



**ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO**

**FACULTAD DE MECÁNICA**

**CARRERA MECANICA**

**ANÁLISIS DE FACTIBILIDAD DE LA FABRICACIÓN DE  
SENSORES MEDIANTE NANOTUBOS DE CARBONO  
SINTETIZADOS POR CVD.**

**Trabajo de Integración Curricular**

Tipo: Proyecto de Investigación

Presentado para optar al grado académico de:

**INGENIERO MECÁNICO**

**AUTORES:**

ANGEL SEBASTIÁN CLAVÓN ENRÍQUEZ

KEVIN VICENTE CORONEL ROJAS

Riobamba-Ecuador

2023



**ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO**  
**FACULTAD DE MECÁNICA**  
**CARRERA MECÁNICA**

**ANÁLISIS DE FACTIBILIDAD DE LA FABRICACIÓN DE  
SENSORES MEDIANTE NANOTUBOS DE CARBONO  
SINTETIZADOS POR CVD.**

**Trabajo de Integración Curricular**  
Tipo: Proyecto de Investigación

Presentado para optar al grado académico de:

**INGENIERO MECÁNICO**

**AUTORES:** ANGEL SEBASTIÁN CLAVÓN ENRÍQUEZ  
KEVIN VICENTE CORONEL ROJAS  
**DIRECTOR:** ING. MARCO VINICIO GUEVARA GRANIZO PH. D.

Riobamba-Ecuador  
2023


© 2023, Ángel Sebastián Clavón Enríquez; Kevin Vicente Coronel Rojas

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

Nosotros, Ángel Sebastián Clavón Enríquez y Kevin Vicente Coronel Rojas, declaramos que el presente Trabajo de Integración Curricular es de nuestra autoría y los resultados del mismo son auténticos. Los textos en el documento que provienen de otras fuentes están debidamente citados y referenciados.

Como autores asumimos la responsabilidad legal y académica de los contenidos de este Trabajo de Integración Curricular; el patrimonio intelectual pertenece a la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo.

Riobamba 04 de diciembre de 2023






**Ángel Sebastián Clavón Enríquez**  
**1805073259**



**Kevin Vicente Coronel Rojas**  
**0104811401**

**ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO**  
**FACULTAD DE MECÁNICA**  
**CARRERA MECÁNICA**

El Tribunal del Trabajo de Integración Curricular certifica que: El Trabajo de Integración Curricular; Tipo: Proyecto de Investigación, **ANÁLISIS DE FACTIBILIDAD DE LA FABRICACIÓN DE SENSORES MEDIANTE NANOTUBOS DE CARBONO SINTETIZADOS POR CVD**, realizado por los señores: **ANGEL SEBASTIÁN CLAVÓN ENRÍQUEZ Y KEVIN VICENTE CORONEL ROJAS**, ha sido minuciosamente revisado por los Miembros del Tribunal del Trabajo de Integración Curricular, el mismo que cumple con los requisitos científicos, técnicos, legales, en tal virtud el Tribunal autoriza su presentación.

	<b>FIRMA</b>	<b>FECHA</b>
Ing. Marco Homero Almendariz Punte <b>PRESIDENTE DEL TRIBUNAL</b>		2023-12-04
Ing. Marco Vinicio Guevara Granizo Ph. D. <b>DIRECTOR DEL TRABAJO DE INTEGRACIÓN CURRICULAR</b>		2023-12-04
Ing. Edwin Viteri Núñez Ph. D. <b>ASESOR DEL TRABAJO DE INTEGRACIÓN CURRICULAR</b>		2023-12-04

## **DEDICATORIA**

Dedico este trabajo a mis padres quienes con su amor incansable y apoyo incondicional me impulsaron durante mi carrera universitaria, sus valiosos consejos guiaron mi vida por el camino correcto impulsándome a ser el hombre que gracias a ellos ahora soy. A mi hermano, uno de los mayores ejemplos de esfuerzo, constata, que me impulsó a no desfallecer en los momentos difíciles.

Sebastián

Este trabajo es el fin a una etapa de aprendizaje, lucha y mucho trabajo duro. Me había sido imposible lograr todos los méritos cosechados como estudiante y poder haber llegado al fin de esta etapa sin el apoyo incondicional de mis padres Leidy Rojas y Vicente Coronel, y mi hermano, Tadeo Coronel. Emily, Javier, Joffre, Marco y Nicolás se han convertido en mi segunda familia y con ellos he logrado convertirme en alguien de quien estoy orgulloso. Su amistad, sinceridad, buena voluntad y apoyo incondicional son lo más preciado que tengo y tendré.

Kevin

## **AGRADECIMIENTO**

La base de una buena educación es contar con grandes mentores que te motiven a desafiar lo establecido. Agradecemos al Doctor Marco Guevara, nuestro mentor proactivo, sensato y audaz que nos impulsa a retar nuestras capacidades humanas y educativas. Más importante que ser un excelente docente y compañero, el Doctor Marco es un amigo cercano con el que se puede contar en cualquier situación y con quien compartir ideas, proyectos y aventuras.

Sebastián y Kevin

Es de suma importancia reconocer que en nuestras trayectorias no estamos solos y que el respaldo, sea de amigos o familiares, no surge de manera espontánea. Quiero expresar mi agradecimiento profundo a Dios, a quien, gracias a las enseñanzas de mis padres y amor por Él, puedo llamar Papá. El inmenso amor que Papá ha derramado sobre mí no puede ser expresado en simples palabras. Él, junto con mi familia, ha sido mi brújula y mi fuerza en cada momento de vulnerabilidad durante esta etapa. A mis amigos Adrián, Angie, Byron, Carlos, Evelyn, Santiago, Josue y Vicente, con quienes he compartido momentos memorables a lo largo de mi formación académica, les agradezco de corazón. Su compañía y apoyo han sido invaluable.

Sebastián

## ÍNDICE DE CONTENIDO

INDICE DE TABLAS.....	xi
INDICE DE ILUSTRACIONES.....	xii
RESUMEN.....	xiv
SUMMARY .....	xv
INTRODUCCIÓN .....	1

### CAPÍTULO I

1. PROBLEMA DE INVESTIGACIÓN.....	2
1.1. Planteamiento del problema .....	2
1.2. Limitaciones y delimitaciones.....	4
1.3. Problema general de investigación.....	4
1.4. Problemas específicos de investigación.....	4
1.5. Objetivos.....	4
1.5.1. <i>Objetivo general</i> .....	4
1.5.2. <i>Objetivos específicos</i> .....	4
1.6. Justificación.....	4
1.6.1. <i>Justificación teórica</i> .....	4
1.6.2. <i>Justificación metodológica</i> .....	5
1.6.3. <i>Justificación práctica</i> .....	5
1.7. Hipótesis .....	5

### CAPÍTULO II

2. MARCO TEÓRICO .....	6
2.1. Antecedentes de investigación .....	6
2.1.1. <i>Impresión de sensores de temperatura a partir de nanotubos de carbono</i> .....	6
2.1.2. <i>Sensores químicos con nanotubos de carbono</i> .....	6
2.2. Referencias teóricas.....	6
2.2.1. <i>Grafito como materia prima</i> .....	6
2.2.2. <i>Nanotubos de carbono</i> .....	7
2.2.3. <i>Carbonos amorfos</i> .....	8
2.2.4. <i>Chemical vapor deposition (CVD)</i> .....	9



2.2.4.1.	<i>CVD con catalizador sembrado</i> .....	10
2.2.5.	<b><i>Parámetros de control para la síntesis</i></b> .....	11
2.2.5.1.	<i>Gas precursor</i> .....	11
2.2.5.2.	<i>Temperatura</i> .....	11
2.2.5.3.	<i>Tiempo de reacción</i> .....	12
2.2.5.4.	<i>Catalizador</i> .....	12
2.2.6.	<b><i>Parámetros para considerar en el uso de los ntc's en sensores térmicos</i></b> .....	12
2.2.7.	<i>Sensores de gas</i> .....	13
2.2.8.	<i>Sensores flexibles</i> .....	15
2.2.9.	<i>Sensores de temperatura</i> .....	16

### CAPÍTULO III

3.	<b>MARCO METODOLÓGICO</b> .....	18
3.1.	<b>Enfoque de investigación</b> .....	18
3.2.	<b>Nivel de investigación</b> .....	18
3.3.	<b>Diseño de investigación</b> .....	18
3.3.1.	<i>Según la manipulación o no de las variables independientes</i> .....	18
3.3.2.	<i>Según las intervenciones en el trabajo de campo</i> .....	18
3.4.	<b>Tipo de estudio</b> .....	19
3.5.	<b>Población y Planificación, selección y cálculo del tamaño de la muestra</b> .....	19
3.5.1.	<i>Población</i> .....	19
3.5.2.	<i>Planificación</i> .....	19
3.5.3.	<i>Selección</i> .....	19
3.5.4.	<i>Cálculo del tamaño de la muestra</i> .....	19
3.6.	<b>Métodos, técnicas e instrumentos de investigación</b> .....	21
3.6.1.	<b>Métodos</b> .....	22
3.6.1.1.	<i>Limpieza de las láminas de níquel y silicio</i> .....	22
3.6.1.2.	<i>Solución de PVA y acetato de cobre</i> .....	22
3.6.1.3.	<i>Solución de PVA y óxido de cobre</i> .....	23
3.6.1.4.	<i>Spin coating</i> .....	23
3.6.1.5.	<i>CVD</i> .....	24
3.6.2.	<b>Instrumentos de investigación</b> .....	26

3.6.2.1.	<i>RAMAN</i> .....	26
3.6.2.2.	<i>SEM</i> .....	29
3.6.2.3.	<i>Análisis EDS de catalizadores-sustratos</i> .....	30

## CAPÍTULO IV

4.	<b>MARCO DE ANÁLISIS E INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS</b> .....	32
4.1.	<b>Análisis EDS de catalizadores y sustratos</b> .....	32
4.1.1.	<i>Silicio con acetato de cobre</i> .....	32
4.1.2.	<i>Silicio con óxido de cobre</i> .....	33
4.1.3.	<i>Níquel sonicado</i> .....	34
4.2.	<b>CVD</b> .....	35
4.3.	<b>RAMAN</b> .....	37
4.3.1.	<i>Silicio con acetato de cobre</i> .....	37
4.3.2.	<i>Silicio con óxido de cobre</i> .....	38
4.3.3.	<i>Lámina de níquel</i> .....	40
4.3.4.	<i>Lámina de níquel pulido</i> .....	41
4.3.5.	<i>Lámina de níquel sonicado</i> .....	42
4.4.	<b>SEM</b> .....	44
4.4.1.	<i>Análisis general de las muestras</i> .....	44
4.4.2.	<i>Acetato de cobre en silicio</i> .....	44
4.4.3.	<i>Lámina de níquel pulido</i> .....	44
4.4.4.	<i>Lámina de níquel sonicado</i> .....	46
4.5.	<b>Análisis de su aplicación para sensores</b> .....	48
4.6.	<b>Análisis de factibilidad</b> .....	49

## CAPÍTULO V

5.	<b>MARCO PROPOSITIVO</b> .....	52
5.1.	<b>Propuestas enfocadas en la creación de sensores</b> .....	52
5.1.1.	<i>Proyectos de investigación</i> .....	52
5.2.	<b>Propuestas enfocadas a la utilización de los NTC sintetizados en este estudio</b> .....	53
5.2.1.	<i>Proyectos de investigación</i> .....	53
5.2.2.	<i>Proyectos técnicos</i> .....	53

## CAPÍTULO VI

<b>6.1.</b>	<b>CONCLUSIONES .....</b>	<b>54</b>
<b>6.2.</b>	<b>RECOMENDACIONES .....</b>	<b>56</b>

**GLOSARIO**

**BIBLIOGRAFÍA**

## ÍNDICE DE TABLAS

<b>Tabla 2-1:</b> Propiedades físicas de los NTC .....	8
<b>Tabla 2-2:</b> Características de los NTC para su uso en sensores .....	12
<b>Tabla 3-1:</b> Variables tomadas para el estudio .....	18
<b>Tabla 3-2:</b> Experimentos realizados .....	21
<b>Tabla 3-3:</b> Curva de calentamiento para el equipo de CVD .....	25
<b>Tabla 3-4:</b> Muestras seleccionadas para EDS .....	31
<b>Tabla 4-1:</b> Valores semicuantitativos de EDS muestra SaCu 1 .....	33
<b>Tabla 4-2:</b> Valores semicuantitativos de EDS muestra SiCuO 1 .....	34
<b>Tabla 4-3:</b> Muestras seleccionadas para espectroscopía RAMAN .....	36
<b>Tabla 4-4:</b> Resumen de resultados obtenidos .....	51
<b>Tabla 4-5:</b> Parámetros de evaluación .....	52
<b>Tabla 4-6:</b> Evaluación de las muestras del estudio .....	52
<b>Tabla 4-7:</b> Resumen análisis de factibilidad en la fabricación de sensores de temperatura.....	53
<b>Tabla 4-8:</b> Resumen análisis de factibilidad en la fabricación de sensores de flexibilidad .....	53
<b>Tabla 4-9:</b> Resumen análisis de factibilidad en la fabricación de sensores de gases .....	53
<b>Tabla 4-10:</b> Resumen análisis de factibilidad en la fabricación de la estructura del sensor .....	54

## ÍNDICE DE ILUSTRACIONES

<b>Ilustración 1-1:</b> Nanotubos de carbono mono capa y multicapa capa .....	3
<b>Ilustración 2-1:</b> (a) NTCMUC (b) NTCMC .....	8
<b>Ilustración 2-2:</b> Imagen SEM de partículas de carbonos amorfos .....	9
<b>Ilustración 2-3:</b> Esquema de funcionamiento del CVD.....	10
<b>Ilustración 2-4:</b> Modelos de crecimiento de NTC .....	11
<b>Ilustración 2-5:</b> Esquema de funcionamiento de un sensor de gas fabricado con NTC .....	13
<b>Ilustración 2-6:</b> Mecanismo de censo en un sensor de gas .....	14
<b>Ilustración 2-7:</b> Variación de la separación de los nanotubos en diferentes medios .....	14
<b>Ilustración 2-8:</b> Variación de la resistencia de un sensor de estiramiento basado en NTC .....	15
<b>Ilustración 2-9:</b> Esquema de un sensor de temperatura fabricado con nanotubos de carbono. ..	16
<b>Ilustración 3-1:</b> Valores de la distribución estándar normal $N(0,1)$ .....	20
<b>Ilustración 3-2:</b> Imagen SEM del acetato de cobre sobre el silicio mediante spincoating .....	22
<b>Ilustración 3-3:</b> Configuración del equipo spin coating .....	23
<b>Ilustración 3-4:</b> Muestra de Si sometida a spin coating con CuO .....	24
<b>Ilustración 3-5:</b> Muestras sobre el soporte de cuarzo para el proceso de CVD.....	25
<b>Ilustración 3-6:</b> Configuración del equipo RAMAN para la obtención de datos .....	27
<b>Ilustración 3-7:</b> Muestras NP2 y N2 de NTC preparadas para caracterización RAMAN .....	28
<b>Ilustración 3-8:</b> Curva RAMAN de referencia para la interpretación de resultados .....	29
<b>Ilustración 3-9:</b> Porción extraída para caracterización RAMAN de la muestra Ni 2 .....	29
<b>Ilustración 3-10:</b> SEM cargado con las muestras a analizar.....	30
<b>Ilustración 4-1:</b> Zona seleccionada para el análisis EDS de la muestra SaCu 1.....	32
<b>Ilustración 4-2:</b> Análisis EDS obtenido de la muestra SaCu 1 .....	32
<b>Ilustración 4-3:</b> Zona seleccionada para el análisis EDS de la muestra SiCuO 1 .....	33
<b>Ilustración 4-4:</b> Análisis EDS obtenido de la muestra SiCuO 1 .....	34
<b>Ilustración 4-5:</b> Zona seleccionada para el análisis EDS de la muestra Ni 1 .....	35
<b>Ilustración 4-6:</b> Análisis EDS obtenido de la muestra Ni 1.....	35
<b>Ilustración 4-7:</b> Muestras obtenidas después del proceso en CVD.....	36
<b>Ilustración 4-8:</b> Muestras obtenidas para la evaluación visual.....	36
<b>Ilustración 4-9:</b> Punto seleccionado para la medición RAMAN en la muestra SACuO 2 .....	37
<b>Ilustración 4-10:</b> Espectroscopía de la muestra de Si con acetato de cobre (SACuO 2).....	38
<b>Ilustración 4-11:</b> Punto seleccionado para la caracterización RAMAN de la muestra SiCuO 239	
<b>Ilustración 4-12:</b> Espectroscopía de la muestra de Si con óxido de cobre (SiCuO 2) .....	39
<b>Ilustración 4-13:</b> Punto seleccionado para la caracterización RAMAN de la muestra Ni.....	40
<b>Ilustración 4-14:</b> Espectroscopía de la muestra de lámina de níquel (Ni ) .....	40
<b>Ilustración 4-15:</b> Punto seleccionado para la caracterización RAMAN de la muestra NP 2 .....	41

<b>Ilustración 4-16:</b> Espectroscopía de la muestra de lámina de níquel pulido NP 2 .....	42
<b>Ilustración 4-17:</b> Punto seleccionado para la caracterización RAMAN de la muestra Ni 2.....	43
<b>Ilustración 4-18:</b> Espectroscopía de la muestra de níquel sonicado Ni 2 .....	43
<b>Ilustración 4-19:</b> Imagen SEM de la muestra obtenida usando el níquel pulido como sustrato.	45
<b>Ilustración 4-20:</b> Análisis EDS de la muestra obtenida usando el níquel pulido como sustrato	46
<b>Ilustración 4-21:</b> Imagen SEM a 1 $\mu$ m de la muestra obtenida usando el níquel como sustrato.	47
<b>Ilustración 4-22:</b> Imagen SEM a 1 $\mu$ m de la muestra obtenida usando el níquel como sustrato.	48

## RESUMEN

El presente proyecto de investigación surgió de la necesidad de proponer alternativas a los materiales convencionales con los que se fabrican los sensores indispensables para industria a pequeña y gran escala. Debido al incremento de las exigencias en precisión y fiabilidad, y el costo inherente de los materiales de alta calidad, se buscó probar la factibilidad de los nanotubos de carbono sintetizados a base de materiales comerciales y fácil acceso para censar los cambios de flexibilidad, presencia de gas y/o temperatura. El objetivo principal consistió en sintetizar nanotubos de carbono mediante deposición de vapor químico usando acetileno como gas precursor y óxido de cobro y níquel como catalizadores, y analizar el producto para poder determinar si es factible o no su uso en la fabricación de dichos sensores. Considerando la relevancia de la precisión, se determinó el número de capas, pureza, la morfología y la distribución que los nanotubos de carbono sintetizados debían tener para poder ejecutar la calibración propia de los sensores. Para determinar estas propiedades se caracterizó el producto de los experimentos realizados con las diferentes configuraciones propuestas mediante técnicas de espectroscopía Raman y microscopio electrónico de barrido (MEB). La metodología permitió determinar cómo la condición de los catalizadores afecta al tipo, morfología y pureza de los nanotubos de carbono que se produce en la síntesis. Los análisis indicaron que se logró sintetizar nanotubos de carbono multicapa de morfología tipo bosque usando la lámina de níquel comercial tratada con agentes químicos mediante sonicación. Se concluyó que este tipo de morfología y de nanotubo de carbono según sus capas no es apto para censar cambios de temperatura, flexibilidad o presencia de gases, pero sí es un material apropiado para la fabricación de la estructura del sensor aplicando el material a una matriz polimérica.

**Palabras clave:** <NANOTUBOS DE CARBONO> <NÍQUEL SONICADO> <DEPOSICIÓN DE VAPOR QUÍMICA> <MATRIZ POLIMÉRICA> <ESPECTROSCOPIA RAMAN> <MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE BARRIDO (MEB)>

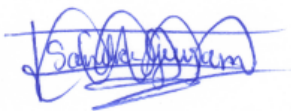
0030-DBRA-UPT-2024



## SUMMARY

This research project arose from the need to propose alternatives to the conventional materials with which the indispensable sensors for small and large-scale industries are manufactured. Due to the increasing demands on precision and reliability and the inherent cost of high-quality materials, we sought to test the feasibility of carbon nanotubes synthesized based on commercial materials and easy access to register changes in flexibility, presence of gas, and temperature. The main objective was to synthesize carbon nanotubes by chemical vapor deposition using acetylene as precursor gas and copper and nickel oxide as catalysts and analyze the product to determine whether or not its use in the manufacture of said sensors is feasible. Considering the relevance of precision, the number of layers, purity, morphology, and distribution that the synthesized carbon nanotubes must have were determined to be able to perform the sensors' calibration. To determine these properties, the product of the experiments carried out with the different proposed configurations was characterized using Raman spectroscopy and scanning electron microscope (SEM) techniques. The methodology allowed us to determine how the condition of the catalysts affects the type, morphology, and purity of the carbon nanotubes produced in the synthesis. The analyses indicated that multilayer carbon nanotubes with forest-type morphology were synthesized using commercial nickel foil treated with chemical agents through sonication. It was concluded that this type of morphology and carbon nanotube, according to its layers, is unsuitable for sensing changes in temperature, flexibility, or the presence of gases. Still, it is an appropriate material for manufacturing the sensor structure by applying it to a polymeric matrix.

