

UNIVERSIDAD AUTONOMA DE NUEVO LEON

FACULTAD DE CIENCIAS FISICO-MATEMATICAS



SINTESIS DE NONOMATERIALES A PARTIR DE MEZCLAS DE
FERROCENO, AZUCAR Y CARBONO EMPLEANDO LA
IRRADIACION DE MICROONDAS COMO
FUENTE DE CALENTAMIENTO.

TESIS

QUE COMO REQUISITO PARCIAL
PARA LA OBTENCION DEL TITULO DE
LICENCIADO EN FISICA

PRESENTA:

FLOR PEREGRINA HERRERA MARTINEZ

CIUDAD UNIVERSITARIA MARZO DEL 2004.

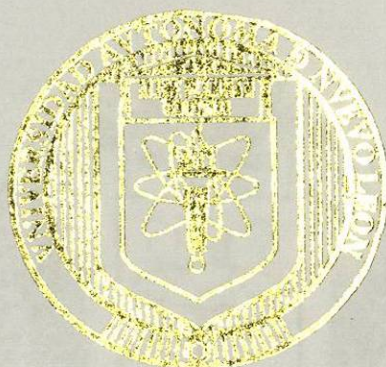
TL
T174
.7
.H47
2004
c.1



1080171465

UNIVERSIDAD AUTONOMA DE NUEVO LEON

FACULTAD DE CIENCIAS FISICO-MATEMATICAS



SINTESIS DE NANOMATERIALES A PARTIR DE MEZCLAS DE
FERROCENIO, AZUCAR Y CARBONO EMPLEANDO LA
IRRADIACION DE MICROONDAS COMO
FUENTE DE CALENTAMIENTO.

TESIS

QUE COMO REQUISITO PARCIAL
PARA LA OBTENCION DEL TITULO DE
LICENCIADO EN FISICA.

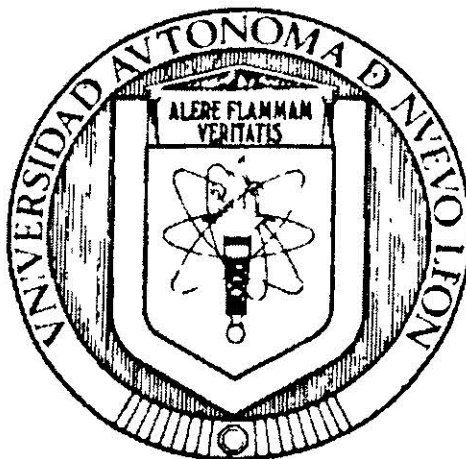
PRESENTA:

FLOR PEREGRINA HERRERA MARTINEZ

CIUDAD UNIVERSITARIA MARZO DEL 2004.

UNIVERSIDAD AUTONOMA DE NUEVO LEÓN

FACULTAD DE CIENCIAS FISICO – MATEMÁTICAS



**SÍNTESIS DE NANOMATERIALES A PARTIR DE MEZCLAS DE
FERROCENO, AZÚCAR Y CARBONO EMPLEANDO LA
IRRADIACIÓN DE MICROONDAS COMO
FUENTE DE CALENTAMIENTO.**

TESIS

QUE COMO REQUISITO PARCIAL PARA LA OBTENCIÓN
DEL TÍTULO DE LICENCIADO EN FÍSICA

PRESENTA:

FLOR PEREGRINA HERRERA MARTÍNEZ

AGRADECIMIENTOS.

A la **Universidad Autónoma de Nuevo León** y a la **Facultad de Ciencias Físico – Matemáticas**, por el apoyo brindado durante la duración de mi carrera.

A la **Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica** y su laboratorio de posgrado, por brindarnos la oportunidad de trabajar con el equipo necesario para el análisis de nuestras muestras, en especial a la **M. S. Claudia López González**, por su apoyo técnico en el análisis.

A la **Facultad de Ciencias Biológicas**, en especial al **Dr. Jorge Luis Hernández Piñero**, por su apoyo en la obtención de imágenes necesarias para documentar el presente trabajo.

A la **Dra. Oxana Vasilievna Kharissova**, por su apoyo en la realización de esta tesis, por sus consejos y su paciencia durante la elaboración de la misma.

A mis compañeros, **Lizeth Berenice Gutiérrez Salazar**, **Jesús Antonio Rangel Cárdenas** y **Juan Carlos Martínez García**, por su gran ayuda en el análisis de las muestras.

A mis revisores de tesis, **M. C. Carlos Martínez Hernández**, **Dr. Rubén Morones Ibarra** y **Dr. Héctor Martín Guerrero Villa** por sus consejos para la culminación de esta tesis.

Y por ultimo, pero no por ello menos importante, a **Dios**, por permitirme llegar hasta aquí, y darme la oportunidad de escoger un nuevo camino, tomando esto no como un final, sino como un inicio.

Muchas Gracias.

Este trabajo es la firma del primer capítulo de mi vida, pero esto no significa que dejaré de escribir en mi libro de sueños, "Un sueño por estrella, y una estrella en mi libro por cada sueño cumplido" y a punto de cruzar la línea que divide lo que tengo de lo que hay mas allá, en la búsqueda de más estrellas para mi libro, me he dado el lujo de comprobar y hacer más estas palabras de santa Teresa de Ávila:

"...porque después de todo he comprobado que lo que tiene el árbol del florido vive de lo que tiene sepultado."

A todos el que lea esta tesis:

"Se tormenta, date la oportunidad de poder cantar tu vida, hazla una sinfonía, píntala de colores, planta un árbol, busca un amigo, sigue tus sueños, busca ilusiones y al final de cada día, no se te olvide dar gracias a Dios por lo que te puso en el camino, pues fue lo que necesitabas para crecer, cree en todo lo que hagas y pase lo que pase, nunca defraudes al hombre o mujer del espejo. Esto es lo que he aprendido en mis escasos años de vida y hoy quiero compartirlo contigo".

*Mamá, Gely y Alan (mi pequeño gigante),
Ustedes son mi motor de vida.
Gracias por creer siempre en mi, incluso cuando yo misma no lo hice.
Su cariño y abrazos me han hecho crecer y ser la mujer que hoy soy
este trabajo es para ustedes, mi pequeña gran familia.*

*Papá,
sin el coraje que me diste, jamás lo hubiera logrado
Así que esto también es para ti.
Te debo mi gusto por la ciencia, gran parte de mi carácter lleva tu firma
Me apoyaste en una elección de carrera nada común, y creíste en mi capacidad para
terminarla. Por el día en que me pensaste grande, espero nunca defraudarte.*

*Llito, llita, tía Koko y tía Betty,
ciertamente sus oraciones han ido cerca de mi.
Espero nunca separarme de ellas, gracias por brindármelas,
su apoyo ha significado mucho mas de lo que muestro.*

*Mis amigos, los hermanos que Dios me dio la oportunidad de escoger,
Siempre que necesite una palabra de aliento, la tuve de ustedes.
Gracias a su presencia en mi vida puedo decir, que aún lejos de mi familia,
junto a ustedes nunca me sentí sola.
Por el hombro en que lloré, la mano que me levantó, el consejo que pedí, y la sonrisa que
siempre me dieron, Muchas gracias.*

*A todos ustedes,
por estar aquí y ahora, los amo, y aunque lo parezca, nunca los olvido,
así que nunca me olviden.
Esto va por todos.*



Flor Peregrina Herrera Martínez .

