continuación se muestra un esquema de los típicos sistemas de deposición química de vapor (Kadam *et al.* 2014; Kumar y Ando 2010; Moshkalyov *et al.* 2004; Oakland *et al.* 2014):

FIGURA 4. Esquema del sistema para deposición química de vapor



(Sane 2011)

Las ventajas de la deposición química de vapor es la accesibilidad por no requerir de equipos tan especializados para calentar el sistema y tener una alta eficiencia para generar el anclaje de las partículas de carbono, puesto que depende del sustrato utilizado. Dentro de los factores que más favorecen a esta metodología es el uso de catalizadores, los cuales permiten reducir las temperaturas de trabajo y mejorar los diámetros de los CNT. Las desventajas de esta metodología es que tiene un alto consumo de los reactivos que generan un ambiente libre de oxígeno (Hinkov *et al.* 2014; Kumar y Ando 2010).

1) Catalizadores. El uso de catalizadores es esencial para la deposición química de vapor, puesto que sirven para anclar las unidades de carbono. Estos catalizadores tienen que poder soportar altas temperaturas para permitir que se reduzca la temperatura a la cual ocurre la descomposición de las moléculas de la fuente de carbono. Los catalizadores más utilizados son Fe, Ni y Co, porque el carbono tiene una alta solubilidad a altas temperaturas y una alta difusión en estos metales. Se ha considerado que estos metales también tienen una mayor adhesión con el carbono y permiten que el diámetro de los CNT sea menor (lo que es importante para algunas aplicaciones), puesto que se ha encontrado que el diámetro de los CNT es dependiente del tamaño del átomo del catalizador. Otros metales que se han utilizado como catalizadores son Cu, Au, Ag, Pt, Pd y aleaciones de tipo Mo/Ni/MgO, Ni/MgO, Mo/Co/MgO, Co/MgO, MgO, FeCo, SiO/Si, etc. Las aleaciones han permitido expandir los diferentes estudios de diámetro, longitud y densidad con que crecen los CNT, pero todavía se tiene mucho más que investigar (Kumar 1999; Ni *et al.* 2006; Ural, Li, y Dai 2002; Zhou *et al.* 2005).

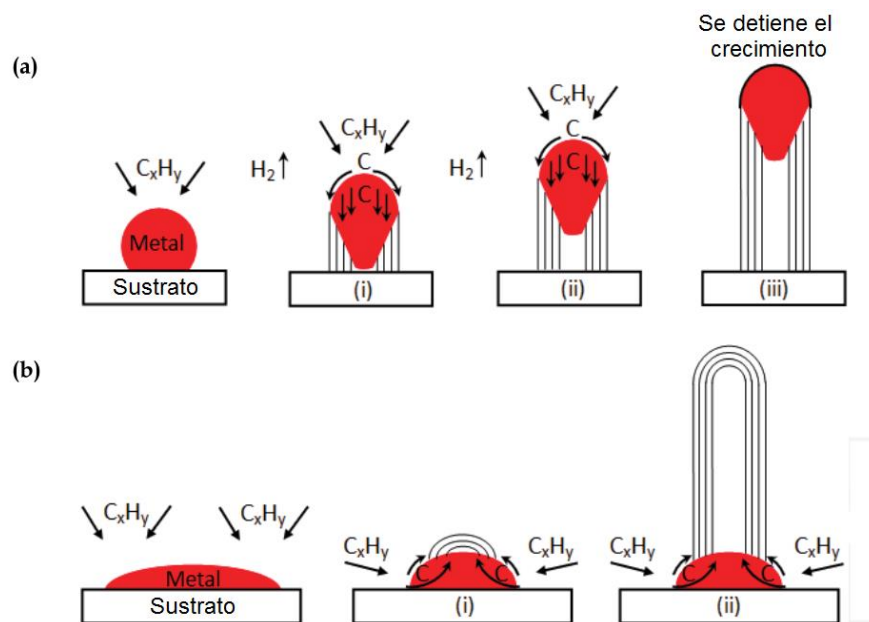
4. Mecanismos de crecimiento. Desde el descubrimiento de los CNT, se ha debatido el mecanismo de crecimiento de estos por lo que no hay un mecanismo definido a la fecha. Sin embargo, el siguiente mecanismo es bastante aceptado: El vapor de un hidrocarburo entra en contacto con nanopartículas de metal a altas temperaturas, descomponiéndose (proceso exotérmico) en carbono e hidrógeno; el hidrógeno deja el sistema mientras que el carbono se disuelve en el metal. Cuando se alcanza el límite de la solubilidad del carbono en el metal (a la temperatura trabajada), el carbono se precipita (proceso endotérmico) hacia afuera del metal y cristaliza en forma de un cilindro, una estructura muy estable por no tener enlaces colgantes. Luego más moléculas de hidrocarburo se descomponen generando más calor en la zona de precipitación, el cual es absorbido en el proceso de cristalización. Este gradiente de temperatura permite que el proceso siga ocurriendo (Kumar 1999; Ordoñez-Casanova *et al.* 2013).

El crecimiento de los CNT empieza a diferir cuando se desea determinar cómo se da el proceso de descomposición-cristalización del carbono. Dos mecanismos de este proceso son propuestos en el trabajo de Kumar (1999) y se pueden observar en la Figura 5 (p. 12). Los pasos de ambos mecanismos son similares, en el caso del mecanismo del desplazamiento en la superficie (Figura 5a, p. 12) el hidrocarburo

se deposita en la superficie del metal y se desplaza hacia la base, levantando el metal; mientras que el caso del crecimiento desde la base (Figura 5b), el hidrocarburo se deposita en el límite de la base del metal y se desplaza hacia el centro del metal, levantando el cilindro de carbono generado (Kumar 1999; Ordoñez-Casanova *et al.* 2013; Qi, Qian, y Liu 2006; Teo y Singh 2003).

FIGURA 5. Representación de los mecanismos aceptados del crecimiento de CNT

(a) desplazamiento en la superficie y (b) crecimiento desde la base



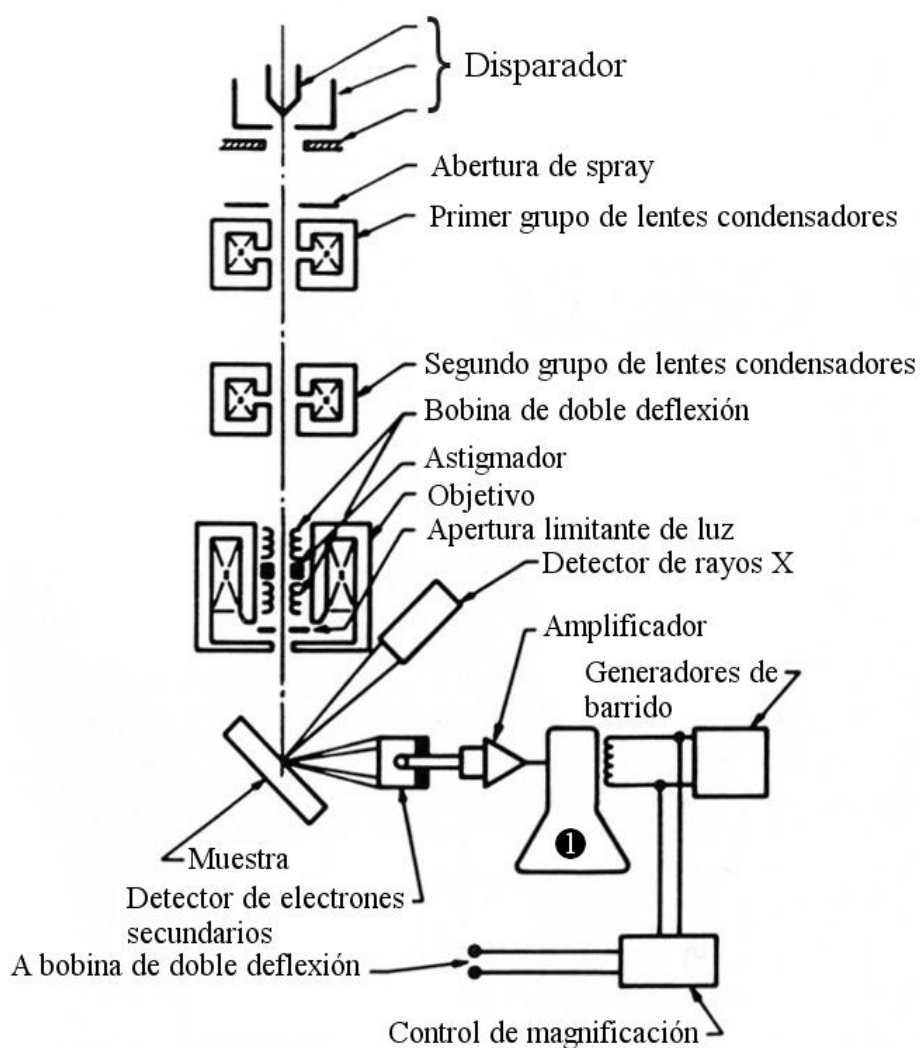
(Kumar 1999)

5. Equipos para la caracterización de los CNT. Con el avance del tiempo se han desarrollado diferentes metodologías para la caracterización de los CNT. Una metodología muy utilizada es analizar la morfología de la muestra con un microscopio de barrido de electrones (en inglés, SEM por Scanning Electron Microscope). Otras metodologías utilizan detectores de rayos X, junto con el detector de electrones del SEM, con la finalidad de determinar la identidad de las estructuras encontradas en el SEM, ya que la información obtenida en el SEM brinda la morfología y el análisis de rayos X brinda la composición de la estructura (Goldstein *et al.* 2003b).

a. Microscopio de barrido de electrones (SEM). Los microscopios de electrones se caracterizan por utilizar un haz de electrones acelerados como fuente de luz. El uso de electrones se debe a que un electrón tiene una longitud de onda hasta 100,000 veces más cortas que los fotones de luz visible (Goldstein *et al.* 2003c). Por esta característica, los microscopios de electrones tienen una mayor resolución que los microscopios convencionales, permitiendo observar muestras del orden de picómetros (Erni *et al.* 2009).

El microscopio de barrido de electrones genera una imagen por medio de disparar haces de electrones concentrados en la muestra. A medida que los haces de electrones inciden en la muestra, estos interaccionan con los átomos de la muestra lo que genera información de la topografía y composición de la superficie de la muestra. El funcionamiento del SEM se puede ver en el esquema de la Figura 6. Para interpretar la señal producida por la incidencia en la muestra, se combina la posición del haz emitido con la señal que emite la muestra para generar un barrido que se actualiza en tiempo real. Por esta razón, hay casos en que se dificulta obtener una imagen definida de la muestra (Erni *et al.* 2009; Goldstein *et al.* 2003b).

FIGURA 6. Diagrama interno de SEM con detector de rayos X



① Tubo de rayos catódicos

(Goldstein *et al.* 2012).

b. Rayos X. La espectroscopía de fluorescencia de rayos X (en inglés XRF, por X-Ray Fluorescence) es una técnica analítica utilizada generalmente para el análisis elemental o caracterización química de una muestra. Se fundamenta en la excitación de los átomos de la muestra por la interacción con los haces cargados de una fuente de emisión, ya sea una fuente de rayos X o una fuente de haz de electrones. La fluorescencia de rayos X no debe confundirse con la difracción de rayos la cual suele utilizarse como un método de análisis de superficie y estados cristalinos de moléculas, lo que indica que la fluorescencia es un método cuantitativo y la difracción es un método cualitativo. La capacidad analítica de la técnica de XRF se basa en el principio de que cada elemento tiene una estructura atómica única, lo que genera un espectro de emisión de rayos X específico para cada elemento. De esta manera, la emisión de energía específica puede ser comparable con un estándar para poder cuantificarla (Belin y Epron 2005; Goldstein *et al.* 2003a).

Para estimular la emisión de las bandas de rayos X de una muestra, un haz de partículas cargadas (como los electrones o protones) incide en los átomos de la muestra, haciendo que los electrones de ésta, den un salto por niveles discretos de energía. Al ocurrir el salto del electrón interno, se emite un haz energético, el cual hace que un electrón del estado menos energético sea eyectado del átomo en el que incide. El lugar donde se encontraba el electrón interno eyectado queda vacío, por lo que un electrón de un nivel más energético se posiciona en dicho espacio y llena el espacio que anteriormente ocupaba el electrón eyectado. Se debe recordar que el principio de conservación de energía hace que la diferencia de energía que existe entre el estado más energético y el estado menos energético se ve liberado en forma de rayos X, puesto que el electrón del estado más energético ya no puede contener la misma cantidad de energía cuando ocupa el espacio del electrón antes eyectado, lo que se debe a la diferencia de las fuerzas interatómicas sean diferentes para el electrón más energético. La energía liberada se ve liberada como una emisión de rayos X por su intensidad y frecuencia. La emisión de rayos X liberada se mide con un espectrómetro de energía dispersiva, como los detectores de Si(Li) o detectores de desfase de silicón (en inglés SDD por Silicon Drift Detector) (Belin y Epron 2005; Goldstein *et al.* 2003a).

B. ESTUDIOS DE NANOTUBOS DE CARBONO EN EL MUNDO.

Desde que se iniciaron los estudios de los CNT, se ha observado que estos presentan características prometedoras para producción de nuevas tecnologías en campos como la medicina. Tran, Zhang, y Webster (2009) encontraron la aplicación de los CNT para el crecimiento de tejidos biológicos, puesto que las nanofibras pueden trabajarse a manera de conducir impulsos eléctricos y al mismo tiempo no son rechazadas o tóxicas por el cuerpo. Peretz y Regev (2012) estudiaron la metodología de análisis de la actividad de fármacos por medio de CNT, donde se puede analizar el punto en que los fármacos tienen contacto con las membranas celulares e incluso pueden mejorar la transmisión de los medicamentos, como lo estudiaron Madani *et al.* (2011). Otra gran aplicación de los CNT que tiene un alto peso en investigación es el uso para la detección de enfermedades, estudios que se han desarrollado por Cheung *et al.* (2010), Harutyunyan *et al.* (2002), He *et al.* (2013) y Usui *et al.* (2012).

Por su excelente conductividad se han desarrollado aplicaciones en el campo de la electrónica, como semiconductores o conductores metálicos, de acuerdo a estudios realizados por McEuen, Fuhrer, y Park (2002). Avouris (2002) menciona que los nanotubos podrían llegar a sustituir los cables de fibra conductora de los microchips, llevando a una nueva dimensión los tamaños de los microchips, los cuales alcanzarán una escala nanométrica. Incluso, se han estudiado su aplicación para sustituir las fibras electrónicas y fibras de carbono por tener un movimiento de electrones comparable como el de las alternativas convencionales de cobre y oro (Peng, Zhang, y Wang 2014).

Otros campos donde se ha buscado la aplicación de los CNT son en el almacenaje y producción de energía verde y el desarrollo de nuevos materiales. En el primero, se ha considerado como una excelente alternativa para el almacenamiento de H₂ por su resistencia a la corrosión y facilidad de liberar las moléculas de hidrógeno, de acuerdo a Assfour *et al.* (2011), Chen *et al.* (2013) y Froudakis (2011). En la segunda, se ha propuesto el desarrollo de fibras delgadas y resistentes a impactos de acuerdo a Lau y Hui (2002), y como sustitutos de materiales de construcción aeroespacial de acuerdo a Paipetis y Kostopoulos (2013).

C. NANOTECNOLOGÍA EN GUATEMALA.

En Guatemala, los únicos que muestran interés en el campo de nanotecnología son el grupo de investigadores de Nanotecnología de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos de Guatemala (USAC). Estos investigadores han realizado presentaciones de algunos temas de interés que se han publicado en otros países como el efecto de la goma de arábica en el tratamiento de nanocompuestos, del funcionamiento de microscopios de electrones o del nanocompuestos de polvo de aluminio, sin embargo, no tienen publicaciones propias al respecto. También han realizado un Congreso de Nanotecnología y tecnologías futuras para el desarrollo sostenibles en Enero de 2015, un Diplomado de Nanociencia y nanotecnología en febrero-abril de 2013 (USAC 2014).

A pesar de tener algunas actividades en el campo de la nanotecnología por parte de la USAC, Guatemala no tiene un desarrollo propio en la investigación en dicho campo. El estudio de nanopartículas en Guatemala es escaso, tanto por falta de equipos especializados para su análisis como por la dificultad de la obtención de dichas nanopartículas. Como es de esperar, la información que produce el país respecto a los CNT es prácticamente inexistente.

Cabe mencionar que, en la Universidad del Valle de Guatemala (UVG), se desarrolló un estudio con estructuras cilíndricas de carbono para la caracterización de humedad en superficies por medio de un encapsulado del aceite esencial de ajo que liberaba el aceite esencial al hidratarse. Este estudio mostró buenos resultados para la aplicación de los CNT como una estructura especializada de encapsulado la cual es selectiva a condiciones específica, pero no realizó ningún análisis para caracterizar las estructuras de encapsulado, lo que presenta una de las principales dificultades de trabajar con CNT en el país (Gonzalez 2013). Además de este estudio relacionado con la nanotecnología, no se han desarrollado más estudios con nanoestructuras en Guatemala por problemas como el costo, su importación, equipos, caracterización, etc. Lo que corrobora que es necesario buscar alternativas para el estudio de nanotecnología en el país para poder desarrollar el campo de estudio.

V. METODOLOGÍA

A. DISEÑO

La presente tesis es un estudio transeccional con alcance exploratorio del desarrollo de nanotubos de carbono que fue realizado en los laboratorios del Departamento de Química de la Universidad del Valle de Guatemala. Se midió el efecto de las modificaciones en las variables de presión de gas acarreador, temperatura de operación de la mufla y superficie de sustrato para la determinación del crecimiento de CNT. Se llevó a cabo la experimentación durante los meses de diciembre 2015 a julio 2016. La muestra fue realizada en nueve corridas con una placa de níquel y una corrida con placa de cobre. Las condiciones utilizadas para el crecimiento de CNT fueron una presión de argón con etanol a 645 Torr de presión promedio durante cuatro horas de trabajo de la mufla a 750 °C y a 45 °C del balón de tres bocas. Posteriormente se caracterizaron las muestras obtenidas en un SEM (con apoyo del INACIF) para corroborar el efectivo crecimiento de CNT. No se realizaron análisis estadísticos por la finalidad explorativa de la investigación del crecimiento positivo del crecimiento de CNT.

1. Enfoque de la investigación: cualitativo.

2. Tipo de investigación: Transeccional con alcance exploratorio.

3. Diseño de la investigación: Cuasi experimental por la modificación de variables.

4. Contexto de la investigación, tiempo y lugar. El estudio se llevó a cabo en los laboratorios del Departamento de Química de la Universidad del Valle de Guatemala durante los meses de diciembre de 2015 a julio de 2016.