Keywords: <CARBON NANOTUBES> <SONICATED NICKEL> <CHEMICAL VAPOR DEPOSITION> <POLYMERIC MATRIX> <RAMAN SPECTROSCOPY> <SCANNING ELECTRON MICROSCOPE (SEM)>



Lic. Sandra Leticia Guijarro Paguay

C.I.: 0603366113



## INTRODUCCIÓN

El objetivo central de este trabajo de investigación es evaluar la viabilidad de usar nanotubos de carbono sintetizados mediante CVD usando una aleación comercial de níquel-hierro como catalizador y acetileno como gas precursor al crear sensores altamente sensibles y precisos. Se llevará a cabo un análisis del producto obtenido de la síntesis en el que se determine la morfología de los cúmulos, su distribución y el tipo de nanotubos obtenidos. Así se determinará si el producto tiene las características y parámetros necesarios para usarse en la fabricación de los sensores, según qué nanotubos de carbono se usan actualmente para fabricar sensores de flexibilidad, temperatura y gases.

Con una metodología rigurosa que abarca desde la síntesis controlada hasta la caracterización avanzada, esta investigación contribuirá al conocimiento científico y tecnológico relacionado con el uso de nanotubos de carbono en aplicaciones de sensores. Para abordar los desafíos de la composición de los materiales sintetizados, se busca establecer una base sólida para futuras investigaciones y desarrollos creando sensores innovadores que aprovechen al máximo las propiedades únicas de los nanotubos de carbono manteniendo un precio competitivo en el mercado y satisfaciendo los requerimientos industriales.

En resumen, este trabajo representa un paso crucial hacia la comprensión y optimización de nanotubos de carbono sintetizados mediante CVD con níquel y acetileno para su implementación efectiva en sensores de flexibilidad, gases y temperatura. Al abordar la composición heterogénea de los productos de síntesis, se busca allanar el camino para lograr producir en Ecuador la próxima generación de dispositivos sensoriales altamente sensibles y versátiles, con el potencial de hacer accesible esta tecnología a la industria.

# CAPÍTULO I

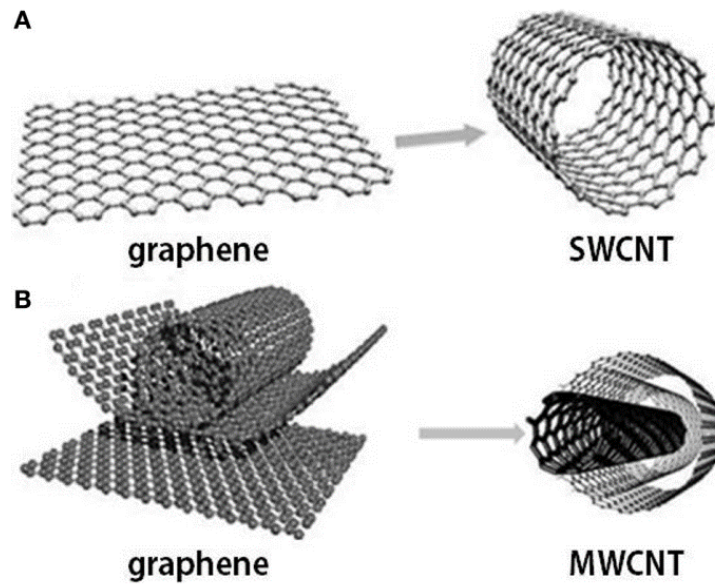
## 1. PROBLEMA DE INVESTIGACIÓN

### 1.1. Planteamiento del problema

Los sensores, de casi cualquier tipo, son elementos vitales en el control de procesos a pequeña, mediana y gran escala. La fiabilidad, durabilidad y precisión de estos dispositivos son fundamentales para decidir el sensor a utilizar, implica que las empresas encargadas de su producción utilicen métodos y materiales confiables para satisfacer las necesidades de sus clientes. Estas condiciones implican que los costos de fabricación de esta industria sean elevados, situación que se agrava mucho al reducir el tamaño de los sensores, hacerlos aptos para condiciones extremas o, al requerirse una precisión excepcional.

Una manera de reducir el costo de los sensores es implementar alternativas para los mecanismos de medición que estén acorde al nivel de precisión y exactitud que exige el mercado. En este ámbito el estudio de los cambios de propiedades que sufren los nanomateriales es una de las técnicas propuestas.

Uno de los nanomateriales de mayor estudio desde hace varios años son los nanotubos de carbono (NTC), que poseen muchas propiedades físicas y químicas capaces de medirse. Los nanotubos de carbono se lograron sintetizar por primera vez en el año 1976 por el pionero en área de los nanotubos de carbono, el físico y químico Morinobu Endo, y posteriormente el primer artículo publicado en el que se discutían las propiedades de los nanotubos de carbono fue por el físico japonés Iijima (1991) cuando estudiaba la síntesis de los fullerenos mediante la técnica de descarga por arco eléctrico (CVD). Estos primeros nanotubos sintetizados en laboratorio, que hoy se conocen como nanotubos de carbono multicapa (NTCMUT), fueron observados mediante un microscopio electrónico de transmisión de alta resolución (HRTEM). La morfología de estos consiste en nanotubos (a veces llamados agujas) cubiertos por varias capas externas cuyos diámetros varían entre los 4 a 30 nm. Las longitudes de los nanotubos pueden llegar fácilmente a ser de hasta 1  $\mu\text{m}$  (Iijima 2002)



**Ilustración 1-1:** Nanotubos de carbono mono capa y multicapa  
capa

Fuente: Maruyama, 2021

De acuerdo con Iijima (2002), los nanotubos de carbono tienen propiedades eléctricas, térmicas y mecánicas muy superiores a materiales tradicionales como el acero, aleaciones de aluminio o titanio. En base a este precedente, se han derivado varios materiales simples y compuestos que se usan en la construcción y manufactura de diferentes productos, como los citados sensores. Actualmente, la síntesis de los nanotubos de carbono es un proceso estandarizado, más económico y sencillo que a inicios del milenio, y se puede tomar como alternativa viable para su uso a gran escala en sensores. (Business Wire 2020) Los catalizadores y sustratos que se pueden usar para la síntesis de este nanomaterial determinan tanto las propiedades del material como su posible uso comercial. El uso de los catalizadores más apropiados para la síntesis de nanotubos de carbono hace costoso, por lo que se propone la síntesis de nanotubos de carbono usando el níquel, material asequible y disponible en múltiples presentaciones. A pesar de que Ecuador no es un país productor de níquel, existen otros países en la región como Cuba o Brasil que producen este material, además no existen gravámenes especiales para la importación de este elemento, los gravámenes vigentes son el FODINFA (0.5%) y el IVA (12%) (Comité de comercio exterior 2017) Lograr reducir el precio de los sensores se puede lograr utilizando este nanomaterial en el mecanismo para realizar las lecturas. Al existir varios tipos de nanotubos, que condicionan sus propiedades físicas, químicas y cuánticas, hay que analizar la morfología de los nanotubos de carbono que se logran sintetizar usando el níquel y el óxido de cobre como catalizadores, y el silicio como sustrato, para determinar la viabilidad de esta configuración.

## **1.2. Limitaciones y delimitaciones**

Estudiar la posible fabricación de sensores a partir de nano tubos de carbono teniendo en cuenta la necesidad de sintetizar y caracterizar NTC. La síntesis se realiza mediante CVD. En tanto que la caracterización de los NTC mediante técnicas RAMAN y SEM para conocer las propiedades de los catalizadores.

## **1.3. Problema general de investigación**

¿Cuán factible resulta fabricar sensores utilizando nanotubos de carbono sintetizados por CVD y si es así, que propiedades y características son relevantes para este fin?

## **1.4. Problemas específicos de investigación**

¿Cuáles son los métodos de mayor eficacia para clasificar nanotubos de carbono sintetizados por CVD, que permitan identificar las propiedades y características relevantes para su uso en sensores?

¿Cómo se puede evaluar la eficiencia de la producción de nanotubos de carbono, teniendo en cuenta la complejidad en su síntesis y clasificación, para su uso en la producción de sensores?

¿Cuál es la mejor combinación existente entre los catalizadores y sustratos utilizados en este estudio, que permita una gran eficiencia en la síntesis y morfología de NTC?

## **1.5. Objetivos**

### ***1.5.1. Objetivo general***

Analizar la factibilidad de la fabricación de sensores mediante nanotubos de carbono sintetizados por CVD.

### ***1.5.2. Objetivos específicos***

Determinar los parámetros relevantes de control inherentes a la síntesis de nanotubos de carbono. Sinterizar nanotubos de carbono mediante CVD utilizando como gas precursor el acetileno y catalizadores níquel y óxido de cobre.

Diseñar y ejecutar el experimento para la caracterización de nanotubos sintetizados mediante CVD.

Analizar los datos obtenidos en el estudio de nanotubos de carbono sintetizados por CVD.

Determinar la relación existente entre las propiedades de los nanotubos de carbono y su capacidad para reaccionar ante fenómenos físicos o químicos.

## **1.6. Justificación**

### ***1.6.1. Justificación teórica***

El estudio se justifica porque los parámetros a analizar de las muestras sintetizadas pueden compararse con otros estudios similares, con la oportunidad de determinar la calidad de los NTC obtenidos, la evaluación de factibilidad de fabricación de sensores se justifica porque las lecturas y tamaño de estos se pueden comparar con estudios realizados a NTC para conocer las

propiedades necesarias para su implicación en sensores, y sensores comerciales en el mercado, para determinar la competitividad y efectividad de estos.

### ***1.6.2. Justificación metodológica***

Desde el punto de vista metodológico, se definirán aquellos análisis relevantes para confirmar la viabilidad de producir NTC a base de acetileno como gas precursor, níquel y óxido de cobre como catalizadores, mediante CVD, así como la viabilidad en la fabricación de sensores térmicos, flexibles y químicos

### ***1.6.3. Justificación práctica***

El avance de la industria aeronáutica o la de computación cuántica proponen un desafío a la industria mecánica, se requieren sensores para la medición de temperatura capaces de instalarse en espacios minúsculos o de permitir censar la de temperatura de partes muy puntuales de elementos de por sí ya pequeños. Por lo que este tipo de sensores representa una gran necesidad en las industrias ya mencionadas.

### **1.7. Hipótesis**

Los nanotubos de carbono sintetizados mediante CVD a partir de acetileno como fuente de carbono, níquel y óxido de cobre como catalizadores poseen las propiedades de haz requeridos para la fabricación de sensores de gas, flexibles y térmicos mediante impresión de trazas.

## CAPÍTULO II

### 2. MARCO TEÓRICO

#### 2.1. Antecedentes de investigación

##### 2.1.1. *Impresión de sensores de temperatura a partir de nanotubos de carbono*

Zhao et al. (2021) En su estudio demuestran la posibilidad de fabricar sensores de temperatura mediante la impresión sobre láminas adhesivas de PET, utilizando tinta con nanotubos de carbono, tinta desarrollada en el estudio. Este método empleado conlleva sensores de temperatura flexibles que pueden adaptarse a la curvatura de diferentes superficies.

El método utilizado por Zhao et al. (2021) ofrece una forma sencilla, económica y ecológica. En el estudio la detección de la temperatura se realiza midiendo el cambio en la resistencia de las líneas de tinta impresas, cuantificando el coeficiente de resistencia sobre diferentes superficies y curvaturas, añadiendo diferentes condiciones de humedad. La precisión de las mediciones se consigue en el estudio con el tamaño de las líneas impresas, las cuales poseen un espesor de entre 1 a 3  $\mu\text{m}$  sobre láminas PET de 50  $\mu\text{m}$  de espesor.

##### 2.1.2. *Sensores químicos con nanotubos de carbono*

Los sensores creados a partir de nanotubos de carbono, dependiendo de su aplicación, suelen presentar ciertas desventajas contra aquellos fabricados con materiales tradicionales. El estudio realizado por Schroeder et al. (2019) presenta dos de estas desventajas de los nanotubos de carbono para la construcción de sensores químicos, en su estudio establecen la carencia de selectividad que poseen durante las mediciones y el reto que representa la comprensión de los mecanismos de detección que utilizan.

El estudio de Schroeder et al. (2019) realiza una descripción detallada de los parámetros que contribuyen a la capacidad de detección de los sensores químicos fabricados a partir de nanotubos de carbono (NTC). En el estudio se discuten los mecanismos de detección para dispositivos basados en NTC, como son la funcionalización, la arquitectura de sensores y su relación con el comportamiento y eficiencia. Los sensores químicos presentados y de los cuales se busca su mejora pueden ser utilizados dentro de la vigilancia medioambiental, agroalimentarias, bilógica y la seguridad nacional

#### 2.2. Referencias teóricas

##### 2.2.1. *Grafito como materia prima*

El grafito es una estructura alotrópica de carbono cristalino en la que los átomos se disponen formando una estructura de capas planares. Por estas capas planares el grafito obtiene muchas de sus propiedades físicas, entonces es importante definir que a cada capa se les llama grafeno. El grafito se encuentra naturalmente en rocas metamórficas e ígneas, ya que la presión de formación

permite que las capas planares adquieran un espesor con divisiones de entre 0,142 y 0,335 nm entre capas (King 2016; Olson 2016). Haga clic o pulse aquí para escribir texto.

El uso del grafito se remonta a su descubrimiento en el siglo XVI, durante varios siglos el principal uso de este elemento fue en la escritura y la pigmentación. Fue en el siglo XIX cuando se descubrió la alta resistencia térmica que posee, gracias a la experimentación de Humphry Davy con el arco eléctrico. Este hallazgo abrió la puerta para la investigación profunda de este material encontrando así nuevas aplicaciones del grafito.

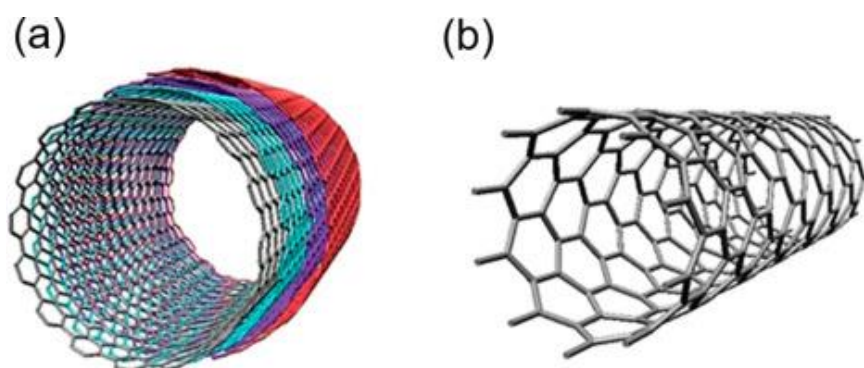
En esta investigación se descubrieron más propiedades del grafito, lo que concurre en estudios cada vez más específicos sobre las posibles aplicaciones en los diferentes campos de la ciencia, ya sea formando materiales compuestos o usándolo solo.

En un estudio publicado en (2019), Rzeczkowski, Krause y Pötschke se enfocan en el desarrollo de celdas de combustible más eficientes y sostenibles que los convertidores de energía convencionales. Por eso proponen crear un material compuesto entre grafito y polipropileno (PP), para mejorar la conductividad eléctrica y térmica de las placas bipolares de las celdas de combustible. Al mejorar estas propiedades de las placas bipolares, se logra aumentar el rendimiento de las celdas, además se logra una producción más accesible y rentable debido al uso del polipropileno.

En otra área de la ciencia, Takeuchi et al. (2017) abordaron el desafío que representa la limpieza de agua contaminada debido a emulsiones de aceites. Para ello, propusieron usar grafito exfoliado, un tipo tratado que lo convierte en un material con microporos superficiales capaces de alojar partículas de aceites y que contribuyen a limpiar dichas emulsiones. El uso de este material plantea una solución ante importantes desafíos para la preservación medio ambiental y humana.

### **2.2.2. Nanotubos de carbono**

Dentro de los múltiples nano materiales derivados del grafito se encuentran los nanotubos de carbono (NTC), este nanomaterial se compone por microestructuras, con una hibridación  $sp^2$ , en forma de láminas enrolladas entorno a un eje axial. Dependiendo del número de láminas presentes, ilustración 2-1, los NTC toman una distinción, nanotubos de carbono mono capa (NTCMC) y nanotubos de carbono multi capa (NTCMUC).



## Ilustración 2-1: (a) NTCMUC (b) NTCMC

Fuente: Maruyama, 2021

Las propiedades de los NTC derivan de la clasificación de la ilustración 2-1; en el caso de los NTCMUC dependerán del número de capas concéntricas que posea, de cómo cada capa esta enrollada y de las características del haz. Para los NTCMC los factores que influyen en sus propiedades se reducen únicamente a la forma en la que la capa esta enrollada y las características del haz. (Anzar et al. 2020; Maruyama 2021)

**Tabla 2-1:** Propiedades físicas de los NTC

Eléctricas	-Semiconductor, metálico -Alta conductividad -Capacidad de transporte de corriente: $\approx 1 \text{TA/cm}^3$
Mecánicas	-Resistencia a la tracción: 75GPa (NTCMC); 150 GPa (NTCMUC) -Módulo de Young: 1054 GPa (NTCMC); 1200 GPa (NTCMUC) -Diámetro: 0.4 a $> 3 \text{nm}$ (NTCMC); 1.4 a $> 100 \text{nm}$ (NTCMUC) -Densidad: $1.3 \text{g/cm}^3$ (NTCMC); $2.6 \text{g/cm}^3$ (NTCMUC)
Térmicas	-Conductividad: 0.2 a 6 kW/mK -Calor específico: 0.3 a 10 mJ/gK -Capacidad termoeléctrica: 280 $\mu\text{V/K}$ (NTCMC semiconductores)
Químicas	-Estabilidad química y biológica en base a la funcionalización -Estabilidad en solventes, ácidos y bases
Ópticas	-Conductividad sensible a la luz -Su campo de emisión es de rayos X -Detección IR

Fuente: Monea et al, 2019

Realizado: Clavón, A y Coronel, K, 2023

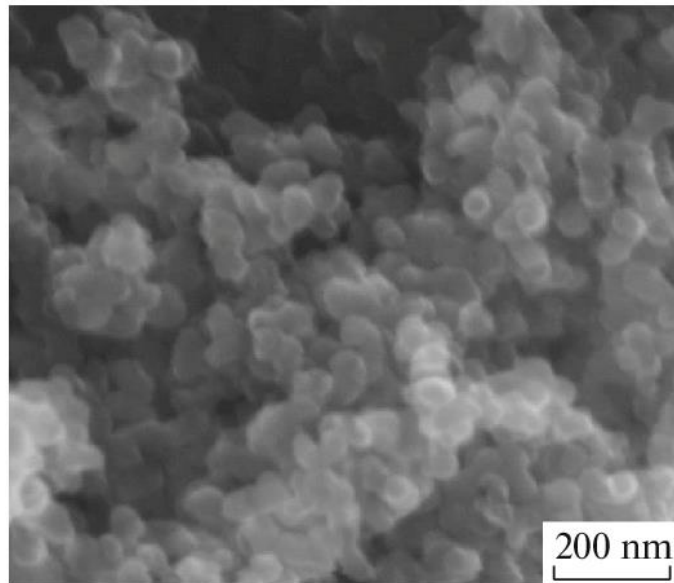
### 2.2.3. Carbonos amorfos

Es un material que no tiene una estructura cristalina ordenada, es decir, existen desviaciones de las distancias interatómicas y ángulos de inter-enlace. Estos se obtienen principalmente por la combustión incompleta de sustancias vegetales y animales (Ho, Lau 2015) La versión pura de los carbonos amorfos se conoce como hollín, este puede encontrarse con otros cristales microscópicos como el grafito o el diamante. En la industria de carbón, se nombra a este hollín según la cantidad de carbono en la muestra: antracita si esta tiene un mínimo de 90 % de carbono, carbón bituminoso si la concentración es de entre 75 y 90 %, y lignito si la concentración descende hasta un 55 % de carbono.

La estructura, propiedades físicas y químicas, y características de este material han sido estudiadas ampliamente. En la ilustración 2-2 se puede observar cómo es una imagen obtenida del SEM a



200 nm, en ella se distinguen pequeñas estructuras sin forma regular, estas se encuentran totalmente desalineadas. (Raev, Khramtsov, Bochkova 2015)



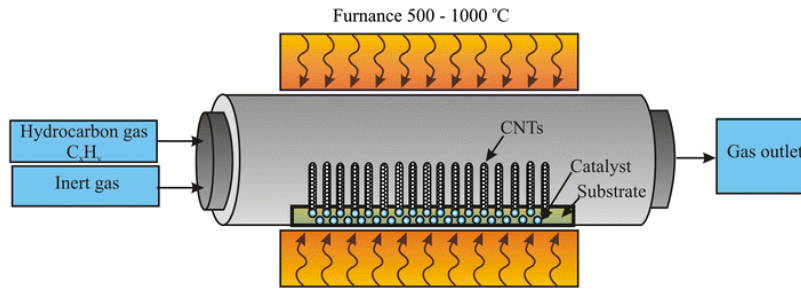
**Ilustración 2-2:** Imagen SEM de partículas de carbonos amorfos

**Fuente:** Raev, Khramtsov, Bochkova, 2015

#### **2.2.4. Chemical vapor deposition (CVD)**

La deposición química de vapor o CVD por sus siglas en inglés es una técnica utilizada en distintos campos científicos, la cual fue desarrollada a partir de la industria lumínica en el siglo XIX para la producción de níquel. La deposición de metales a partir de una fase gaseosa fue realizada por primera vez por Van Arkel en el siglo XX. El aporte realizado por Van Arkel sentó las bases para la mejora del método con el uso de técnicas de microscopía electrónica desarrollada a través de los años. (Haubner 2013; Ruiz Hernández et al. 2021)

En la ilustración 2-3 se presenta la ejemplificación del funcionamiento del CVD. En este método se producen reacciones químicas activadas por las altas temperaturas, estas reacciones utilizan uno o varios gases como fuentes de carbono además de sustratos y catalizadores que promueven la formación de los nanomateriales buscados. En la cámara de reacción las altas temperaturas producen la descomposición del gas precursor, que libera partículas de carbono eléctricamente negativas, atraerán por el catalizador, material eléctricamente positivo, formando estructuras de carbonos amorfos y nanotubos de carbono (León Cristina 2013). Haga clic o pulse aquí para escribir texto.