ÍNDICE

| | Página |
|--|--------|
| Resumen. | 2 |
| Capítulo I. Nanotecnología | 6 |
| 1.1 ¿Qué es la nanotecnología? | 6 |
| 1.2 Reseña Histórica. | 10 |
| Capítulo II. Aplicaciones de la nanotecnología. | 14 |
| 2.1 Potenciales aplicaciones medicas. | 16 |
| 2.2 Músculos artificiales. | 17 |
| 2.3 Potenciales aplicaciones espaciales. | 18 |
| 2.4 Potenciales aplicaciones militares. | 19 |
| 2.5 Aplicaciones en la técnica electrónica. | 20 |
| 2.6 Potenciales aplicaciones ambientales. | 21 |
| 2.7 Nanorobots. | 21 |
| Capítulo III. Tipos y estructuras de nanotubos. | 23 |
| 3.1 El carbono y sus formas alotrópicas. | 23 |
| 3.2 Clasificación de los nanotubos de carbono. | 28 |
| 3.2.1 El vector helicoidal: C_h . | 31 |
| Capítulo IV. Métodos de síntesis de nanotubos. | 33 |
| 4.1 Método de síntesis de vaporización láser. | 34 |
| 4.2 Método de arco para sintetización de nanotubos de carbono. | 35 |
| 4.3 Método Kroto. | 37 |
| 4.4 Método de depositación termoquímica de vapor. | 37 |

| | Página |
|---|--------|
| Capítulo V. Técnicas de análisis. | 39 |
| 5.1 Microscopio Electrónico de Barrido. | 39 |
| 5.2 Descripción del Microscopio Electrónico de Barrido (MEB). | 41 |
| 5.3 Microscopio Electrónico de Transmisión. | 42 |
| 5.4 Descripción del Microscopio Electrónico de Transmisión (TEM). | 44 |
| 5.5 Comparación entre TEM y SEM. | 46 |
| Capitulo VI. Diseño Experimental. | 50 |
| 6.1 Los precursores. | 50 |
| 6.1.1 Ferroceno. | 50 |
| 6.1.2 Azúcar. | 53 |
| 6.2 Uso de microondas en la sintetización de nanotubos. | 55 |
| 6.3 Preparación de muestras y descripción del experimento. | 57 |
| Capitulo VII. Análisis y discusión de resultados. | 59 |
| 7.1 Antecedentes de una muestra de 100% azúcar comercial. | 59 |
| 7.2 Antecedentes de una muestra de 100% grafito. | 63 |
| 7.3 Análisis de 50% azúcar comercial – 50% grafito. | 67 |
| 7.4 Análisis de 75% azúcar comercial – 25% grafito. | 70 |
| 7.5 Análisis de 100% ferroceno. | 73 |
| Capitulo VIII. Conclusiones. | 77 |
| Capitulo IX. Recomendaciones. | 79 |
| Referencias. | 80 |
| Resumen Autobiográfico. | 85 |

ÍNDICE DE TABLAS

| Tabla | Descripción | Página | Capítulo |
|--------------|--|---------------|-----------------|
| I.I | Equivalencias en el sistema métrico decimal. Medidas lineales y de masa. | 8 | I |
| I.II | Tabla de prefijos para unidades métricas. | 9 | I |
| III.I | Alótropos del carbono. | 23 | III |
| III.II | Propiedades físicas de los nanotubos. | 28 | III |
| III.III | Propiedades de materiales a base de fibras. | 29 | III |
| III.IV | Clasificación de los nanotubos. | 31 | III |
| VI.I | Algunas propiedades del ferroceno. | 51 | VI |
| VI.II | Composición de las muestras. | 57 | VI |
| VIII.I | Resultados obtenidos a partir de las muestras propuestas. | 75 | VIII |

ÍNDICE DE FIGURAS

| Figura | Descripción | Página | Capítulo |
|---------------|---|---------------|-----------------|
| 1.1 | Ciencias comprometidas con la nanotecnología. | 7 | I |
| 1.2 | Richard Phillips Feynman, (11 de mayo de 1918, New York, USA. - 15 de febrero de 1988, Los Angeles, CA, USA) está considerado como uno de los más importantes científicos de la historia de la Humanidad y ha sido uno de los más populares físicos del siglo XX. | 11 | I |
| 1.3 | Imagen obtenida por TEM mostrando nanotubos de carbono con un diámetro menor a 10 nm. | 12 | I |
| 2.1 | Nanomáquina. Sus partes constan de cientos de átomos. Máquinas completas controladas con computadora serán medidas en nanómetros. | 15 | II |
| 2.2 | Fue desarrollado el compuesto derivado de C_{60} que aparentemente ayudaría con el problema de virus HIV: p, p'-bis (2-aminoethyl)diphenyl C_{60} . | 16 | II |
| 2.3 | Transistor hecho con nanotubos multicapa. | 20 | II |
| 2.4 | Imagen generada por computadora representa las posibles aplicaciones de la nanotecnología. | 22 | II |
| 3.1 | Estructuras cristalinas de: a) grafito y b) diamante. | 24 | III |
| 3.2 | Estructura del C_{60} . | 25 | III |
| 3.3 | Estructura cristalina del C_{60} . | 26 | III |
| 3.4 | La secuencia de los fullerenos. | 27 | III |
| 3.5 | Clasificación de los nanotubos de carbono: a) sillón, b) zigzag, y c) helicoidal. | 30 | III |
| 3.6 | Nanotubo desenrollado. Cuando conectamos los sitios O con A y B con B' un nanotubo puede ser construido. | 32 | III |

| Figura | Descripción | Página | Capítulo |
|---------------|--|---------------|-----------------|
| 4.1 | Los nanotubos monocapa son producidos en un tubo de cuarzo calentado a 1200 °C utilizando un blanco de grafito y un colector de cobre para nanotubos. | 35 | IV |
| 4.2 | Vista de un generador de arco que puede ser utilizado para sintetizar nanotubos de carbono. | 36 | IV |
| 4.3 | Ejemplo de nanotubos multicapa. Imagen obtenida por TEM. a) Mostrando solo las puntas y b) mostrando la madeja de nanotubos multicapa utilizando para el crecimiento Ru y Fe como catalizadores. | 38 | IV |
| 5.1 | Esquema de un microscopio electrónico de barrido (SEM). | 41 | V |
| 5.2 | Diagrama de un microscopio electrónico de transmisión (TEM). | 45 | V |
| 5.3 | Tamaños relativos de las células y sus componentes. | 49 | V |
| 6.1 | Estructura del ferroceno. | 51 | VI |
| 6.2 | Diversas estructuras propuestas para el ferroceno. | 52 | VI |
| 6.3 | Clasificación del los glúcidos. | 54 | VI |
| 6.4 | Estructura de la sacarosa. Peso molecular: 342.3 u.m.a., formula: C ₁₂ H ₂₂ O ₁₁ . | 55 | VI |
| 6.5 | Muestras en proceso de calentamiento. | 58 | VI |
| 6.6 | Muestra 3 dentro del horno de microondas después del calentamiento. | 58 | VI |
| 7.1 | Imagen obtenida por SEM de una muestra procesada por microondas de azúcar. Mag.= 600x. | 59 | VII |
| 7.2 | Ampliación de la figura anterior. Se muestran las dimensiones de la cuerda formada por nanofibras de azúcar. Mag. = 3.00K x. | 60 | VII |
| 7.3 | Imagen SEM. Diámetros de las nanofibras producidas. Mag. = 10.05 K x. | 61 | VII |
| 7.4 | Esta película delgada, tuvo una formación muy particular ya que su perímetro es un círculo aparentemente perfecto. Imagen SEM. Mag.=387x. | 62 | VII |