5. Población, muestra y tipo de muestra: No aplica, por ser la implementación de un método local.

6. Hipótesis: No aplica, por el tipo de investigación.

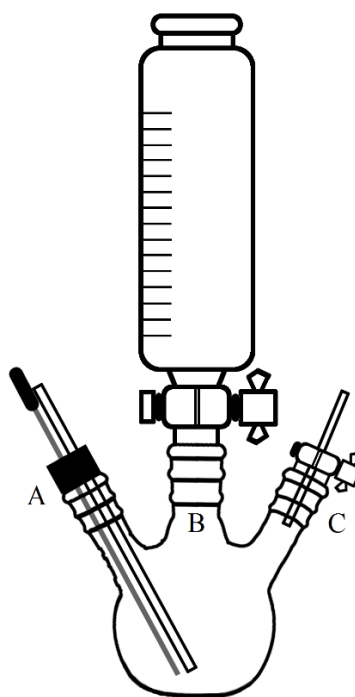
CUADRO 1. Operacionalización de variables

Variable	Definición conceptual	Nivel de medición	Definición operacional			
			Dimensión	Subdimensión	Indicador	Escala
Presencia de nanotubos	Presencia en la placa de níquel de filamentos de color negro carbón.	<p>Positivo si, a 2, 000x de microscopio de electrones, se presentan filamentos con estructura cilíndrica que muestren una proporción de 90.00% de carbono en el análisis de rayos X.</p> <p>Negativo si, a 2, 000x de microscopio de electrones, no hay presencia de filamentos con estructura cilíndrica que muestren una proporción de 90.00% de carbono en el análisis de rayos X.</p>	Estructura cilíndrica	Identidad de nanotubo	Presencia de filamentos con estructura cilíndrica en SEM.	Dicotómica
			Comportamiento de micela		Filamentos negros tienden a un comportamiento de magnetismo para formar una micela al ser separados de la superficie de níquel.	Dicotómica
			Unión a sustrato		Filamentos negros sobre superficie de níquel tienden a unirse con fuerza al sustrato y permiten ver brillo al separarse de la superficie.	Dicotómica
			Porcentaje del contenido de carbono		Proporción superior al 90.00% de carbono en el análisis de rayos X.	Continua

B. MATERIALES Y MÉTODOS.

Para evaluar la factibilidad de una metodología para el crecimiento de CNT por deposición química de vapor en la UVG se siguió la metodología descrita en el trabajo de Moshkalyov *et al.* (2004). Esta metodología consiste en mantener un flujo de carbono a través de una atmósfera inerte a altas temperaturas, de 700 °C a 900 °C para MWCNT y de 900 °C a 1200 °C para SWCNT. Sin embargo, el sistema utilizado por Moshkalyov *et al.* (2004) es un sistema especializado para el crecimiento de CNT, por lo que se hizo necesario ensamblar un sistema para flujo de etanol (fuente de carbono) en atmósfera inerte generada por gas argón. El sistema para regular el paso de etanol (ver Figura 7) con argón se realizó con un balón de tres bocas de 250 mL (Pyrex USA); las entradas de 24/40 permitían el ingreso de gas argón con una varilla de vidrio hueca ensamblada en un tapón de hule en la entrada A, ingreso de etanol en la entrada B por medio del ensamblaje de una bureta graduada de 100 mL para kit de destilación (Pyrex USA) y la salida del etanol burbujeado con argón en la entrada C.

FIGURA 7: Sistema de regulación de paso de etanol en atmósfera inerte



(propuesta propia).

Para generar la atmósfera inerte en el sitio de reacción se realizó un prototipo de una cámara de hierro galvanizado (ver Figura 15, p. 42), la cual tiene una tubería de entrada por donde fluye el gas inerte con la fuente de carbono y una tubería de salida por donde se expulsan los desechos sin reaccionar.

Además, la cápsula tiene una entrada con tapa ajustable donde se introduce la superficie en la cual se produce el crecimiento de CNT.

Para la prueba piloto se utilizó una cápsula soplada con vidrio pyrex con el diseño de la Figura 14 (p. 41). Al momento de realizar la cápsula con vidrio pyrex, se introdujo la placa de níquel antes de realizar la última unión de la tubería principal para contener el sustrato dentro del sistema de crecimiento. Posteriormente a realizar la prueba a 700 °C por dos horas y media, con presión promedio de 645 Torr y temperatura de 45 °C en el balón de tres bocas, se tuvo que romper la cápsula de vidrio pyrex para extraer la placa de níquel. Una vez realizada la prueba piloto, se prosiguió a realizar las demás pruebas en la cápsula de hierro galvanizado (ver Figura 16, p. 43).

1. Crecimiento de nanotubos: La superficie utilizada para el crecimiento de CNT fue una placa de níquel (Sigma Aldrich, 99.9%), la cual fue proporcionada por el Departamento de Química de la UVG. Se colocó la placa de níquel dentro de la cápsula de hierro galvanizado, posteriormente se selló con una llave inglesa. Se introdujo la cápsula en una mufla (Thermo Scientific Thermolyne Benchtop Muffle F48000); se conectaron las tuberías para la entrada y salida de gases (ver Figuras 16 y 17, pp. 43 y 44). Se inició el flujo de gas argón (Productos del Aire, 99.9%) durante 5 minutos y, una vez se tuvo una atmósfera inerte, se inició el flujo de etanol y el calentamiento hasta alcanzar una temperatura constante de 750 °C dentro de la mufla donde se operó durante cuatro horas (240 minutos); al finalizar las cuatro horas de operación, se cerró el paso de etanol pero se mantuvo la presión de argón hasta que la mufla se enfriara a 100 °C; a partir de los 100 °C se permitió que el sistema llegara a temperatura ambiente sin flujo de argón. Se mantuvo la presión del gas argón solo y con el etanol gaseoso (Merck Millipore, Grado Analítico) a la misma presión promedio de 645.0 Torr durante todo el proceso. El etanol fue introducido al sistema por medio de burbujear argón en etanol a 45 °C en promedio en un balón de tres bocas de 250 mL como se muestra en la Figura 7 (p. 19). Tanto la presión como la temperatura del balón de tres bocas se midió con un sensor PASCO Advanced Chemistry Sensor PS-2172 con conexión a SPARKvue ver 2.2.2 a través de un PASCO Sparklink PS-2009A, realizando mediciones con una frecuencia de 1 Hz durante todo el proceso de calentamiento y operación. Para acelerar el enfriamiento de la cápsula, se apagó la mufla y se abrió la compuerta. Una vez fría, se extrajo la cápsula de la mufla y se utilizó la llave inglesa para abrir la cápsula y extraer la placa de níquel de donde se extrajeron los CNT y se almacenaron hasta su caracterización.

ADVERTENCIA

Ver el protocolo de seguridad presentado en la sección de Apéndice: Cuadro 4, p. 40.

2. **Caracterización de CNT:** Para identificar las estructuras cilíndricas de los CNT se contó con el apoyo del INACIF, donde se trabajó con un SEM (JEOL JSM-6610LV) con detector de electrones retrodispersados y detector de rayos X el cual utilizaba una interfaz de usuario Suite ver 4.15 SYS 35034 con SEM Control User Interface ver 3.02. Se inició la búsqueda de CNT con un barrido a 800x y 10 kV. Una vez encontrada alguna estructura cilíndrica, se enfocó el detector en dicha estructura en un rango de 2,500-5,000x y se realizó un barrido con el detector de rayos X. Con el detector de rayos X, se realizó un análisis de la composición porcentual de las estructuras cilíndricas encontradas, esperando obtener por lo menos un 90.00% de carbono. Si se obtenían composiciones porcentuales menores al 90.00% de carbono y que poseían sílice en la composición porcentual se descartaba como un filamento de fibra de vidrio.

3. **Determinación de parámetros óptimos para el sistema propuesto:** Para identificar las condiciones y parámetros óptimos para el crecimiento de CNT en el sistema propuesto se realizó una variación en uno de los parámetros utilizados mientras que el resto de parámetros se mantenían constantes. En el primer caso, se varió la presión de argón con etanol, en el cual se trabajó a 645.0 Torr y a 650.0 Torr mientras que se mantuvieron constantes la temperatura de trabajo de la mufla a 700 °C, la temperatura del balón de tres bocas a 45.0 °C y la superficie de crecimiento, siendo esta de níquel. En el segundo caso, se realizó el cambio en la temperatura de trabajo de la mufla la cual se trabajó a 700 °C, 750 °C y 800 °C manteniendo constantes la presión de argón con etanol a 645.0 Torr, la temperatura del balón de tres bocas a 45.0 °C y la superficie de níquel. En el tercer caso, se utilizó otra superficie para el crecimiento de CNT, siendo ésta una superficie de cobre en lugar de la superficie de níquel, manteniendo constantes la temperatura de trabajo de la mufla a 750 °C, una presión de argón con etanol de 645.0 Torr y una temperatura del balón de tres bocas de 45.0 °C.

VI. RESULTADOS

Se encontraron estructuras cilíndricas a 800x (160 μm) y 950x (130 μm) de magnificación (ver Figuras 8 y 9, p. 23) con el detector de electrones retrodispersados del SEM. Las estructuras cilíndricas encontradas, como se puede observar en la Figura 10 (p. 23), fueron analizadas con el detector de rayos X para determinar su composición, dando como resultado una composición mayor al 90.00% de carbono (ver Figura 26, p. 58) lo que corrobora que, en efecto, se trata de un CNT. Las estructuras de las corridas posteriores también se analizaron con el detector de rayos X para determinar su composición, la cual fue superior al 90.00% de carbono en la mayoría de casos (ver Figuras 27 a 33, pp. 59 a 65). Los CNT se encontraron en múltiples ocasiones los cuales siempre superaron el 90.00% de carbono en su composición porcentual, indicando que el sistema propuesto produjo el crecimiento de CNT efectivamente. Además de carbono, las muestras muestran contener trazas de níquel y sílice. En otras ocasiones se encontraron estructuras cilíndricas cuya composición era principalmente sílice (ver Figura 11, p. 24), un resultado que no era el esperado, pues se trataba de fibra de vidrio (una impureza).

FIGURA 8. Imagen de estructuras cilíndricas tomada con detector de electrones retrodispersados a 800x 10kV en SEM de muestra raspada de superficie de níquel (750 °C, vidrio pyrex, 27/04/2016).

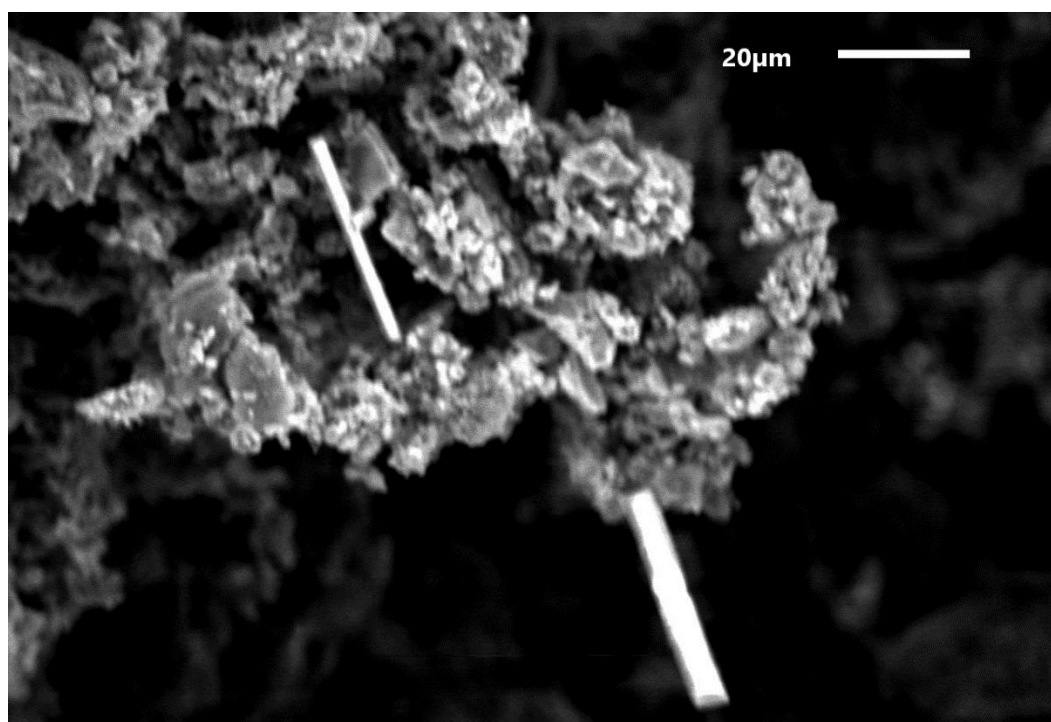


FIGURA 9. Imagen de estructuras cilíndricas tomada con detector de electrones retrodispersados a 800x 10kV en SEM de muestra raspada de superficie de níquel (750 °C, vidrio pyrex, 27/04/2016).

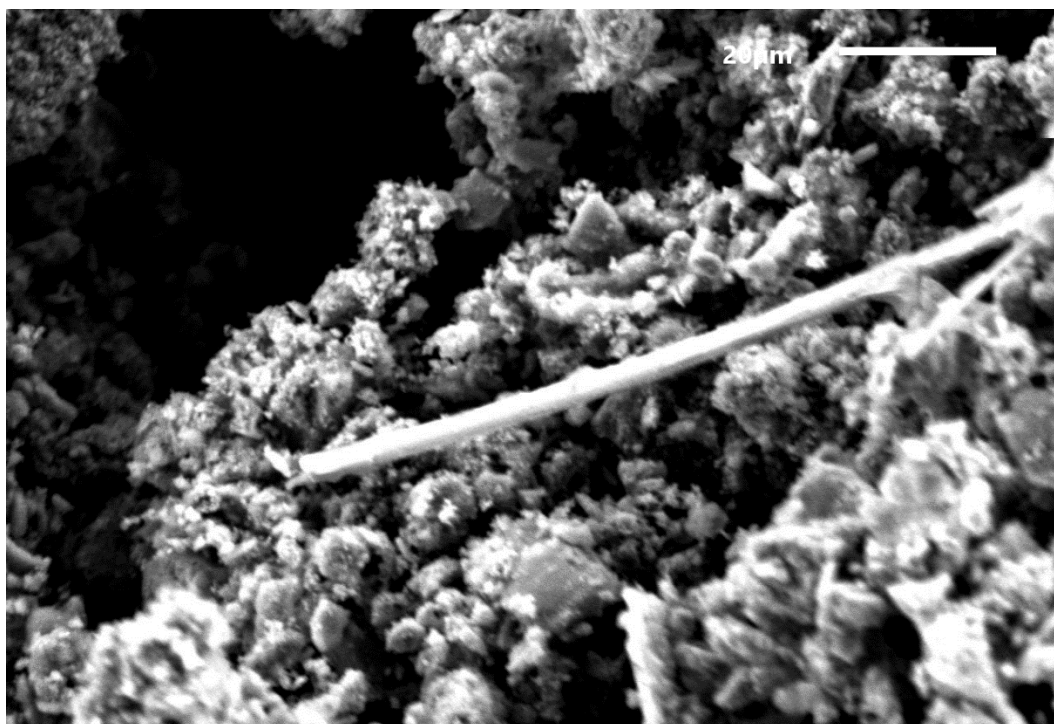


FIGURA 10. Imagen de CNT tomada con detector de electrones retrodispersados a 4500x 10kV en SEM de muestra raspada de superficie de níquel (750 °C, vidrio pyrex, 27/04/2016).

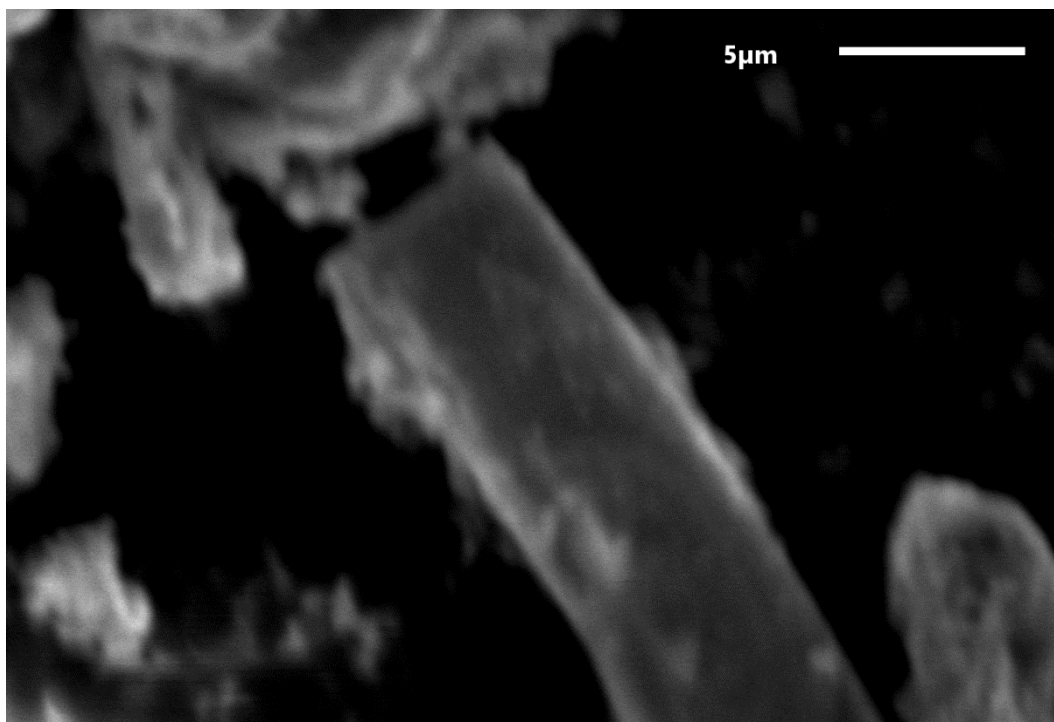
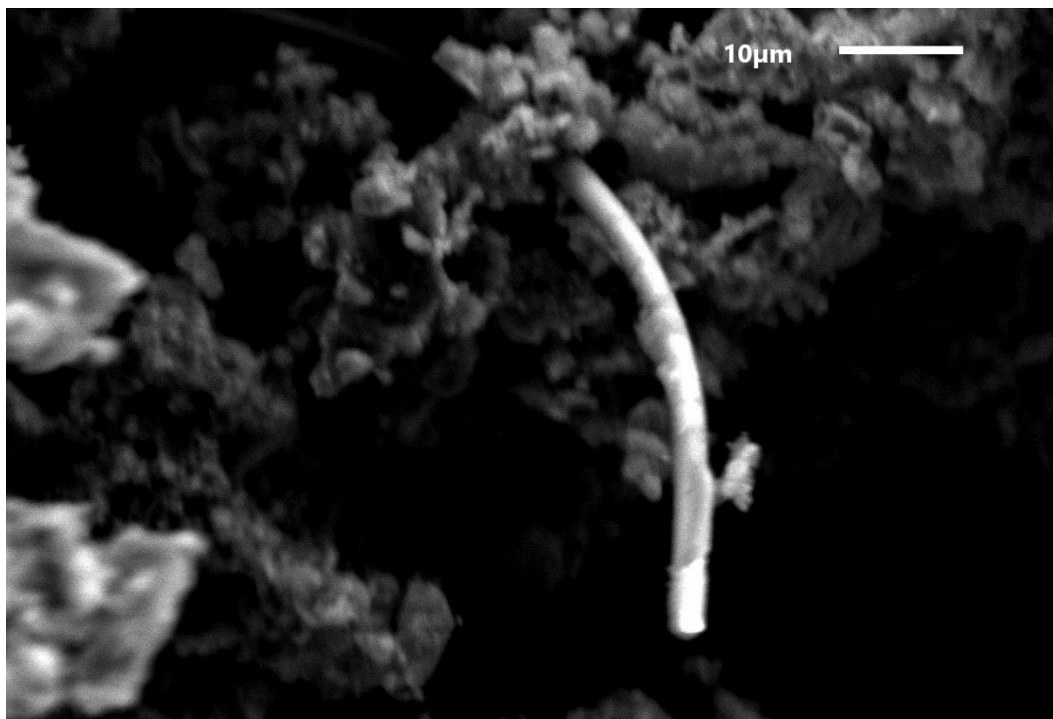
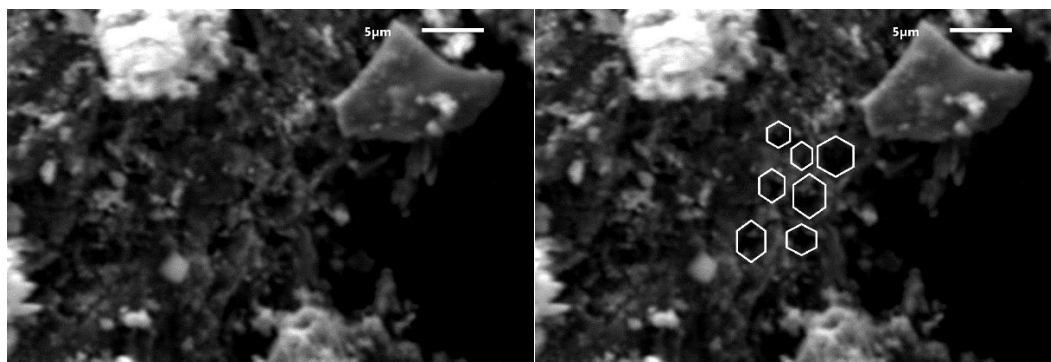


FIGURA 11. Imagen de fibra de vidrio tomada con detector de electrones retrodispersados a 1500x 10kV en SEM de muestra raspada de superficie de níquel (750 °C, vidrio pyrex, 27/04/2016).