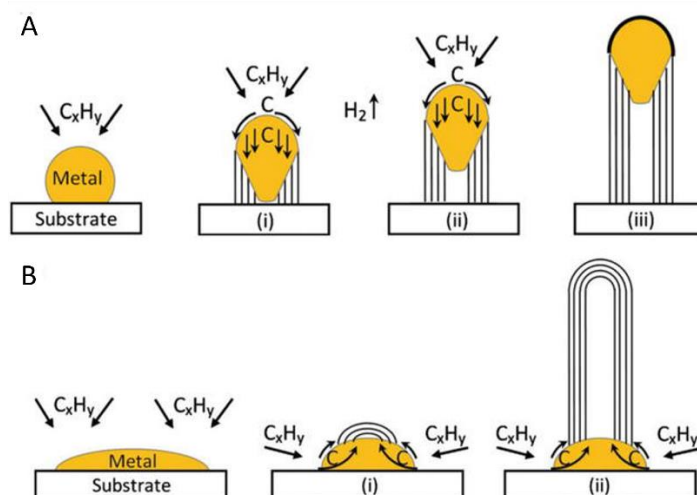
**Ilustración 2-3:** Esquema de funcionamiento del CVD

Fuente: Green, 2016

#### 2.2.4.1. CVD con catalizador sembrado

Para la técnica de CVD existen dos formas diferentes en que el catalizador puede usarse. El catalizador sembrado, ilustración 2-2 usa estos en forma sólida, por lo que pueden adherirse al sustrato o usarse directamente en forma de láminas. Al utilizar esta modalidad se debe colocar el catalizador dentro de la cámara entonces el gas precursor interactúa con la superficie de este buscando puntos de nucleación sobre los cuales se formarán las nanoestructuras de carbono. Esta modalidad es la más utilizada para la síntesis de NTC pues permite la formación vertical de estos en puntos específicos, así formado patrones ordenados u específicos de NTC. (Wang, Vinodgopal, Dai 2019)

La interacción entre el catalizador y el gas precursor tiene una relevancia importante sobre la formación de los NTC. En la ilustración 2-3 se observa que según la interacción del catalizador con el gas los NTC se forman de diferente forma. En el crecimiento de tipo **a** la superficie de interacción no es amplia por lo que los NTC se constituyen debajo del catalizador, esta es la forma de crecimiento más común. En el crecimiento de tipo **b** la superficie de interacción es amplia por lo que los NTC se constituyen sobre el catalizador, esta forma se denomina por crecimiento de raíz (Wang, Vinodgopal, Dai 2019).



## **Ilustración 2-4:** Modelos de crecimiento de NTC

Fuente: Wang, Vinodgopal, Dai, 2019

### **2.2.5. Parámetros de control para la síntesis**

Como se mencionó previamente, en el método de síntesis por CVD intervienen diferentes variables que afectan al proceso y en este caso en específico, afectan a la producción de los NTC y la eficiencia con que estos se forman. Los factores principales que intervienen para la síntesis de NTC son; en orden de importancia; gas precursor, catalizador, temperatura y tiempo de reacción.

#### **2.2.5.1. Gas precursor**

Es mencionado por Wang, Vinodgopal, Dai (2019) que la estructura molecular de la fuente de carbono, gas precursor en este estudio, y la presión con la que este es suministrado a la cámara tiene impacto en la morfología de los NTC. En mayor proporción de incidencia esta la concentración de carbono que tenga el gas precursor, ya que esto afectará directamente a la cantidad de partículas que intervengan en las reacciones químicas dentro del reactor.

Muchos de los NTC podrían quedar cubiertos por una mezcla de nanopartículas de este y carbonos amorfos cuando el gas precursor tiene una concentración de C demasiado alta, resultando en NTC con superficies rugosas y difíciles de identificar por espectroscopía. Si la concentración de C en el gas precursor es lineal, hidrocarburos lineales, su descomposición será en dímeros lineales de átomos de carbono, propensos a producir NTC lineales y sin recubrimientos de carbonos amorfos. Entonces, al usar un gas precursor con una concentración adecuada de C reduce la formación de sustancias en la superficie de los NTC. Los gases precursores más utilizados son el monóxido de carbono, etano, etileno, acetileno, benceno y xileno (Wang, Vinodgopal, Dai 2019).

#### **2.2.5.2. Temperatura**

Este parámetro de síntesis interviene notablemente en sobre la calidad estructural y la morfología de los NTC. Li, Wen, Ren (2002) establece que a temperaturas menores de 600 °C no se produce una síntesis de NTC, así mismo la temperatura máxima de síntesis se establece en 1050 °C. Li, Wen Ren reporta que, si la temperatura del reactor se establece entre 600 y 800 °C la producción de NTCMUC es mayor, en tanto que si la temperatura se establece entre los 800 y 1050 °C las reacciones químicas favorecen el crecimiento de NTCMC.

En el estudio de Li, Wen ren (2002) es evidente que, al aumentar la temperatura del reactor, así mismo el diámetro de los NTC aumenta. En cuanto a la calidad superficial, los NTC que crecen entre 600 y 750 °C tienen una superficie menos rugosa, es decir con menor porcentaje de carbonos amorfos como recubrimiento, en tanto que los NTC que crecen entre 800 y 1050 °C poseen mayor cantidad de carbonos amorfos en su superficie y por tanto una superficie más rugosa.

### 2.2.5.3. Tiempo de reacción

Este parámetro también posee un gran impacto sobre la calidad, el rendimiento y las características con los que los NTC se forman. Saeed, Farooq (2013) determinaron que cuanto más amplio sea el tiempo de reacción favorece a la conformación de NTC de mayor longitud, así mismo el tiempo prolongado favorece a que el número de NTC sea mayor, pero también puede aumentar la producción de nano materiales no deseados, probabilidad que aumenta con un precursor de mayor concentración.

Saeed, Farooq (2013) establecen que es necesario establecer un tiempo óptimo de reacción, puesto que este promoverá las características necesarias, con un rendimiento adecuado. El tiempo óptimo de reacción debe determinarse experimentalmente, ya que existen evidencias de tiempos de reacción efectivos de los 10 minutos a los 120 minutos, según el precursor, la temperatura de reacción y el catalizador utilizado.

### 2.2.5.4. Catalizador

Una selección adecuada del catalizador en la producción de NTC puede contribuir a reducir la temperatura requerida para la descomposición del gas precursor, lo que implica reacciones químicas con menor demanda energética. Además, el catalizador favorece la nucleación de los NTC, un factor crucial para lograr un rendimiento óptimo en el proceso. Por lo general, el uso de catalizadores en forma de nanopartículas incrementa la propensión al crecimiento de los NTCMC, mientras que los NTCMUC pueden ser sintetizados incluso sin la presencia de catalizadores

### 2.2.6. Parámetros para considerar en el uso de los ntc en sensores térmicos

Sinha, Ma, Yeow, (2006), hablan de estudios previos en los cuales los NTC se han utilizado en la creación de sensores. Establecen que los mecanismos de medición con los que los sensores funcionan son aplicables a los NTC, ya que ofrecen gran conductividad térmica, eléctrica, gran resistencia y a que el área que poseen es simétrica en toda su longitud.

Sinha. Ma, Yeow (2006) muestran el reto que representa la clasificación de los NTC una vez sintetizados, así mismo establecen la complejidad que una purificación artificial de NTC. Por lo que proponen ciertas características básicas que los NTC deben poseer para que puedan ser considerados aptos dentro del campo de fabricación de sensores tabla 2-2

**Tabla 2-2:** Características de los NTC para su uso en sensores

Parámetro	Criterio
Número de capas	Monocapa
Morfología	Alienados
Pureza	Alta

Realizado por: Clavón, A y Coronel, K, 2023

Que los NTC sintetizados sean monocapa es esencial pues Sinha. Ma, Yeow (2006), establecen que esta característica les otorga la conductividad alta propia de una lámina de grafeno junto con las características de un haz longitudinal. Su crecimiento se alinea facilita la integración de los

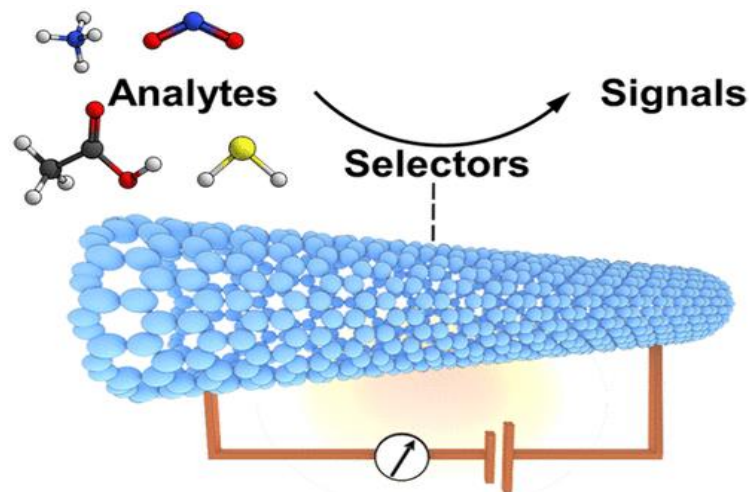
NTCMC con las matrices poliméricas o con partículas metálicas, influyendo en la fiabilidad y facilidad con que fabrican los sensores.

Por último, Sinha, Ma, Yeow (2006) indican que las mediciones que presentaban menor cantidad de ruido y desviaciones eran aquellas en las que los NTC utilizados poseían una alta pureza. Su superficie tenía una rugosidad muy baja por la baja presencia de carbonos amorfos o partículas de carbono adheridas a sus paredes.

### 2.2.7. Sensores de gas

El funcionamiento de un sensor de gas hecho con nanotubos de carbono se basa en el cambio de las propiedades eléctricas cuando el sensor está en presencia de un gas o gases determinados. En un inicio, estos sensores mostraron resultados bastante prometedores. No obstante, cuando se realizaron más estudios sobre la veracidad de los resultados que arrojaban, se determinó que existen perturbaciones generadas por el contacto entre los nanotubos de carbono y las partes metálicas del sensor. Para ello se propuso utilizar metales no covalentes, decisión a pesar de mejorar los resultados mostrados, seguía presentando problemas en cuanto a la respuesta generada por el sensor. (Schroeder et al. 2019)

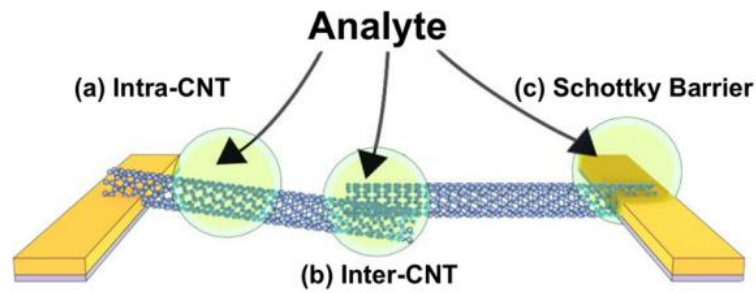
Para mejorar el funcionamiento de estos sensores, se suele recurrir a la funcionalización con diferentes tipos de polímeros. Además, se prefieren los nanotubos de carbono de una sola capa para la construcción de estos sensores. El uso de estos nanotubos puede proveer de una ganancia y emisiones a longitudes de onda grandes en tiempo real, lo que aumenta el número de aplicaciones en las que puede usarse un sensor de estas características. (Schroeder et al. 2019)



**Ilustración 2-5:** Esquema de funcionamiento de un sensor de gas fabricado con NTC

Fuente: Schroeder et al., 2019

Para efectos prácticos, existen 3 tipos de mecanismos por los cuáles un sensor censa la cantidad de gas en el ambiente: intra-CNT, inter-CNT y la Modulación de Barrera de Schottky.

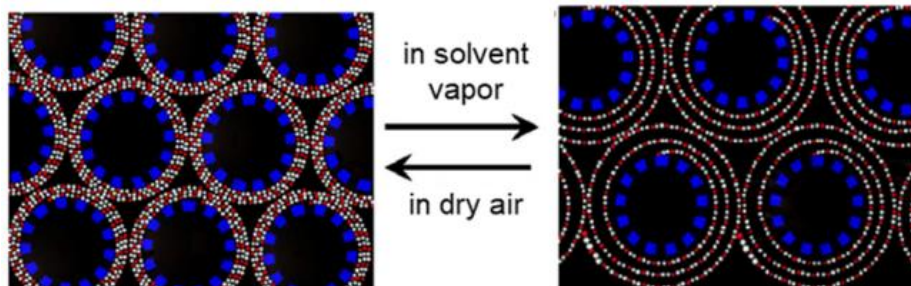


**Ilustración 2-6:** Mecanismo de censo en un sensor de gas

Fuente: Schroeder et al., 2019

El método por Intra-CNT se basa en los modos de interacción entre la sustancia a analizar y los nanotubos de carbono. Esto implica cambios en el número de nanotubos de carbono o defectos en las paredes de estos. Al inducirse una carga en el sensor, la interacción con la muestra a analizar modificará la conductividad de los nanotubos de carbono al cambiar la concentración de los portadores de carga mayoritarias. En condiciones normales, los nanotubos de carbono están dopados positivamente, al exponerse a ciertos agentes, el número de nanotubos dopados y por lo tanto la resistencia disminuirá (Schroeder et al. 2019).

El método Inter-CNT consiste en una red de nanotubos de carbono en la que se mide el cambio en las propiedades eléctricas al entrar en contacto con los gases. La presencia o no de las partículas de los gases provocan que la separación entre los nanotubos de carbono que componen la red aumente o disminuya. Dicha variación hace que la resistencia decrezca exponencialmente con la distancia de separación.



**Ilustración 2-7:** Variación de la separación de los nanotubos en diferentes medios

Fuente: Schroeder et al., 2019

La Modulación de barrera de Schottky consiste en evaluar cómo varían las propiedades del dispositivo en base a la modulación de la unión del electrodo metálico y los nanotubos de carbono. Este concepto se denomina barrera de Schottky. (Schroeder et al. 2019)

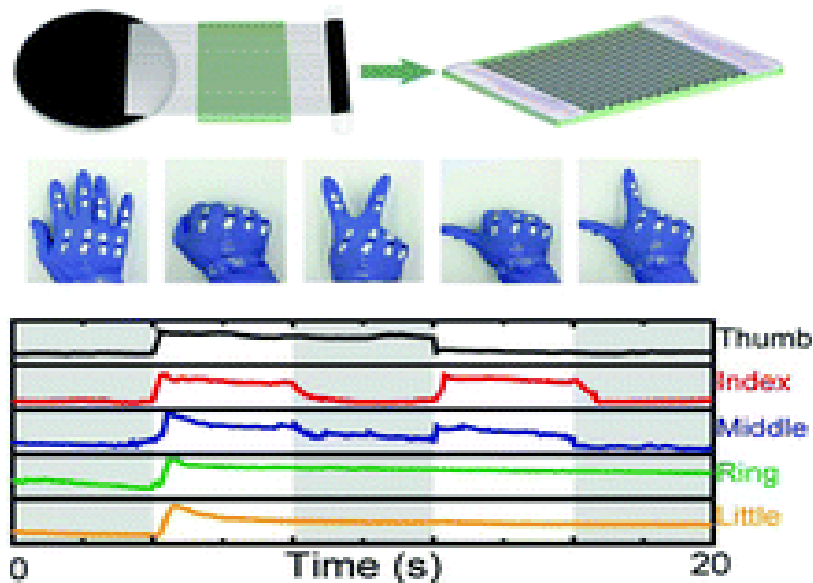
Los sensores de gas fabricados con nanotubos de carbono no pueden diferenciar de forma precisa gases y mezcla de gases. Estos sensores también sufren interferencias en presencia de la humedad, cambios de temperatura y cambios en el flujo de aire circundante. (Thomas 2018)

La respuesta del sensor es rápida, ya que la absorción de gas por parte de los nanotubos de carbono produce cambios significativos en sus propiedades eléctricas. El tiempo de respuesta de este tipo de sensor es hasta 1 orden de magnitud mayor comparado con aquellos sensores de estado sólido. ((Thomas 2018)

Estos sensores son utilizados para censar de manera rápida y orientativa la cantidad de gas en el medio. Aunque no pueden dar una respuesta detallada, sirven como un primer indicador de que existe un tipo determinado de gas en el medio. Esto implica que se pueden utilizar estos sensores para complementar el equipo de seguridad de una persona expuesta a peligros nocivos químicos o explosivos, o para detectar fugas de gas en instalaciones industriales y/o civiles. ((Thomas 2018)

### 2.2.8. Sensores flexibles

Los sensores flexibles consisten en una tecnología naciente que rompe con el uso de materiales rígidos y frágiles. Estos dispositivos electrónicos pueden ser adaptados a superficies irregulares o partes dinámicas, como son los músculos del ser humano. Esto se logra gracias a que los nanotubos de carbono, conocidos por sus grandes propiedades mecánicas, se utilizan para la construcción integral del sensor. Los nanotubos de carbono pueden apilarse con otros materiales conjuntos por su fuerte conjugación en una estructura conjugada grande. Los nanotubos de carbono se comportan como compontes conductores que además aportan un refuerzo en el material de la matriz. Estas propiedades y características pueden aplicarse también a la escala macroscópica al ensamblarlos en estructuras alineadas con arquitecturas macroscópicas. (He et al. 2021)



**Ilustración 2-8:** Variación de la resistencia de un sensor de estiramiento basado en NTC

Fuente: Yu et al., 2017

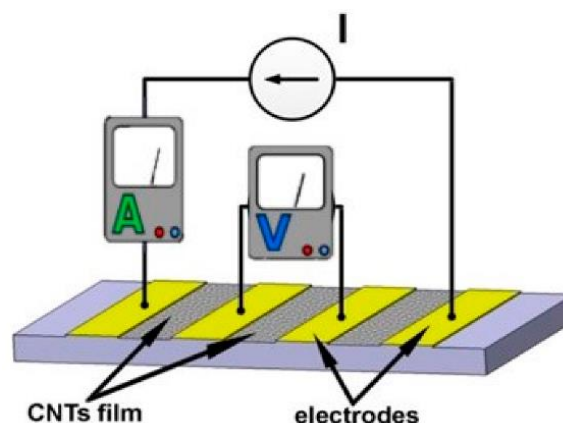
La preparación de las redes de nanotubos de carbono se realiza mediante filtración por vacío. Esto consiste en filtrar una suspensión de nanotubos de carbono sobre una membrana porosa. Esto resultó en una película que puede ser transferida a varios sustratos o materiales funcionales para la construcción de los sensores. Existen otros métodos como la impresión por inyección de tinta, deposición por spray o evaporación lenta. La clave principal de la fabricación depende en la homogeneidad en la dispersión de los nanotubos de carbono. Esto se puede mejorar utilizando sonicación. (He et al. 2021)

Dependiendo del tipo de matriz usada, se pueden lograr un tipo u otro de aplicación. Aquellos que utilizan láminas de nanotubos de carbono son aptos para la fabricación de sensores de solventes, vapor, electroquímicos, y sensores resistivos. Por otro lado, si se utilizan fibras de nanotubos de carbono, se pueden lograr crear sensores de luz, sensores capacitivos y sensores auto abastecidos (Yu et al. 2017).

Este tipo de sensores se utiliza para censar señales externas como el estrés, temperatura, luz, humedad, estiramiento e incluso la presencia de agentes químicos o biológicos en contacto con el sensor. Según estas capacidades, la industria usa los sensores para el monitoreo en tiempo real de la actividad humana, robots con inteligencia artificial, diagnósticos in vitro, sistemas interactivos hombre-máquina y, entre otros, para crear neuronas artificiales.

### 2.2.9. Sensores de temperatura

Los sensores de temperatura son elementos críticos en muchas industrias, entre ellas, la que más depende de la fiabilidad y precisión de los sensores es la criogénica. Los nanotubos de carbono, en base a sus propiedades mecánicas, térmicas y eléctricas, son una solución factible a las necesidades que plantea esta industria: un tiempo de respuesta corto, un bajo consumo eléctrico, gran sensibilidad y la posibilidad de ser instalados en áreas de difícil acceso o en las que la temperatura fluctúa de tal manera que no logra alterar el medio de su alrededor. (Monea et al. 2019b)



**Ilustración 2-9:** Esquema de un sensor de temperatura fabricado con nanotubos de carbono.

**Fuente:** Monea et al., 2019



Los principales métodos para la fabricación de estos sensores con nanotubos de carbono son: la deposición de vapor químico en el propio dispositivo, ensamble mediante la inserción con pegamento de finas películas de nanotubos, impresión directa, filtración sobre una membrana y deposición por goteo de una solución seguida de un proceso de dielectroforesis (DEP). Estas son aplicaciones en las que se evalúan los cambios en las propiedades de los nanotubos de carbono, no obstante, existen otras aplicaciones en las que se utiliza este nanomaterial para reforzar la estructura, por ejemplo, de polímeros, de los sensores. Las industrias que requieren de es este tipo de aplicación van desde la aeroespacial hasta la generación de energía fotovoltaica. (Monea et al. 2019b)

## CAPÍTULO III

### 3. MARCO METODOLÓGICO

#### 3.1. Enfoque de investigación

La investigación realizada tuvo un enfoque cualitativo en la descripción de las características de los procesos utilizados en la síntesis de los NTC, así también la investigación realizada tuvo un enfoque cuantitativo en el procesamiento de los datos, realizando análisis estadísticos para determinar la relación entre la variable manipulable y como produjo mejores resultados en la síntesis de los NTC.