| Figura | Descripción | Página | Capítulo |
|---------------|--|---------------|-----------------|
| 7.5 | Imagen obtenida por TEM de una muestra procesada por calentamiento de microondas de composición 50% grafito, 50% azúcar calcinada. | 63 | VII |
| 7.6 | Calentamiento por microondas del grafito. | 63 | VII |
| 7.7 | Medición de nanotubos obtenidos de grafito. Mag. = 33.00 K x. | 64 | VII |
| 7.8 | Imagen SEM. Muestra 100% grafito procesada por calentamiento de microondas. Mag. =10.16 K x. | 65 | VII |
| 7.9 | Imagen SEM. Nanotubos multicapa a partir del procesamiento por microondas del grafito. Mag.=10.00K x. | 65 | VII |
| 7.10 | Imagen TEM. Nanotubos multicapa a partir del procesamiento por microondas del grafito. | 66 | VII |
| 7.11 | Imagen obtenida por TEM de nanotubos de carbono | 67 | VII |
| 7.12 | Imagen SEM. Muestra 50% azúcar, 50% grafito, antes de terminar el proceso de calentamiento. Los pequeños puntos que se ven son los inicios del crecimiento de nanotubos. Mag.=1.6 K x | 68 | VII |
| 7.13 | Imagen SEM. Formación de nanofibras antes de terminado el proceso de calentamiento. Mag. = 20.00 K x. | 68 | VII |
| 7.14 | Imagen SEM. Mag. =10.00 K x. El crecimiento de nanotubos, aunque se da, no es tan buena como esperábamos. | 69 | VII |
| 7.15 | Imagen obtenida por SEM. Muestra 1. Mag.=20.00 K x | 70 | VII |
| 7.16 | Imagen obtenida por SEM. Mag.=13.45 K x. Partes considerables de la muestra no aprovecharon el proceso de calentamiento | 71 | VII |
| 7.17 | Imagen obtenida por TEM. Únicamente nanofibras son obtenidas de la combinación 75% azúcar, 25% grafito. Mag. = 99, 360 x | 71 | VII |
| 7.18 | Imagen obtenida por TEM. Mag.=255000 x. Acercamiento de las nanofibras obtenidas en esta investigación. | 72 | VII |

| Figura | Descripción | Página | Capítulo |
|---------------|---|---------------|-----------------|
| 7.19 | Imagen SEM de la muestra 3. podemos ver nanotubos alineados y verticales. Mag.= 10.00 K x | 73 | VII |
| 7.20 | Imagen SEM. Mag.=20.00 K x. Podemos ver partículas de hierro en las puntas de los nanotubos como catalizadores. | 74 | VII |
| 7.21 | Imagen SEM. Mag.=20.00 K x. Viendo “hacia abajo” en la muestra podemos apreciar la alineación de los nanotubos y considerar esta parte del experimento un éxito | 75 | VII |
| 7.22 | Imagen TEM. Mag.=255000 x. Nanotubo a partir de calentamiento por irradiación de microondas de ferroceno. | 76 | VII |

RESUMEN

“Se estima que la nanotecnología, que brotó recién en los últimos años, había provocado la creación de 275 empresas hasta 1996, con ingresos por 5 mil millones de dólares”¹.

Con el paso del tiempo, hemos podido ver como los artículos tecnológicos han disminuido su tamaño. El ritmo de vida que llevamos en la actualidad exige que comodidad y eficacia sean dos características primordiales en artefactos que aunque en un principio fueron lujos, hoy se han convertido en una necesidad.

En un tiempo llegamos a pensar que las cosas no podrían ser mas pequeñas, imaginamos imposible el poder manipular átomos, sin embargo aquello que alguna vez fue fantasía, e incluso locura, ahora es una realidad y gracias a la nanotecnología (ciencia que tiene un nombre cada vez más pronunciado), ahora somos testigos de esta miniaturización y esto ha permitido el desarrollo tan fenomenal de las últimos décadas.

Nanotecnología, en griego, nanos significa "enano". Hoy esta palabra se refiere a la materia creada por el hombre que, por su tamaño, es invisible sin la ayuda de un microscopio. “La nanotecnología es, por ahora, nanociencia, trata de estudiar y

encontrar formas de manipular la materia en una escala que el ojo humano no puede captar, la escala del nanómetro (la milmillonésima parte de un metro).

Aunque las primeras bases teóricas sobre nanotecnología datan de finales de los años 50, no fue hasta 1980 cuando volvió a aparecer con fuerza de la mano de un ingeniero del MIT, Eric Drexler, quien publicó los primeros estudios en los que se mostraban las claves de esta ciencia. Hoy día, Drexler está considerado el padre de la nanotecnología y sus teorías comienzan a considerarse como la próxima revolución tecnológica, quizás la mayor de la historia de la humanidad².

La miniaturización no es suficiente, no crea perspectivas, y es claro que tarde o temprano llegaremos al límite. Feynman hablaba de las fronteras de la física, del mundo que existe a escala molecular, atómica y subatómica; hablaba de miniaturizar las computadoras, construir maquinaria de tamaño molecular y herramientas de cirugía capaces de introducirse en el cuerpo del paciente y operar desde el interior de sus tejidos. Según explicaba Feynman entonces, se trataba de “un campo que tendrá un número enorme de aplicaciones técnicas”².

La nanotecnología tiene potencial para cambiarlo todo: las medicinas y la cirugía, la potencia de la informática, los suministros de energía, los alimentos, los vehículos, las técnicas de construcción de edificios y la manufactura de tejidos. Y ya empieza a interesar a gobiernos, inversores, empresas y científicos. Ya son muchos los logros de la nanotecnología: desde nuevos métodos para almacenar y manipular información (la optoelectrónica, las computadoras cuánticas y moleculares...), hasta máquinas minúsculas con átomos (como los motores de carbón fabricados en Alemania en 1992). La nanotecnología comprende básicamente un conjunto de técnicas con aplicaciones potenciales en la mayoría de los sectores industriales que

existen en la actualidad, y con el potencial de ayudar a crear nuevas industrias. Estas técnicas comparten el objetivo de hacer cosas cada vez más pequeñas².

En 1991 Sumio Iijima encontró que el carbono podría formar fullerenos alargados o tubos muy pequeños llamados nanotubos. Estos últimos han revolucionado la tecnología del carbono, ya que sus propiedades mecánicas son sorprendentes, lo que hace importante el producirlos con determinadas dimensiones y características³.

En 1820 el científico inglés Faraday descubrió la ley de inducción magnética por la que una variación de flujo magnético produce una fuerza electromotriz. Alguien le preguntó, como suele ocurrir con un gran descubrimiento científico: “¿Para que sirve esto?”. Solo descubrió que circulaba una corriente pequeña por un hilo cuando se movía un imán. La contestación fue: “¿Para que sirve el nacimiento de un niño?”. El resultado es que toda la tecnología eléctrica moderna empezó con el descubrimiento de Faraday⁴.

Esta es solo una pequeña muestra de cómo puede cambiar el rumbo de la tecnología y quizá como consecuencia, el rumbo de nuestras vidas, un descubrimiento que parece pequeño, e incluso irrelevante. Esto lo vemos casi todos los días, lo que nos hace apreciar los trabajos que muchos consideran pequeños y muchas veces sin mayor trascendencia. Los descubrimientos en nanotecnología nos muestran que, además de que la ciencia y la tecnología van de la mano, lo pequeño en tamaño puede ser lo mas grande que se puede conocer.

El objetivo de este trabajo de investigación es verificar la existencia de nanotubos en la superficie de muestras obtenidas mediante calentamiento de grafito, ferroceno, azúcar y algunas de sus combinaciones, utilizando al irradiación de microondas como fuente de calentamiento por un tiempo determinado, haciendo uso de microscopía electrónica de barrido (SEM) y microscopía electrónica de transmisión (TEM), para el análisis correspondiente.

CAPITULO I

NANOTECNOLOGÍA.

1.1 ¿Qué es la nanotecnología?