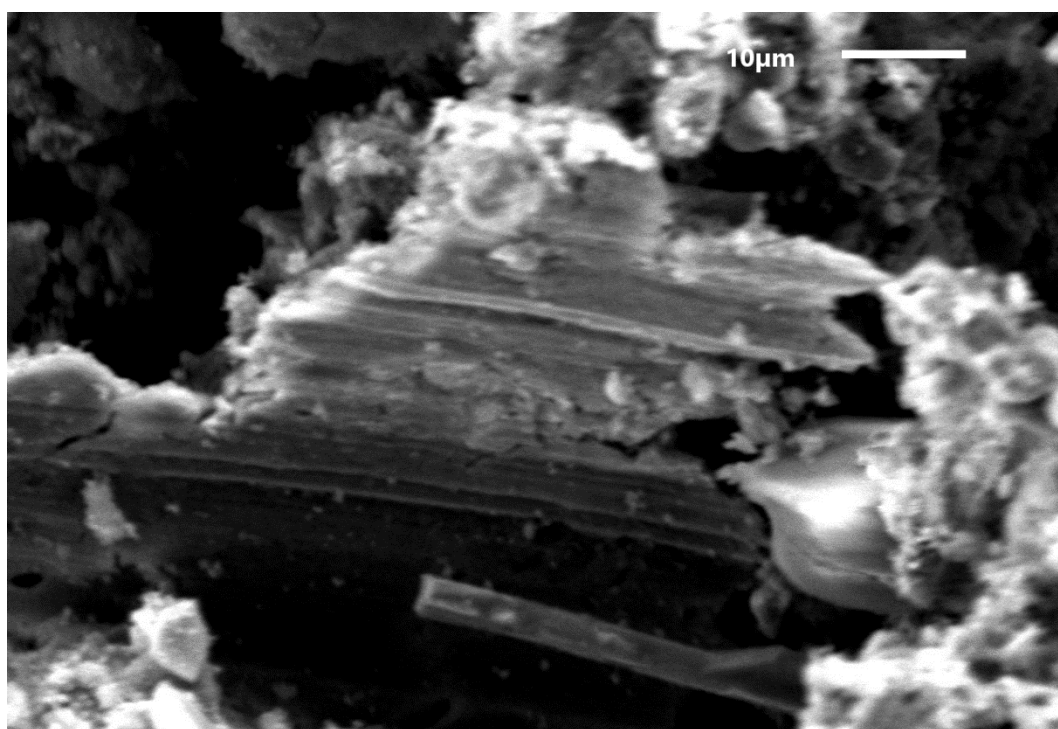
Se encontraron ensamblados de muros donde se pueden observar centros donde se concentran estructuras circulares (ver Figura 12A y 12B). Estas estructuras cilíndricas se asemejan a la estructura de una membrana de grafeno o la estructura que se forma si se realiza un corte transversal a un grupo de cilindros juntos.

FIGURA 12. A) (izquierda) Imagen de CNT tomada con detector de electrones retrodispersados a 3000x 10kV en SEM de muestra raspada de superficie de níquel (750 °C, vidrio pyrex, 27/04/2016) y B) (derecha) imagen donde se resalta la estructura de los CNT en la imagen de la izquierda.



Se encontraron paredes sin estructuras definidas que, al realizar el análisis con rayos X, mostraron contener porcentajes de níquel superiores al 80.0%, lo que indica que parte de la superficie de crecimiento fue arrastrada con los CNT (ver Figura 13). Al momento realizar las extracciones de las muestras por medio de raspado o con acetona, se encontró que las muestras a las que se les aplicó el raspado mantuvieron mejor las estructuras cilíndricas que a las que se extrajeron con acetona. Las muestras extraídas con acetona no mostraron poseer formas o estructuras definidas y el análisis de composición porcentual presentó mezclas de carbono, sodio, níquel, sílice y oxígeno en proporciones variables.

FIGURA 13. Imagen de fragmento de níquel tomada con detector de electrones retrodispersados a 1500x 10kV en SEM de muestra raspada de superficie de níquel (750 °C, vidrio pyrex, 27/04/2016).



En las figuras 8 a 13 (pp. 22 a 25) se observan diferentes casos presentes en la muestra raspada de la superficie de níquel de la prueba realizada el día 13 de abril de 2016. Esta prueba se realizó con el prototipo de la cápsula de vidrio pyrex soplado. La información obtenida confirma que la propuesta de sistema para crecimiento de CNT por deposición química de vapor fue efectiva. Sin embargo, el uso de vidrio pyrex para realizar la cápsula de reacción no es el método que será recomendado en este estudio por la dificultad de romperse la cápsula con cada prueba realizada, haciendo que no sea una opción económicamente viable. De igual manera, al trabajar a 700 °C durante más de dos horas, el vidrio pyrex se deformó, perdiendo la estructura de la cápsula que se hizo.

Posteriormente se realizaron todas las pruebas con la cámara de hierro galvanizado obteniendo los mismos resultados que con el prototipo de pyrex. En los casos donde se varió la temperatura de operación de la mufla a 750 °C se presentan el mismo comportamiento en la deposición de CNT sobre la superficie de níquel, pero se observó una mayor la cantidad de CNT depositados a comparación con una temperatura de 700 °C; sin embargo, cuando se trabajó a 800 °C, la cantidad de CNT fue considerablemente menor que cuando se trabajó a 700 °C, prácticamente siendo esta cantidad nula. Lo anterior indica que la mejor temperatura de la mufla para trabajar con el sistema de hierro galvanizado propuesto es de 750 °C durante cuatro horas.

Cuando se trabajó variando la superficie para crecimiento por una de cobre en lugar de una superficie de níquel, no ocurrió el crecimiento de CNT en ningún punto de la placa de cobre. También se pudo observar que superficie interna de la cápsula de hierro galvanizado permitió el crecimiento de CNT. Esto determina que la mejor superficie utilizada para el crecimiento de CNT en el sistema propuesto es la superficie de níquel, y una alternativa puede ser la superficie interna del hierro galvanizado.

Con el caso de la variación de presión de argón con etanol, se encontró que el crecimiento fue más eficiente a 645.0 Torr que a 670.0 Torr, puesto que se encontró mayor deposición sobre la superficie de níquel a 645.0 Torr. Cuando se trabajó a 670.0 Torr, se depositó carbono en la tubería de entrada y salida de la cápsula de reacción evitando el acceso de carbono al a cámara de reacción y el crecimiento de CNT en la superficie de níquel; también se debe agregar que se consumió el argón y el etanol en grandes cantidades, como se observa en las corridas de los días del 13, 16 y 17 junio de 2016 (ver Cuadros 9-14, pp. 47 a 49). Estos resultados indican que fue más eficiente mantener una presión menor para permitir el crecimiento de CNT y evitar el consumo desmesurado de los reactivos. Por consiguiente, se encontró que el promedio de la mejor presión de argón con etanol para trabajar en el sistema propuesto es de 645.0 Torr.

Se pudo determinar que la metodología y el sistema propuesto para realizar la deposición química de vapor utilizados en la UVG es aplicable para la producción de CNT. Las mejores condiciones encontradas para trabajar en el sistema propuesto con la cápsula de hierro galvanizado durante cuatro horas son a una temperatura de trabajo de la mufla de 750 °C, con una presión de 745.0 Torr y con la superficie de crecimiento de níquel. Sin embargo, se necesitan realizar modificaciones al sistema para obtener mejores resultados en la calidad y cantidad de CNT producidos.

VII. DISCUSIÓN

Al analizar la morfología de las muestras, con el detector de electrones retrodispersados del SEM, se encontraron estructuras cilíndricas como se observa en las Figuras 8 a 10 (pp. 22 a 23). La identidad de las estructuras cilíndricas fue confirmada con el detector de rayos X para determinar su composición. En la mayoría de los casos se encontraron CNT, pero también se encontraron fibras de vidrio y otras impurezas (estructuras amorfas de carbono, fragmentos de níquel, óxidos indeseados, entre otros). Las fibras de vidrio son considerablemente más grandes que los CNT, como se puede comparar entre las Figuras 10 y 11 (pp. 23 a 24). La presencia de la fibra de vidrio ayudó a determinar que las estructuras cilíndricas encontradas se trataban de CNT, puesto que la fibra de vidrio es más ancha que los nanotubos. Al corroborar con el detector de rayos X, también se puede encontrar la diferencia entre la composición porcentual de ambas estructuras, los CNT siendo en su mayoría carbono y la fibra de vidrio siendo sílice, lo que permite tener una especie de estándar interno en muestra. A pesar de brindar ayuda en el análisis de la identidad de los CNT, es un detalle que no se puede pasar por alto, por lo que se hace énfasis en mejorar la forma de ensamblaje del sistema para evitar contaminaciones de este tipo. El hecho de presentarse las fibras de vidrio indica que al momento de ensamblado del sistema se debe tener el mayor cuidado posible. También se puede buscar una alternativa para permitir el acceso a la cámara de reacción para cambiar la superficie de crecimiento sin tener que desensamblar el sistema completamente para reducir la cantidad de impurezas que ingresan al sistema.

La identidad de los CNT también se corroboró al encontrar ensambles de muros donde se pueden observar centros de concentración de estructuras circulares. La estructura cilíndrica de los CNT permite que tengan un comportamiento para formar bosques o valles de nanotubos, algo que los hace muy interesantes en aplicaciones de electrónica (Avouris 2002; McEuen, Fuhrer, y Park 2002; Peng, Zhang, y Wang 2014); sin embargo, se observa en la Figura 12 (p. 24) que el muro tiene cierta curvatura, la cual se debe a la forma de extracción de la muestra. Al momento de realizar el raspado se rompen las estructuras del sustrato (en este caso el níquel), lo que genera que el sustrato pierda su estructura plana, haciendo que todo el valle forme una especie de micela, permitiendo ver la base de los CNT. Esta característica se vio reflejada en todas las muestras extraídas por medio del raspado. Al realizar el raspado se observaron que pequeñas porciones de metal brillante se arrastraban con la muestra negra mate. Estos fragmentos de metal arrastrado indican que el sitio de nucleación del CNT fue efectivamente el níquel, corroborando no solo la identidad de los CNT sino el comportamiento de su crecimiento. Estos resultados indican que hay que considerar un desgaste de la superficie de crecimiento en cada prueba realizada. Este desgaste pudo afectar al crecimiento de CNT en alguna de las pruebas, como es el caso de la corrida a 800 °C, la cual fue la última prueba realizada y fue donde menor cantidad de CNT se obtuvieron. Sin embargo, no se puede determinar si el desgaste tuvo algún efecto en el crecimiento de CNT por no existir un estudio del efecto que se genera por este.

Se realizó una extracción con acetona, sin embargo, al realizar el análisis morfológico con el detector de electrones fotodispersados, la muestra mostró haber perdido toda su forma. Este problema evitó identificar cualquier estructura cilíndrica que podría tratarse de CNT; las únicas estructuras identificadas fueron grandes cúmulos esféricos que estaban compuestos por carbono, sílice, níquel y oxígeno. Esto indicó que la mejor manera para extraer las muestras es por medio del raspado, puesto que este método permitió que mantuvieran su estructura.

Al analizar las estructuras de paredes que contenían altos porcentajes de níquel, se determinó que parte de la superficie de crecimiento fue arrastrada con los CNT. El hecho que se arrastre parte de la superficie de crecimiento al momento de extracción hace necesario encontrar otra manera de extracción de los CNT para evitar el deterioro desmesurado del sustrato de crecimiento. En las últimas pruebas realizadas se pudo apreciar que el crecimiento de nanotubos había reducido el grosor de la superficie de níquel, lo que corrobora que se estaba arrancando parte de la superficie con la extracción. Este indicio es positivo y negativo al mismo tiempo, puesto que indica que, en efecto, se están produciendo los CNT, pero que los reactivos se están consumiendo y que se deben buscar más alternativas para poder producir una mayor cantidad de CNT.

También se presentaron estructuras de carbón amorfo en las proximidades del CNT, al igual que se presentan fibras de vidrio y fragmentos de níquel. Se debe considerar que, al momento de reaccionar el etanol, se producen subproductos como hidrógeno, oxígeno, hidruros de níquel, óxidos de níquel, etc. Estos subproductos pueden quedarse dentro de la cápsula de reacción, haciendo que se evite el correcto proceso de crecimiento de CNT y, a su vez, generan impurezas. Las impurezas se pueden apreciar en los alrededores de los CNT de las figuras 8 a 13 y 18 a 25 (pp. 22 a 25 y 53 a 57 respectivamente), como las estructuras amorfas que acompañan e incluso, en ocasiones, cubren las estructuras cilíndricas de los CNT. Para tener una idea de cuánto etanol ingresa al sistema se puede observar los cálculos 1 y 2 de la sección de Apéndice, donde se observa que se consume aproximadamente medio mol de etanol. Las estructuras de los CNT encontradas muestran que una cantidad menor de ese medio mol de etanol que ingresó al sistema reaccionó para generar los CNT, lo cual hace evidente que es recomendable realizar un estudio que cuantifique este consumo de etanol para la producción de CNT de manera efectiva y así poder mejorar el rendimiento de la producción de CNT.

En un inicio se realizaron las corridas con una cámara de reacción prototipo de vidrio pyrex. En dicha cámara se desarrollaron los CNT de manera eficiente y se pudieron corroborar sus identidades como se mencionó anteriormente. Por consiguiente, se prosiguió a elaborar una cápsula de reacción de hierro galvanizado. Esta cápsula de hierro galvanizado fue tan efectiva como el prototipo de vidrio pyrex. Sin embargo, se encontró que existió crecimiento de CNT en las paredes interiores de la cápsula, lo que hizo que en ocasiones se evitara la salida de desechos o que abrir la cápsula tuviera dificultades. Con esto en consideración, la cápsula de hierro galvanizado desarrollada fue un modelo de gran ayuda para

el crecimiento de CNT, pues permitió tener acceso a la cámara sin la necesidad de romper la cámara cada vez. De igual manera, la cámara de hierro galvanizado mostró resultados similares a los del prototipo de vidrio pyrex pues también presentó crecimiento de CNT. Esto determina que se cumplió el objetivo del desarrollo de una cámara de reacción de hierro galvanizado para el crecimiento de CNT por deposición química de vapor.

Se encontró que a la temperatura de operación de la mufla de 750 °C se puede dar un crecimiento óptimo de CNT en una superficie de níquel, puesto que la cantidad de CNT depositados en la superficie de níquel era más espesa que a 700 °C. A 800 °C se encontraron varias dificultades, dentro de ellas estaba la rampa de subida de temperatura, la cual era más tardada que la de 750 °C en casi una hora y media de diferencia, lo que implica un mayor gasto de gas inerte; otra razón es la rapidez con la que baja la temperatura si hay fluctuaciones energéticas o el ambiente del laboratorio no es estrictamente controlado, haciendo más difícil mantener la temperatura de operación en 800 °C. Además de las dificultades de control de temperatura y gasto de económico, la cantidad de CNT presentes a 800 °C fue casi nula, posiblemente a la formación de SWCNT los cuales se empiezan a producir a esa temperatura (Kumar y Ando 2010), haciendo un sitio competitivo entre MWCNT y SWCNT que se pierde al ser arrastrado con la presión de gas que fluye constantemente.

Cuando se trabajó con cobre como superficie de crecimiento no se produjo el crecimiento de CNT en ningún punto de la placa de cobre. En el caso anterior pudo ocurrir que el cobre se encontraba cubierto de carbono que se deposita en toda la cápsula de reacción al entrar el flujo de etanol. También se propone que el cobre no es la superficie idónea para el crecimiento de CNT.

Se pudo observar que superficie de la cápsula de hierro galvanizado permitió el crecimiento de CNT. Esto puede deberse a las imperfecciones que posee la tubería de hierro galvanizado, la cual es usualmente utilizada para traslado de agua, por lo que no necesita ser pulida en el interior. Las imperfecciones en la superficie permiten aumentar el área de contacto que puede presentarse en la reacción, haciendo más probable el crecimiento de CNT. Esto indica que el hierro galvanizado puede funcionar como una alternativa del sustrato para el crecimiento de nanotubos. Sin embargo, se necesitan más estudios utilizando hierro galvanizado para determinar qué tan útil es este como un sustrato.

Cuando se trabajó con la variación de presión de argón con etanol, se encontró que fue más eficiente el crecimiento de CNT a una presión de 645.0 Torr que a una de 670.0 Torr. Esto se debe a la velocidad con la que viaja la partícula de carbono a reaccionar es mayor a medida que sube la presión; sin embargo, el ángulo de impacto de la partícula y la razón etanol/argón utilizada aportan al hecho que la reacción no siempre sea posible. El ángulo de entrada que permite la cámara de reacción (ver Figura 14, p. 41) genera dificultad de impacto, ya que la superficie de sustrato se puede desplazar hasta topar con la pared del

fondo de la cámara, donde está la tubería de entrada, haciendo que una menor área de sustrato esté en una posición que le permita interactuar con el carbono. La razón de etanol/argón se ve modificada con la presión que se le ejerce al sistema por el argón, haciendo que la cantidad de partículas que puede reaccionar con el sustrato se vea disminuida por tener más choques con el argón antes de llegar al sustrato y evitar que haya interacción con el sustrato. También se debe recordar que la medición de presión obtenida por el equipo PASCO fue la presión relativa del sistema la cual se trataba de la presión que ejercía el gas argón contra la presión que ejercía el sistema; es decir que, como consecuencia, si el gas no podía escapar por la tubería de salida del sistema, la presión se acumulaba en el sistema completo y esta se ejercía en contra de la presión que aportaba el dispensador de argón, haciendo que la medición de presión fuera incorrecta. Esto hace de suma importancia buscar una forma de medir la presión dentro de la cápsula de reacción para poder controlar de manera más detallada el sistema y evitar realizar mediciones que no describen al sistema correctamente.

Se determinó que es factible la metodología desarrollada para el crecimiento de CNT por deposición química de vapor en la UVG, con la cual se obtuvieron resultados positivos del crecimiento de CNT. Las mejores condiciones encontradas para trabajar en el sistema propuesto con la cápsula de hierro galvanizado son a una temperatura de trabajo de la mufla de 750 °C, con una presión de 745.0 Torr y con la superficie de crecimiento de níquel. Las condiciones anteriores determinan que es posible repetir el crecimiento de CNT en la UVG, como ocurrió con las pruebas en la experimentación. La metodología todavía presenta imperfecciones, pero puede mejorarse si se le realizan modificaciones en la forma de medición de variables, en el uso de sustratos y en el uso de las mejores condiciones de trabajo encontradas anteriormente para obtener mejores resultados en la calidad y cantidad de CNT producidos.