#### 3.2. Nivel de investigación

La investigación llegó a niveles descriptivos, por lo que se examinó el crecimiento de NTC mediante el manejo preciso de los datos estadísticos a partir de la manipulación de las variables independientes: catalizador y sustrato; exploratorios, ya que se busca evaluar si los nanotubos de carbono sintetizados en CVD son aptos para su uso en la fabricación de sensores, y en qué tipo de sensor en específico sería óptimo aplicar este nanomaterial.

#### 3.3. Diseño de investigación

##### 3.3.1. Según la manipulación o no de las variables independientes

La investigación se realizó sobre un diseño de bloques completamente aleatorizado (DBCA), para controlar y reducir la variabilidad no deseada por influencia de las variables independientes que podrían existir, por eso se analizaron como variables independientes el catalizador y el sustrato que intervienen en la experimentación. En el caso de esta investigación se utilizó una estructura factorial de 5x2 sin repetición, obteniendo 10 muestras para el análisis con 5 experimentos realizados.

**Tabla 3-1:** Variables tomadas para el estudio

<b>Variables Independientes</b>	<b>Variables Fijas</b>
Catalizador	Gas precursor
Sustrato	Temperatura de reacción
	Tiempo de reacción

Realizado por: Clavón, A y Coronel, K, 2023

##### 3.3.2. Según las intervenciones en el trabajo de campo

Para el trabajo de campo y dado el experimento necesario para la obtención de los NTC, la investigación posee un enfoque vertical, para lo cual se analizaron las influencias sobre el experimento de la manipulación específica de uno de los materiales utilizados como catalizador. Por la forma en que el Ni está en el mercado y los métodos utilizados para la unión del Cu y el Si, el trabajo de campo se realizó cuidadosamente. Los experimentos realizados basados en la manipulación de las variables dependientes y las intervenciones en el trabajo de campo se muestran en la tabla 3-2, cumpliendo con el tamaño de muestra necesaria para cada experimento.

### **3.4. Tipo de estudio**

Al ser un trabajo de laboratorio en el que se compararán dos métodos de síntesis, el tipo de estudio presentado es descriptivo y exploratorio obteniendo así una integración unísona de la parte documental con la de laboratorio ya que se requiere comparar los resultados obtenidos en el laboratorio con la bibliografía estudiada sobre el tema.

### **3.5. Población y Planificación, selección y cálculo del tamaño de la muestra**

#### **3.5.1. Población**

El proyecto ameritó determinar el tamaño de muestra necesario para los procesos de caracterización y muestreo, por lo que para calcular el tamaño de la muestra se partió asumiendo que se desconocía el tamaño de la población.

#### **3.5.2. Planificación**

Al determinarse el tamaño de la muestra, mediante las técnicas indicadas a continuación, se prepararon las necesarias para descartar las que no cumplan con las condiciones necesarias para usarlas en el equipo de CVD. Las muestras se inspeccionaron a nivel visual para determinar la homogeneidad de la solución sobre las láminas y se clasificaron en tres grupos: muestras para ser usadas en el CVD, muestras para inspeccionarse en el SEM y RAMAN, y muestras descartadas.

#### **3.5.3. Selección**

Al tratarse de muestras para un experimento práctico, se realizaron varias muestras mediante las técnicas que se muestran a continuación, del conjunto de estas muestras se seleccionaron aquellas que tenían una distribución homogénea de las soluciones preparadas sobre el silicio y aquellas de níquel que presentaban menos deformación luego del proceso de corte.

#### **3.5.4. Cálculo del tamaño de la muestra**

Para el cálculo del tamaño de la muestra se necesita determinar varios parámetros, entre ellos el índice de confianza o la desviación típica. Al tratarse de un experimento con recursos limitados, debido a la gran demanda para el uso de los equipos de nanotecnología, los valores arbitrarios para el cálculo del tamaño de la muestra serán intermedios entre conservador y flexible.

El índice de confianza o nivel de confianza corresponde a la probabilidad máxima con la que se podría asegurar que el parámetro a estimar se encuentra dentro del intervalo estimado (Marco 2019). En este caso, se determina que el índice de confianza para desarrollar los experimentos es del 90%. El margen aceptable del error muestral ( $e$ ) que se seleccionó para este caso fue 0.5 ya que es un valor usado comúnmente para calcular el tamaño de la muestra en experimentos de laboratorio. Al haberse tratado con un tamaño de la población indeterminado debido a la naturaleza del experimento y buscando que el tamaño de la muestra sea lo más grande posible, la desviación estándar se calculó asumiendo que la proporción de la población ( $p$ ) es 0.5. El valor del complemento de  $p$  se calculó como:

$$q = (1 - p)$$

$$q = (1 - 0.50) = 0.50$$

Por lo tanto, la desviación de estándar del cálculo fue:

$$\sigma^2 = p \cdot q$$

$$\sigma^2 = 0.50 * 0.50 = 0.25$$

$$\sigma = 0.50$$

La distribución normal estándar es una distribución de probabilidades o, más propiamente, una densidad de probabilidades, el área bajo la curva es igual a uno y como es en una distribución simétrica, la mitad del área está a la izquierda de la media y la otra mitad a la derecha. Dagnino S. (2014) determinó la distribución normal estándar en base al índice de confianza seleccionado:

$$X = 1 - \left( \frac{1 - IC}{2} \right)$$

$$X = 1 - \left( \frac{1 - 0.90}{2} \right) = 0.95$$

z	0	0.01	0.02	0.03	0.04	0.05	0.06	0.07	0.08	0.09
0.0	0.50000	0.50399	0.50798	0.51197	0.51595	0.51994	0.52392	0.52790	0.53188	0.53586
0.1	0.53983	0.54380	0.54776	0.55172	0.55567	0.55962	0.56356	0.56749	0.57142	0.57535
0.2	0.57926	0.58317	0.58706	0.59095	0.59483	0.59871	0.60257	0.60642	0.61026	0.61409
0.3	0.61791	0.62172	0.62552	0.62930	0.63307	0.63683	0.64058	0.64431	0.64803	0.65173
0.4	0.65542	0.65910	0.66276	0.66640	0.67003	0.67364	0.67724	0.68082	0.68439	0.68793
0.5	0.69146	0.69497	0.69847	0.70194	0.70540	0.70884	0.71226	0.71566	0.71904	0.72240
0.6	0.72575	0.72907	0.73237	0.73565	0.73891	0.74215	0.74537	0.74857	0.75175	0.75490
0.7	0.75804	0.76115	0.76424	0.76730	0.77035	0.77337	0.77637	0.77935	0.78230	0.78524
0.8	0.78814	0.79103	0.79389	0.79673	0.79955	0.80234	0.80511	0.80785	0.81057	0.81327
0.9	0.81594	0.81859	0.82121	0.82381	0.82639	0.82894	0.83147	0.83398	0.83646	0.83891
1.0	0.84134	0.84375	0.84614	0.84849	0.85083	0.85314	0.85543	0.85769	0.85993	0.86214
1.1	0.86433	0.86650	0.86864	0.87076	0.87286	0.87493	0.87698	0.87900	0.88100	0.88298
1.2	0.88493	0.88686	0.88877	0.89065	0.89251	0.89435	0.89617	0.89796	0.89973	0.90147
1.3	0.90320	0.90490	0.90658	0.90824	0.90988	0.91149	0.91308	0.91466	0.91621	0.91774
1.4	0.91924	0.92073	0.92220	0.92364	0.92507	0.92647	0.92785	0.92922	0.93056	0.93189
1.5	0.93319	0.93448	0.93574	0.93699	0.93822	0.93943	0.94062	0.94179	0.94295	0.94408
1.6	0.94520	0.94630	0.94738	0.94845	0.94950	0.95053	0.95154	0.95254	0.95352	0.95449
1.7	0.95543	0.95637	0.95728	0.95818	0.95907	0.95994	0.96080	0.96164	0.96246	0.96327
1.8	0.96407	0.96485	0.96562	0.96638	0.96712	0.96784	0.96856	0.96926	0.96995	0.97062
1.9	0.97128	0.97193	0.97257	0.97320	0.97381	0.97441	0.97500	0.97558	0.97615	0.97670
2.0	0.97725	0.97778	0.97831	0.97882	0.97932	0.97982	0.98030	0.98077	0.98124	0.98169
2.1	0.98214	0.98257	0.98300	0.98341	0.98382	0.98422	0.98461	0.98500	0.98537	0.98574
2.2	0.98610	0.98645	0.98679	0.98713	0.98745	0.98778	0.98809	0.98840	0.98870	0.98899
2.3	0.98928	0.98956	0.98983	0.99010	0.99036	0.99061	0.99086	0.99111	0.99134	0.99158
2.4	0.99180	0.99202	0.99224	0.99245	0.99266	0.99286	0.99305	0.99324	0.99343	0.99361
2.5	0.99379	0.99396	0.99413	0.99430	0.99446	0.99461	0.99477	0.99492	0.99506	0.99520
2.6	0.99534	0.99547	0.99560	0.99573	0.99585	0.99598	0.99609	0.99621	0.99632	0.99643
2.7	0.99653	0.99664	0.99674	0.99683	0.99693	0.99702	0.99711	0.99720	0.99728	0.99736
2.8	0.99744	0.99752	0.99760	0.99767	0.99774	0.99781	0.99788	0.99795	0.99801	0.99807
2.9	0.99813	0.99819	0.99825	0.99831	0.99836	0.99841	0.99846	0.99851	0.99856	0.99861
3.0	0.99865	0.99869	0.99874	0.99878	0.99882	0.99886	0.99889	0.99893	0.99896	0.99900
3.1	0.99903	0.99906	0.99910	0.99913	0.99916	0.99918	0.99921	0.99924	0.99926	0.99929
3.2	0.99931	0.99934	0.99936	0.99938	0.99940	0.99942	0.99944	0.99946	0.99948	0.99950
3.3	0.99952	0.99953	0.99955	0.99957	0.99958	0.99960	0.99961	0.99962	0.99964	0.99965
3.4	0.99966	0.99968	0.99969	0.99970	0.99971	0.99972	0.99973	0.99974	0.99975	0.99976
3.5	0.99977	0.99978	0.99978	0.99979	0.99980	0.99981	0.99981	0.99982	0.99983	0.99983
3.6	0.99984	0.99985	0.99985	0.99986	0.99986	0.99987	0.99987	0.99988	0.99988	0.99989
3.7	0.99989	0.99990	0.99990	0.99990	0.99991	0.99991	0.99992	0.99992	0.99992	0.99992
3.8	0.99993	0.99993	0.99993	0.99994	0.99994	0.99994	0.99994	0.99995	0.99995	0.99995
3.9	0.99995	0.99995	0.99996	0.99996	0.99996	0.99996	0.99996	0.99996	0.99997	0.99997
4.0	0.99997	0.99997	0.99997	0.99997	0.99997	0.99997	0.99998	0.99998	0.99998	0.99998

**Ilustración 3-1:** Valores de la distribución estándar normal N (0,1)

Fuente: Devore, 2008

En base a la ilustración con los valores de la distribución estándar normal para N (0,1), se determinó mediante interpolación usando los valores de:

$$X = 0.95$$

$$\begin{aligned}
 X_1 &= 0.94950 & Z_{\alpha/2_1} &= 1.64 \\
 X_2 &= 0.95053 & Z_{\alpha/2_2} &= 1.65 \\
 Z_{\alpha/2} &= Z_{\alpha/2_1} + (X - X_1) \cdot \frac{Z_{\alpha/2_2} - Z_{\alpha/2_1}}{X_2 - X_1} \\
 Z_{\alpha/2} &= 1.64 + (0.95 - 0.94950) \cdot \frac{1.65 - 1.64}{0.95053 - 0.94950} = 1.6469
 \end{aligned}$$

Finalmente, se calculó el tamaño de la muestra mediante:

$$\begin{aligned}
 n &= \left( \frac{Z_{\alpha} \cdot \sigma}{e} \right)^2 \\
 n &= \left( \frac{1.6469 \cdot 0.5}{e} \right)^2 = 2.7122
 \end{aligned}$$

Al ser un solo equipo CVD para realizar la síntesis de los nanotubos de carbono y por la dimensión del tubo de Quarzo, se redujo el tamaño de la muestra a 2, con lo que se estableció hacer 2 muestras para cada experimento planteado en la tabla 3-2.

**Tabla 3-2:** Experimentos realizados

<b>Experimentos realizados</b>					
	<b>Experimento 1</b>	<b>Experimento 2</b>	<b>Experimento 3</b>	<b>Experimento 4</b>	<b>Experimento 5</b>
<b>Catalizador</b>	Níquel	Níquel Pulido	Níquel limpiado	Óxido de cobre	Acetato de cobre
<b>Sustrato</b>	-	-	-	Silicio	Silicio
<b>Preparación previa</b>		5 min por cada lija	10 min con cada limpiador	20 min- disolución 32 min - spin coating	20 min- disolución 32 min - spin coating
<b>Tiempo mufla</b>	-	-	-	3h a 400 °C	3h a 400 °C
<b>Tiempo CVD</b>	1 h 55 min	1 h 55 min	1 h 55 min	1 h 55 min	1 h 55 min
<b>Tiempo enfriado</b>	3 h 20 min	3 h 20 min	3 h 20 min	3 h 20 min	3 h 20 min

Realizado por: Clavón, A y Coronel, K, 2023

### 3.6. Métodos, técnicas e instrumentos de investigación

Para el trabajo se utilizó la fuente principal de información para recopilar artículos científicos que estudian los nanotubos de carbono desde su síntesis hasta su caracterización e incluyendo aquellos

que le dan una aplicación útil a dicho material. Además de las fuentes bibliográficas, también se usaron los distintos equipos de caracterización con las técnicas RAMAN, SEM, y XPS. Lo que da una visión bastante completa de las propiedades de los nanomateriales sintetizados y de los materiales utilizados para su síntesis, en este caso el níquel.

### **3.6.1. Métodos**

#### **3.6.1.1. Limpieza de las láminas de níquel y silicio**

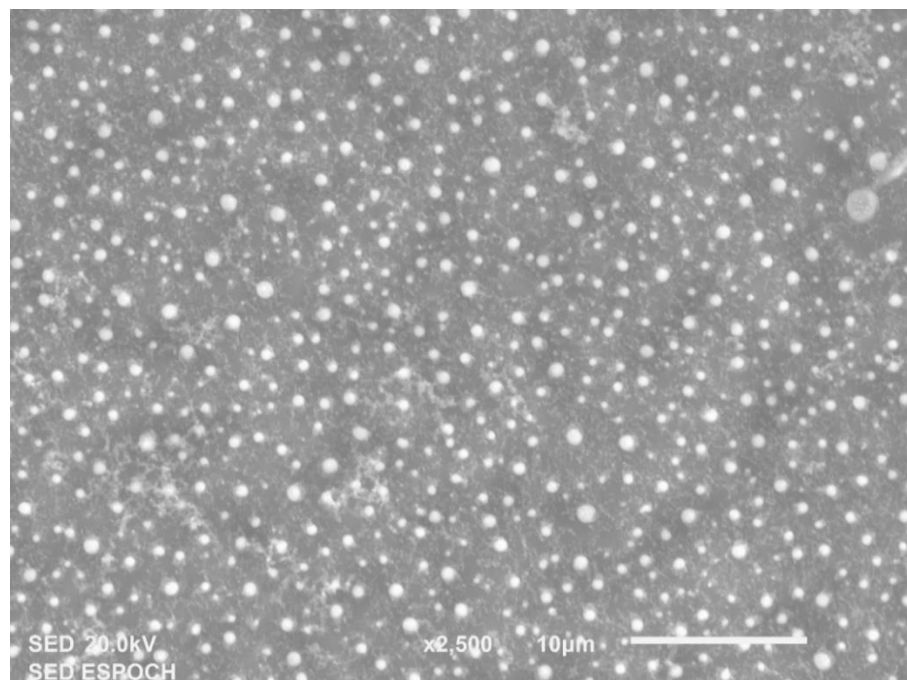
Las láminas de níquel fueron limpiadas mediante un proceso de sonicación en varias soluciones, el proceso se llevó a cabo en un sonicador con el que se puede controlar tanto la temperatura como el tiempo de funcionamiento. Las láminas de níquel cortadas en trozos de 4 cm se sonicaron en:

- Acetona durante 10 minutos a temperatura ambiente.
- Isopropanol durante 10 minutos a temperatura ambiente.
- Agua desionizada durante 10 minutos a temperatura ambiente.

El fluido con el que se relleno el equipo fue agua potable ya que se decidió desechar dicho fluido una vez completada la limpieza. Las demás soluciones se devolvieron a su contenedor para su reutilización.

#### **3.6.1.2. Solución de PVA y acetato de cobre**

Se decidió utilizar PVA como medio de unión entre el óxido de cobre y acetato de cobre, con las láminas de silicio. Se disolvió PVA en estado sólido al 8% con 0.2583 g de óxido de cobre en agua, la solución final consta de 20 ml de PVA en estado líquido al 4% junto al óxido de cobre. Para homogenizar la muestra se utilizó un agitador magnético.



**Ilustración 3-2:** Imagen SEM del acetato de cobre sobre el silicio mediante spincoating

**Realizado por:** Clavón, A y Coronel, K, 2023

### 3.6.1.3. Solución de PVA y óxido de cobre

Se realizó una síntesis del PVA al 8% disuelto en agua junto a 1.0252 g de acetato de cobre. Esta solución se introdujo en un porta muestras. Se homogeneizó esta solución mediante un agitador centrífugo.

### 3.6.1.4. Spin coating

Se utilizó el spin coating como un método para la distribuir una capa uniforme de las soluciones de óxido de cobre y PVA con acetato de cobre sobre la superficie del sustrato seleccionado para este catalizador, el silicio. Para ello se configuró la máquina con dos intervalos de operación:

- Primer intervalo: 10 segundos a 500 rpm – Ráfaga lenta para expandir la solución.
- Segundo intervalo: 30 segundos a 1500 rpm – Ráfaga rápida para controlar el espesor de la capa.



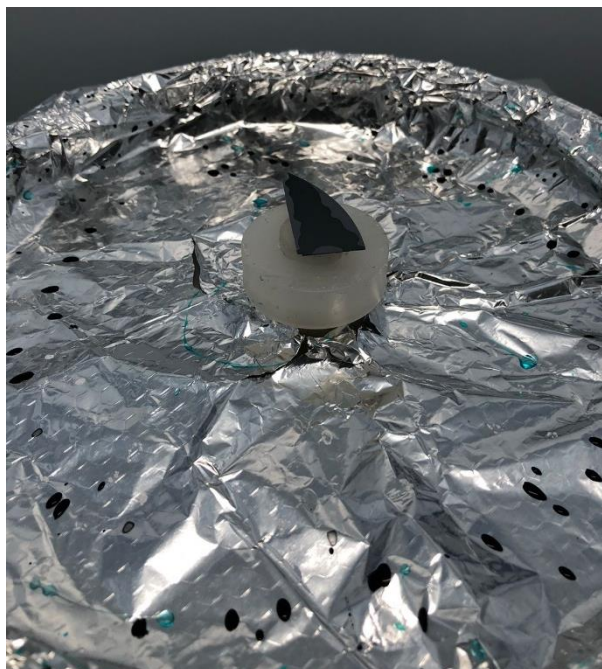
**Ilustración 3-3:** Configuración del equipo spin coating

**Realizado por:** Clavón, A y Coronel, K, 2023

Luego de esto es necesario preparar las muestras y la superficie del equipo para lo cual se realizaron los siguientes pasos:

- 1) Se recubrió todo el equipo de trabajo con papel aluminio.
- 2) Se colocó la lámina de silicio/níquel sobre el apoyo central del spin coating.
- 3) Se encendió la bomba de vacío para sujetar la lámina.
- 4) Mediante una pipeta, se distribuyó la mezcla de la manera más uniforme sobre la lámina.
- 5) Se coloca nuevamente la cubierta del equipo.

6) Se inicia el proceso.



**Ilustración 3-4:** Muestra de Si sometida a spin coating con CuO

**Realizado por:** Clavón, A y Coronel, K, 2023

Una vez concluidos los dos intervalos de funcionamiento, se retiró la muestra del equipo para su curado.

El proceso de curado se realizó en dos etapas, pues es necesario que tanto el agua como el PVA presentes en la solución sufran un proceso de evaporación. Esto con el fin de obtener una deposición del catalizador, CuO, sobre la superficie del silicio.

- 1) La muestra se dejó en reposo en el equipo de anhelaning a 127.5°C durante 22 minutos para evaporar el agua.
- 2) Se dejaron las muestras en la mufla durante 3h a 400°C para eliminar el PVA.

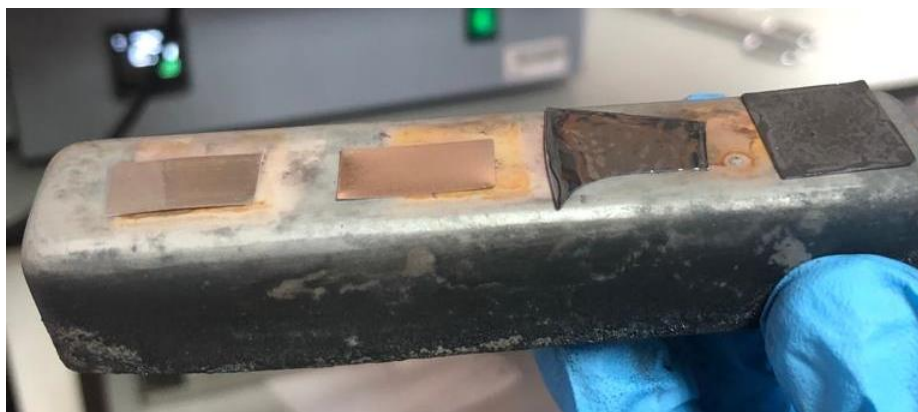
#### 3.6.1.5. CVD

Este fue el método utilizado para la síntesis de NTC. En base a lo establecido en el capítulo II la temperatura y tiempo de reacción se estableció en 800°C durante 15 min. Estos valores se mantuvieron fijos. Según lo establecido en la sección 3.3.1. de este capítulo.