Mucho se habla en los últimos tiempos acerca de la nanotecnología y todas las maravillas que se pueden hacer con ella, sin embargo, pocas personas saben realmente qué es y cuáles son sus inicios. La nanotecnología se define como el arte y la ciencia de construir artículos complejos y prácticos con una precisión atómica. En un esfuerzo por construir máquinas sumamente útiles, los estudiosos de la nanotecnología aplicaron las técnicas de la ingeniería a los conocimientos generados por las ciencias que estudian estructuras moleculares⁵. Sin lugar a dudas, en este siglo, la ingeniería molecular emergerá como un negocio multimillonario y dominará varios terrenos de la economía.

Para un entendimiento completo de ingeniería molecular se requiere el estudio de diversos campos, incluyendo física, química, biología molecular, y por supuesto ciencias computacionales (Figura 1.1).

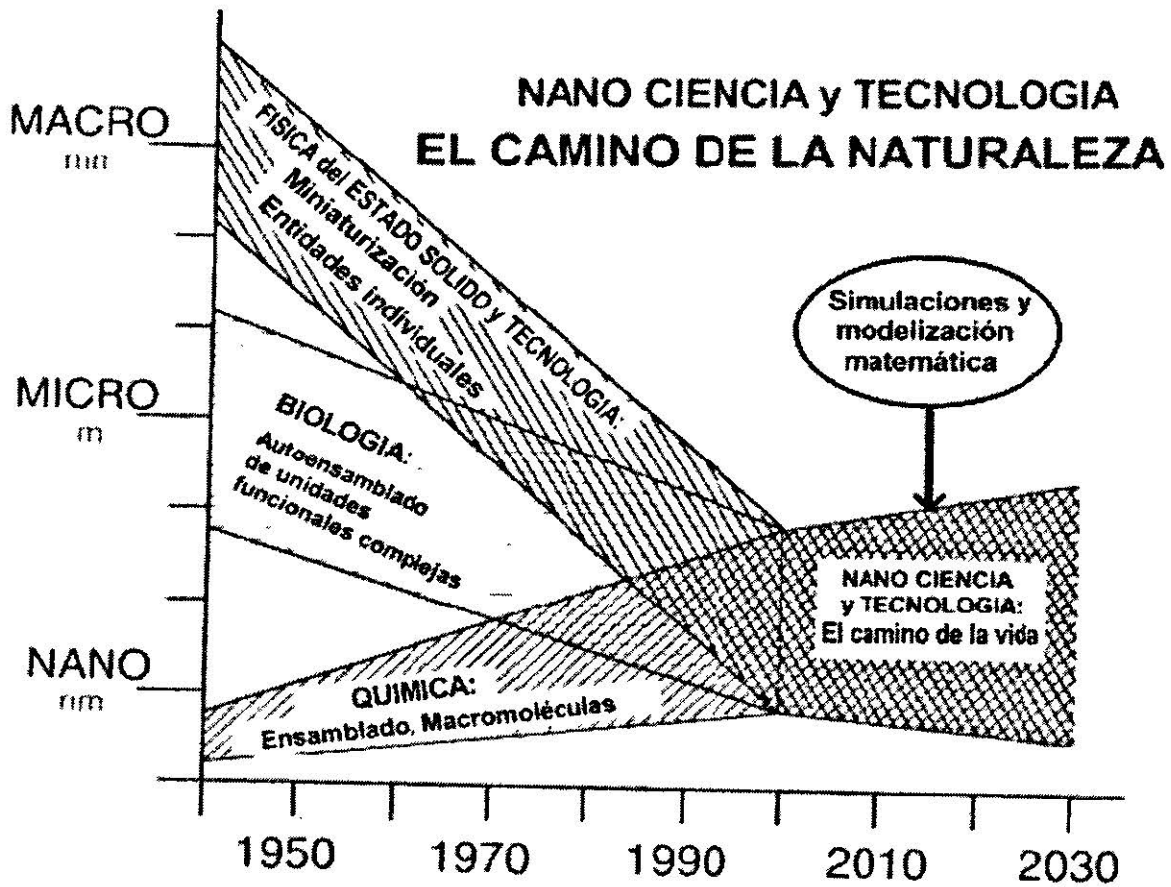


Figura 1.1 Ciencias comprometidas con la nanotecnología ⁴.

La meta de la nanotecnología es la construcción de un amplio rango de artefactos cuyos componentes son medidos en nanómetros o billonésimas de metro (Tablas I.I y I.II). Para captar intuitivamente la longitud de un nanómetro, consideremos un cabello humano. Típicamente suele tener un espesor de unos 100 micrómetros (μm). Una bacteria normal es unas 100 veces más pequeña, con un diámetro de alrededor de 1 μm . Un virus del resfriado común es aproximadamente 10 veces menor, con un tamaño de unos 100 nm. Una proteína típica de las que componen la envoltura de dicho virus tiene unos 10 nm de espesor ⁵.

Tabla I.I Equivalencias en el sistema métrico decimal. Medidas lineales y de masa ⁶.

MEDIDAS LINEALES (LONGITUD)

| | |
|-----------------------|--|
| 1/10 de metro (m) | = 1 decímetro (dm) |
| 1/10 de decímetro | = 1 centímetro (cm) |
| 1/10 de centímetro | = 1 milímetro (mm) |
| 1/1.000 de milímetro | = 1 micrómetro (μm), antiguamente micrón |
| 1/1.000 de micrómetro | = 1 nanómetro (nm) |
| 100 metros | = 1 hectómetro (hm) |
| 10 hectómetros | = 1 kilómetro (km) |
| 1.000 kilómetros | = 1 megámetro (Mm) |

MASA

| | |
|----------------------|----------------------------------|
| 1/1.000 de gramo | = 1 miligramo (mg) |
| 1/1.000 de miligramo | = 1 microgramo (μg) |
| 1.000 gramos | = 1 kilogramo (kg) |
| 1.000 kilogramos | = 1 tonelada (megagramo) (t) |

Tabla I.II Tabla de prefijos para unidades métricas ⁷.

| PREFIJO | SÍMBOLO | AUMENTO O DISMINUCIÓN DE LA UNIDAD |
|---------|---------|--|
| exa | E | 1.000.000.000.000.000.000 (un trillón) |
| peta | P | 1.000.000.000.000.000 (mil billones) |
| tera | T | 1.000.000.000.000 (un billón) |
| giga | G | 1.000.000.000 (mil millones) |
| mega | M | 1.000.000 (un millón) |
| kilo | k | 1.000 (un millar, mil) |
| hecto | h | 100 (un centenar, cien) |
| deca | da | 10 (una decena, diez) |
| deci | d | 0,1 (un décimo) |
| centi | c | 0,01 (un centésimo) |
| mili | m | 0,001 (un milésimo) |
| micro | μ | 0,000001 (un millonésimo) |
| nano | n | 0,000000001 (un milmillonésimo) |
| pico | p | 0,000000000001 (un billonésimo) |
| femto | f | 0,000000000000001 (un milbillonésimo) |
| atto | a | 0,000000000000000001 (un trillonésimo) |

Estos prefijos pueden agregarse a la mayoría de las unidades métricas para aumentar o disminuir su cuantía. Por ejemplo, un kilómetro es igual a 1.000 metros.

1.2 Reseña histórica.

La temprana historia de las fibras de carbono fue estimulada por la necesidad de materiales con propiedades especiales, estas fibras son los análogos en el mundo macroscópico de los nanotubos. La primer fibra de carbono fue preparada por Thomas A. Edison para proveer de un filamento a un modelo temprano de la bombilla eléctrica⁸. Seguido de este trabajo de Edison, los descubrimientos acerca de estas fibras de carbono fueron mas lentos, ya que estos filamentos fueron reemplazados por una filamento de tungsteno. Sin embargo, los descubrimientos en fibras de carbono y filamentos siguieron a través del trabajo de Schützenberger y Schützenberger⁹, y otros. El interés por las fibras de carbono renació en los años 50's con la industria espacial y aérea y su necesidad de fibras fuertes y ligeras que pudieran ser utilizadas en materiales compósitos con propiedades mecánicas superiores. A finales de los 50's y en los 60's se encuentra un periodo de intensa actividad en la Union Carbide Corporation, la Aerospace Corporation y muchos otros laboratorios alrededor del mundo. Este estímulo también llevo al crecimiento de "bigotes" de carbono¹⁰, lo cual se convirtió en referencia de discusión de las propiedades mecánicas y elásticas de las fibras de carbono.