VIII. CONCLUSIONES

1. Se evaluó la factibilidad de una metodología para el crecimiento de nanotubos de carbono por deposición química de vapor en la Universidad del Valle de Guatemala, obteniendo resultados positivos para el crecimiento de nanotubos de carbono con dicha metodología según la caracterización con el SEM del INACIF.
2. Se desarrolló el prototipo de una cápsula de hierro galvanizado para el crecimiento de nanotubos de carbono por deposición química de vapor la cual permitió el desarrollo efectivo de crecimiento de nanotubos de carbono durante todo el estudio.
3. Se logró establecer una metodología de bajo costo para el crecimiento de nanotubos de carbono por deposición química de vapor en la Universidad del Valle de Guatemala.
4. Se identificó que las mejores condiciones, entre las que se trabajaron, para el crecimiento de nanotubos de carbono por deposición química de vapor son cuatro horas de trabajo en el sistema de hierro galvanizado propuesto a una temperatura de trabajo de la mufla de 750 °C, con presión de argón con etanol de 645.0 Torr, utilizando una superficie de níquel para el crecimiento de CNT y una temperatura del balón de tres bocas de 45.0 °C.

IX. RECOMENDACIONES

1. Al momento de ensamblar y desensamblar el sistema de reacción, se debe cuidar que no se introduzcan contaminantes como fibra de vidrio del recubrimiento interno de la mufla. De esta manera se mantendrá una muestra con la mayor pureza posible.
2. Buscar una alternativa que permita el acceso a la cámara de reacción para el cambio de la superficie de crecimiento sin tener que desensamblar el sistema completamente de la mufla.
3. Realizar un estudio del desgaste de la superficie de crecimiento de CNT y de esta manera se puede determinar la vida útil de la superficie utilizada.
4. Buscar más alternativas como sustratos para evitar el consumo desmesurado de la superficie de crecimiento de CNT, de esta manera se pueden reducir los gastos económicos del sistema propuesto. Como una alternativa, se puede buscar la aplicabilidad del hierro galvanizado como una superficie y sustrato de crecimiento de los CNT.
5. Proponer una nueva disposición de los elementos del sistema propuesto para el crecimiento de CNT por deposición química de vapor para evitar pérdida de calor, haciendo que trabajar a 800 °C en la mufla sea un proceso más rápido (en la rampa de subida de temperatura) y más eficiente a manera de no perder el calor del sistema.
6. Buscar más alternativas del gas que genera una atmósfera inerte para reducir el costo de operación.
7. Buscar una forma de medir la presión dentro de la cápsula de reacción para poder controlar de manera más detallada el sistema y evitar realizar mediciones que no describen al sistema correctamente.

X. BIBLIOGRAFÍA

- Assfour, Bassem, Stefano Leoni, Gotthard Seifert, y Igor A Baburin. 2011. «Packings of carbon nanotubes--new materials for hydrogen storage.» *Advanced materials (Deerfield Beach, Fla.)* 23(10): 1237-41. <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/21381121> (9 de septiembre de 2015).
- Avouris, Phaedon. 2002. «Carbon nanotube electronics». *Chemical Physics* 281(2-3): 429-45. <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0301010402003762> (9 de septiembre de 2015).
- Belin, T., y F. Epron. 2005. «Characterization methods of carbon nanotubes: A review». *Materials Science and Engineering B: Solid-State Materials for Advanced Technology* 119(2): 105-18.
- Bollmann, W., y J. Spreadborough. 1960. «Action of Graphite as a Lubricant». *Nature* 186(4718): 29-30. <http://www.nature.com/nature/journal/v186/n4718/pdf/186029a0.pdf> (28 de septiembre de 2015).
- Chattopadhyay, Sayantan, y Kalyan Kumar Singh. 2012. «Optimization of Electrical Parameters for Production of Carbon Nanotubes». *Journal of Minerals Characterization and Engineering* 11(October): 961-64.
- Chen, H Y, D Y Sun, X G Gong, y Zhi-Feng Liu. 2013. «Self-assembled water molecules as a functional valve for a high-pressure nanocontainer.» *Angewandte Chemie (International ed. in English)* 52(7): 1973-76. <http://www.ncbi.nlm.nih.gov/pubmed/23319269> (9 de septiembre de 2015).
- Cheung, William *et al.* 2010. «DNA and carbon nanotubes as medicine.» *Advanced drug delivery reviews* 62(6): 633-49. <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0169409X10000761> (9 de septiembre de 2015).
- Donis Gonzalez, Erick Danilo. 2013. «Encapsulado de Compuestos de Ajo (*Allium sativum*) para la Liberación Controlada de Componentes Antimicrobianos en Atmósferas con Alta Humedad Relativa». Universidad del Valle de Guatemala.
- Dresselhaus, M.S., G. Dresselhaus, y R. Saito. 1995. «Physics of carbon nanotubes». *Carbon* 33(7): 883-91. <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0008622395000178> (2 de junio de 2015).
- Elich, Jeffrey M. 2004. «Laser vaporization synthesis of single wall carbon nanotubes». Rochester Institute of Technology.
- Erni, Rolf, Marta D. Rossell, Christian Kisielowski, y Ulrich Dahmen. 2009. «Atomic-resolution imaging with a sub-50-pm electron probe». *Physical Review Letters* 102(9): 1-4.
- Froudakis, George E. 2011. «Hydrogen storage in nanotubes & nanostructures». *Materials Today* 14(7-8): 324-28. <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1369702111701626> (18 de junio de 2015).
- Goldstein, J. *et al.* 2012. *Scanning Electron Microscopy and X-Ray Microanalysis: A Text for Biologists, Materials Scientists, and Geologists*. 2.^a ed. New York: Springer Science & Business Media.
- Goldstein, Joseph I. *et al.* 2003a. «Generation of X-Rays in the SEM Specimen». En *Scanning Electron Microscopy and X-ray Microanalysis*, Boston, MA: Springer US, 271-96. http://link.springer.com/10.1007/978-1-4615-0215-9_6 (20 de julio de 2016).
- . 2003b. *Scanning Electron Microscopy and X-ray Microanalysis*. Boston, MA: Springer US. <http://link.springer.com/10.1007/978-1-4615-0215-9> (20 de julio de 2016).
- . 2003c. «The SEM and Its Modes of Operation». En *Scanning Electron Microscopy and X-ray Microanalysis*, Boston, MA: Springer US, 21-60. http://link.springer.com/10.1007/978-1-4615-0215-9_2 (20 de julio de 2016).

- Harutyunyan, A. R. *et al.* 2002. «Carbon Nanotubes for Medical Applications». *European Cells and Materials* 3: 84-87.
- He, Hua *et al.* 2013. «Carbon nanotubes: Applications in pharmacy and medicine». *BioMed Research International* 2013: 12.
- Hinkov, Ivaylo *et al.* 2014. «Microwave Plasma Enhanced Chemical Vapor Deposition of Carbon Nanotubes». *Journal of Surface Engineered Materials and Advanced Technology* 4(July): 196-209.
- Jourdain, Vincent, y Christophe Bichara. 2013. «Current understanding of the growth of carbon nanotubes in catalytic chemical vapour deposition». *Carbon* 58: 2-39. <http://dx.doi.org/10.1016/j.carbon.2013.02.046>.
- Kadam, Vaishali *et al.* 2014. «A Review On Carbon Nanotubes». *Indo American Journal of Pharmaceutical Research* 4(04): 1873-80.
- Kumar, Mukul. 1999. «Carbon Nanotube Synthesis and Growth Mechanism». *Carbon Nanotubes-Synthesis, Characterization, Applications* (Cvd): 147-70. <http://www.intechopen.com/books/carbon-nanotubes-synthesis-characterization-applications/carbon-nanotube-synthesis-and-growth-mechanism>.
- Kumar, Mukul, y Yoshinori Ando. 2010. «Chemical vapor deposition of carbon nanotubes: a review on growth mechanism and mass production.» *Journal of nanoscience and nanotechnology* 10(6): 3739-58.
- Kumar, Vijay. 2011. «Enhancement of Elastic Modulus of Epoxy Resin with Carbon Nanotubes». *World Journal of Nano Science and Engineering* 1: 1-6.
- Lau, Alan Kin-Tak, y David Hui. 2002. «The revolutionary creation of new advanced materials—carbon nanotube composites». *Composites Part B: Engineering* 33(4): 263-77. <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359836802000124> (20 de mayo de 2015).
- Madani, Seyed Yazdan *et al.* 2011. «A new era of cancer treatment: carbon nanotubes as drug delivery tools.» *International journal of nanomedicine* 6: 2963-79.
- McEuen, Paul L., Michael S. Fuhrer, y Hongkun Park. 2002. «Single-walled carbon nanotube electronics». *IEEE Transactions on Nanotechnology* 1(1): 78-84.
- Monthieux, Marc, y Vladimir L. Kuznetsov. 2006. «Who should be given the credit for the discovery of carbon nanotubes?» *Carbon* 44(9): 1621-23.
- Moshkalyov, S.a. *et al.* 2004. «Carbon nanotubes growth by chemical vapor deposition using thin film nickel catalyst». *Materials Science and Engineering: B* 112(2-3): 147-53.
- Muramatsu, Hiroyuki *et al.* 2006. «Synthesis of carbon nanotubes by Arc-Discharge method». *Tanso* 2006(225): 347-54.
- Musaddique, Muhammad, Ali Rafique, y Javed Iqbal. 2011. «Production of Carbon Nanotubes by Different Routes — A Review». *Journal of Encapsulation and Adsorption Science* 1(June): 29-34.
- Ni, Lei *et al.* 2006. «Kinetic study of carbon nanotube synthesis over Mo/Co/MgO catalysts». *Carbon* 44(11): 2265-72.
- Oakland, C. *et al.* 2014. «In situ Single Walled Carbon Nanotube growth using a Q500 TGA». *TA Instrusments Applications Library* 4(3): 3-6.
- Oberlin, A., M. Endo, y T. Koyama. 1976. «Filamentous growth of carbon through benzene decomposition». *Journal of Crystal Growth* 32(3): 335-49. <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/0022024876901159> (10 de febrero de 2015).

- Ordoñez-Casanova, Elsa, Manuel Román-Aguirre, Alfredo Aguilar-Elguezabal, y Francisco Espinosa-Magaña. 2013. «Synthesis of Carbon Nanotubes of Few Walls Using Aliphatic Alcohols as a Carbon Source». *Materials* 6: 2534-42. <http://www.mdpi.com/1996-1944/6/6/2534/>.
- Paipetis, A., y V. Kostopoulos, eds. 2013. 188 *Carbon Nanotube Enhanced Aerospace Composite Materials*. 1.^a ed. Dordrecht: Springer Netherlands. <http://www.springer.com/us/book/9789400742451> (9 de septiembre de 2015).
- Peng, Lian-Mao, Zhiyong Zhang, y Sheng Wang. 2014. «Carbon nanotube electronics: recent advances». *Materials Today* 17(9): 433-42. <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1369702114002582> (9 de septiembre de 2015).
- Peretz, Sivan, y Oren Regev. 2012. «Carbon nanotubes as nanocarriers in medicine». *Current Opinion in Colloid & Interface Science* 17(6): 360-68. <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1359029412000970> (9 de septiembre de 2015).
- Puretzky, A A, D B Geohegan, X Fan, y S J Pennycook. 2008. «Dynamics of single-wall carbon nanotube by laser vaporization». *Applied Physics A, Material Science & Processing* 160(2000): 153-60. <http://web.ornl.gov/~odg/APA70153.pdf>.
- Qi, Hang, Cheng Qian, y Jie Liu. 2006. «Synthesis of high-purity few-walled carbon nanotubes from ethanol/methanol mixture». *Chemistry of Materials* 18(24): 5691-95.
- Rius, Gemma. 2015. «Technologies of Carbon Materials. Syntheses and Preparations». En *Carbon Sensing Devices*, eds. D. Demarchi y A. Tagliaferro. Zürich: Springer International Publishing, 15-35. <http://link.springer.com/10.1007/978-3-319-08648-4>.
- Sahoo, Rasmita, y Rashmi Ranjan Mishra. 2014. «Phonon Dispersion for Armchair and Zigzag Carbon Nanotubes». *Graphene* (April): 14-19.
- Sane, Gore and Anup. 2011. *Carbon Nanotubes - Synthesis, Characterization, Applications*. ed. Siva Yellampalli. InTech. <http://www.intechopen.com/books/carbon-nanotubes-synthesis-characterization-applications/flame-synthesis-of-carbon-nanotubes> (19 de julio de 2015).
- Shang, N G *et al.* 2010. «High-rate low-temperature growth of vertically aligned carbon nanotubes.» *Nanotechnology* 21(50): 505604.
- Szabó, Andrea *et al.* 2010. «Synthesis methods of carbon nanotubes and related materials». *Materials* 3(5): 3092-3140.
- Teo, Kbk, y C Singh. 2003. «Catalytic synthesis of carbon nanotubes and nanofibers». *Encyclopedia of Nanoscience and Nanotechnology* X: 1-22. http://www-g.eng.cam.ac.uk/cnt/oldsite/papers/ken_enn.pdf.
- Thiébaud, F. 2011. «Determination of an Innovative Consistent Law for the Rheological Behavior of Polymer/Carbon Nanotubes Composites». *Soft Nanoscience Letters* 01(01): 1-5.
- Tran, Phong A, Lijie Zhang, y Thomas J Webster. 2009. «Carbon nanofibers and carbon nanotubes in regenerative medicine.» *Advanced drug delivery reviews* 61(12): 1097-1114. <http://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0169409X09002282> (9 de septiembre de 2015).
- Ural, Ant, Yiming Li, y Hongjie Dai. 2002. «Electric-field-aligned growth of single-walled carbon nanotubes on surfaces». *Applied Physics Letters* 81(18): 3464-66.
- USAC. 2014. «USAC Tricentennialia.» *USAC*. <http://www.usac.edu.gt/> (28 de septiembre de 2015).
- Usui, Yuki, Hisao Haniu, Shuji Tsuruoka, y Naoto Saito. 2012. «Medicinal chemistry Carbon Nanotubes Innovate on Medical Technology». *Medicinal Chemistry* 2: 1-6.
- Yick, Samuel *et al.* 2015. «The effects of plasma treatment on bacterial biofilm formation on vertically-aligned carbon nanotube arrays». *RSC Adv.* 5(7): 5142-48.

<http://xlink.rsc.org/?DOI=C4RA08187K>.

Zhou, Ling Ping *et al.* 2005. «Catalytic functions of Mo/Ni/MgO in the synthesis of thin carbon nanotubes». *Journal of Physical Chemistry B* 109(10): 4439-47.

XI. APÉNDICE

CÁLCULO 1. Cálculo de mililitros de etanol consumidos en la corrida del 13/06/2016.

Se encuentra la diferencia entre los mililitros de etanol que se agregaron al inicio de la corrida y los mililitros que sobraron al final de la corrida:

$$\Delta V = V_i - V_f$$

$$\Delta V = 120.0 \pm 0.5 \text{ mL EtOH} - 90.0 \pm 0.5 \text{ mL EtOH} = 30.0 \pm 0.5 \text{ mL EtOH}$$

CÁLCULO 2. Cálculo de moles de etanol consumidos en una corrida a partir de los mililitros de etanol consumidos en la corrida del 13/06/2016.

Se utiliza la densidad del etanol (0.790 g/mL) y el peso molecular del etanol (46.06844 g/mol) para realizar una conversión de los mililitros de etanol que se consumieron en la corrida:

$$n_{\text{mol EtOH}} = X \text{ mL EtOH} \left(\frac{0.790 \text{ g}}{1 \text{ mL}} \text{ EtOH} \right) \left(\frac{1 \text{ mol}}{46.06844 \text{ g}} \text{ EtOH} \right) = Y \text{ mol EtOH}$$

$$30.0 \pm 0.5 \text{ mL EtOH} \left(\frac{0.790 \text{ g}}{1 \text{ mL}} \text{ EtOH} \right) \left(\frac{1 \text{ mol}}{46.06844 \text{ g}} \text{ EtOH} \right) = 0.514 \pm 8.57 \times 10^{-3} \text{ mol EtOH}$$

NOTA: Se trabajó con etanol absoluto, por lo que la pureza de este reactivo tiene un efecto mínimo en la cantidad de moles consumidos para la finalidad exploratoria del experimento, permitiendo que se pueda obviar este factor del cálculo. De cualquier manera, la cantidad de moles calculados por medio de este cálculo solo indican la cantidad de moles consumidos en el proceso, no indica la cantidad de moles que reaccionaron sobre la superficie de crecimiento de CNT.

CUADRO 2. Presupuesto necesario para la realización del proyecto de evaluación de una metodología local para el crecimiento de nanotubos de carbono por deposición química de vapor.

Material	Precio Unitario (Q)	Cantidad	Precio Total (Q)	Contrapartida Total (Q)
Viáticos		Días		
Transporte (Gasolina)	100.00	15	1 500.00	
Carro (alquiler)	175.00	30		5 250.00
Material consumible		Unidad		
Papel parafinado	35.00	1		35.00
Tubos de pyrex hueco 5 mm	50.00	5		250.00
Cinta adhesiva	20.00	1		20.00
Otros materiales		Unidad		
Computadora portátil	7 500.00	1		7 500.00
Caja para materiales	50.00	1		50.00
Balanza analítica	32 000.00	1		32 000.00
Espátula de doble pesada	50.00	1		50.00
Cápsula de atmósfera inerte	1 000.00	1	1 000.00	
Mangueras de hule	10.00	5		50.00
Tenazas de paso (hierro)	25.00	3	75.00	
Llaves de paso con manómetro	500.00	2		1 000.00
Mufla	32 000.00	1		32 000.00
Guantes de nitrilo	500.00	1		500.00
Guantes de protección de calor	240.00	2		480.00
Extintor	800.00	1		800.00
Reactivos		Unidad		
Gas argón	1 200.00	1		1 200.00
Gas metano	800.00	1		800.00
Gas nitrógeno	1 000.00	1		1 000.00
Etanol	400.00	1		400.00
Cobre	500.00	1		500.00
Níquel	2 500.00	1		2 500.00

CUADRO 2 (Continuación). Presupuesto necesario para la realización del proyecto de evaluación de una metodología local para el crecimiento de nanotubos de carbono por deposición química de vapor.

Cristalería		Unidad		
Beaker 50 ml	35.00	5		700.00
Beaker 100 ml	45.00	2		90.00
Beaker 250 ml	65.00	2		130.00
Probeta 10 ml	30.00	2		60.00
Probeta 25 ml	35.00	2		70.00
Placas de vidrio	0.80	100		80.00
Frasco de vidrio	15.00	2		30.00

Material	Precio Unitario (Q)	Cantidad	Precio Total (Q)	Contrapartida Total (Q)
Materiales de oficina		Unidad		
Resma de Hojas Bond 80 Gramos	40.00	2	80.00	
Cartucho de tinta negra	175.00	1	175.00	
Cartucho de tinta a color	215.00	1	215.00	
Folder con gancho	2.50	4	10.00	
Lápiz	2.00	2	4.00	
Otros gastos		Unidad		
Mano de obra (trabajo de cápsula de atmósfera inerte)	600.00	1	600.00	
10% para emergencias	355.00	2	710.00	
TOTAL (Q)			4 369.00	87 545.00

CUADRO 3. Protocolo de seguridad para trabajar con gases inflamables.