Para usar el equipo de CVD es necesario que tenga sus sensores calibrados y que cada parte esté bien conectada y funcionando. Previo a la configuración del equipo es necesario preparar las muestras que ingresaran a la cámara de reacción. El proceso de preparación de las muestras se lista a continuación.

- 1) Tomar cada muestra seleccionada de los procesos listados.
- 2) Colocar las muestras sobre el soporte de cuarzo, las muestras deben estar separadas entre 5 a 7 mm para evitar interacción entre estas.





**Ilustración 3-5:** Muestras sobre el soporte de cuarzo para el proceso de CVD

**Realizado por:** Clavón, A y Coronel, K, 2023

Para que el equipo de CVD alcance la temperatura establecida para la reacción fue necesario establecer una curva de calentamiento mediante intervalos de tiempo y temperaturas de paso. La curva de calentamiento fijada se establece en la tabla 3-3, en tanto que el proceso de preparación y puesta en marcha del equipo se lista a continuación:

**Tabla 3-3:** Curva de calentamiento para el equipo de CVD

	T objetivo °C	Lapso (min)
1	0	10
2	100	10
3	200	10
4	300	10
5	400	10
6	500	10
7	700	20
8	750	20
9	800	15
10	-121	Final de rampa

**Realizado por:** Clavón, A y Coronel, K, 2023

- 1) Verificar que las válvulas de bola que controlan el flujo de argón y acetileno estén cerradas.
- 2) Verificar que los flujómetros de argón y acetileno marcan 0.00 l/min.
- 3) Encender el equipo.
- 4) Establecer la curva de calentamiento para la zona 2.
- 5) Colocar las muestras preparadas dentro del reactor de cuarzo.
- 6) Cerrar el reactor de cuarzo con la tapa roscada.
- 7) Abrir la válvula de bola del gas de arrastre (argón).
- 8) Comprobar el pasó hacia el flujómetro de gas de arrastre, su valor debe ser de 0,3 l/min.

- 9) Verificar que el sistema de extracción del gas de arrastre esté en funcionamiento.
- 10) Iniciar el proceso de calentamiento de la zona 2 (cuando la temperatura de la zona alcance los 800°C se debe abrir la válvula de bola que permite el paso del gas precursor para que la reacción inicie).
- 11) Una vez que concluya el tiempo de reacción de 15min se debe cerrar la válvula del gas precursor
- 12) Las muestras se extraerán del reactor una vez que la temperatura en este sea de entre 90°C a 100°C (el proceso de enfriamiento ocurre de manera natural).

### ***3.6.2. Instrumentos de investigación***

#### ***3.6.2.1. RAMAN***

La espectroscopía RAMAN genera gráficas que muestran la cantidad de fotones presentes para cada banda de resonancia espectroscópica. Cada una de estas bandas representa la presencia de un material o estructura de un material.

Para el análisis de nanotubos de carbono resulta importante una presencia clara de las bandas G, D y G'. La banda G se encuentra entre los 1450 a 1550  $\text{cm}^{-1}$ , esta banda nos indica la presencia de nanoestructuras de carbono, la banda D se encuentra entre los 1300 y 1400  $\text{cm}^{-1}$ , esta banda es un indicador del desorden e implica la presencia de NTC, cuanto mayor sea la intensidad de esta banda las estructuras de NTC tienen mayor número de capas. La banda G' se encuentra entre los 2500 a 2600  $\text{cm}^{-1}$ , esta banda aparece típicamente junto a la banda G y es un indicador de la presencia de NTC.

Mediante el equipo de espectroscopia RAMAN se analizaron ciertas muestras obtenidas de la reacción por CVD. Además, también se analizaron muestras de los catalizadores que pasaron por el mismo proceso de limpieza, pero que no fueron usados para la síntesis de los nanotubos de carbono, sino para conocer las propiedades de estos materiales. La configuración del equipo RAMAN debe ser específica para cada análisis, se configuró el equipo para las muestras procesadas con CVD y para las no procesadas por CVD.



**Ilustración 3-6:** Configuración del equipo RAMAN para la obtención de datos

**Realizado por:** Clavón, A y Coronel, K, 2023

Para las muestras que se presuponía contenían nanotubos de carbono, se modificó la configuración variando el rango de (-20, 1500) a (-20, 3500). El rango negativo se utilizó para saturar el láser y así obtener mediciones más precisas, esto también alarga el tiempo de análisis de cada muestra. La acumulación y el tiempo de adquisición se mantuvieron en 7 para todo el proceso de análisis.

Los siguientes pasos fueron necesarios para el análisis de las muestras mediante espectroscopía RAMAN:

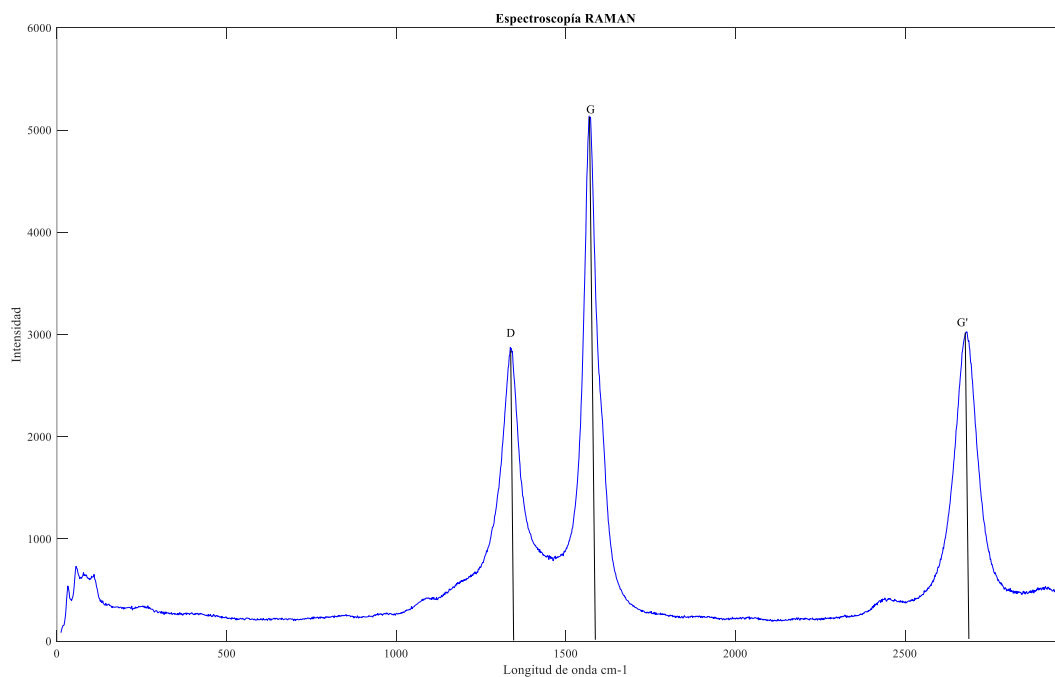
- 1) Se utilizó el equipo de protección personal requerido en laboratorio: bata de laboratorio, guantes de vinil y mascarilla desechables de 3 pliegues.
- 2) Se calibró el equipo RAMAN mediante el procedimiento estándar
- 3) Se colocaron dos trozos de cinta de carbono doble faz de 2 x 3 cm a un portaobjetos de vidrio.
- 4) Se tomaron las muestras de cada experimento, del tubo eppendorf en las cuales se almacenaron, y se colocaron sobre trozos de cintas doble faz con el propósito de evitar el movimiento de las muestras durante el análisis.



**Ilustración 3-7:** Muestras NP2 y N2 de NTC preparadas para caracterización RAMAN

**Realizado por:** Clavón, A y Coronel, K, 2023

- 5) Se introdujo el portaobjetos en el sitio de análisis del RAMAN.
- 6) Usando el joystick, se ubicó el láser sobre el lugar de la muestra que se deseaba analizar.
- 7) Se empezó el procedimiento de enfoque partiendo desde el lente más pequeño hasta el más grande.
- 8) Se ajustó la posición del láser sobre el lugar final sobre el que se deseaba realizar el análisis
- 9) Se cargó una curva generada anteriormente por otro experimento en el que se analizaron nanotubos de carbono a manera de referencia orientativa para buscar las bandas D, G y G' ilustración 3-7.



### **Ilustración 3-8:** Curva RAMAN de referencia para la interpretación de resultados

**Realizado por:** Clavón, A y Coronel, K, 2023

- 10) En el módulo Spectrum se inició el análisis en tiempo real para ver si la ubicación de la muestra analizada era de interés al compararla con la curva de referencia, en caso de ser así se procedía al siguiente paso, en caso contrario se vuelve al paso 6 y se busca una ubicación más interesante
- 11) En el computador se activó el módulo Spectrum y se comenzó con el análisis integral en todo el rango.
- 12) Una vez finalizado el análisis se tomó captura de la imagen generada por la cámara del equipo, se guardó la curva resultante del Spectrum y se anotaron las configuraciones del equipo.

Es relevante mencionar que para la caracterización de la muestra de lámina de níquel sonicado se extrajo una porción de la sustancia que esta poseía en su superficie. Esto porque esta muestra presentaba mucha esta sustancia, lo que impediría tener una caracterización precisa, evitando que se conozca bien la presencia de NTC. La porción extraída se colocó sobre cinta de carbono para evitar movimientos que afecten su caracterización.



**Ilustración 3-9:** Porción extraída para caracterización  
RAMAN de la muestra Ni 2

**Realizado por:** Clavón, A y Coronel, K, 2023

#### **3.6.2.2. SEM**

El microscopio de escaneo electrónico se utilizó para analizar la morfología de las muestras obtenidas tras el proceso de síntesis mediante CVD. Para optimizar los recursos, se decidió analizar solo las muestras con las bandas características de los nanotubos de carbono en la espectrometría Raman. Para este análisis se siguieron los pasos listados a continuación:

- 1) Se utilizó el equipo de protección personal requerido en laboratorio: bata de laboratorio, guantes de vinil y mascarilla desechables de 3 pliegues.

- 2) Se colocaron dos trozos de cinta de carbono sobre la matriz del SEM
- 3) Con el fin de depositar los nanotubos de carbono sobre las cintas, se extrajeron las dos muestras a analizar de los tubos eppendorf que los contenían y, con unas pinzas, se raspó la superficie de las muestras.
- 4) Se introdujo la matriz en el SEM y se cerró el compartimento de acceso.



**Ilustración 3-10:** SEM cargado con las muestras a analizar

**Realizado por:** Clavón, A y Coronel, K, 2023

- 5) En el software del equipo, se localizó las muestras y se configuraron los parámetros para lograr obtener una imagen nítida y clara de la muestra. Para ello se decidió fijar el tamaño en 5 micras.
- 6) Una vez analizadas las muestras, se guardaron los resultados y se desecharon las muestras.

#### *3.6.2.3. Análisis EDS de catalizadores-sustratos*

Para conocer la composición de la lámina de níquel obtenida del mercado y de la unión silicio-cobre realizada con las técnicas ya mencionadas, se realizó un análisis EDS semicuantitativo mediante el microscopio de barrido electrónico SEM. Para lo cual se extrajeron pequeñas porciones de aquellos catalizadores y sustratos que presentaron la más alta cantidad de posibles cúmulos de nano estructuras de carbono.

Para este análisis se realizó el mismo proceso de preparación y medición de las muestras establecido en el punto 3.6.3.3.

Las muestras seleccionadas para este análisis fueron:

**Tabla 3-4:** Muestras seleccionadas para EDS

<b>Muestra</b>	<b>Etiqueta</b>
Si con acetato de cobre	SACu 1
Si con óxido de cobre	SiCuO 1
Ni sonicado	Ni 1

**Realizado por:** Clavón, A y Coronel, K, 2023



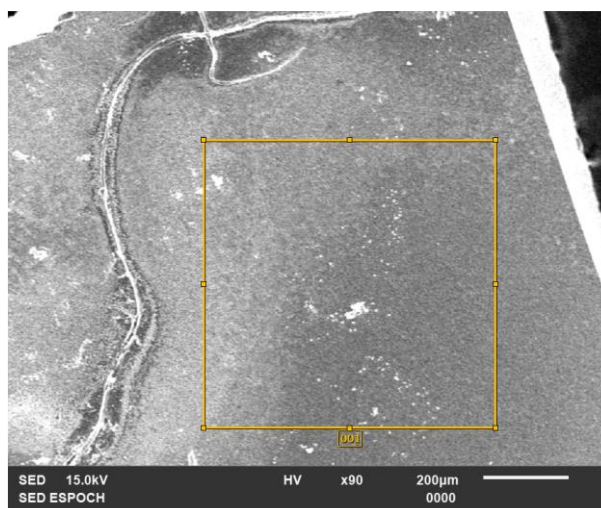
## CAPÍTULO IV

### 4. MARCO DE ANÁLISIS E INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS

#### 4.1. Análisis EDS de catalizadores y sustratos

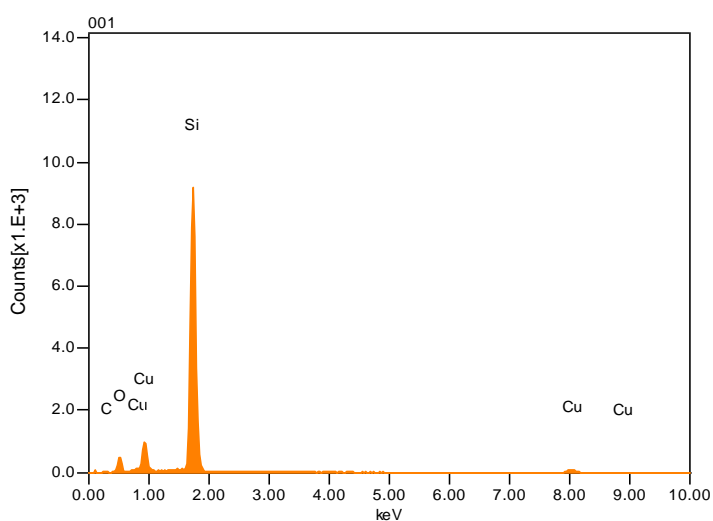
##### 4.1.1. Silicio con acetato de cobre

Para caracterizar el material mediante EDS hay que establecer una zona de análisis. La ilustración 4-1 muestra la zona escogida para la muestra de silicio con acetato de cobre.



**Ilustración 4-1:** Zona seleccionada para el análisis EDS de la muestra SaCu 1.

Realizado por: Clavón, A y Coronel, K, 2023



**Ilustración 4-2:** Análisis EDS obtenido de la muestra SaCu 1

Realizado por: Clavón, A y Coronel, K, 2023

La ilustración 4-2 indica que la composición de la muestra de SaCu 1 es principalmente silicio, ya que éste fue el material utilizado como sustrato. Además, se observa que el cobre y oxígeno



están en la muestra. Ya que el oxígeno posee una presencia significativa, hay que obtener más datos que indiquen la presencia o no de óxidos de cobre y óxidos de silicio.

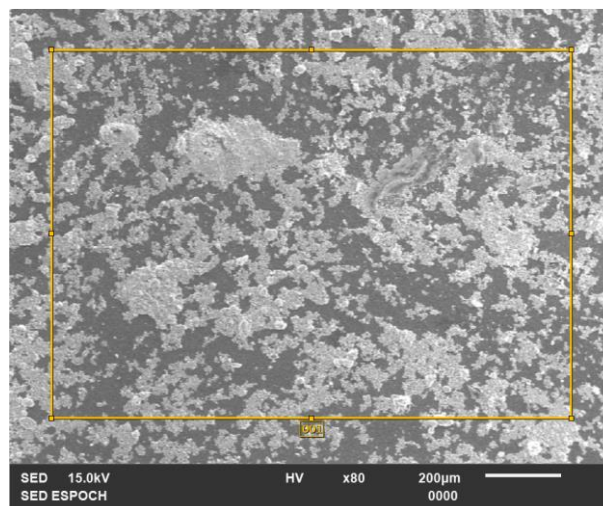
**Tabla 4-1:** Valores semicuantitativos de EDS muestra SaCu 1

Formula	masa%	mol%	Catión	Sigma	Neto
C	1.51	10.18	0.00	0.07	341
SiO <sub>2</sub>	60.15	81.13	11.39	0.18	90298
CuO	8.53	8.69	1.22	0.14	1901

**Realizado por:** Clavón, A y Coronel, K, 2023

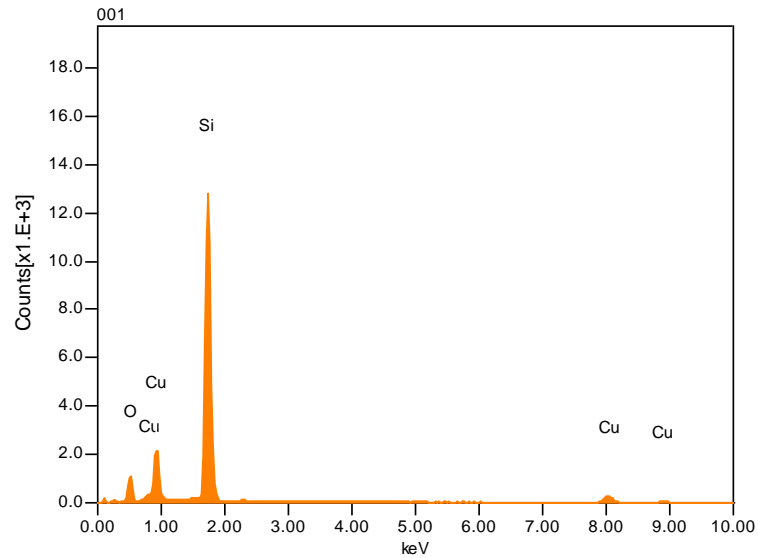
En la tabla 4-1 se muestran los datos semicuantitativos de la muestra, indicando así la presencia de partículas de óxidos de cobre y óxidos de silicio. La presencia del óxido de cobre es natural puesto que el acetato con el cual fue incorporado al silicio se evaporó durante el proceso de curado.

#### 4.1.2. Silicio con óxido de cobre



**Ilustración 4-3:** Zona seleccionada para el análisis EDS de la muestra SiCuO 1

**Realizado por:** Clavón, A y Coronel, K, 2023



**Ilustración 4-4:** Análisis EDS obtenido de la muestra SiCuO 1

**Realizado por:** Clavón, A y Coronel, K, 2023

La ilustración 4-4 indica, al igual que la ilustración 4-2, que el material con mayor presencia en la muestra es el silicio. También se observa que la presencia del oxígeno es notable, por lo que hay que extraer datos adicionales para determinar la existencia de partículas de óxidos.

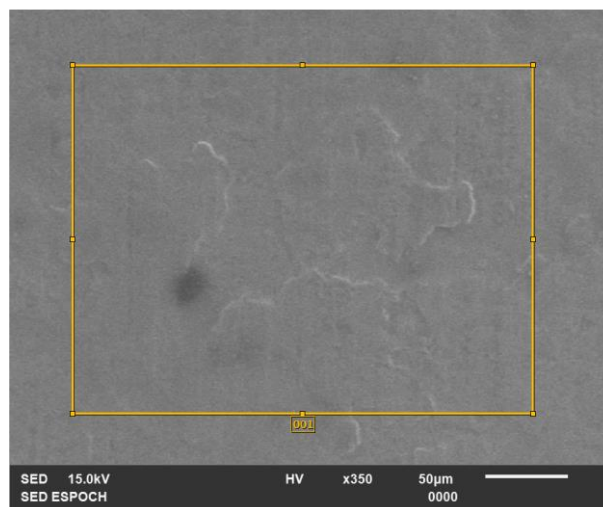
**Tabla 4-2:** Valores semicuantitativos de EDS muestra SiCuO 1

Formula	masa%	mol%	Catión	Sigma	Net	K ratio
SiO <sub>2</sub>	55.93	80.94	10.74	0.21	55563	0.2007585
CuO	17.43	19.06	2.53	0.22	2752	0.1115613
Total	73.37	100.00	13.26			

**Realizado por:** Clavón, A y Coronel, K, 2023

En la tabla 4-2 se indican los datos semicuantitativos del análisis EDS de la muestra. Estos datos únicamente nos indican la presencia de partículas de los óxidos de cobre y óxidos de silicio.