El crecimiento de los bigotes de carbono fue inspirado por el crecimiento exitoso de filamentos cristalinos en ese tiempo por varios metales como el hierro, no metales como el silicio y óxidos como el Al_2O_3 , y por estudios teóricos¹¹, mostrando propiedades metálicas superiores para estas estructuras¹².

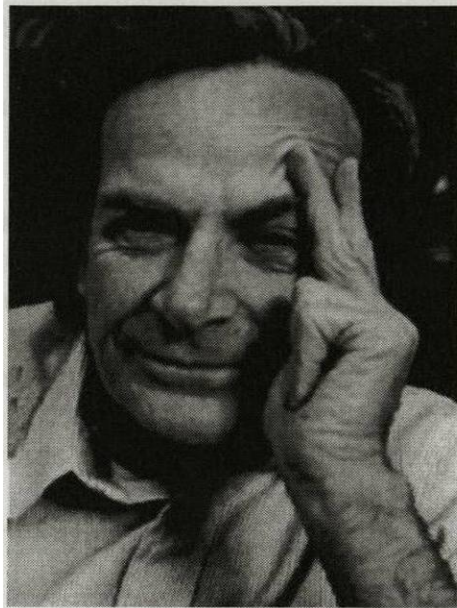


Figura 1.2 *Richard Phillips Feynman, (11 de mayo de 1918, New York, USA. - 15 de febrero de 1988, Los Angeles, CA, USA) está considerado como uno de los más importantes científicos de la historia de la Humanidad y ha sido uno de los más populares físicos del siglo XX*¹³.

Richard Feynman (Figura 1.2), físico estadounidense dio una conferencia ante la American Physical Society el 29 de diciembre de 1959, titulada “Hay mucho sitio en lo más bajo”. En dicha conferencia, Feynman trató sobre los beneficios que supondría para la sociedad el que fuéramos capaces de manipular la materia y fabricar artefactos con una precisión de unos pocos átomos, lo que corresponde a una dimensión de 1 nm, aproximadamente. Pronosticó correctamente, por ejemplo, el impacto que tendría la miniaturización sobre las capacidades de las computadoras; también predijo el desarrollo de los métodos que se emplean en la actualidad para fabricar circuitos integrados, y la aparición de técnicas para trazar figuras extremadamente finas mediante haces de electrones. Cuarenta años después de aquella conferencia, los expertos que trabajan en el campo de la nanotecnología están

empezando a poner en práctica algunas de las ideas propuestas originalmente por Feynman, y muchas más que no se previeron entonces¹⁴.

Mientras que la investigación del crecimiento de las fibras de carbono se daba en una escala micrométrica, el crecimiento de filamentos de diámetro muy pequeño, como se muestra en la Figura 1.3, fue ocasionalmente observado y reportado¹⁵. En lo correspondiente a estudios de filamentos de carbono, se dio el crecimiento de un tubo hondonado y este fue reportado¹⁷.

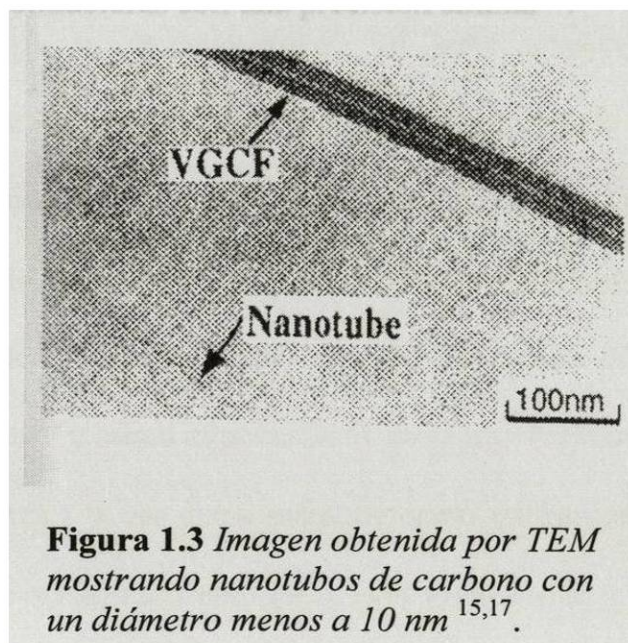


Figura 1.3 Imagen obtenida por TEM mostrando nanotubos de carbono con un diámetro menos a 10 nm^{15,17}.

El término ‘nanotecnología’ fue acuñado por Nomo Taniguchi en 1974 en relación con la fabricación de productos mediante métodos de mecanizado. Taniguchi mostró cómo la tendencia a aumentar la precisión de fabricación estaba llevando inexorablemente al punto en que, en el año 2000, las piezas fabricadas con un mecanizado “normal” tendrían una precisión de 1 μm , mientras que el mecanizado

“de precisión” supondría una precisión de 10 nm y el “ultrapreciso” de hasta 1 nm. Sus predicciones demostraron en muchos casos ser correctas¹⁴.

Gerd Binnig y Heinrich Rohrer, hicieron en 1982 el descubrimiento que abrió el camino a la nanotecnología, diseñando el microscopio de efecto túnel lo que les valió el Premio Nobel en 1986. este dispositivo nos brindó las primeras imágenes de átomos individuales¹⁸. Una limitante que mostraba el microscopio de tunelamiento, fue que solo obtenía imágenes de superficies conductoras, limitación superada por el microscopio de fuerza atómica, el cual obtiene imágenes de superficies no conductoras con una precisión similar¹⁹.

CAPITULO II

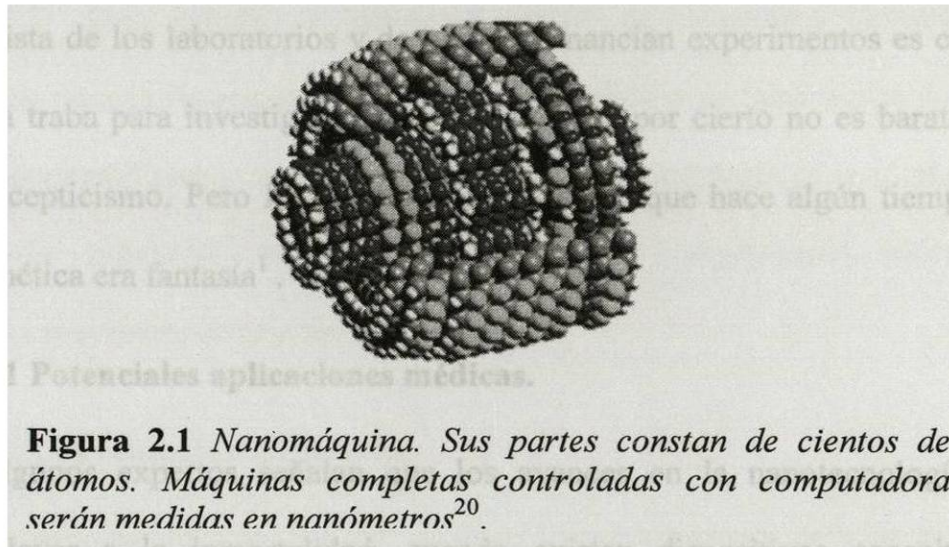
APLICACIONES DE LA NANOTECNOLOGÍA.