ADVERTENCIA

Se trabajará a temperaturas altas con un gas inflamable, se debe trabajar con equipo de protección completo y dentro de la campana. Se debe mantener un extintor en buen estado y funcional preparado para su uso en cualquier caso que se presente una fuga de gas de la fuente de carbono.

Si se presenta una fuga de gas:

1. Cerrar la llave de la fuente de carbono.
2. Cerrar la llave del gas inerte.
3. Desconectar la mufla.
4. Abrir la compuerta de la mufla para permitir el uso del extintor.
5. Aplicar el contenido del extintor durante 15 segundos o hasta que se extinga completamente la llama.
6. Desconectar todas las conexiones de gas y luz.
7. Llamar a la autoridad superior inmediata, el Licenciado Ángel César Ramírez.
8. Si hay heridos llamar por asistencia médica.

FIGURA 14. Cápsula de hierro galvanizado para generar atmósfera inerte y crecimiento de CNT

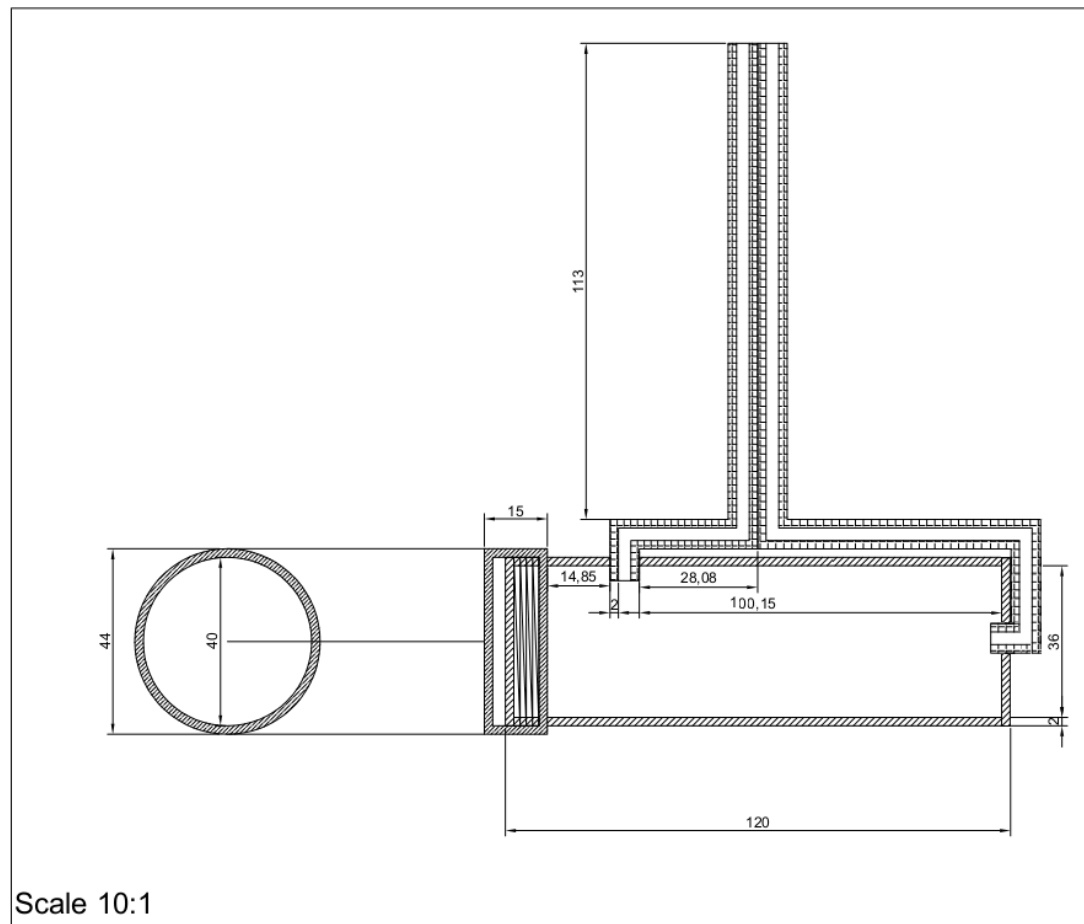


FIGURA 15. Sistema de reacción para crecimiento de CNT con prototipo de vidrio pyrex

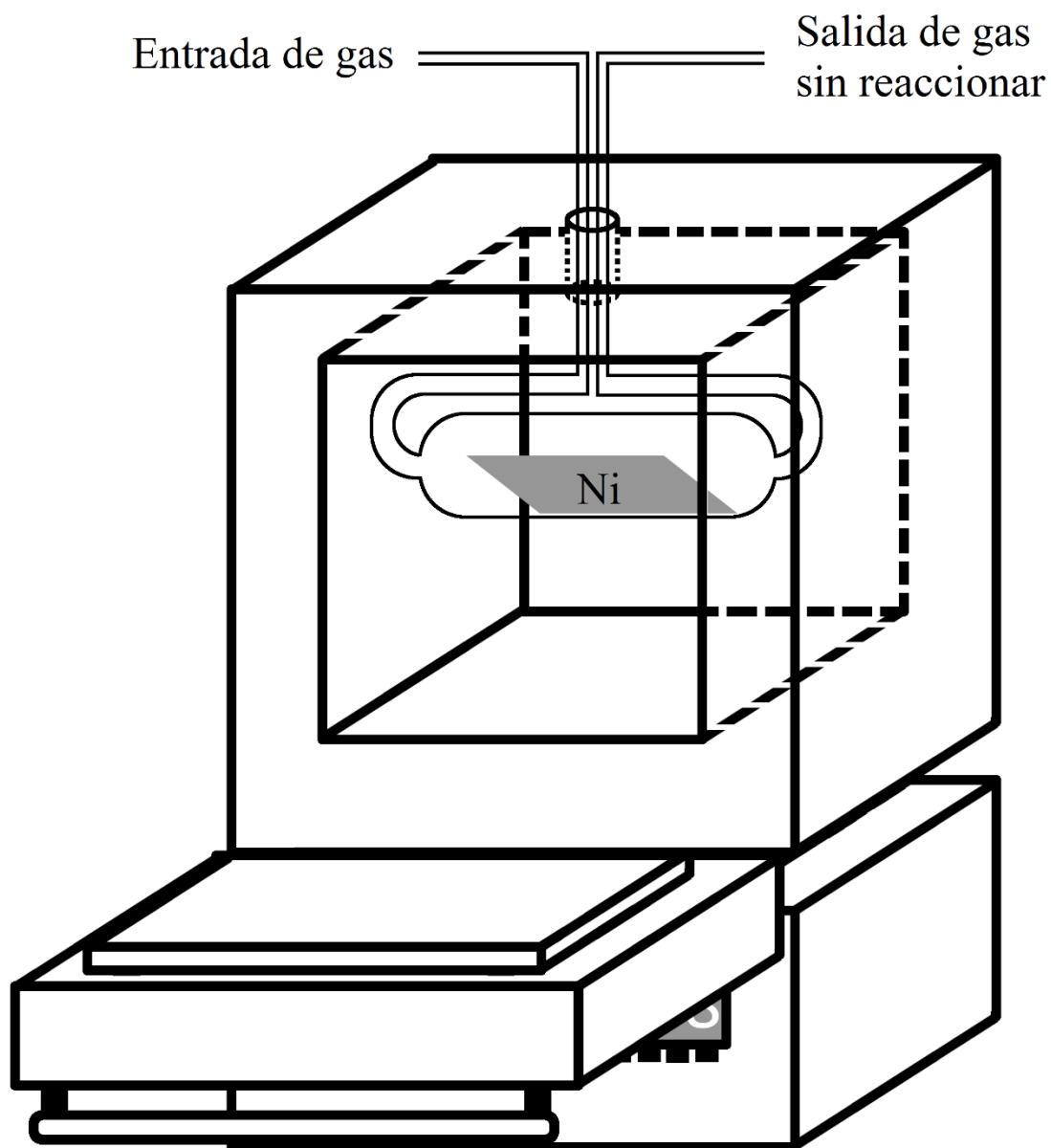


FIGURA 16. Sistema de reacción para crecimiento de CNT con cápsula de hierro galvanizado

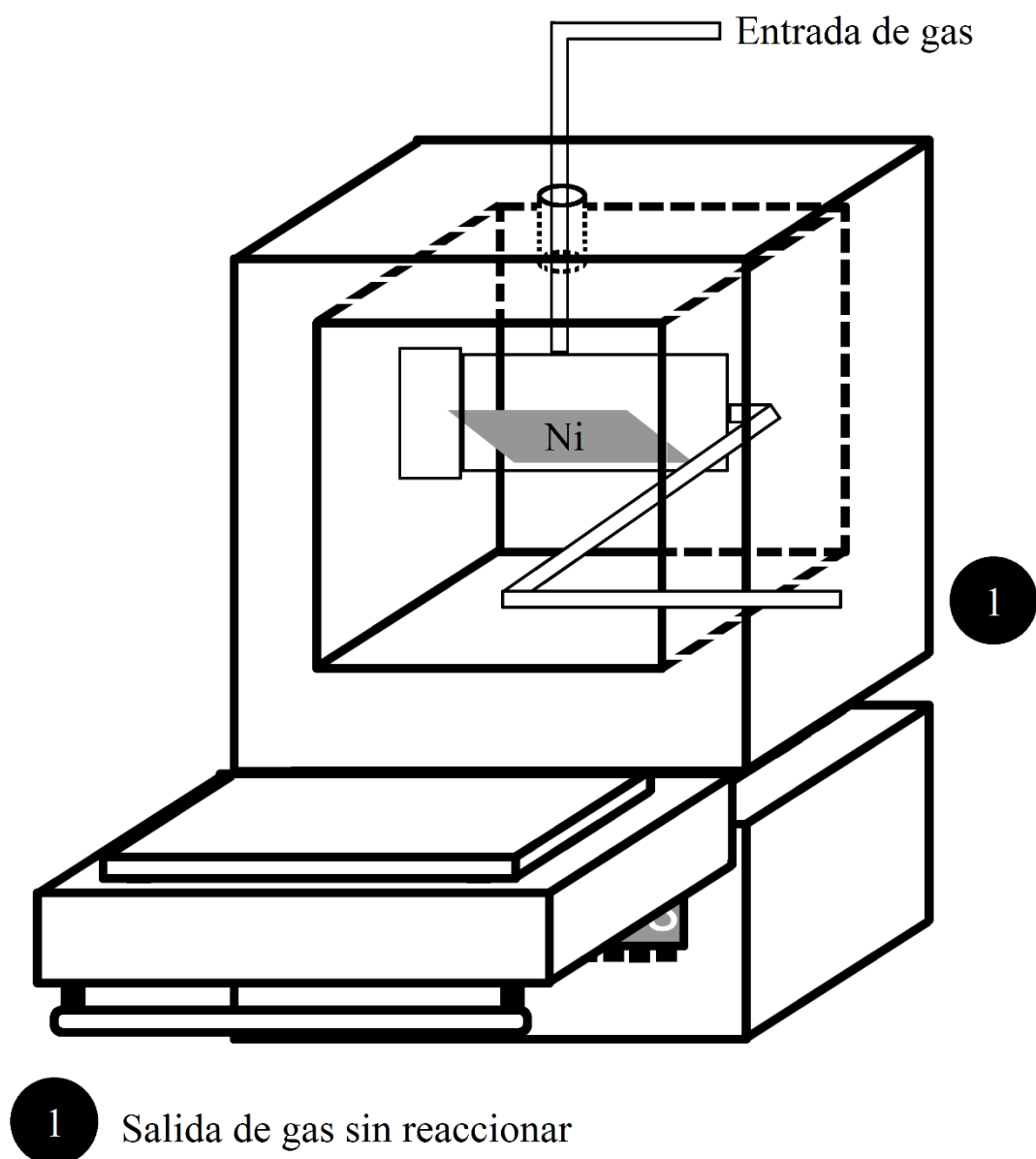
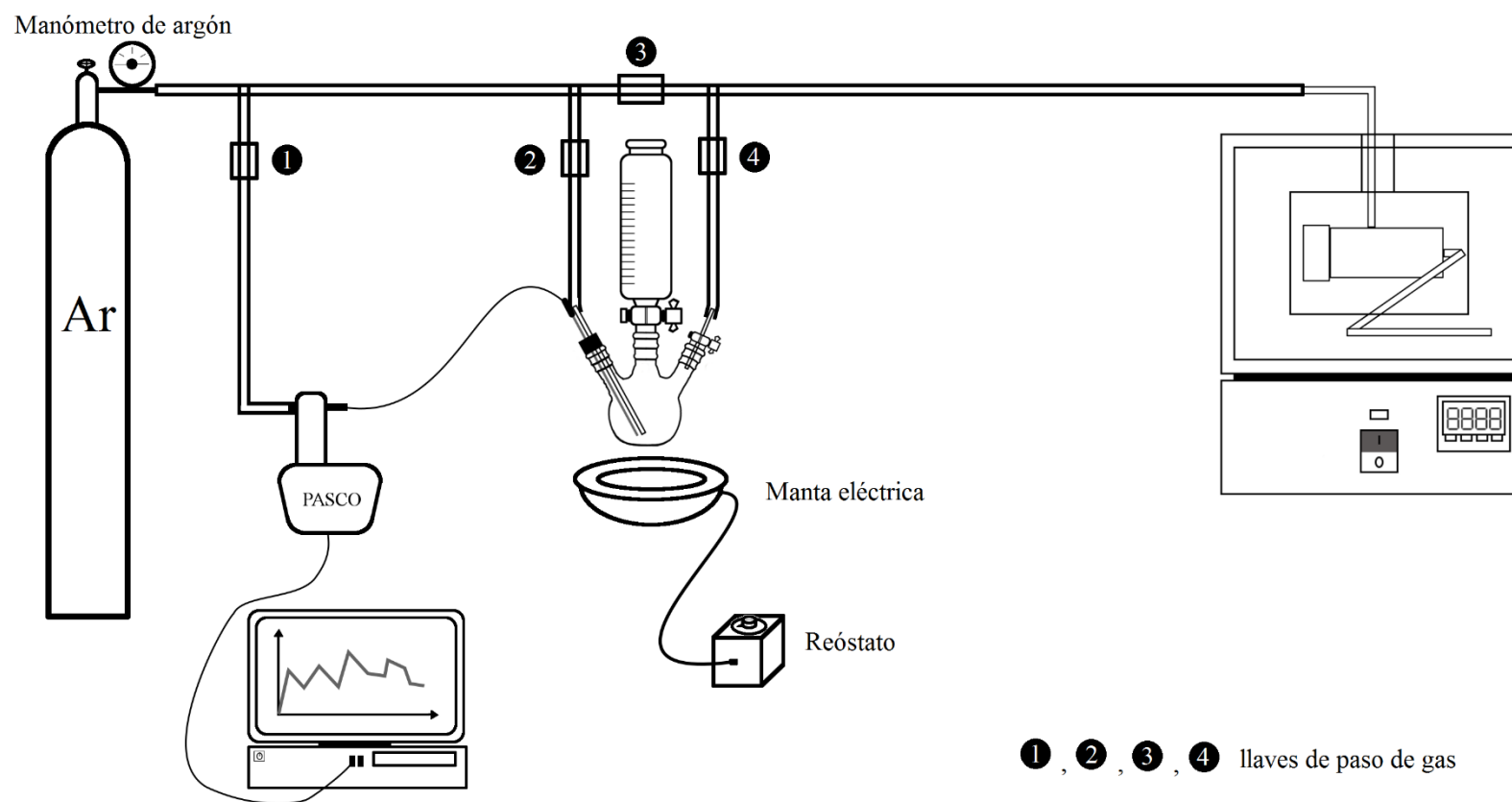


FIGURA 17. Sistema completo para crecimiento de CNT por deposición química de vapor



CUADRO 4. Control de parámetros del sistema el 13/04/2016.

Fecha	Hora	Tiempo transcurrido ($\pm 1s$)	Temperatura Mufla ($\pm 1^{\circ}C$)	Temperatura Balón tres bocas ($\pm 0.1^{\circ}C$)	Presión ($\pm 0.1Torr$)	Voltaje ($\pm 0.1V$)	Estado de la mufla
13/04/2016	12:08	250	26	25.0	642.0	0.0	APAGADO
13/04/2016	12:25	950	200	25.0	644.0	40.0	Encendido
13/04/2016	12:42	2000	508	40.0	646.0	27.0	Encendido
13/04/2016	13:00	2800	667	40.5	641.0	30.0	APAGADO

CUADRO 5. Observaciones respecto a los parámetros del sistema el 13/04/2016.

Fecha	Hora	Tiempo transcurrido ($\pm 1s$)	Observación
13/04/2016	12:08	250	-
13/04/2016	12:25	950	-
13/04/2016	12:42	2000	-
13/04/2016	13:00	2800	Ruido de fuga de etanol.

CUADRO 6. Control de parámetros del sistema el 14/04/2016.

Fecha	Hora	Tiempo transcurrido ($\pm 1s$)	Temperatura Mufla ($\pm 1^{\circ}C$)	Temperatura Balón tres bocas ($\pm 0.1^{\circ}C$)	Presión ($\pm 0.1Torr$)	Voltaje ($\pm 0.1V$)	Estado de la mufla
14/04/2016	7:00	0	24	22.0	645.0	30.0	Encendido
14/04/2016	9:11	7200	750	44.0	646.0	30.0	Encendido
14/04/2016	9:30	8400	750	43.0	646.0	35.0	Encendido
14/04/2016	9:40	8500	750	44.0	645.0	30.0	Encendido
14/04/2016	9:52	8600	750	42.0	685.0	30.0	Encendido
14/04/2016	10:30	11000	750	46.0	685.0	30.0	APAGADO

CUADRO 7. Observaciones respecto a los parámetros del sistema el 14/04/2016.

Fecha	Hora	Tiempo transcurrido ($\pm 1s$)	Observación
14/04/2016	7:00	0	Inicio de calentamiento de mufla. Se dejó encendido el argón con burbujeo de etanol leve.
14/04/2016	9:11	7200	-
14/04/2016	9:30	8400	Se aumentó el voltaje a 35.0voltios para que el balón de tres bocas calentara más rápido.
14/04/2016	9:40	8500	Se redujo a 30.0voltios para mantener la temperatura del balón de tres bocas estable.
14/04/2016	9:52	8600	Se iniciaron las 4 horas de trabajo a 750°C.
14/04/2016	10:30	11000	Se paró la corrida porque se derritió la cápsula de vidrio pyrex. Se dejó el argón en lo que se llegaba a 100°C para evitar cualquier oxidación dentro de la cápsula. El pyrex no resiste más de hora y media a 750°C porque pierde su forma.
14/04/2016	-	-	Parece que sí ocurrió la pirólisis de nanotubos. Se debe realizar la cápsula de hierro galvanizado y las tuberías de conexión deben ser de vidrio en lugar de manguera de hule para evitar condensaciones de etanol en puntos intermedios del recorrido.

CUADRO 8. Control de parámetros del sistema el 13/06/2016.