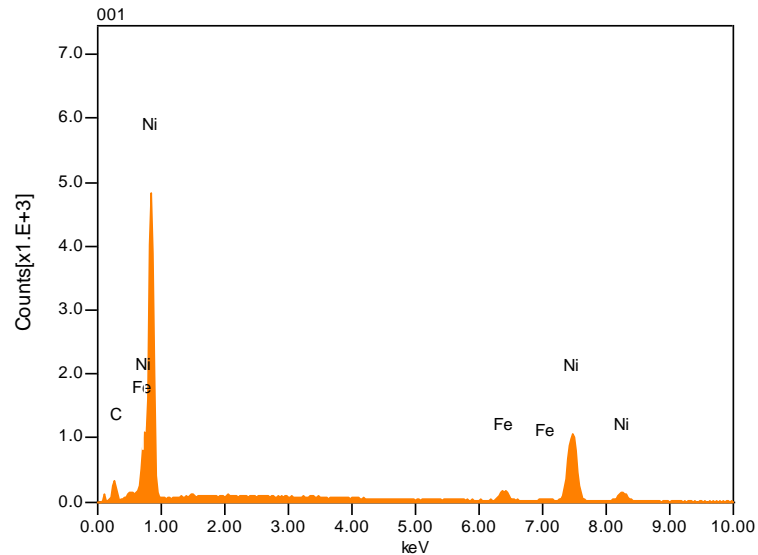
#### 4.1.3. Níquel sonicado



### **Ilustración 4-5:** Zona seleccionada para el análisis

#### EDS de la muestra Ni 1

**Realizado por:** Clavón, A y Coronel, K, 2023



### **Ilustración 4-6:** Análisis EDS obtenido de la muestra Ni 1

**Realizado por:** Clavón, A y Coronel, K, 2023

La ilustración 4-6 permite establecer que la lámina de níquel adquirida es una aleación hierro-níquel. Se puede identificar que el material de mayor presencia en la lámina es el níquel por lo que se estima que la muestra posee una capa superficial de este material. Como el análisis EDS es semicuantitativo, no se estima la cantidad exacta de hierro o níquel, impidiendo determinar con precisión la aleación.

## **4.2. CVD**

Una vez concluido el proceso del CVD mostrado en el capítulo 3, la extracción de las muestras se realizó por medio de pinzas de gran extensión y de forma cuidadosa puesto que los productos de carbono que se obtienen no se encuentran adheridos a la superficie, se encuentran en forma de polvo ilustración 4-7



**Ilustración 4-7:** Muestras obtenidas después del proceso en CVD.

**Realizado por:** Clavón, A y Coronel, K, 2023

Por la necesidad de optimizar recursos, hubo que hacer una inspección visual de las muestras, previa a la inspección por medio de la espectroscopía RAMAN, para determinar las muestras que poseían posibles productos de carbono. Por lo que de la inspección visual se obtuvo que las muestras en la tabla 4-3 serían analizadas mediante la espectroscopía RAMAN.



**Ilustración 4-8:** Muestras obtenidas para la evaluación visual

**Realizado por:** Clavón, A y Coronel, K, 2023

**Tabla 4-3:** Muestras seleccionadas para espectroscopía RAMAN

<b>Materiales de la muestra</b>	<b>Etiqueta de la muestra</b>
Si con acetato de cobre	SACu 2
Si con óxido de cobre	SiCuO 2
Lámina de Ni	Ni
Lámina de Ni Pulido	NP 2
Lámina de Ni Sonicado	Ni 2

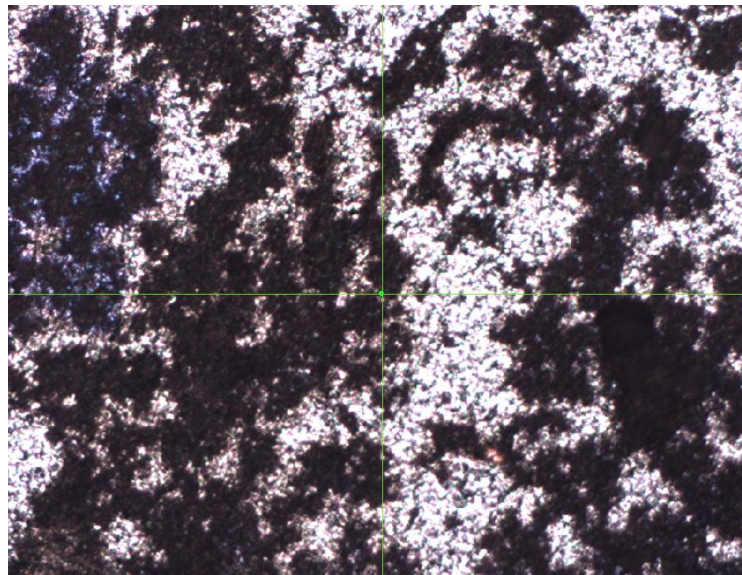
**Realizado por:** Clavón, A y Coronel, K, 2023

### 4.3. RAMAN

El análisis de espectroscopía RAMAN se realizó a las muestras, previamente seleccionadas por inspección visual, de la tabla 4-1. La espectroscopía RAMAN permite obtener gráficas de intensidad (unidades no establecidas) vs ondas ( $\text{cm}^{-1}$ ), las cuales indicaran o no la presencia de NTC conforme a la interpretación especificada en el punto 3.6.3.

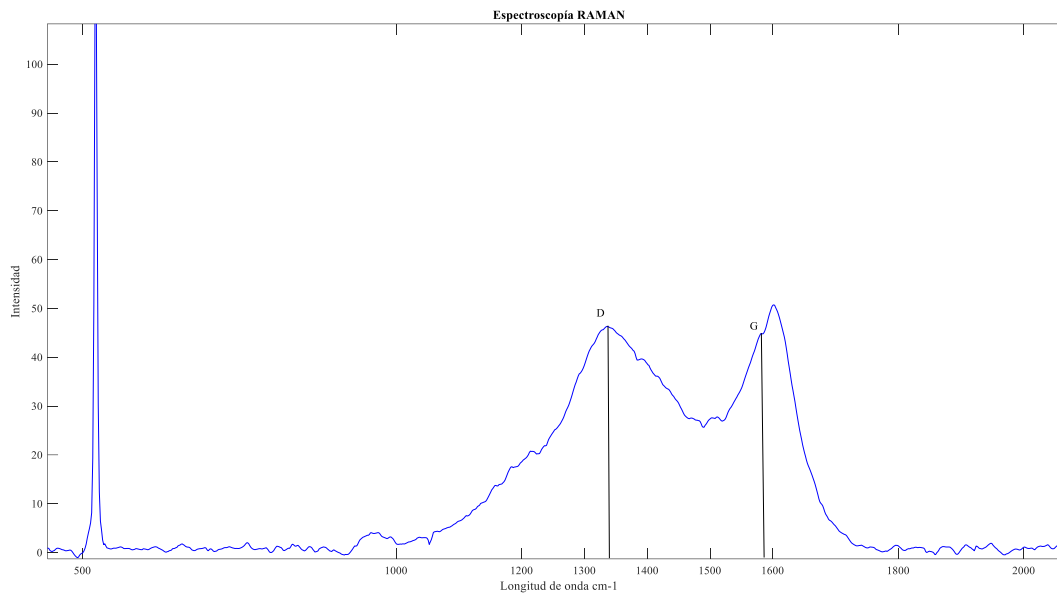
#### 4.3.1. *Silicio con acetato de cobre*

La espectroscopía RAMAN toma mediciones en un punto específico de la muestra seleccionada, para la selección del punto de medición de la muestra de SACuO 2 se realizó una inspección de su superficie mediante la imagen que el equipo RAMAN proporciona. En la ilustración 4-9 se muestra el punto seleccionado para la caracterización el cual presenta un posible cúmulo de nano productos del carbono.



**Ilustración 4-9:** Punto seleccionado para la medición  
RAMAN en la muestra SACuO 2

**Realizado por:** Clavón, A y Coronel, K, 2023



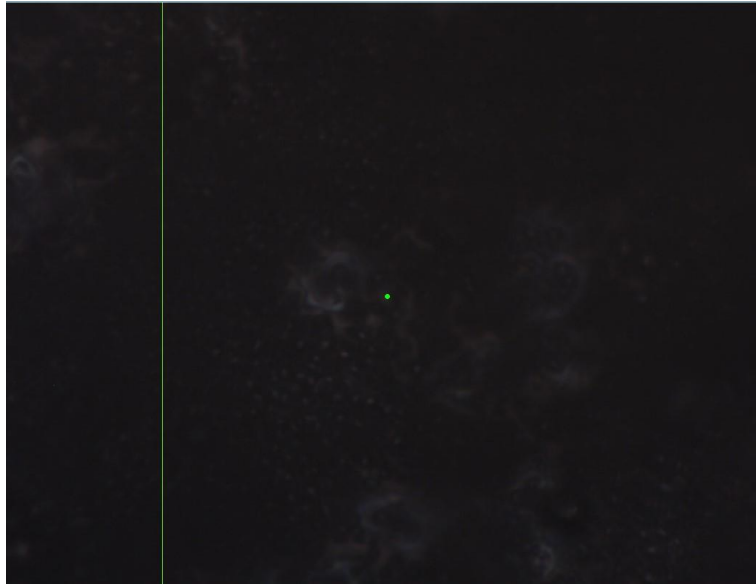
**Ilustración 4-10:** Espectroscopía de la muestra de Si con acetato de cobre (SACuO 2).

**Realizado por:** Clavón, A y Coronel, K, 2023

En la ilustración 4-10 se muestra la curva obtenida de la muestra SACuO 2. A primera vista se logra notar la existencia de tres bandas con altos niveles de intensidad. La banda que se encuentra entre los 500 y 600  $\text{cm}^{-1}$  corresponde a la banda de calibración del equipo, en adelante dicha banda será ignorada para facilitar la interpretación. Las bandas de alta intensidad restantes corresponden a las bandas de interés, es decir, la banda D y G. Como se observa la banda D posee una intensidad equiparable a la banda G, esto indica una estructura de productos de carbono muy desordenada, dando indicios de la presencia significativa de carbonos amorfos. De igual forma se logra observar que la banda G está muy poco definida, esto indica la presencia de pequeñas estructuras de NTC. Adicional a esto es evidente la nula presencia de la banda de resonancia G' indicando que las pequeñas cantidades de NTC que se encuentran en la muestra están cubiertas o rodeadas de grandes cantidades de carbonos amorfos.

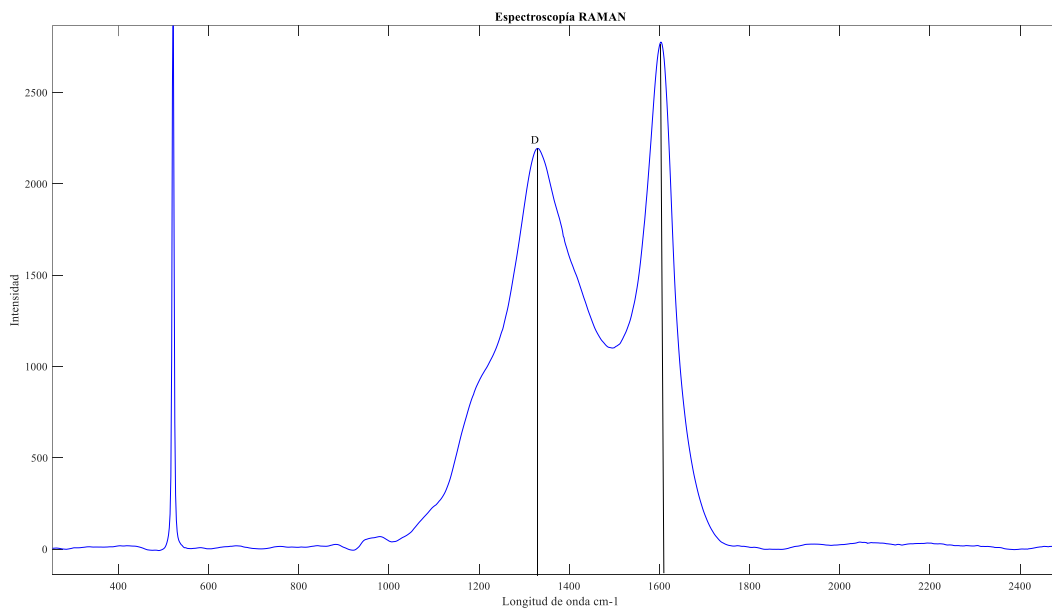
#### 4.3.2. Silicio con óxido de cobre

La selección del punto de caracterización se realizó de la misma manera que para el punto anterior. En la ilustración 4-11 se observa el punto seleccionado para las mediciones, este punto presenta un posible cúmulo de nano estructuras de carbono.



**Ilustración 4-11:** Punto seleccionado para la caracterización RAMAN de la muestra SiCuO 2

**Realizado por:** Clavón, A y Coronel, K, 2023



**Ilustración 4-12:** Espectroscopía de la muestra de Si con óxido de cobre (SiCuO 2)

**Realizado por:** Clavón, A y Coronel, K, 2023

En la ilustración 4-12 se muestra el resultado de la caracterización por SEM de la muestra SiCuO 2. A simple vista se logra observar la banda de calibración, así también se observa que la segunda banda de mayor intensidad corresponde a la banda D por el rango de valores en el que se encuentra su longitud de onda. Indicando así la presencia de estructura de carbono con un grado de desorden alto.

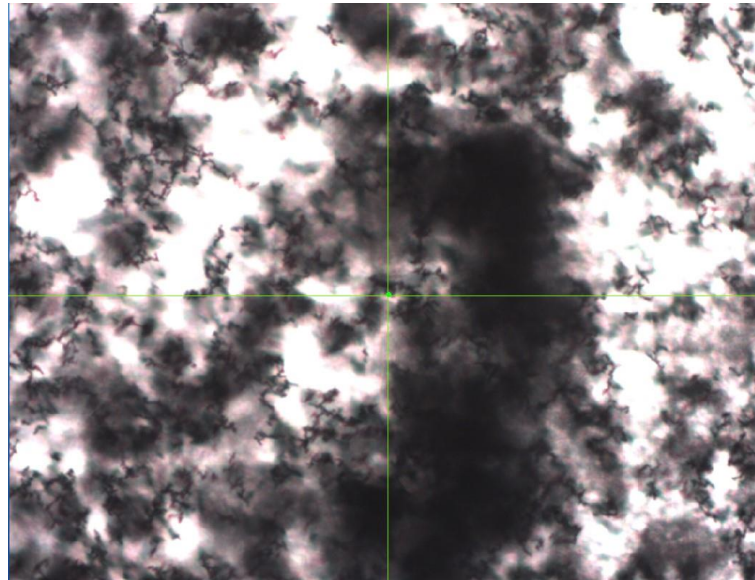
La banda de mayor intensidad en esta ocasión no corresponde a la banda G, ya que se observa que el rango en la que esta se encuentra no corresponde a los valores típicos en la cabria epserar



la presencia de esta, adicional a esto la ausencia de la banda de resonancia G' indica la nula presencia de NTC, pero si la presencia de carbonos amorfos.

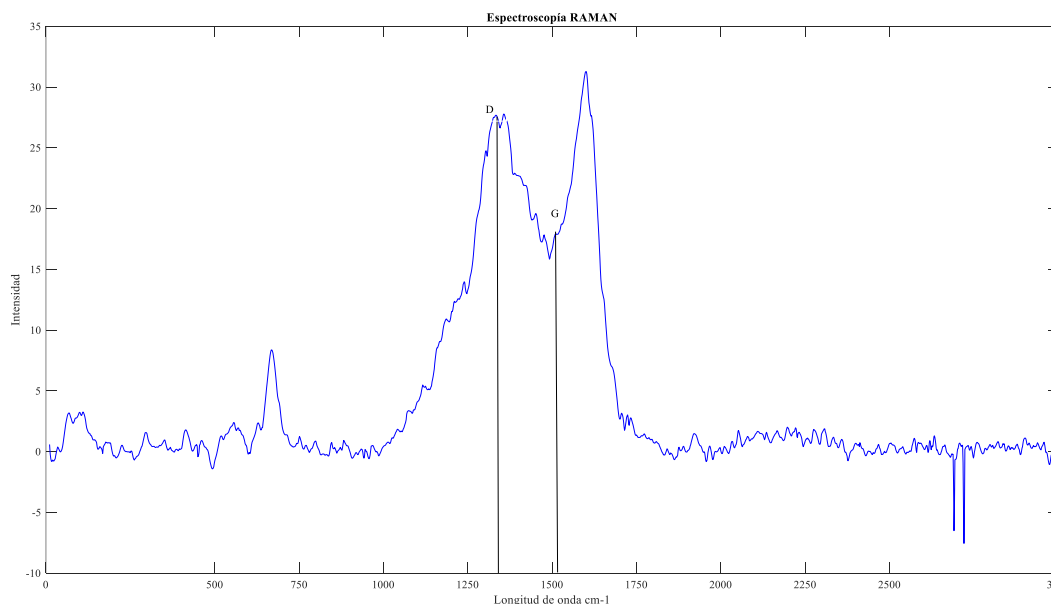
#### 4.3.3. Lámina de níquel

En la ilustración 4-13 se muestra el punto de medición seleccionado, punto con alta posibilidad de concentración de nano estructuras de carbono, para la caracterización RAMAN.



**Ilustración 4-13:** Punto seleccionado para la caracterización RAMAN de la muestra Ni

**Realizado por:** Clavón, A y Coronel, K, 2023



**Ilustración 4-14:** Espectroscopía de la muestra de lámina de níquel (Ni )

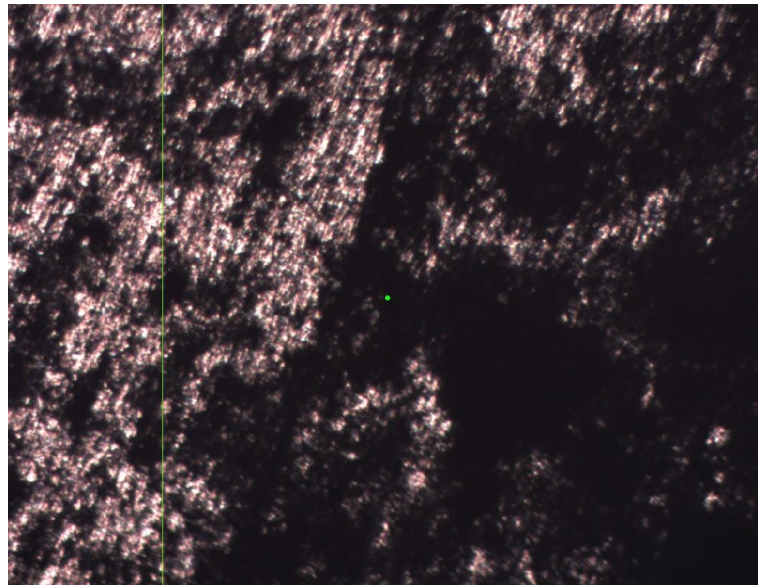
**Realizado por:** Clavón, A y Coronel, K, 2023

En la ilustración 4-14 se muestra la gráfica obtenida como resultado de la caracterización de la muestra Ni 1. Se logra observar que las curvas resultantes poseen demasiados picos, lo cual nos



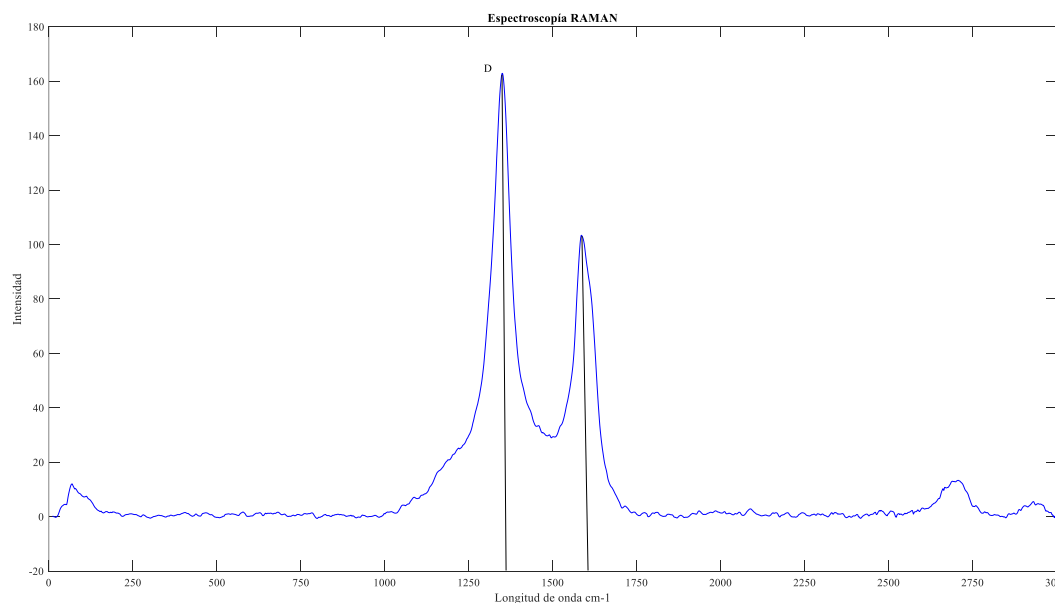
indica la presencia de varios materiales en la caracterización. Si centramos el análisis en los rangos de onda de interés para los NTC notaremos la presencia de la banda D con una intensidad bastante alta indicando la existencia de nano estructuras de carbono con un alto grado de desorden. En el rango de la banda G es evidente la presencia de una pequeña intensidad de esta, debido a que la banda G presenta bandas de aun mayor intensidad a sus alrededores implica que la presencia de NTC es nula y que los indicios dados por la banda D son de carbonos amorfos únicamente.