El futuro siempre ha sido un tema de discusión en cada uno de los círculos de nuestra sociedad, se muestra como un tema apasionante, y nos mantenemos expectantes ante los avances que da la tecnología, donde suceden cosas inesperadas. La ola de cambios que puede traer la nanotecnología puede ser todavía más impresionante de lo que ya ha sido. Ciertamente, alrededor de la nanotecnología hay muchas opiniones diversas, como las hay alrededor de cualquier descubrimiento científico reciente, y como espectadores podemos formar parte de cualquier opinión que nos convenza, y ver estos avances como catástrofe o como verdaderos pasos hacia delante en el mejoramiento de nuestra vida laboral y personal.

Los nanotubos son los primeros elementos de una clase muy numerosa de objetos que sean a la vez excelentes moléculas y excelentes conductores.

El primer grupo de aplicaciones es de naturaleza macroscópica: construcción de vehículos espaciales, aviones y vehículos terrestres ligeros. Si los costos lo permiten, se pueden utilizar como parte de puentes o rascacielos antisísmicos. Como municiones o escudos antibalas ligeros. Para esto es necesario poder fabricar en serie nanotubos de una gran longitud y libres de defectos. La estructura hueca de los

nanotubos (particularmente de nanotubos de tipo multicapa) es aparentemente la responsable de que puedan recobrar su volumen inicial después de ser deformados por una compresión. Esta propiedad es indispensable en la fabricación de los materiales para absorber choques²¹.



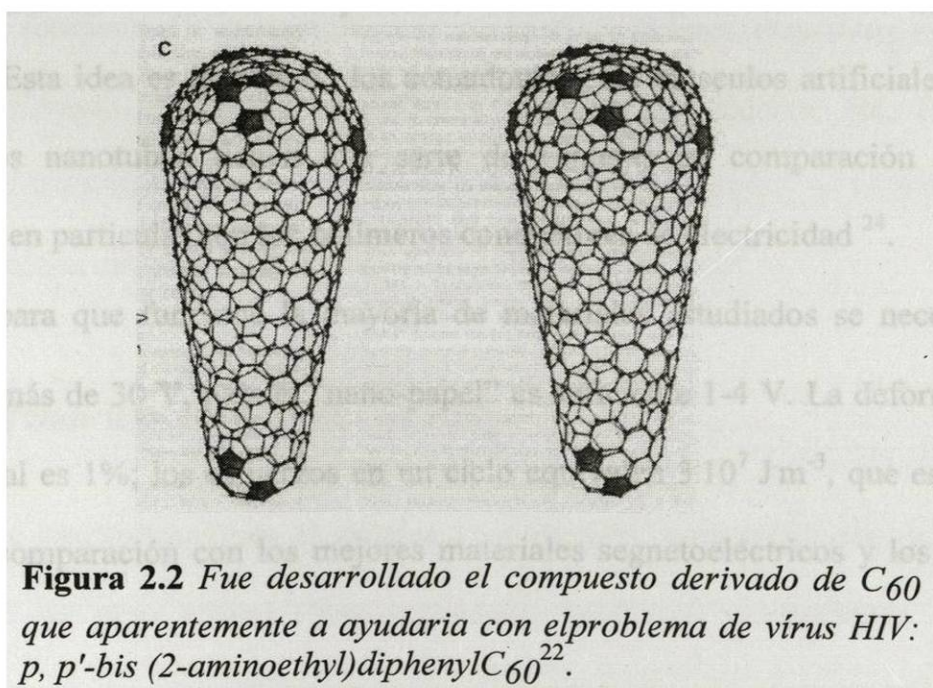
Las máquinas propuestas por Feynman están hechas con componentes moleculares, con lo que sistemas tales como engranajes se montarían a partir de componentes moleculares que girarían y se entrelazarían. Se han sugerido múltiples aplicaciones para estas 'nanomáquinas' (Figura 2.1), que incluso podrían introducirse en el cuerpo humano para detectar y reparar daños en las células. Muchos científicos consideran que es poco probable que eso se haga realidad en un futuro cercano, si es que se consigue alguna vez. Sin embargo, se han producido una serie de avances científicos independientes que han ayudado a legitimar las ideas de Drexler. Entre ellos ha estado la invención del microscopio túnel de barrido (siglas en inglés de Scanning Tunnelling Microscope, STM) desarrollado en 1981. Este microscopio

utiliza un fenómeno de la física cuántica, denominado efecto túnel, para proporcionar imágenes detalladas de sustancias conductoras de electricidad. La sonda se coloca a una distancia de pocos ángstrom de la superficie del material y se aplica un voltaje pequeño entre la superficie y la sonda.

Los obstáculos en el camino, sin embargo, son diversos. La mentalidad cortoplacista de los laboratorios y de quienes financian experimentos es considerada como una traba para investigar en este campo, que por cierto no es barato. Y luego está el escepticismo. Pero los nanotecnólogos dicen que hace algún tiempo se creía que la genética era fantasía¹.

2.1 Potenciales aplicaciones médicas.

Algunos expertos señalan que los avances en la nanotecnología, podrían incluso llevar a la inmortalidad, cuando existan dispositivos capacitados para modificar estructuras genéticas del ser humano.



Las aplicaciones de la Nanotecnología cambiarán la medicina, las intervenciones quirúrgicas y los sistemas de prevención de las enfermedades. En la actualidad, se está experimentando con el biochip DNA, que transformará los métodos de análisis sanguíneos, puesto que permitirá obtener los resultados de las pruebas de SIDA, tuberculosis y otras enfermedades en tan sólo unos segundos (Figura 2.2). Otro estudio se dirige al diseño de detectores biomoleculares o biosensores para la detección personalizada de ADN o la fabricación de fármacos. Otra de las posibilidades que está abriendo la Nanotecnología es la implantación en un corazón infartado, mediante micromáquinas (angiochips), nuevos vasos sanguíneos para reemplazar a los destruidos²³.

2.2 Los músculos artificiales.

A mediados del siglo XX fue establecido que los grupos de hilos de materiales poliméricos de gel en soluciones ácidos se comprimen y en las básicas se alargan. Se puede utilizar tal fenómeno en práctica, cambiando la dirección de la corriente constante. Esta idea es la base de los actuadores y los músculos artificiales. En este aspecto, los nanotubos tienen una serie de ventajas en comparación con otros materiales, en particular con los polímeros conductores de electricidad²⁴.

Si para que funcione la mayoría de materiales estudiados se necesitaba un voltaje de más de 30 V, para el “nano-papel” es suficiente 1-4 V. La deformación de este material es 1%; los esfuerzos en un ciclo equivalen $3 \cdot 10^7 \text{ Jm}^{-3}$, que es 30 veces mayor en comparación con los mejores materiales segnetoeléctricos y los músculos humanos.

Se reportaron los resultados de estudios electroquímicos del “nano-papel”²⁵. Muestras con la densidad $0.30\text{-}0.40\text{ g cm}^{-3}$, conteniendo nanotubos unidos durante el crecimiento con el diámetro $1.2\text{-}1.4\text{ nm}$, se probaron en diferentes electrolitos, en presencia de iones con bajo y alto peso molecular, a diferentes magnitudes de pH, etc. Se observó que, a diferencia de otras formas del carbono poroso, la capacidad de “nano-papel” casi no depende de los parámetros estudiados (excepto áreas con pH muy altos y muy bajos). Se mostró que los poros dentro de varios nanotubos unidos durante el crecimiento son fácilmente accesibles para los iones de carga y tamaño diferente. La penetración del electrolito en poros no se limita por la difusión, por lo menos en caso de muestras pequeñas.

Los datos obtenidos son importantes para la elaboración posterior de no solamente actuadores electromecánicos, pero también súper condensadores, sensores, etc.