Fecha	Hora	Tiempo transcurrido ($\pm 1s$)	Temperatura Mufla ($\pm 1^{\circ}C$)	Temperatura Balón tres bocas ($\pm 0.1^{\circ}C$)	Presión ($\pm 0.1Torr$)	Voltaje ($\pm 0.1V$)	Estado de la mufla
13/06/2016	8:10	0	24	22.0	649.0	35.0	APAGADO
13/06/2016	8:21	660	198	30.0	646.0	35.0	Encendido
13/06/2016	8:36	1860	341	42.0	644.8	30.0	Encendido
13/06/2016	8:47	2540	460	41.5	644.2	30.0	Encendido
13/06/2016	9:00	3190	553	40.8	644.6	25.0	Encendido
13/06/2016	9:09	3860	610	42.7	644.8	30.0	Encendido
13/06/2016	9:28	4900	688	43.8	645.6	25.0	Encendido
13/06/2016	9:58	6600	750	41.5	647.6	25.0	Encendido
13/06/2016	10:03	6800	750	43.8	645.0	20.0	Encendido
13/06/2016	10:18	7900	750	44.2	645.0	20.0	Encendido
13/06/2016	10:33	9300	690	42.5	645.3	25.0	Encendido
13/06/2016	10:56	10250	750	45.8	685.5	25.0	Encendido
13/06/2016	11:37	11790	610	45.8	685.0	25.0	Encendido
13/06/2016	11:54	12300	725	46.2	686.4	25.0	Encendido
13/06/2016	12:00	13600	750	46.2	685.4	25.0	Encendido
13/06/2016	12:10	14600	726	46.5	685.4	20.0	Encendido
13/06/2016	12:28	15600	749	44.4	686.1	23.0	Encendido
13/06/2016	13:02	16180	738	45.7	684.5	22.0	Encendido
13/06/2016	13:50	20250	750	46.1	684.5	22.5	APAGADO
13/06/2016	15:20	25650	157	25.5	666.0	0.0	APAGADO

CUADRO 9. Observaciones respecto a los parámetros del sistema el 13/06/2016.

Fecha	Hora	Tiempo transcurrido ($\pm 1s$)	Observación
13/06/2016	-	-	Se agregaron 120mL EtOH
13/06/2016	8:10	0	-
13/06/2016	8:21	660	-
13/06/2016	8:36	1860	-
13/06/2016	8:47	2540	-
13/06/2016	9:00	3190	-
13/06/2016	9:09	3860	-
13/06/2016	9:28	4900	-
13/06/2016	9:58	6600	INICIO de 1 hora a 750°C.
13/06/2016	10:03	6800	Presión subió a 652.0mmHg, se tuvo que ajustar para que bajara a 645.0mmHg.
13/06/2016	10:18	7900	-
13/06/2016	10:33	9300	Se terminó un ciclo anterior en la mufla, se volvió a iniciar el ciclo de 4 horas a 750°C cuando se encontraba a 690°C; se aumentó la presión de gas de 644.0mmHg a 645.3mmHg.
13/06/2016	10:56	10250	INICIO de 1 hora a 750°C; se aumentó el flujo a 485.0mmHg.
13/06/2016	11:37	11790	Se terminó un ciclo anterior en la mufla, se volvió a iniciar el ciclo de 4 horas a 750°C cuando se encontraba a 610°C.
13/06/2016	11:54	12300	-
13/06/2016	12:00	13600	INICIO de 1 hora a 750°C.
13/06/2016	12:10	14600	Se apagó la mufla; pero se volvió a encender el ciclo para que trabajara a 750°C.
13/06/2016	12:28	15600	Se apagó la mufla; pero se volvió a encender el ciclo para que trabajara a 750°C.
13/06/2016	13:02	16180	Se apagó la mufla; pero se volvió a encender el ciclo para que trabajara a 750°C.
13/06/2016	13:50	20250	Se apagó el flujo de etanol.
13/06/2016	15:20	25650	Se apagó el flujo de argón.
13/06/2016	-	-	Volumen final de EtOH es de 90mL. Se consumieron 30ml EtOH -> 0.514mol EtOH

CUADRO 10. Control de parámetros del sistema el 16/06/2016

Fecha	Hora	Tiempo transcurrido ($\pm 1s$)	Temperatura Mufla ($\pm 1^\circ C$)	Temperatura Balón tres bocas ($\pm 0.1^\circ C$)	Presión ($\pm 0.1 Torr$)	Voltaje ($\pm 0.1V$)	Estado de la mufla
16/06/2016	9:08	0	24	24.0	644.0	22.0	Encendido
16/06/2016	9:17	0	200	20.0	648.0	22.0	Encendido
16/06/2016	9:29	0	345	16.0	654.0	30.0	Encendido
16/06/2016	9:43	1200	476	19.0	653.0	35.0	Encendido
16/06/2016	10:51	0	231	19.0	644.0	0.0	APAGADO

CUADRO 11. Observaciones respecto a los parámetros del sistema el 16/06/2016

Fecha	Hora	Tiempo transcurrido ($\pm 1s$)	Observación
16/06/2016	-	-	Se encontró que el error era que se tapó la tubería de entrada. Dio problemas en el próximo uso.
16/06/2016	-	-	Se agregaron 100mL EtOH
16/06/2016	9:08	0	Inicio de nueva prueba, se alteró el sistema, para que la entrada de carbono fuera por la chimenea en lugar de la entrada usual.
16/06/2016	9:17	0	-
16/06/2016	9:29	0	-
16/06/2016	9:43	1200	-
16/06/2016	10:51	0	Se derritió la manguera que conecta tubería de entrada de la cápsula, se tuvo que detener todo para limpiar y evitar que haya deterioro del equipo. Se volverá a ensamblar la manguera a un niple de hierro galvanizado, pero con un codo de 90° para hacer que la manguera no se encuentra expuesta al calor en ningún momento.

CUADRO 12. Control de parámetros del sistema el 17/06/2016

Fecha	Hora	Tiempo transcurrido ($\pm 1s$)	Temperatura Mufla ($\pm 1^{\circ}C$)	Temperatura Balón tres bocas ($\pm 0.1^{\circ}C$)	Presión ($\pm 0.1Torr$)	Voltaje ($\pm 0.1V$)	Estado de la mufla
17/06/2016	7:15	0	24	22.0	642.0	22.0	Encendido
17/06/2016	7:20	310	150	32.5	642.0	22.0	Encendido
17/06/2016	7:29	590	232	21.0	652.5	40.0	Encendido
17/06/2016	7:48	1630	457	28.0	644.5	50.0	Encendido
17/06/2016	7:54	1970	500	39.0	645.0	22.0	Encendido
17/06/2016	8:09	2900	585	39.0	643.8	30.0	Encendido
17/06/2016	8:20	3500	627	34.5	648.0	35.0	Encendido
17/06/2016	9:00	7100	740	35.0	652.5	35.0	Encendido
17/06/2016	10:00	9700	24	22.0	642.0	40.0	APAGADO

CUADRO 13. Observaciones respecto a los parámetros del sistema el 17/06/2016

Fecha	Hora	Tiempo transcurrido ($\pm 1s$)	Observación
17/06/2016	-	-	Se agregaron 100mL EtOH
17/06/2016	-	-	Se dejó calentar la manta eléctrica 15min antes de empezar a trabajar para que se alcance equilibrio térmico más rápido
17/06/2016	7:15	0	-
17/06/2016	7:20	310	-
17/06/2016	7:29	590	-
17/06/2016	7:48	1630	-
17/06/2016	7:54	1970	-
17/06/2016	8:09	2900	-
17/06/2016	8:20	3500	-
17/06/2016	9:00	7100	-
17/06/2016	10:00	9700	Se tapó de carbón la cápsula.
17/06/2016	-	-	Se terminó la presión de argón.

CUADRO 14. Control de parámetros del sistema el 04/07/2016

Fecha	Hora	Tiempo transcurrido ($\pm 1s$)	Temperatura Mufla ($\pm 1^{\circ}C$)	Temperatura Balón tres bocas ($\pm 0.1^{\circ}C$)	Presión ($\pm 0.1Torr$)	Voltaje ($\pm 0.1V$)	Estado de la mufla
04/07/2016	7:59	800	24	18.5	647.0	40.0	Encendido
04/07/2016	8:07	1400	209	28.0	643.7	30.0	Encendido
04/07/2016	8:09	1500	245	35.5	644.0	20.0	Encendido
04/07/2016	8:21	2000	398	40.0	644.0	20.0	Encendido
04/07/2016	8:25	2200	438	39.5	645.0	25.0	Encendido
04/07/2016	8:28	2400	464	42.0	643.0	20.0	Encendido
04/07/2016	9:18	5500	677	44.3	650.0	20.0	Encendido
04/07/2016	9:35	6500	717	39.5	670.0	20.0	Encendido
04/07/2016	9:51	7400	750	41.0	682.0	20.0	Encendido
04/07/2016	11:11	12000	750	46.5	690.0	17.0	Encendido
04/07/2016	12:02	15400	750	42.5	740.0	18.0	Encendido
04/07/2016	12:44	17800	750	45.0	745.0	17.0	Encendido
04/07/2016	13:51	21400	750	46.0	740.0	17.0	APAGADO

CUADRO 15. Observaciones respecto a los parámetros del sistema el 04/07/2016

Fecha	Hora	Tiempo transcurrido ($\pm 1s$)	Observación
04/07/2016	-	-	Se agregaron 100mL EtOH
04/07/2016	-	-	Se dejó calentar la manta eléctrica 15min antes de empezar a trabajar para que se alcance equilibrio térmico más rápido
04/07/2016	7:59	800	Se inició la prueba.
04/07/2016	8:07	1400	Se redujo la presión de gas para tener un burbujeo suave, la presión bajó y la temperatura del balón de tres bocas aumentó (menos presión de gas enfría a menor razón el etanol). Se redujo el voltaje para que la razón de temperatura del balón de tres bocas no fuera tan drástica.
04/07/2016	8:09	1500	Se redujo el voltaje para que la razón de temperatura en el balón de tres bocas no fuera tan drástica.
04/07/2016	8:21	2000	Parece que llegó al equilibrio térmico del balón de tres bocas.
04/07/2016	8:25	2200	Empezó a decaer la temperatura del balón de tres bocas y se quiere mantener en equilibrio (aproximadamente 40°C), por lo que se aumentó a 25.0 el voltaje.
04/07/2016	8:28	2400	Se ajustó presión de argón para un burbujeo suave. Se disparó la temperatura del balón de tres bocas, por lo que se redujo el voltaje.
04/07/2016	9:18	5500	La presión aumentó, sin embargo, la presión sigue siendo la misma. El burbujeo del etanol es suave. No se modificará la presión.
04/07/2016	9:35	6500	Se agregaron 50mL EtOH. La presión sigue aumentando, sin embargo, el burbujeo y la presión siguen siendo los mismos. La temperatura del balón de tres bocas disminuyó por agregar el volumen de etanol y la bajada momentánea de presión se debe al método de ingreso de etanol al sistema.
04/07/2016	9:51	7400	Se alcanzó la temperatura de trabajo, ahora se debe trabajar durante 4 horas a 750°C en la mufla.
04/07/2016	11:11	12000	Se redujo el voltaje para evitar que la temperatura del balón de tres bocas suba (lentamente). Se encontró una fuga en la unión de salida de gas del balón de tres bocas, razón por la que se había reducido la presión del sistema; se logró cerrar la fuga y se prosiguió trabajando sin modificar nada.
04/07/2016	12:02	15400	Se aumentó el voltaje para mantener en equilibrio térmico el balón de tres bocas.
04/07/2016	12:44	17800	Se redujo el voltaje para mantener en equilibrio térmico el balón de tres bocas.
04/07/2016	13:51	21400	Se finalizaron las 4 horas de trabajo. Solo se permite el paso de argón.
04/07/2016	-	-	Volumen final de EtOH es de 126mL. Se consumieron 24ml EtOH -> 0.412mol EtOH

CUADRO 16. Control de parámetros del sistema el 06/07/2016

Fecha	Hora	Tiempo transcurrido ($\pm 1s$)	Temperatura Mufla ($\pm 1^\circ C$)	Temperatura Balón tres bocas ($\pm 0.1^\circ C$)	Presión ($\pm 0.1 Torr$)	Voltaje ($\pm 0.1 V$)	Estado de la mufla
06/07/2016	7:18	0	25	24.0	643.0	17.0	APAGADO
06/07/2016	7:25	440	25	25.0	643.0	40.0	APAGADO
06/07/2016	7:30	900	25	33.0	645.0	17.0	Encendido
06/07/2016	7:53	2200	411	45.0	653.0	17.0	Encendido
06/07/2016	8:02	2700	481	44.0	654.0	20.0	Encendido
06/07/2016	9:20	7500	750	43.0	654.5	18.0	Encendido
06/07/2016	10:51	12900	750	43.0	654.5	18.0	Encendido
06/07/2016	11:51	16750	750	31.5	644.5	20.0	Encendido
06/07/2016	12:37	19000	750	43.0	644.5	18.0	Encendido
06/07/2016	13:20	21800	750	43.0	654.5	18.0	APAGADO

CUADRO 17. Observaciones respecto a los parámetros del sistema el 06/07/2016

Fecha	Hora	Tiempo transcurrido ($\pm 1s$)	Observación
06/07/2016	-	-	Se agregaron 126mL EtOH
06/07/2016	7:18	0	Se inició calentamiento de balón de tres bocas (15 minutos antes de encender la mufla). Se generó burbujeo lento de etanol.
06/07/2016	7:25	440	Se aumentó el voltaje para que suba más rápido la temperatura del balón de tres bocas.
06/07/2016	7:30	900	Se verificó que se mantuvieran las condiciones adecuadas y sin cambios drásticos.
06/07/2016	7:53	2200	Se verificó que existiera buena salida de gas de la cámara. Se ajustó ligeramente la presión de argón.
06/07/2016	8:02	2700	Se ajustó el voltaje para que no bajara de $40^\circ C$ la temperatura del balón de tres bocas.
06/07/2016	9:20	7500	Empiezan las 4 horas a $750^\circ C$. Se ajustó el voltaje para mantener temperatura del balón de tres bocas alrededor de $45^\circ C$.
06/07/2016	10:51	12900	Se modificó la presión de gas para que fuera ligeramente más suave.
06/07/2016	11:51	16750	Se modificó el voltaje para que se mantuviera una temperatura alrededor de $40^\circ C$.
06/07/2016	12:37	19000	Se modificó el voltaje para que se mantuviera una temperatura alrededor de $40^\circ C$.
06/07/2016	13:20	21800	Se cumplieron las 4 horas de trabajo, se apagó el equipo.
06/07/2016	-	-	Volumen final de EtOH es de 75mL. Se consumieron 51ml EtOH \rightarrow 0.875mol EtOH

CUADRO 18. Control de parámetros del sistema el 11/07/2016

Fecha	Hora	Tiempo transcurrido ($\pm 1s$)	Temperatura Mufla ($\pm 1^\circ C$)	Temperatura Balón tres bocas ($\pm 0.1^\circ C$)	Presión ($\pm 0.1 Torr$)	Voltaje ($\pm 0.1 V$)	Estado de la mufla
11/07/2016	7:16	0	24	24.0	642.0	19.0	APAGADO
11/07/2016	7:30	700	24	28.0	642.0	25.0	Encendido
11/07/2016	7:38	1200	194	34.0	642.0	19.0	Encendido
11/07/2016	9:40	9600	750	47.0	644.0	19.0	Encendido
11/07/2016	11:38	16000	750	47.0	645.0	19.0	Encendido
11/07/2016	13:40	23200	750	47.0	645.0	19.0	APAGADO

CUADRO 19. Observaciones respecto a los parámetros del sistema el 11/07/2016

Fecha	Hora	Tiempo transcurrido ($\pm 1s$)	Observación
11/07/2016	-	-	Se agregaron 75mL EtOH
11/07/2016	7:16	0	Se inició calentamiento de balón de tres bocas (15 minutos antes de encender la mufla). Se generó burbujeo lento de etanol.
11/07/2016	7:30	700	Se inició la etapa de calentamiento de mufla.
11/07/2016	7:38	1200	Se ajustó el voltaje para llegar al equilibrio térmico en el balón de tres bocas (alrededor de $40^\circ C$).
11/07/2016	9:40	9600	Se inició el período de operación de 4 horas a $750^\circ C$.
11/07/2016	11:38	16000	Se agregaron 50mL de EtOH. Por lo que el volumen inicial era de 125mL EtOH
11/07/2016	13:40	23200	Se terminó el período de 4 horas de operación a $750^\circ C$. Se terminó el flujo de EtOH, dejando únicamente el flujo de argón.
11/07/2016	-	-	Volumen final de EtOH es de 91mL. Se consumieron 34ml EtOH $\rightarrow 0.583 mol$ EtOH

CUADRO 20. Control de parámetros del sistema el 13/07/2016

Fecha	Hora	Tiempo transcurrido ($\pm 1s$)	Temperatura Mufla ($\pm 1^\circ C$)	Temperatura Balón tres bocas ($\pm 0.1^\circ C$)	Presión ($\pm 0.1 Torr$)	Voltaje ($\pm 0.1 V$)	Estado de la mufla
13/07/2016	6:15	0	25	26.0	642.5	19.0	APAGADO
13/07/2016	6:30	0	25	26.0	642.5	19.0	Encendido
13/07/2016	10:08	13500	800	41.5	645.5	19.0	Encendido
13/07/2016	14:08	28000	800	41.5	646.0	19.0	APAGADO

CUADRO 21. Observaciones respecto a los parámetros del sistema el 13/07/2016

Fecha	Hora	Tiempo transcurrido ($\pm 1s$)	Observación
13/07/2016	-	-	Se agregaron 91mL EtOH. En esta ocasión se trabajará a 850°C en la mufla.
13/07/2016	6:15	0	Se inició calentamiento de balón de tres bocas (15 minutos antes de encender la mufla). Se generó burbujeo lento de etanol.
13/07/2016	6:30	0	Se inició la etapa de calentamiento de mufla.
13/07/2016	10:08	13500	Se inició la etapa de 4 horas de trabajo a 800°C.
13/07/2016	14:08	28000	Se terminó la etapa de 4 horas de trabajo a 800°C.
13/07/2016	-	-	Volumen final de EtOH es de 34mL. Se consumieron 57ml EtOH \rightarrow 0.977mol EtOH

FIGURA 18. Imagen de CNT tomada con detector de electrones retrodispersados a 6000x 10kV en SEM de muestra raspada de superficie de níquel (750 oC, vidrio pyrex, 27/04/2016).