#### **4.3.4. Lámina de níquel pulido**



**Ilustración 4-15:** Punto seleccionado para la caracterización RAMAN de la muestra NP 2

**Realizado por:** Clavón, A y Coronel, K, 2023



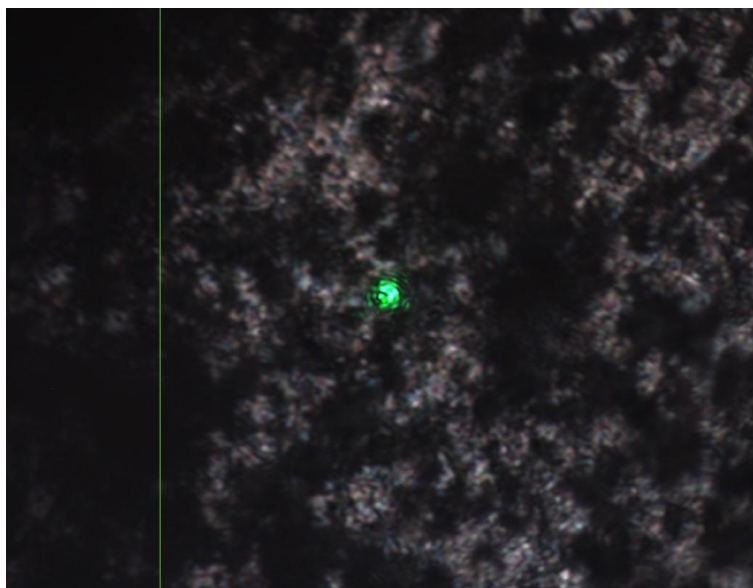
**Ilustración 4-16:** Espectroscopía de la muestra de lámina de níquel pulido NP 2

**Realizado por:** Clavón, A y Coronel, K, 2023

En la ilustración 4-16 se presenta el resultado gráfico de la caracterización en el punto de la muestra de NP 2 seleccionado. Se logra observar la existencia de 2 bandas de mayor intensidad. La banda de mayor intensidad presente en la gráfica corresponde a la banda D y debido a su intensidad tan elevada indica una gran cantidad de nano estructuras desordenadas. La siguiente banda que se logra observar esta ligeramente desplazada del rango característico de la banda G, esto indica la existencia de estructuras de carbono entre las que se encuentren pequeñas cantidades de NTC junto con grandes cantidades de carbonos amorfos.

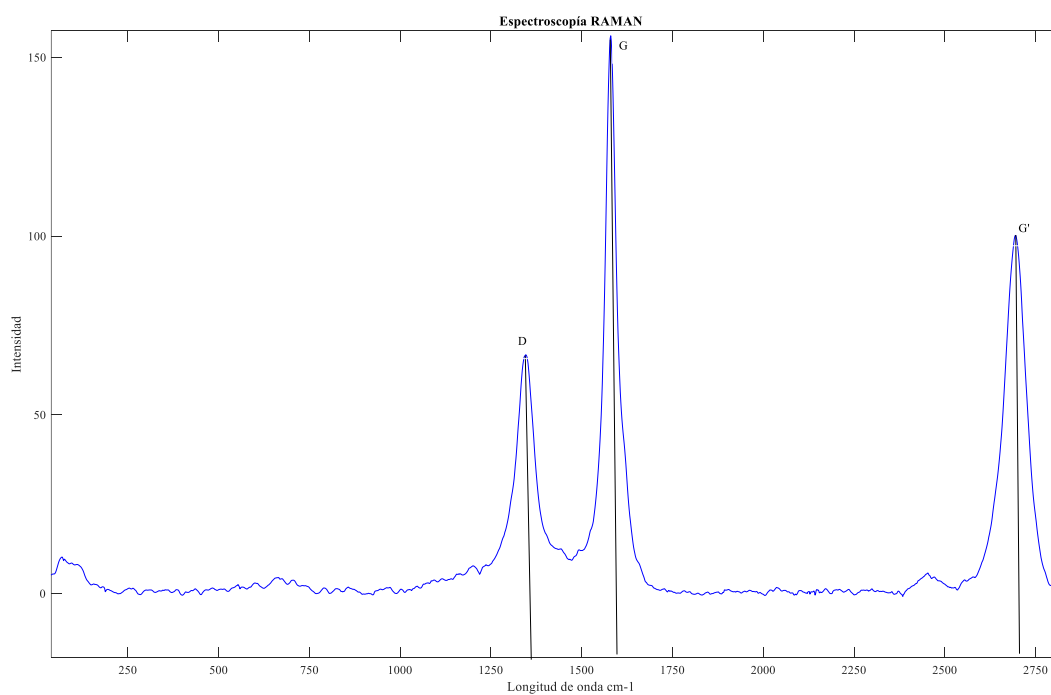
#### 4.3.5. Lámina de níquel sonicado

En la figura 4-17 se muestra el punto seleccionado para la caracterización de la porción extraída de la muestra Ni 2, el punto de medición se seleccionó de forma que la cinta de carbono en la cual se colocó no afecte la medición de las estructuras.



**Ilustración 4-17:** Punto seleccionado para la caracterización RAMAN de la muestra Ni 2

**Realizado por:** Clavón, A y Coronel, K, 2023



**Ilustración 4-18:** Espectroscopía de la muestra de níquel sonicado Ni 2

**Realizado por:** Clavón, A y Coronel, K, 2023

En la ilustración 4-18 se observa la curva obtenida de la caracterización RAMAN. En la curva obtenida resulta fácil observar la presencia de las 3 bandas características que demuestran la existencia de NTC. La existencia de NTC en la muestra se ratifica con la banda G y G' puesto que estas bandas poseen una intensidad mayor a la banda D. La presencia significativa de la banda D indica un alto desorden de morfología y la presencia de NTCMU.

#### **4.4. SEM**

##### ***4.4.1. Análisis general de las muestras***

El análisis con el microscopio electrónico de barrido (SEM) se realizó para determinar la morfología de los nanotubos sintetizados y estudiar cómo están asociados con los otros carbonos amorfos. Tras realizar el análisis de espectroscopía RAMAN a las muestras seleccionadas por inspección visual, se escogieron las que presentaron los puntos característicos de los NTCMO o NTCMU para analizarlas con el SEM.

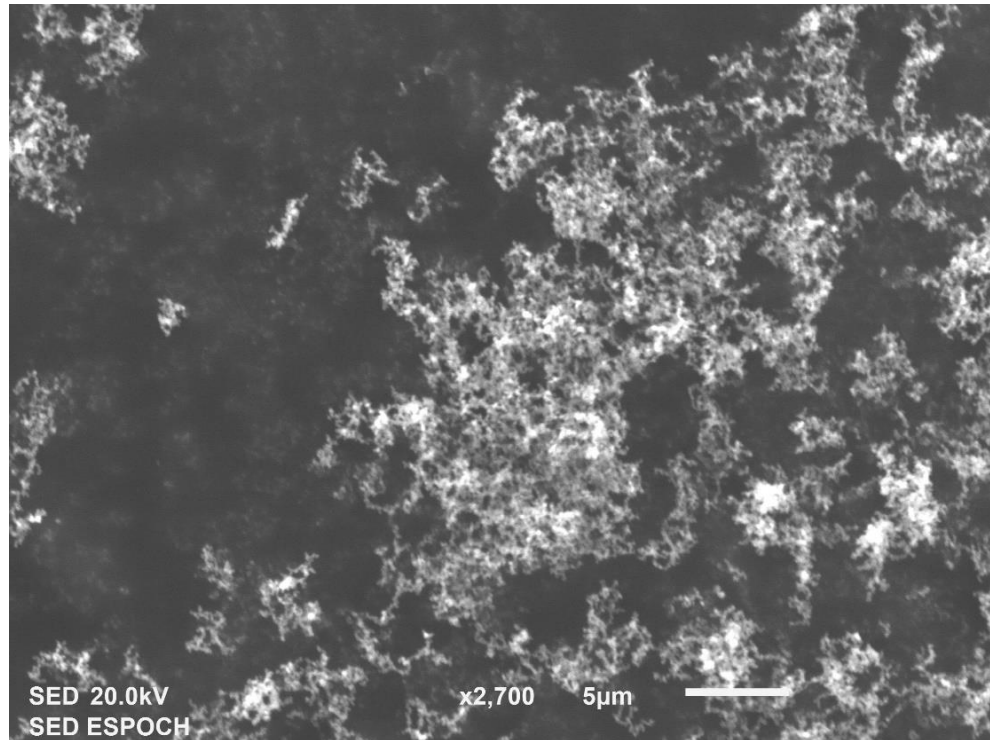
Las muestras seleccionadas fueron: acetato de cobre en silicio, lámina de níquel pulida y lámina de níquel sonicado. Se descartó analizar las otras muestras para optimizar los recursos de la institución. Aquellas muestras seleccionadas se depositaron sobre cinta de carbono para lograr adherir las nanopartículas al porta muestras y así no dañar el equipo. Se descartó cubrir las muestras con partículas de oro por la propia naturaleza conductora de electricidad de los nanotubos de carbono y los carbonos amorfos.

##### ***4.4.2. Acetato de cobre en silicio***

La imagen del microscopio corrobora el alto número de carbonos amorfos en la muestra, teoría que se planteó en el análisis RAMAN. Estos carbonos amorfos se distribuyen regularmente en toda la muestra. Su presencia hace sumamente difícil distinguir visiblemente los nanotubos de carbono que se encuentran en pequeños cúmulos rodeados y/o mezclados con el resto de los carbonos amorfos, razón por la cual se utilizó una resolución de 10  $\mu\text{m}$ .

##### ***4.4.3. Lámina de níquel pulido***

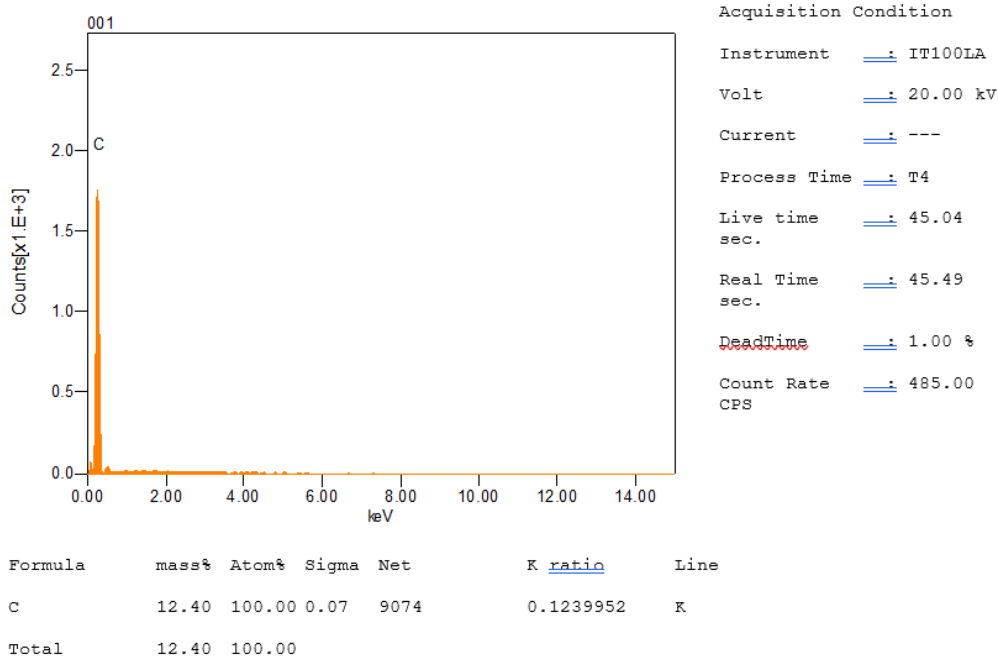
El análisis realizado a la muestra obtenida de la síntesis con la lámina de níquel pulida muestra claramente cúmulos de carbonos amorfos y nanotubos de carbono sobre la superficie de cinta de carbono. La estructura de estos nanotubos de carbono es desorganizada y amorfa, como se puede observar en la figura 4-19.



**Ilustración 4-19:** Imagen SEM de la muestra de níquel pulido.

**Realizado por:** Clavón, A y Coronel, K, 2023

Se realizó el análisis EDS de los cúmulos blancos que se pueden observar en la muestra. El resultado, presente en la ilustración 4-20, muestra que el único elemento notablemente presente en la muestra es el carbono. En cuanto a moléculas presentes, el resultado fue que existe monóxido de carbono coexistiendo junto a las estructuras de carbono puro.

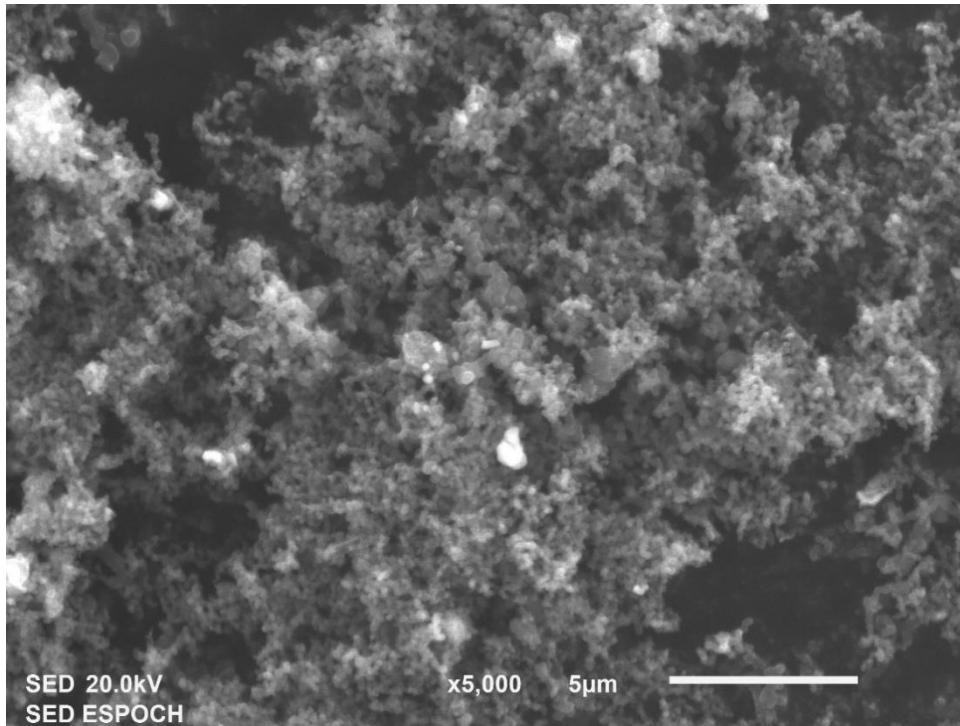


**Ilustración 4-20:** Análisis EDS de la muestra obtenida usando el níquel pulido como sustrato

Realizo por: Clavón, A y Coronel, K, 2023

#### 4.4.4. Lámina de níquel sonicado

Los resultados de la espectroscopía RAMAN mostraron que existe una presencia notable de nanotubos de carbono en esta muestra, por esta razón se realizaron los barridos a 5  $\mu\text{m}$  y 1  $\mu\text{m}$ . Las imágenes obtenidas a 5  $\mu\text{m}$  muestra una estructura desorganizada que entra en la categoría de cúmulos de nanotubos tipo bosque. Este tipo de morfología corresponde a lo que cabría esperar debido al gas precursor utilizado para la síntesis en CVD. Estas estructuras morfológicas se pueden apreciar ya que la muestra no está repleta de otros carbonos amorfos.

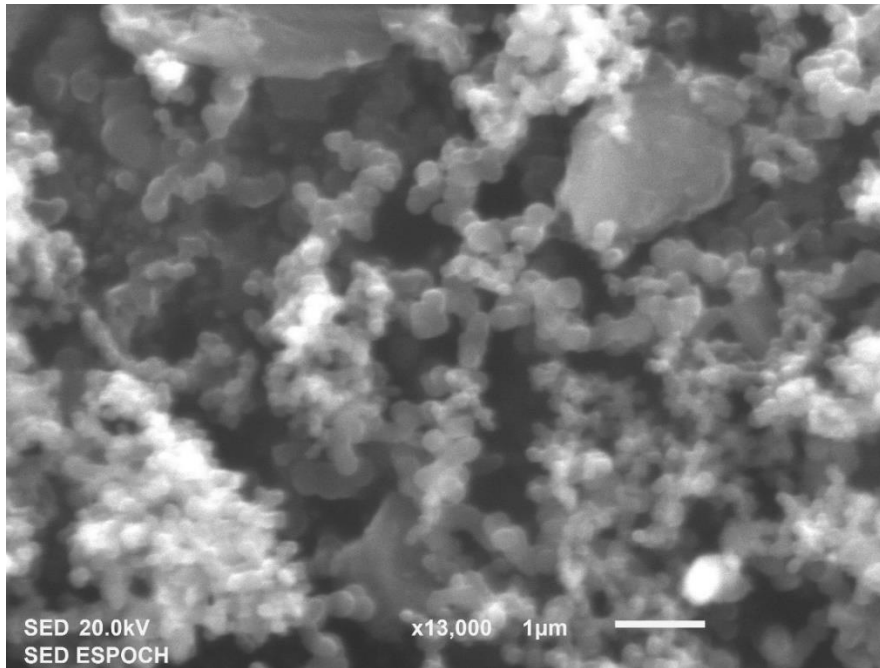


**Ilustración 4-21:** Imagen SEM a  $1\mu\text{m}$  de la muestra de níquel sonicado.

**Realizado por:** Clavón, A y Coronel, K, 2023

Una vista más detallada se puede observar en la ilustración 4-22 tomada a  $1\mu\text{m}$ . No es posible determinar el diámetro de los nanotubos de carbono ni su número de capas por las limitaciones del equipo. No obstante, se puede distinguir las estructuras morfológicas desalineadas en forma de bosque. Aquellas partículas grandes que se encuentran entre los nanotubos de carbono son los carbonos amorfos inherente al proceso de síntesis. Los carbonos amorfos son los restos de la combustión incompleta en la reacción química

En este caso, la presencia de carbonos amorfos entorpece el poder distinguir los nanotubos de carbono. No obstante, gracias al análisis realizado mediante la espectroscopia RAMAN se sabe de la presencia de dichos NTC. La resolución a la que se deberían poder ver estos NTC es alrededor de  $200\text{ nm}$ . Con esta resolución se puede también determinar qué tipos de nanotubos se sintetizaron en el procedimiento descrito.



**Ilustración 4-22:** Imagen SEM a 1μm de la muestra de níquel sonicado.

**Realizado por:** Clavón, A y Coronel, K, 2023

#### 4.5. Análisis de su aplicación para sensores

Con base en los análisis realizados con la espectroscopia RAMAN y el microscopio electrónico de barrido, se puede establecer que la síntesis de nanotubos de carbono por CVD usando los catalizadores listados en la tabla 3-2 permite obtener nano materiales de carbono. En la tabla 4-4 se muestra los nano materiales obtenidos en cada muestra, notando que muestra produjo una mejor eficacia en la síntesis.

**Tabla 4-4:** Resumen de resultados obtenidos

Muestra	Nano materiales obtenidos
SACu 2	NTCMUC cubiertos de carbonos amorfos
SiCuO 2	Carbonos amorfos
Ni	Carbonos amorfos
NP 2	NTCMUC junto a grandes cantidades de carbonos amorfos
Ni 2	NTCMUC junto a pequeñas cantidades de carbonos amorfos

**Realizado por:** Clavón, A y Coronel, K, 2023

Con esta información, es posible determinar si este producto es apto para la fabricación de los sensores citados en el capítulo II, en la tabla 4-5 se indica los parámetros imprescindibles que los NTC deben poseer para su uso en sensores. En la tabla 4-6 se muestra los parámetros obtenidos en el estudio.



**Tabla 4-5:** Parámetros de evaluación

Parámetro	Criterio
Número de capas	Monocapa
Morfología	Alienados
Pureza	Alta

Realizado por: Clavón, A y Coronel, K, 2023

**Tabla 4-6:** Evaluación de las muestras del estudio

Muestra	Presencia de NTC	Presencia de carbonos amorfos	Número de capas	Pureza	Morfología
SACu 2	Si	Sí	Multicapa	Baja	Aleatorio
SiCuO 2	No	Sí			
Ni	No	Sí			
NP 2	Sí	Sí	Multicapa	Baja	Aleatorio
Ni 2	Sí	Sí	Multicapa	Media	Bosques

Realizado por: Clavón, A y Coronel, K, 2023

#### 4.6. Análisis de factibilidad

En base a los resultados obtenidos se puede determinar que el producto de la síntesis no es apto para medir los cambios de temperatura, flexibilidad o presencia de gases debido a que su morfología no es lineal. Al no tener una morfología lineal, las propiedades eléctricas pueden variar sin que la propiedad a medir cambie, esto quiere decir que dificultaría la calibración precisa y repetible del sensor necesaria para censar las variables de manera confiable.

**Tabla 4-7:** Resumen análisis de factibilidad en la fabricación de sensores de temperatura

Muestra	Tipo de estructura requerido	Tipo de estructura obtenido	Tipo de morfología requerida	Tipo de morfología obtenida	Apto/No apto
SACu 2	Lineal	No lineal	Alineada	Aleatorio	No apto
SiCuO 2	Lineal	Ninguna	Alineada	Ninguna	No apto
Ni	Lineal	Ninguna	Alineada	Ninguna	No apto
NP 2	Lineal	No lineal	Alineada	Aleatorio	No apto
Ni 2	Lineal	No lineal	Alineada	Bosques	No apto

Realizado por: Clavón, A y Coronel, K, 2023

**Tabla 4-8:** Resumen análisis de factibilidad en la fabricación de sensores de flexibilidad

Muestra	Tipo de estructura requerido	Tipo de estructura obtenido	Tipo de morfología requerida	Tipo de morfología obtenida	Apto/No apto
SACu 2	Lineal	No lineal	Alineada	Aleatorio	No apto
SiCuO 2	Lineal	Ninguna	Alineada	Ninguna	No apto
Ni	Lineal	Ninguna	Alineada	Ninguna	No apto
NP 2	Lineal	No lineal	Alineada	Aleatorio	No apto
Ni 2	Lineal	No lineal	Alineada	Bosques	No apto

Realizado por: Clavón, A y Coronel, K, 2023

**Tabla 4-9:** Resumen análisis de factibilidad en la fabricación de sensores de gases

Muestra	Tipo de estructura requerido	Tipo de estructura obtenido	Tipo de morfología requerida	Tipo de morfología obtenida	Apto/No apto
SACu 2	Lineal	No lineal	Alineada	Aleatorio	No apto
SiCuO 2	Lineal	Ninguna	Alineada	Ninguna	No apto
Ni	Lineal	Ninguna	Alineada	Ninguna	No apto
NP 2	Lineal	No lineal	Alineada	Aleatorio	No apto
Ni 2	Lineal	No lineal	Alineada	Bosques	No apto

Realizado por: Clavón, A y Coronel, K, 2023

Los resultados muestran que el producto se puede utilizar para la fabricación de la carcasa y/o estructura de los sensores usándose la mezcla de nanotubos de carbono y carbonos amorfos en matrices poliméricas junto al polipropileno debido a las importantes mejoras que la mezcla de carbonos puede aportar a las propiedades mecánicas de la matriz polimérica.