Las áreas de aplicación de músculos artificiales son amplias: actuadores mecánicos, funcionando en condiciones duras (limpiadores exteriores en satélites cósmicos, motores reactivos a 1000°C , etc.), prótesis médicas, etc. El proceso contrario, la transformación de la energía mecánica a la eléctrica, es interesante para crear los equipos eléctricos con uso de fuerza de olas marinas²².

2.3 Potenciales aplicaciones espaciales.

Entre las aplicaciones espaciales encontramos: construcciones de bases de lanzamiento de gran altitud (baja gravedad), vehículos y estaciones espaciales

livianas y superresistentes o hasta naves con velas propulsoras posibilitarán los viajes interestelares (probablemente no para individuos pero sí para generaciones)¹.

2.4 Potenciales aplicaciones militares.

Aunque la guerra es un tema áspero, no deseable y muy difícil de tratar por muchos de nosotros, una tecnología tan pequeña sería sumamente de ayuda en estrategias militares campales, haciendo las batallas un juego de video. Con la utilización de dispositivos inteligentes pequeños, tales como los MEMS (microelectronic mechanical systems)²³ los cuales podrán comunicar y actuar mecánicamente, bajo ordenes dadas, en el sitio e instantes deseados, hará de la guerra del futuro, una guerra donde estos dispositivos se utilizarán como armas limpias guiadas por optimizaciones de programas de computadora cuyas soluciones se irán obteniendo por alimentación de datos obtenidos "in situ". Si agregamos la tecnología computacional de punta con la que cuenta cualquier batallón, las computadoras darán ordenes de actuación a los mismos dispositivos que envían la información o a otros similares que tendrán capacidad de actuación y que estarán prácticamente en el mismo sitio que los informadores.

Este dispositivo en realidad sería un micro robot, el cual llevara un nanosensor de hierro o del material que del que esté hecho un fusil o arma y actuase instantáneamente si la supercomputadora exterior así lo decidiese. Podrían actuar contra los motores de los tanques, otras armas y contra personas determinadas.

También se esta pensando en la posibilidad de que estos dispositivos se regeneren y reproduzcan ellos mismos por técnicas de genética y biotecnología. Esto

será el desarrollo de los dispositivos GNR -genéticos-nanotecnológicos-robóticos²³, que combinan procesos genéticos ayudados por técnicas nanotecnológicas y robóticas.

2.5 Aplicaciones en la técnica electrónica.

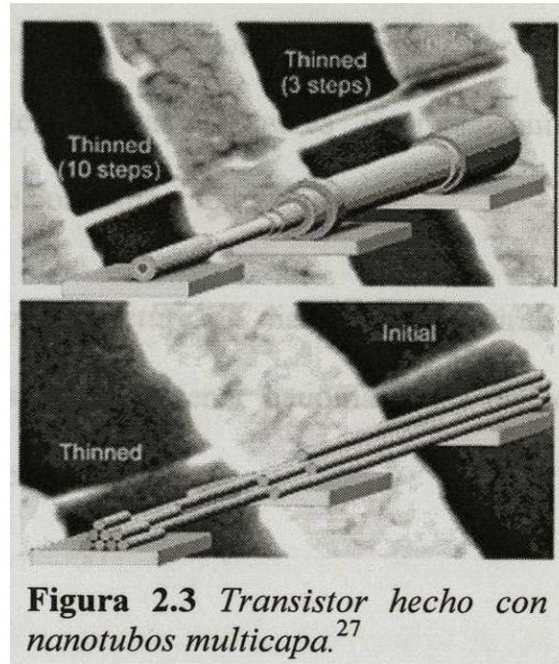


Figura 2.3 Transistor hecho con nanotubos multicapa.²⁷

La miniaturización permanente (disminución del tamaño a la mitad cada 3 años) y aumento de la rapidez de equipos electrónicos en base de silicio no puede tener lugar indefinidamente²⁶. Al pasar de los tamaños de micrómetro a los nm, comienzan los efectos cuánticos, y los materiales cambian su comportamiento.

En el 2002 los científicos de IBM desarrollaron una tecnología para obtención de los transistores, que en algún día puede dar pie a nuevos chips informáticos más pequeños y más rápidos que los que existen actualmente de silicio. (Figura 2.3)

2.6 Potenciales aplicaciones ambientales.

La Nanotecnología podría ser la tecnología salvadora del planeta Tierra, que se vería favorecida con la creación de nuevos materiales, duraderos y capaces de no contaminar. En los procesos productivos no se generarían residuos, las materias primas se podrían fabricar a partir de sus componentes y sin generar subproductos tóxicos, y se aprovecharía la inagotable energía solar. Gracias a la nanotecnología también podríamos tener dietas “normales” sin matar animales. Todas las máquinas podrían ser “libres de contaminación ambiental”.

Materiales con estructura de diamante permitirán reemplazar a los actuales materiales, incluso se podrían tener nanomáquinas que obtengan su energía de la contaminación ambiental¹.

2.7 Nanorobots.

Los nano robots ya han sido explotados en la ciencia ficción y las aplicaciones propuestas pueden ser diversas, las nombradas son aplicadas a la medicina: Mantenimiento del cuerpo por dentro, reparación y recableado de tejido cerebral a control remoto, reparaciones corporales (arterias, cristalino, oído, órganos internos, tumores) sin necesidad de operación (Figura 2.4). La tecnología aún está lejos de producirlos, pero, como en el campo de la Inteligencia Artificial, es una cuestión tan complicada y tan difícil que se avanza en diversos frentes.

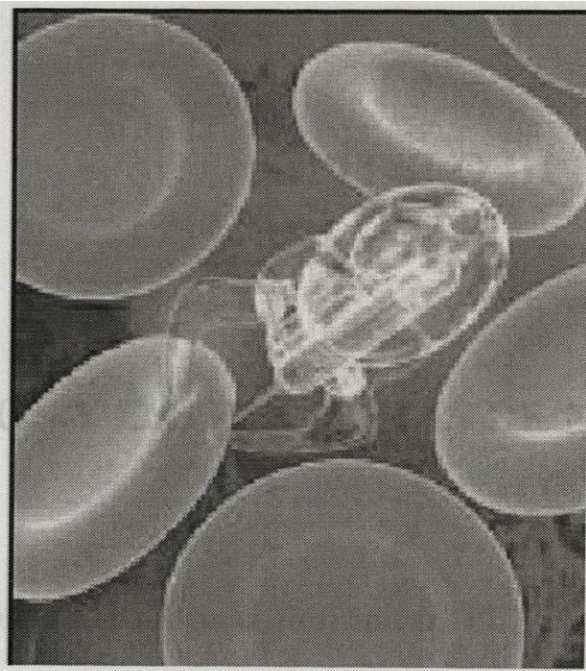


Figura 2.4 Esta imagen generada por computadora representa las posibles aplicaciones de la nanotecnología.²⁸

Una de las áreas sería las herramientas para crear los nanorobots. También se requiere control, y aquí entra un mundo diferente al de los sensores nanoscópicos, las matrices de tamaños de nanómetros y las moléculas gigantes: la computación a nivel de la nanotecnología. Hace años que se diseñan compuertas lógicas mecánicas compuestas de unos pocos átomos y parecería que sólo se esperan las herramientas necesarias para construirlas. El panorama no es tan simple, pero existen innumerables laboratorios trabajando en la "inteligencia" nanométrica²⁹.

CAPÍTULO III

TIPOS Y ESTRUCTURAS DE NANOTUBOS.

3.1 El carbono y sus formas alotrópicas.

El carbono se encuentra en la naturaleza en cuatro formas alotrópicas: grafito, diamante, fullerenos y nanotubos (Figuras 3.1, 3.2, 3.3). Los dos primeros son los mas conocidos, sin embargo, nuestra atención se centrará en los dos últimos, ocupándonos especialmente del grafito mas adelante.