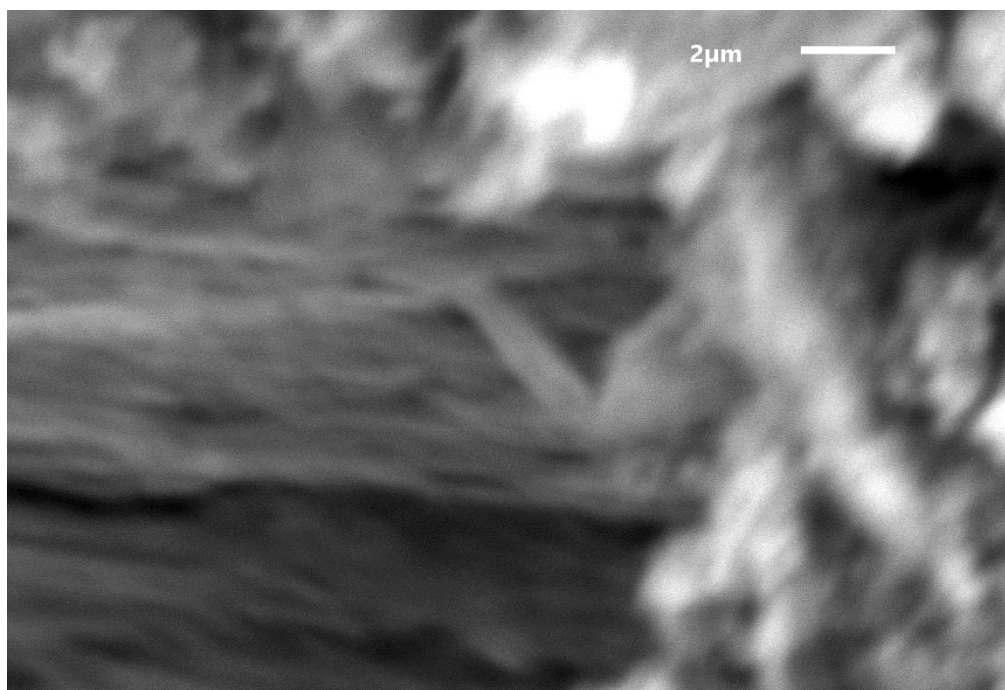


FIGURA 19. Imagen de toma general de muestra de CNT raspada de superficie de níquel tomada con detector de electrones retrodispersados a 600x 10kV en SEM (750 oC, vidrio pyrex, 27/04/2016)

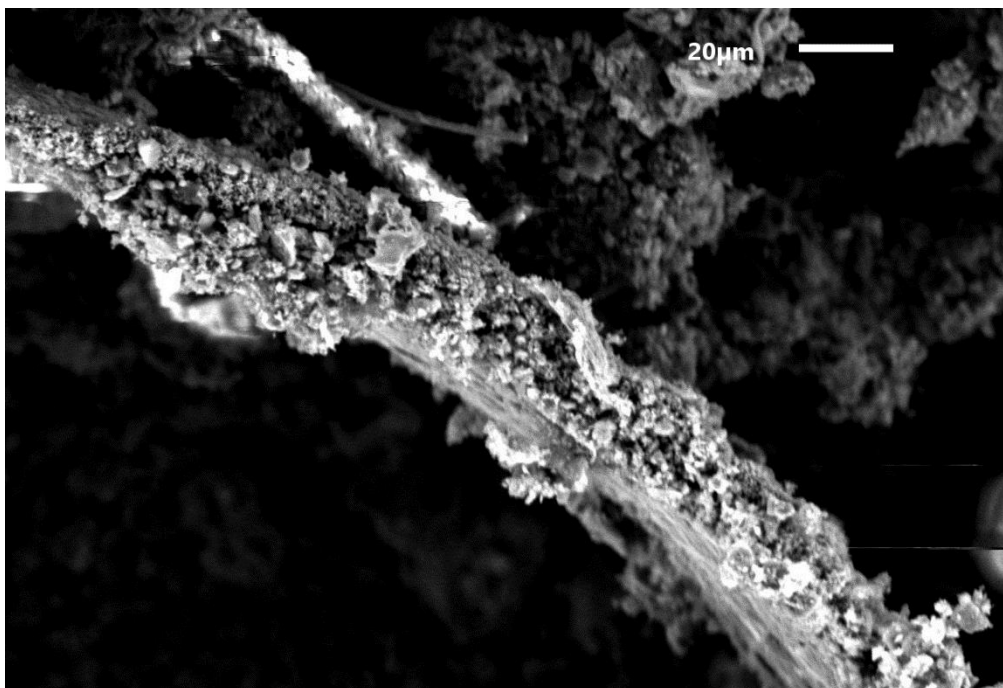


FIGURA 20. Imagen aumentada de toma panorámica de muestra raspada de superficie de níquel tomada con detector de electrones retrodispersados a 2200x 10kV en SEM (750 oC, hierro galvanizado, 15/07/2016).

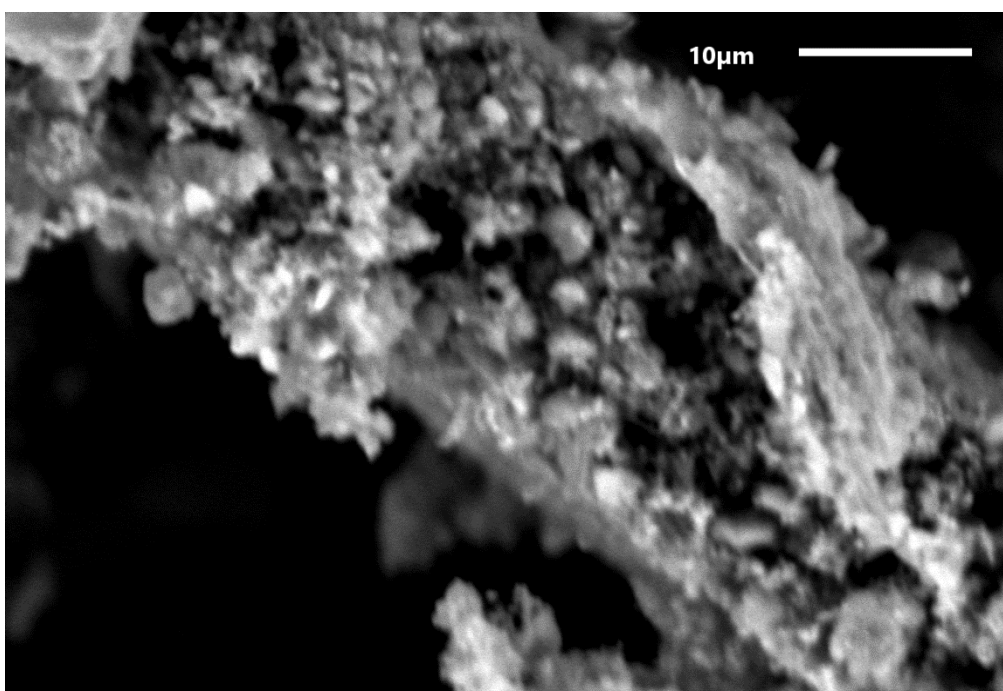


FIGURA 21. Imagen de CNT en muestra raspada de superficie de níquel tomada con detector de electrones retrodispersados a 1300x 10kV en SEM (750 oC, hierro galvanizado, 15/07/2016).

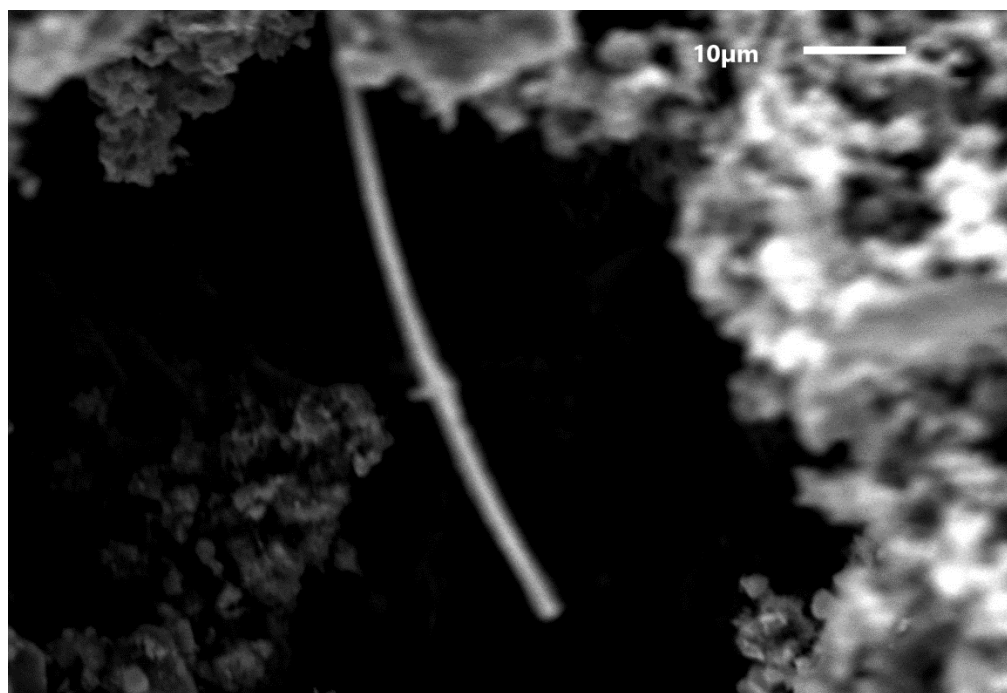


FIGURA 22. Imagen de CNT en muestra raspada de superficie de níquel tomada con detector de electrones retrodispersados a 1800x 10kV en SEM (750 oC, hierro galvanizado, 15/07/2016).

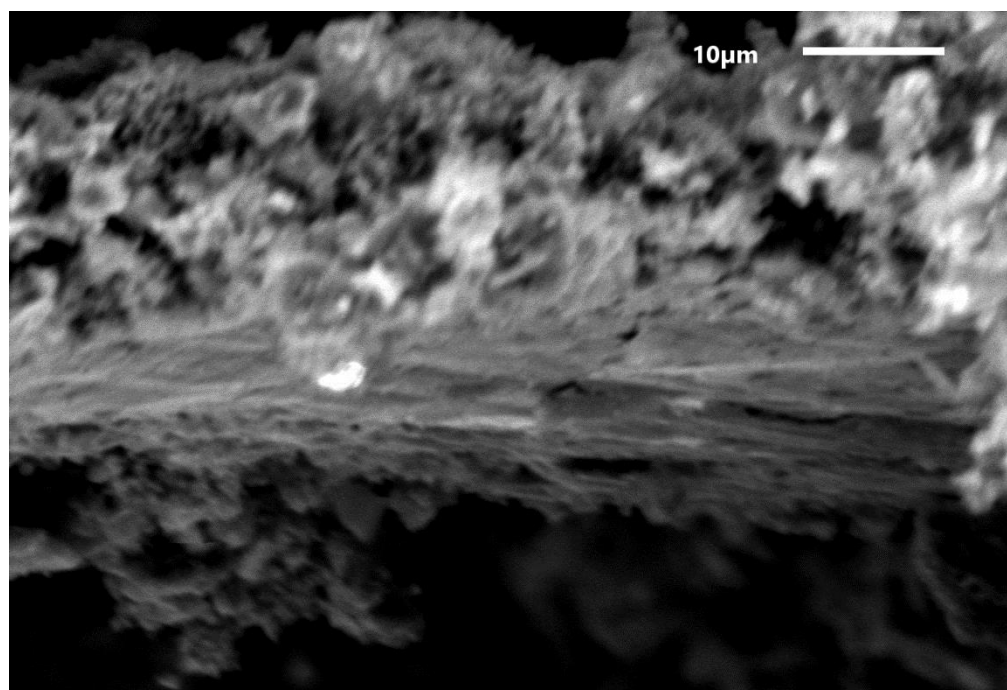


FIGURA 23. Imagen de CNT en muestra raspada de superficie de níquel tomada con detector de electrones retrodispersados a 2200x 10kV en SEM (750 oC, hierro galvanizado, 15/07/2016).

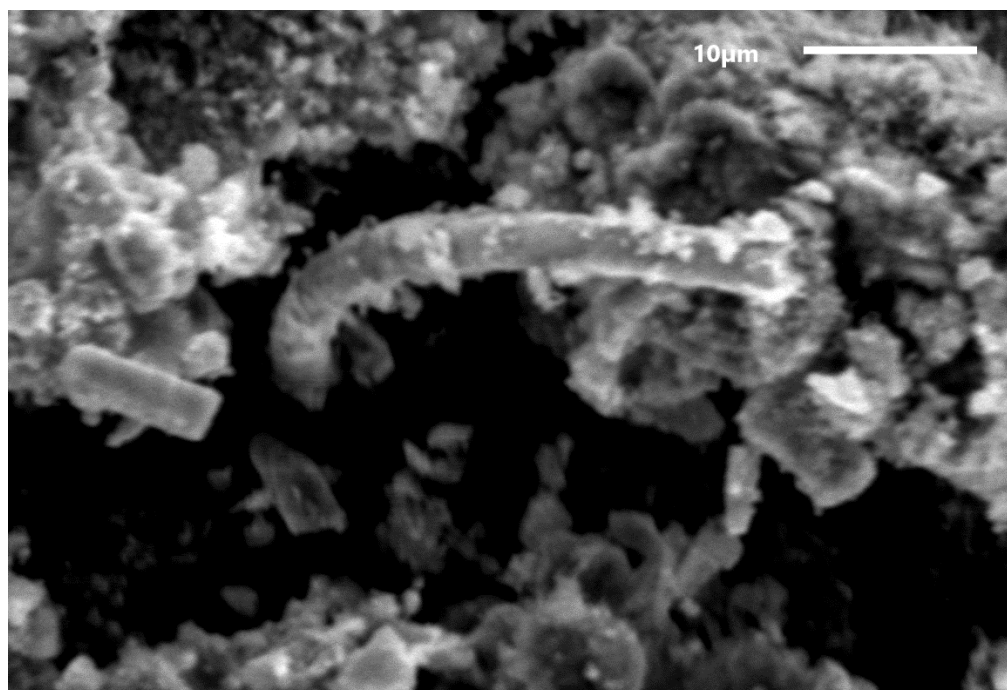


FIGURA 24. Imagen de CNT en muestra raspada de superficie de níquel tomada con detector de electrones retrodispersados a 5500x 10kV en SEM (750 oC, hierro galvanizado, 15/07/2016).

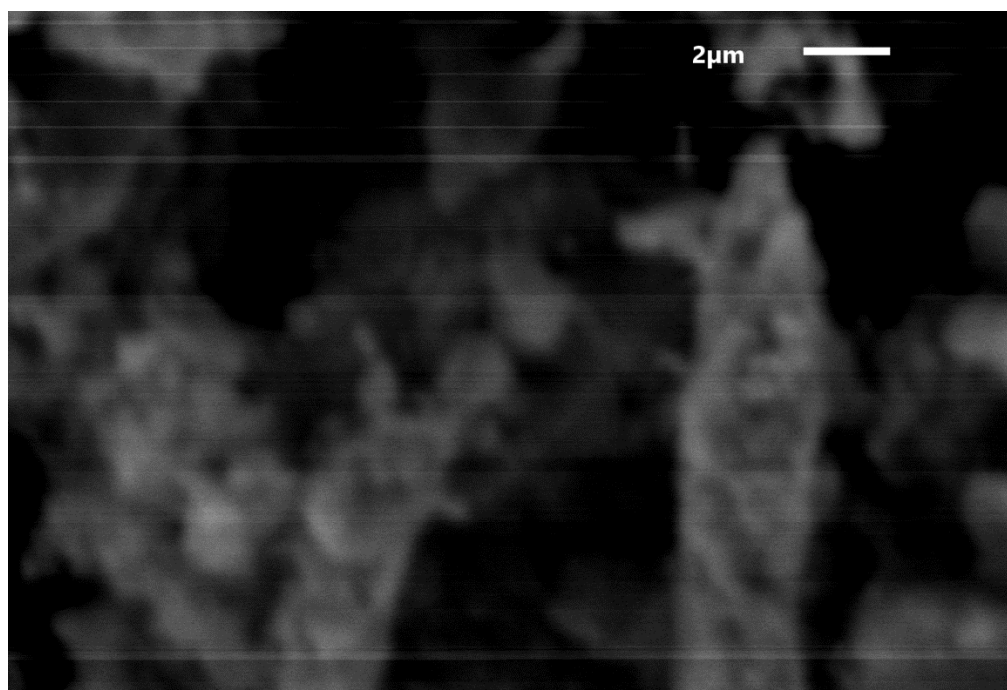


FIGURA 25. Imagen de CNT en muestra raspada de superficie de níquel tomada con detector de electrones retrodispersados a 1400x 10kV en SEM (800 oC, hierro galvanizado, 15/07/2016).

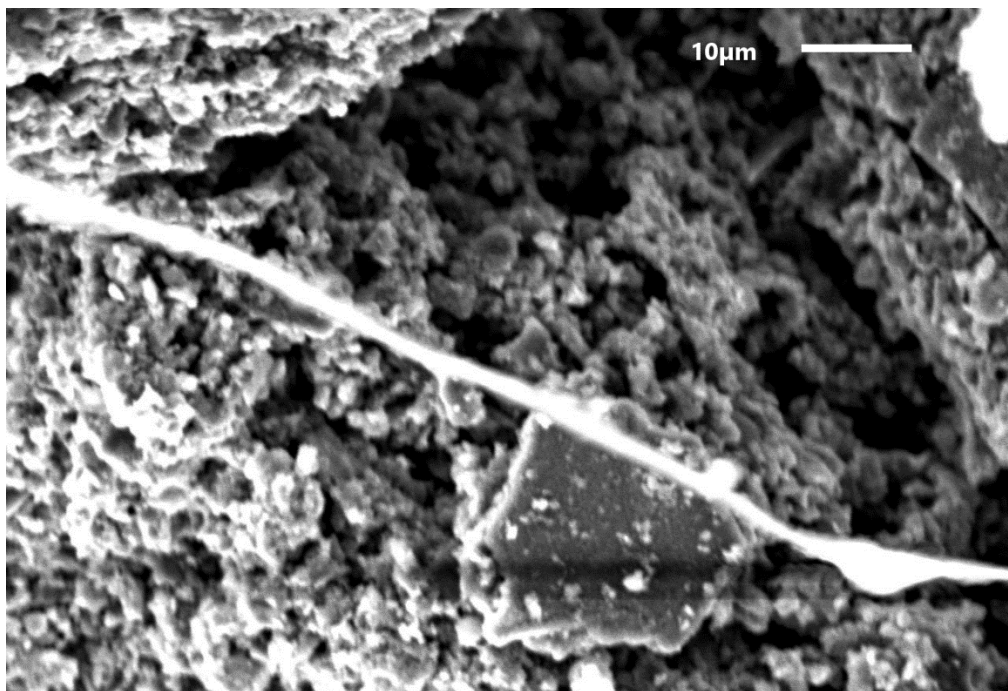


Figura 26. Escaneo de resultados de análisis de rayos X de CNT de la muestra raspada de superficie de níquel (750 oC, vidrio pyrex, 27/04/2016) presentes en la Figura 10.

Project: CNT MUESTRA 1
Owner: INCA
Site: Site of Interest 8

Sample: CNT MUESTRA 1
Type: Default
ID:

Spectrum Processing :
No peaks omitted

Processing option : All elements analyzed (Normalised)
Number of iterations = 1

Standard :
C CaCO3 1-Jun-1999 12:00 AM
Si SiO2 1-Jun-1999 12:00 AM

Elem...	Weight%	Atomic%
C K	94.06	97.37
Si K	5.94	2.63
Totals	100.00	

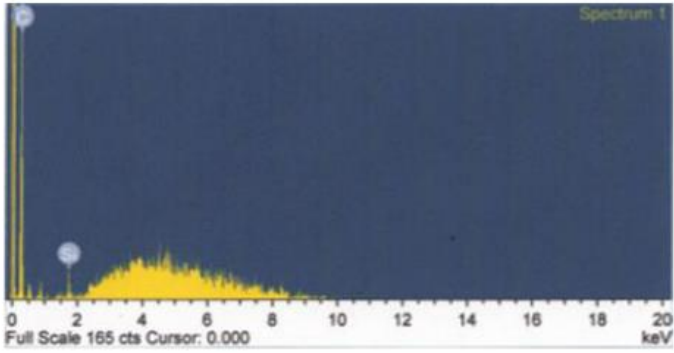
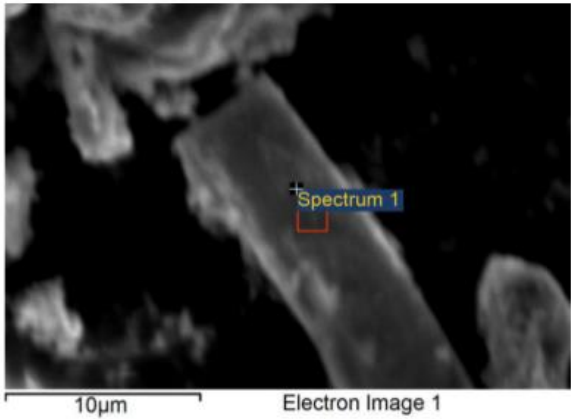


Figura 27. Escaneo de resultados de análisis de rayos X de fibra de vidrio de la muestra raspada de superficie de níquel (750 oC, vidrio pyrex, 27/04/2016) presentes en la Figura 11.