**Tabla 4-10:** Resumen análisis de factibilidad en la fabricación de la estructura del sensor

Muestra	Tipo de NTC requerido	Tipo de NTC obtenido	Presencia de carbonos amorfos	Apto/No apto
SACu 2	Multicapa	Multicapa	✓	Apto
SiCuO 2	Multicapa	Ninguno	✓	No apto
Ni	Multicapa	Ninguno	✓	No apto

NP 2	Multicapa	Multicapa	✓	Apto
Ni 2	Multicapa	Multicapa	✓	Apto

**Realizado por:** Clavón, A y Coronel, K, 2023

El factor económico es clave para poder determinar si el uso de este producto es factible para su aplicación en la fabricación de la parte estructural del sensor. Al usarse únicamente níquel comercial descontaminado y al obtenerse una cantidad significativa de la mezcla de nanotubos de carbono y carbonos amorfos, se puede inferir que la mezcla es una opción económicamente viable para este fin.

## CAPÍTULO V

### 5. MARCO PROPOSITIVO

#### 5.1. Propuestas enfocadas en la creación de sensores

Una vez realizado el análisis e interpretación de los resultados, se identificaron áreas en las que se pueden aplicar cambios y mejoras para así obtener resultados específicos en la síntesis de NTC para su uso en sensores. La oportunidad de mejora se establece al darle un enfoque industrial a la producción de NTC, por lo que resulta precisa la mejora del método de síntesis, así como los materiales utilizados. Las oportunidades de mejora se centran en alterar los parámetros del experimento para obtener NTCMC útiles en la fabricación de sensores y en la optimización de los recursos utilizados en el proceso.

##### 5.1.1. Proyectos de investigación

Como se dijo en el capítulo II la morfología, cantidad y tipos de NTC que se pueden sintetizar mediante CVD está ligado a cada factor que interviene en el método. Al mantener un enfoque conservador con respecto a las variables que intervienen y usando como punto de partida la eficiencia de la aleación comercial de níquel-hierro utilizada en este estudio, el tiempo de reacción y la temperatura a la que ocurre son los parámetros que permiten mayor manipulación con un impacto económico bajo. A continuación, se plantea una investigación enfocada en la obtención de NTCMC en base a la manipulación de las variables antes mencionadas.

#### SINTESIS DE NANOTUBOS DE CARBONO MONO CAPA MEDIANTE CVD USANDO UNA ALEACION DE NÍQUEL-HIERRO.

Para esta investigación las variables independientes propuestas serán la temperatura y tiempo de reacción para el proceso CVD. Según lo establecido en el capítulo II de esta investigación la temperatura de reacción en la que la producción de NTCMC es favorable es de entre 800 a 1050 °C. Se debe tener en cuenta que esta temperatura de reacción estará sumamente ligada al tiempo de reacción. El capítulo II menciona que un tiempo de reacción prolongado prolonga la reacción, formando más NTC, y que promueve la formación de carbonos amorfos, que se adhieren a los NTC que se busca sintetizar, dando resultados no favorables. El enfoque principal para esta investigación sería el determinar experimentalmente el tiempo de reacción óptimo para ciertas temperaturas que favorezcan la formación de NTCMC.

Como se mencionó en el capítulo II, la variable que se encuentra supremamente ligada al tipo de NTC sintetizados es el gas precursor. Por lo que, si se centra el enfoque conservador en la temperatura y tiempo de reacción, es decir mantenerlas invariantes, el estudio de la síntesis se basaría en la manipulación del gas precursor utilizado. A continuación, se menciona una investigación enfocada en la manipulación de esta variable.

## ANÁLISIS DE FACTIBILIDAD PARA LA FABRICACIÓN DE SENSORES MEDIANTE NANOTUBOS DE CARBONO SINTETIZADOS POR CVD USANDO METANO Y ALEACIÓN DE NÍQUEL-HIERRO

Manteniendo al níquel como catalizador y al argón como gas de arrastre, se puede utilizar metano como gas precursor para la síntesis de NTC ya que, hasta la fecha de este trabajo, diferentes investigaciones han demostrado que el metano promueve la formación de NTCMC. Es relevante mencionar que este gas es de gran asequibilidad en el mercado pues es uno de los gases de mayor abundancia en la atmósfera, haciéndolo económico. Esta influencia del costo del gas precursor se verá reflejada en el costo de producción de NTC y sensores basados en estos.

### **5.2. Propuestas enfocadas a la utilización de los NTC sintetizados en este estudio**

#### **5.2.1. Proyectos de investigación**

##### OPTIMIZACIÓN DEL PROCESO DE SÍNTESIS DE NANOTUBOS DE CARBONO MULTI CAPA MEDIANTE CVD.

Lograr reducir el tiempo y temperatura de reacción significa una producción más eficiente de nanotubos de carbono y, por lo tanto, un costo de síntesis menor. Se plantea que para próximas investigaciones se puede reducir la temperatura de reacción a 700 °C y el tiempo de reacción a 10 minutos. Estas condiciones de síntesis implican mantener al acetileno como precursor, las tiras de níquel como catalizador y al argón como gas inerte para el arrastre.

#### **5.2.2. Proyectos técnicos**

Los carbonos amorfos forman parte de la síntesis de nanotubos de carbonos, los resultados obtenidos muestran que los estos se encuentran mezclados junto a los nanotubos de carbono. Los materiales compuestos, eliminación de contaminantes o catalizadores son algunas de las varias aplicaciones que se le puede dar a esta mezcla. No obstante, para evaluar si esta mezcla es factible en alguna de las aplicaciones mencionadas es necesario determinar su proporción de carbonos amorfos y nanotubos de carbono. Por estos resultados se podrían realizar proyectos técnicos para introducir estos materiales en la industria.

##### ESTUDIO DE LAS PROPIEADES MECÁNICAS DE UNA MATRIZ POLIMÉRICA DE EPOXI MEJORADA CON NANOTUBOS DE CARBONO SINTETIZADOS POR CVD A PARTIR DE NIQUEL Y ACETILENO

Los nanotubos de carbonos son conocidos por sus excelentes propiedades mecánicas, al introducir estos nanomateriales en una matriz polimérica se reforzará su resistencia mecánica. Sintetizarlos por CVD mediante níquel y acetileno pueden suponer un método efectivo y económicamente viable para mejorar polímeros termoestables como es el epoxi.

## ESTUDIO DE LAS PROPIEDADES MECÁNICA DE UNA MATRIZ POLIMÉRICA DE POLIPROPILENO CON NANOTUBOS DE CARBONO PARA LA FABRICACIÓN DE REVESTIMIENTOS EXTERIORES DE VEHÍCULOS

Los vehículos actuales cuentan con múltiples piezas plásticas que se instalan en aquellos puntos del vehículo más propensos a recibir golpes directos. Estas partes se suelen fabricar mediante procesos de extrusión por lo que implementar esta mezcla de nanotubos de carbono y carbonos amorfos puede resultar en un producto mucho más duradero sin involucrar un incremento excesivo del costo de fabricación en cuanto a un cambio de proceso y/o maquinaria.

### FABRICAICÓN DE UN CASCO DE CICLISTA LIGERO MEDIANTE UNA MATRIZ POLIMÉRICA DE ABS JUNTO A NANOTUBOS DE CARBONO Y CARBONOS AMORFOS

Los cascos de ciclistas son productos que cambian continuamente en base a nuevos materiales y aleaciones. Los fabricantes buscan reducir el peso de este elemento manteniendo las propiedades mecánicas mínimas para ser certificados y, por lo tanto, aptos para su comercialización. La mezcla de nanotubos de carbonos y carbonos amorfos puede usarse para reducir la densidad requerida del ABS ergo el peso total del casco. Esta matriz polimérica también se puede aplicar en la fabricación de los cierres y elementos de anclaje.

## CAPÍTULO VI

### 6.1. CONCLUSIONES

Se logró sintetizar y caracterizar nanotubos de carbono producidos por CVD, proporcionando información valiosa sobre su estructura. A partir de un análisis meticuloso de los datos, se determinó que la estructura y forma de los nanotubos no son aptas para medir cambios de temperatura, flexibilidad o presencia de gases, no obstante, es una opción apta y adecuada para la fabricación de la carcasa de dicho sensor. La estructura no lineal puede crear interferencias la calibración precisa y repetible de los sensores se torna compleja.

La combinación de nanotubos de carbono y carbonos amorfos es apta para mejorar las propiedades mecánicas de las matrices poliméricas y aleaciones que pueden ser usadas para la

fabricación de la estructura y/o carcasa del sensor ya que en la industria se instalan estos tipos de sensores en ambientes con altas presiones y temperaturas. Esta mejora en las propiedades se debe a la interacción entre las propiedades que los nanotubos y carbonos amorfos poseen. En estos materiales compuestos, los nanotubos actúan como refuerzo y los carbonos amorfos como matriz, distribuyendo y absorbiendo las tensiones y cargas mecánicas.

Se logró identificar y analizar los parámetros clave en la síntesis de nanotubos de carbono usando CVD. Los parámetros identificados fueron: (I) porcentaje de carbono que el gas precursor posee, (II) temperatura de reacción, (III) tiempo de reacción y (IV) catalizador. Cada parámetro listado influye en la morfología, en la pureza y la facilidad con la que se producen los NTC. Al identificar estos parámetros se logró una comprensión profunda del proceso de síntesis y como cada parámetro influye más o menos ya sea en la morfología, pureza y facilidad con la que los NTC se producen.

Los resultados posteriores a la síntesis determinan cómo las condiciones de crecimiento están estrechamente relacionadas a la relación de nanotubos de carbono y carbonos amorfos que se encuentran en la mezcla final. Dicha proporción depende del material del catalizador; el níquel comercial sometido a una limpieza profunda produce una mezcla rica en nanotubos de carbono. Esta mejora sustancial en la cantidad y calidad está también relacionada al tiempo y temperatura de reacción, mediante la configuración propuesta se logra obtener una cantidad considerable de nanotubos de carbono reduciendo el gasto energético necesario para la síntesis al requerir una temperatura y tiempo de reacción inferiores. A esta optimización de recursos se añade que el níquel comercial es económico, accesible, no requiere pasar por procesos complejos de limpieza y elimina la necesidad de usar un sustrato para obtener nanotubos de carbono multicapa.

## **GLOSARIO**

**CVD:** Chemical vapor deposition (Deposición química de vapores)

**NTC:** Nanotubos de Carbono

**NTCMUC:** Nanotubos de Carbono Multicapa

**NTCMC:** Nanotubos de Carbono Monocapa



## BIBLIOGRAFÍA

1. **ANZAR, Nigar et al.** “Carbon nanotube - A review on Synthesis, Properties and plethora of applications in the field of biomedical science.” *Sensors International* [en línea], 2020, vol. 1 (1), págs. 1-10 [Consulta: 13 agosto 2023]. ISSN 26663511. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/j.sintl.2020.100003>
2. **BUSINESS WIRE.** *Global Carbon Nanotubes Market Report 2020: Production Capacities for MWCNTs and SWCNTs, Historical and Forecast to 2030* [blog]. Dublin, 2020. [Consulta: 13 agosto 2023]. Disponible en: [Global Carbon Nanotubes Market Report 2020: Production Capacities for MWCNTs and SWCNTs, Historical and Forecast to 2030 - ResearchAndMarkets.com | Business Wire](https://www.businesswire.com/news/home/20200813005264/en/Global-Carbon-Nanotubes-Market-Report-2020-Production-Capacities-for-MWCNTs-and-SWCNTs-Historical-and-Forecast-to-2030)
3. **RESOLUCIÓN No. 020-2017.** *RESOLUCIÓN-COMEX-020-2017.*
4. **DAGNINO S., Jorge.** “LA DISTRIBUCIÓN NORMAL”. *Revista Chilena de Anestesia* [en línea], 2014, (Chile), Vol. 43 (2). [Consulta: 1 junio 2023]. ISSN 07164076. Disponible en: <https://doi.org/10.25237/revchilanestv43n02.08>
5. **DEVORE, Jay.** *Probabilidad y Estadística para Ingeniería y Ciencias* [en línea]. 7<sup>ma</sup> ed. California-USA: Cengage Learning, 2008 [Consulta: 31 mayo 2023]. Disponible en: [https://www.academia.edu/39398549/Probabilidad\\_y\\_Estadistica\\_para\\_Ingenieria\\_y\\_Ciencias\\_Jay\\_Devore\\_Septima\\_Edicion](https://www.academia.edu/39398549/Probabilidad_y_Estadistica_para_Ingenieria_y_Ciencias_Jay_Devore_Septima_Edicion)
6. **GREEN, Julissa,** 2016. *What is Chemical Vapor Deposition (CVD)?* [blog]. California: Stanford, 2016. [Consulta: 31 mayo 2023]. Disponible en: [What is Chemical Vapor Deposition \(CVD\)? \(sputtertargets.net\)](https://sputtertargets.net/what-is-chemical-vapor-deposition-cvd/)
7. **HAUBNER, Roland.** “The history of hard CVD coatings for tool applications at the University of Technology Vienna”. *International Journal of Refractory Metals and Hard Materials* [en línea], 2013, (United States of America), vol. 41. (1), págs. 22-44. [Consulta: 1 de junio de 2023]. ISSN 02634368. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/j.ijrmhm.2013.01.012>
8. **HE, Sisi et al.** “Flexible sensors based on assembled carbon nanotubes”. *Aggregate*. [en línea], 2021, vol. 2. (6), págs.43-60. [Consulta: 8 mayo 2023]. ISSN 2692-4560. Disponible en: <https://doi.org/10.1002/agt2.143>
9. **HO, M. P. y LAU, A. K.T.** *Fillers and Reinforcements for Advanced Nanocomposites* [en línea]. Woodhead Publishing, 2015. [Consulta: 25 julio 2023]. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/B978-0-08-100079-3.00012-0>

10. **IJIMA, Sumio**. “Helical microtubules of graphitic carbon”. *Nature* [en línea], 1991, vol. 354 (6348), págs. 56–58. [Consulta: 18 abril 2023]. ISSN 00280836. Disponible en: <https://doi.org/10.1038/354056a0>
11. **IJIMA, Sumio**. “Carbon nanotubes: Past, present, and future”. *Physica B: Condensed Matter*. [en línea], 2002, vol. 323 (1), págs. 1-5 [Consulta: 18 abril 2023]. ISSN 09214526. Disponible en: [https://doi.org/10.1016/S0921-4526\(02\)00869-4](https://doi.org/10.1016/S0921-4526(02)00869-4)
12. **KING, Hobart**. 2016. *Graphite: A mineral with extreme properties and many uses*. [blog]. USA: Geology, 2016. [Consulta: 30 abril 2023]. Disponible en: [Graphite: A mineral with extreme properties and many uses \(geology.com\)](https://www.geology.com/graphite-a-mineral-with-extreme-properties-and-many-uses)
13. **LEÓN CRISTINA**, 2013. Síntesis de nanotubos de carbono por CVD a partir de tolueno y ferroceno. [En línea]. (Trabajo de titulación) (Grado). Instituto Politécnico Nacional, Ingeniería Química e Industrias Extractivas. Ciudad de México-México. 2013. [Consulta: 1 julio 2023]. Disponible en: <http://tesis.ipn.mx/handle/123456789/24959>
14. **LI, W Z, WEN, Jianguo y REN, Z F**. “Effect of temperature on growth and structure of carbon nanotubes by chemical vapor deposition”. *Applied Physics A: Materials Science & Processing* [en línea], 2002, vol. 74, págs. 397-402. [Consultado: 12 junio 2023]. Disponible en: <https://doi.org/10.1007/s003390201284>
15. **MARCO, Francisco**, 2019. *Nivel de confianza*. [blog]. Economipedia, 2019. [Consulta: 31 mayo 2023]. Disponible en: <https://economipedia.com/definiciones/nivel-de-confianza.html>
16. **MARUYAMA, Takahiro**, 2021. *Handbook of Carbon-Based Nanomaterials* [en línea]. Elsevier, 2021. [Consulta: 9 mayo 2023]. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/B978-0-12-821996-6.09993-0>
17. **MONEA, Bogdan Florian et al.**, 2019. Carbon Nanotubes and Carbon Nanotube Structures Used for Temperature Measurement. *Sensors 2019, Vol. 19, Page 2464*. Vol. 19, núm. 11, p. 2464. DOI 10.3390/S19112464.
18. **OLSON, Donald**. “Graphite”. *Minerals Yearbook* [en línea], 2012, (Unitede State of America), vol. 1, págs. 32.1-32.10. [Consulta: 30 abril 2023]. Disponible en: [Graphite \(amazonaws.com\)](https://www.amazonaws.com/graphite)
19. **RAEV, M. B. y BOCHKOVA, M. S**. “Investigation into size distribution of carbon nanoparticles covalently functionalized with proteins”. *Nanotechnologies in Russia* [en línea], 2015, (Rusia), vol. 10 (1), 140-148. [Consulta: 25 julio 2023]. ISSN 19950799. Disponible en: <https://doi.org/10.1134/S1995078015010152>
20. **RUIZ, Roberto et al.** “Síntesis de nanoestructuras de carbono mediante la Técnica de Deposición Química de Vapores: Una revisión general”. *TIP Revista Especializada en*

- Ciencias Químico-Biológicas*. [en línea], 2021, (España), vol. 24. [Consulta: 1 junio 2023]. ISSN 2395-8723. Disponible en: <https://doi.org/10.22201/fesz.23958723e.2021.323>
21. **RZECZKOWSKI, Piotr y PÖTSCHKE, Petra**. “Characterization of highly filled PP/graphite composites for adhesive joining in fuel cell applications”. *Polymers* [en línea], 2019, (Alemania), vol. 11 (3). [Consulta: 1 mayo 2023]. ISSN 20734360. Disponible en: <https://doi.org/10.3390/polym11030462>
  22. **SAEED, Ghuzanfar y FAROOQ, Muhammad**. 2013. “Investigating the effects of CVD reaction time on the growth of carbon nanotubes”. *OPTOELECTRONICS AND ADVANCED MATERIALS-RAPID COMMUNICATIONS*, vol. 7, (2013). págs 707–711.
  23. **SCHROEDER, Vera et al.**, 2019. “Carbon nanotube chemical sensors”. *Chemical Reviews* [en línea], 2019, Vol. 119 (1), págs. 599–663. [Consulta: 2 mayo 2023]. ISSN 15206890. Disponible en: <https://doi.org/10.1021/acs.chemrev.8b00340>
  24. **SINHA, Niraj y YEOW, John T.W.** 2006. “Carbon nanotube-based sensors”. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology* [en línea], 2006, vol. 6 (3), págs. 573–590. [Consulta: 14 agosto 2023]. ISSN 15334880. Disponible en: <https://doi.org/10.1166/jnn.2006.121>.
  25. **TAKEUCHI, Kenji et al.** “Oil removing properties of exfoliated graphite in actual produced water treatment”. *Journal of Water Process Engineering* [en línea], 2017, vol. 20, págs. 226–231. [Consulta: 1 mayo 2023]. ISSN 2214-7144. Disponible en: <https://doi.org/10.1016/j.jwpe.2017.11.009>.
  26. **THOMAS, L.** *Carbon Nanotube Sensors - Applications and Advantages*. [blog]. AZO Sensors, 2018. [Consulta: 7 mayo 2023]. Disponible en: [Carbon Nanotube Sensors - Applications and Advantages \(azosensors.com\)](https://www.azosensors.com/blog/Carbon-Nanotube-Sensors-Applications-and-Advantages)
  27. **WANG, Xiao-Di y VINODGOPAL, K.** *Perspective of Carbon Nanotubes* [en línea]. Rijeka: Intechopen, 2019. [Consulta: 1 junio 2023]. Disponible en: <https://doi.org/10.5772/intechopen.86995>.
  28. **YU, Yang et al.**, 2017. “Flexible and transparent strain sensors based on super-aligned carbon nanotube films”. *Nanoscale* [en línea], 2017, vol. 9 (20), págs. 6716–6723. [Consulta: 8 mayo 2023]. ISSN 240-3372. Disponible en: <https://doi.org/10.1039/C6NR09961K>.
  29. **ZHAO, Beihan et al.** “Ultrathin and Ultrasensitive Printed Carbon Nanotube-Based Temperature Sensors Capable of Repeated Uses on Surfaces of Widely Varying Curvatures and Wettabilities”. *ACS Applied Materials and Interfaces* [en línea], 2021, vol. 13 (8), págs. 10257–10270. [Consulta: 8 mayo 2023]. ISSN 19448252. Disponible en: <https://doi.org/10.1021/acsami.0c18095>.

## **CERTIFICACIÓN DE REVISIÓN DE LA ESTRUCTURA**