Project: CNT MUESTRA 1
 Owner: INCA
 Site: Site of Interest 2

Sample: CNT MUESTRA 1
 Type: Default
 ID:

Spectrum Processing :
 No peaks omitted

Processing option : All elements analyzed (Normalised)
 Number of iterations = 2

Standard :
 O SiO2 1-Jun-1999 12:00 AM
 Si SiO2 1-Jun-1999 12:00 AM
 Ni Ni 1-Jun-1999 12:00 AM

Elem...	Weight%	Atomic%
O K	2.66	0.92
Si K	84.29	94.57
Ni L	13.05	4.51
Totals	100.00	

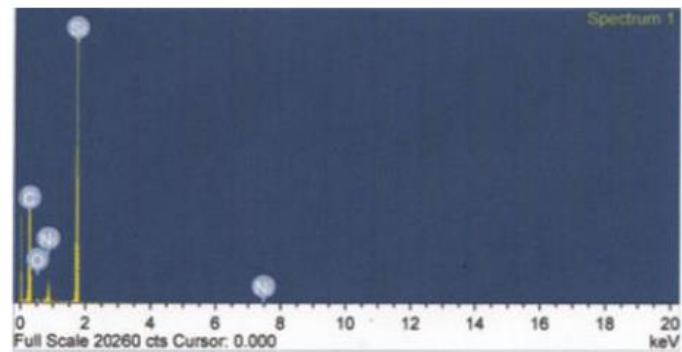
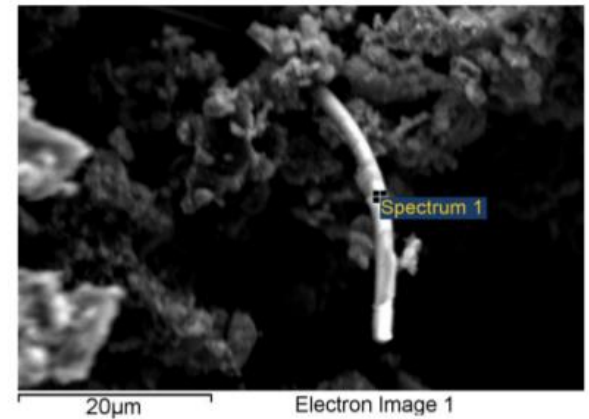


Figura 28. Escaneo de resultados de análisis de rayos X de CNT de la muestra raspada de superficie de níquel (750 oC, vidrio pyrex, 27/04/2016) presentes en la Figura 12A.

Project: CNT MUESTRA 1
 Owner: INCA
 Site: Site of Interest 7

Sample: CNT MUESTRA 1
 Type: Default
 ID:

Spectrum Processing :
 No peaks omitted

Processing option : All elements analyzed (Normalised)
 Number of iterations = 2

Standard :
 C CaCO3 1-Jun-1999 12:00 AM
 O SiO2 1-Jun-1999 12:00 AM
 Si SiO2 1-Jun-1999 12:00 AM
 Ni Ni 1-Jun-1999 12:00 AM

Elem... Weight% Atomic%

C K	82.39	93.66
O K	2.04	0.73
Si K	0.94	0.34
Ni L	14.63	5.27

Totals 100.00

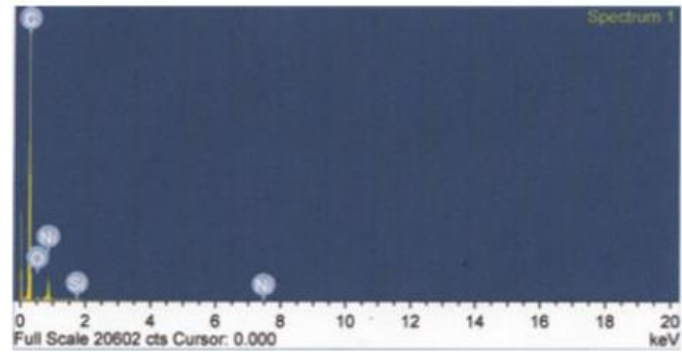
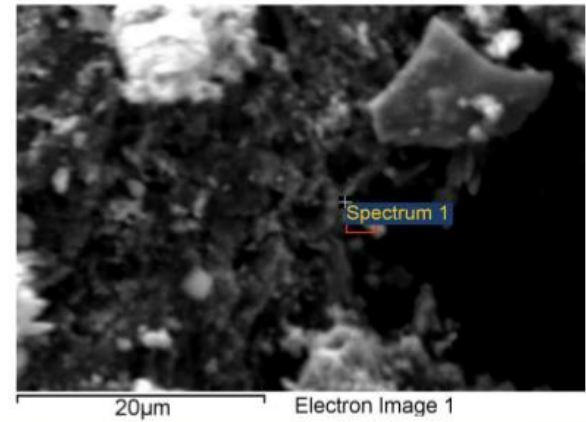


Figura 29. Escaneo de resultados de análisis de rayos X de fragmento de níquel de la muestra raspada de superficie de níquel (750 oC, vidrio pyrex, 27/04/2016) presentes en la Figura 13.

Project: CNT MUESTRA 1
 Owner: INCA
 Site: Site of Interest 13

Sample: CNT MUESTRA 1
 Type: Default
 ID:

Spectrum Processing :
 No peaks omitted

Processing option : All elements analyzed (Normalised)
 Number of iterations = 2

Standard :
 C CaCO3 1-Jun-1999 12:00 AM
 O SiO2 1-Jun-1999 12:00 AM
 Si SiO2 1-Jun-1999 12:00 AM
 Ni Ni 1-Jun-1999 12:00 AM

Elem...	Weight%	Atomic%
C K	2.14	2.76
O K	0.46	0.59
Si K	0.05	0.06
Ni L	97.35	96.58
Totals	100.00	

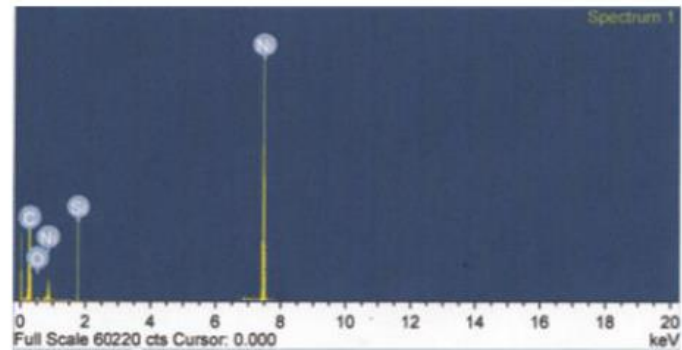
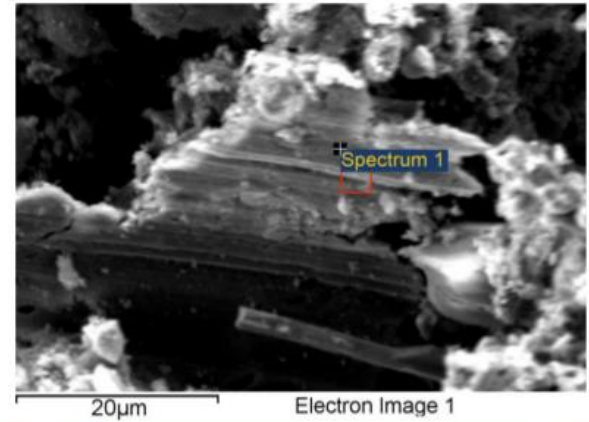


Figura 30. Escaneo de resultados de análisis de rayos X de de CNT de la muestra raspada de superficie de níquel (750 oC, vidrio pyrex, 27/04/2016) presentes en la Figura 18.

Project: CNT MUESTRA 1
 Owner: INCA
 Site: Site of Interest 6

Sample: CNT MUESTRA 1
 Type: Default
 ID:

Spectrum Processing :
 No peaks omitted

Processing option : All elements analyzed (Normalised)
 Number of iterations = 2

Standard :
 C CaCO3 1-Jun-1999 12:00 AM
 O SiO2 1-Jun-1999 12:00 AM
 Si SiO2 1-Jun-1999 12:00 AM
 Ni Ni 1-Jun-1999 12:00 AM

Elem...	Weight%	Atomic%
C K	88.27	94.99
O K	3.96	3.20
Si K	0.43	0.20
Ni L	7.33	1.61
Totals	100.00	

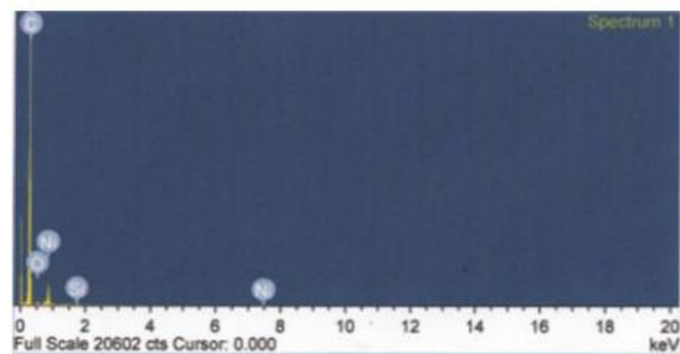
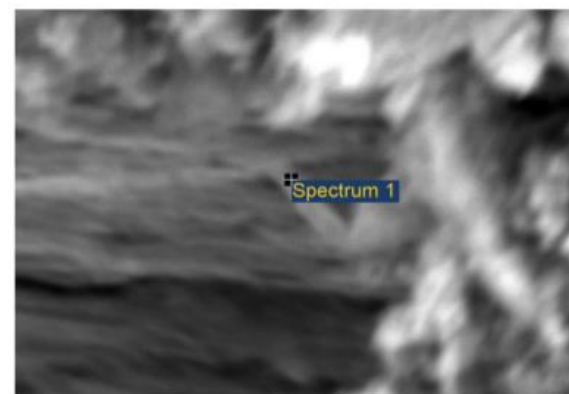


Figura 31. Escaneo de resultados de análisis de rayos X de CNT de la muestra raspada de superficie de níquel (750 oC, hierro galvanizado, 15/07/2016) presentes en la Figura 23.

Project: CNT MUESTRA 1
 Owner: INCA
 Site: Site of Interest 11

Sample: CNT MUESTRA 1
 Type: Default
 ID:

Spectrum Processing :
 No peaks omitted

Processing option : All elements analyzed (Normalised)
 Number of iterations = 2

Standard :
 C CaCO3 1-Jun-1999 12:00 AM
 O SiO2 1-Jun-1999 12:00 AM
 Si SiO2 1-Jun-1999 12:00 AM
 Ni Ni 1-Jun-1999 12:00 AM

Elem...	Weight%	Atomic%
C K	87.15	98.07
O K	3.41	0.41
Si K	0.26	0.03
Ni L	12.58	1.49
Totals	100.00	

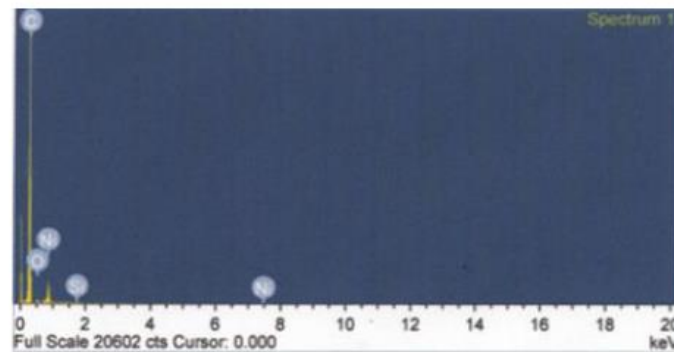
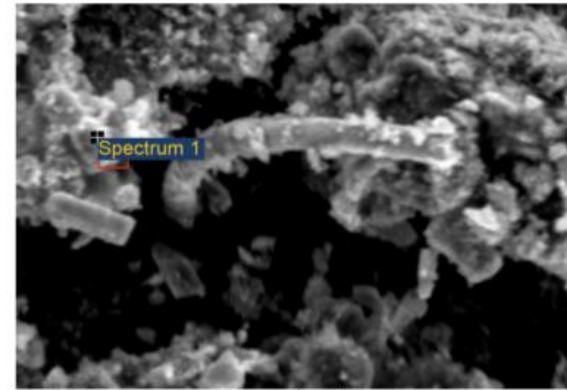


Figura 32. Escaneo de resultados de análisis de rayos X de CNT en la muestra raspada de superficie de níquel (750 oC, hierro galvanizado, 15/07/2016) presentes en la Figura 24.

Project: CNT MUESTRA 1
 Owner: INCA
 Site: Site of Interest 9

Sample: CNT MUESTRA 1
 Type: Default
 ID:

Spectrum Processing :
 No peaks omitted

Processing option : All elements analyzed (Normalised)
 Number of iterations = 2

Standard :
 C CaCO3 1-Jun-1999 12:00 AM
 O SiO2 1-Jun-1999 12:00 AM
 Si SiO2 1-Jun-1999 12:00 AM
 Ni Ni 1-Jun-1999 12:00 AM

Elem...	Weight%	Atomic%
C K	86.18	95.39
O K	2.23	1.85
Si K	0.56	0.26
Ni L	11.03	2.50
Totals	100.00	

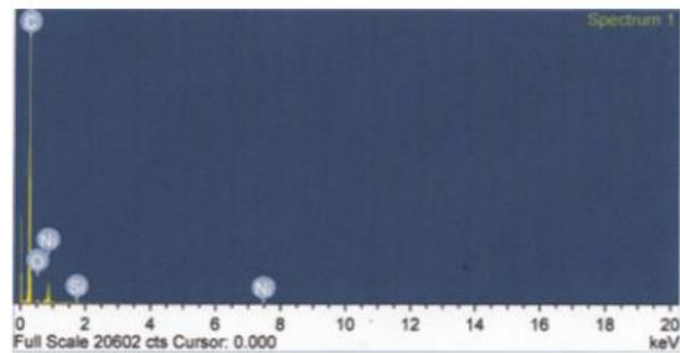
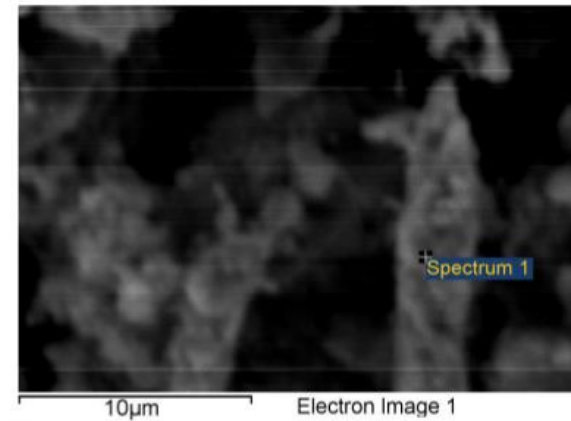


Figura 33. Escaneo de resultados de análisis de rayos X de CNT en la muestra raspada de superficie de níquel (800 oC, hierro galvanizado, 15/07/2016) presentes en la Figura 25.

Project: CNT MUESTRA 1
 Owner: INCA
 Site: Site of Interest 10

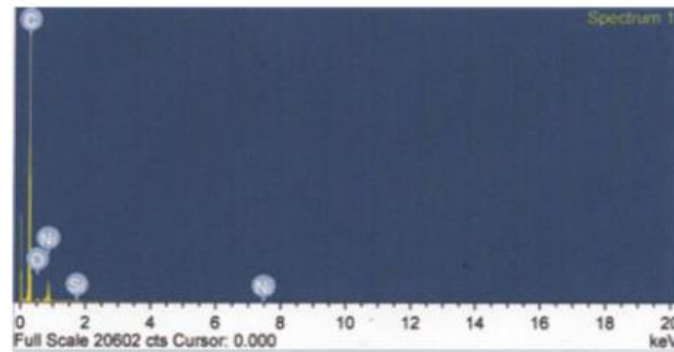
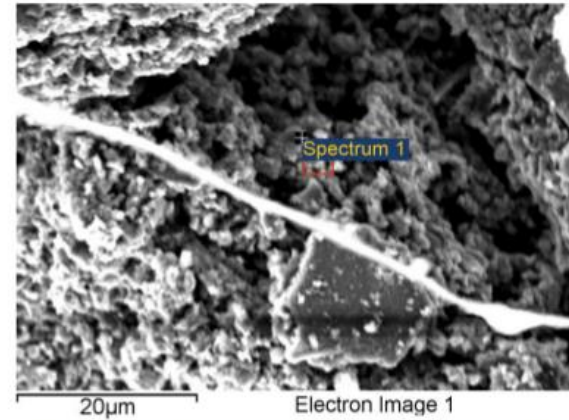
Sample: CNT MUESTRA 1
 Type: Default
 ID:

Spectrum Processing :
 No peaks omitted

Processing option : All elements analyzed (Normalised)
 Number of iterations = 2

Standard :
 C CaCO3 1-Jun-1999 12:00 AM
 O SiO2 1-Jun-1999 12:00 AM
 Si SiO2 1-Jun-1999 12:00 AM
 Ni Ni 1-Jun-1999 12:00 AM

Elem...	Weight%	Atomic%
C K	85.43	95.41
O K	5.38	1.69
Si K	0.72	0.23
Ni L	8.54	2.68
Totals	100.00	



CUADRO 22. Cronograma de actividades por semana.

Semana	1	2	3	4	5	6	7	8	9	10	11	12	13	14	15	16	17	18	19	20	21	22	23	24	25	26	27	28
Compra de materiales	X	X	X																									
Construcción de equipo de plasma con microondas y determinación de mejores condiciones de trabajo				X	X																							
Construcción de cápsula de acero inoxidable	X	X	X	X	X																							
Generación de superficies homogéneas dopadas con cobre por plasma de microondas						X																						
Ensamblaje de equipo para deposición química de vapor y determinación de las mejores condiciones de trabajo						X	X					X	X	X	X	X	X	X	X									
Crecimiento de CNT por deposición química de vapor								X	X											X	X	X	X	X	X	X	X	X
Caracterización de CNT obtenidos										X	X	X																X
Redacción de reporte de resultados	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X	X

La redacción del reporte se llevó a cabo durante todo el proceso de investigación para tener una distribución más homogénea del trabajo a lo largo del proceso.

Lista de acrónimos

Ag	Plata
Ar	Argón
Au	Oro
CNT	Carbon Nanotubes o Nanotubos de Carbono
Co	Cobalto
Cu	Cobre
CVD	Chemical Vapour Deposition o Deposición Química de Vapor
EtOH	Etanol
Fe	Hierro
INACIF	Instituto Nacional de Ciencias Forenses de Guatemala
K	Kelvin
min	Minuto(s)
MgO	Óxido de magnesio
Mo	Molibdeno
MWCNT	Multi-Walled Carbon Nanotubes o Nanotubos de Carbono de Varias Paredes
Ni	Níquel
nm	Nanómetros
Pd	Paladio
p	Página
pp	Páginas
Pt	Platino
SDD	Silicon Drift Detector o Detector de Desplazamiento de Silicón
SEM	Scanning Electron Microscope o Microscopio de Barrido de Electrones
Si	Sílice

SiO	Óxido de silicio
Si(Li)	Sílice con Litio
SWCNT	Single-Walled Carbon Nanotubes o Nanotubos de Carbono de Una Pared
USAC	Universidad de San Carlos de Guatemala
UVG	Universidad del Valle de Guatemala
XRF	X-Ray Fluorescence o Fluorescencia de Rayos X

1D Unidimensional o de una dimensión

μm Micrómetros

$^{\circ}\text{C}$ Grados centígrados