Tabla III.I Alótropos del carbono³⁰.

| Alótropo | C ₆₀ | Nanotubo | Grafito | Diamante |
|--------------------------------|----------------------------|-----------------------|------------------------------|--------------|
| Densidad (gr/cm ³) | 1.72 | 1.2 – 2.0 | 2.26 | 3.515 |
| Longitud de enlace (Å) | 1.40 (C=C) 1.46 (C - C) | 1.44 (C = C) | 1.42 (C = C) 1.44 (C = C) | 1.54 (C - C) |
| Propiedades electrónicas | semiconductor | Metal o semiconductor | semimetal | aislante |

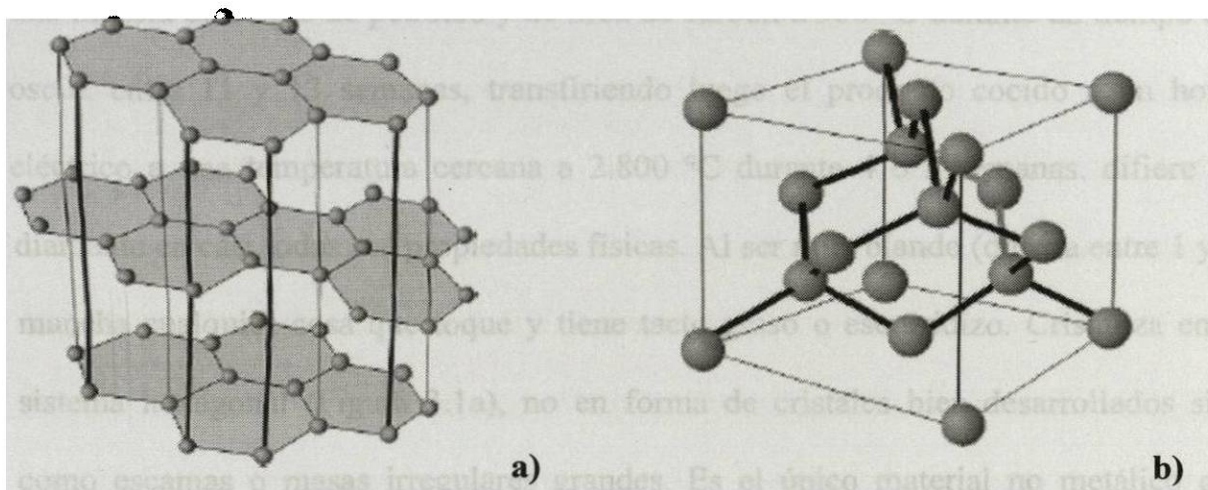


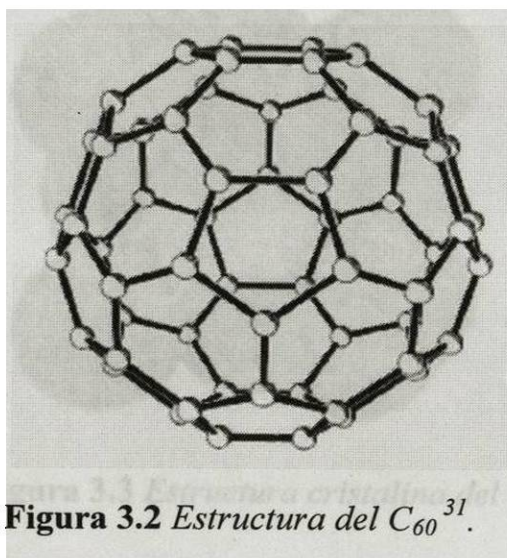
Figura 3.1 Estructuras cristalinas de: *a)grafito y b)diamante*³¹.

El carbono es un elemento crucial para la existencia de los organismos vivos, y que tiene muchas aplicaciones industriales importantes, su masa atómica es 12,01115. Las propiedades físicas de las formas alotrópicas (Tabla III.I) difieren considerablemente a causa de las diferencias en su estructura cristalina.

El diamante es considerado piedra preciosa y usado en diversas aplicaciones industriales. Es la sustancia más dura conocida y recibe un índice 10 en la escala de dureza de Mohs. El diamante cristaliza en el sistema cúbico (Figura 3.1b). Sus formas cristalinas más comunes son octaedros y dodecaedros, aunque puede tomar otras, por ejemplo, cubos. Es seguro que se necesitan calor y presión abundantes para que el carbono cristalice con esta estructura. Por tanto es probable que se hayan formado en roca o magma fundido, donde prevalecen estas condiciones, a gran profundidad bajo la superficie de la Tierra.

El grafito también se llama plumbagina o plomo negro. En la naturaleza siempre se encuentra en forma de mineral con impurezas. Se puede fabricar cociendo

una mezcla de coque de petróleo y de brea de carbón a 950 °C durante un tiempo que oscila entre 11 y 13 semanas, transfiriendo luego el producto cocido a un horno eléctrico a una temperatura cercana a 2.800 °C durante 4 o 5 semanas. difiere del diamante en casi todas sus propiedades físicas. Al ser muy blando (dureza entre 1 y 2) mancha cualquier cosa que toque y tiene tacto grasoso o escurridizo. Cristaliza en el sistema hexagonal (Figura 3.1a), no en forma de cristales bien desarrollados sino como escamas o masas irregulares grandes. Es el único material no metálico que conduce bien la electricidad; sin embargo, a diferencia de los otros conductores eléctricos, transmite mal el calor.



En 1985, los científicos volatilizaron el grafito para producir una forma estable de molécula de carbono consistente en 60 átomos de carbono dispuestos en una forma esférica desigual parecida a un balón de fútbol. La molécula (Figura 3.2, 3.3) recibió, en honor a R. Buckminster Fuller, (el inventor de la cúpula geodésica) el nombre de buckminsterfulereno ('buckyball' o fullereno³² para acortar). Los fullerenos fueron descubiertos por Richard Smalley³³, Robert Curl³⁴ y Harold

Kroto³⁵. Esta molécula se encontró a partir de un espectro de absorción en polvo interestelar³⁶, que se supone esta relacionada con algunos tipos de moléculas de carbono con cadenas largas. Las esferas de fullerenos tienen un diámetro de 7 – 15 Å, el cual es entre 6 y 10 veces mayor que el diámetro de un átomo típico. Los fullerenos son bastante estables, para destruirlos, se necesitan temperaturas mayores a 1000 °C (dependiendo del tipo de fullereno). A temperaturas bajas, los fullerenos se subliman sin destrucción de las esferas. Esta propiedad se usa en el crecimiento de cristales y películas de fullerenos³⁶.

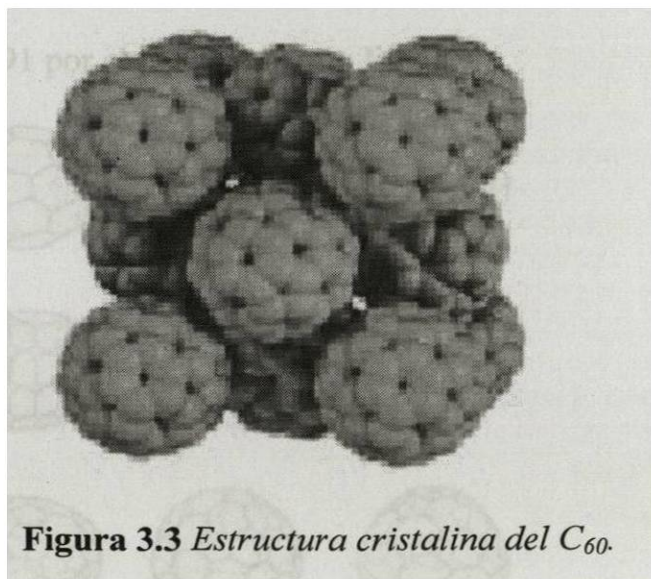


Figura 3.3 Estructura cristalina del C₆₀.

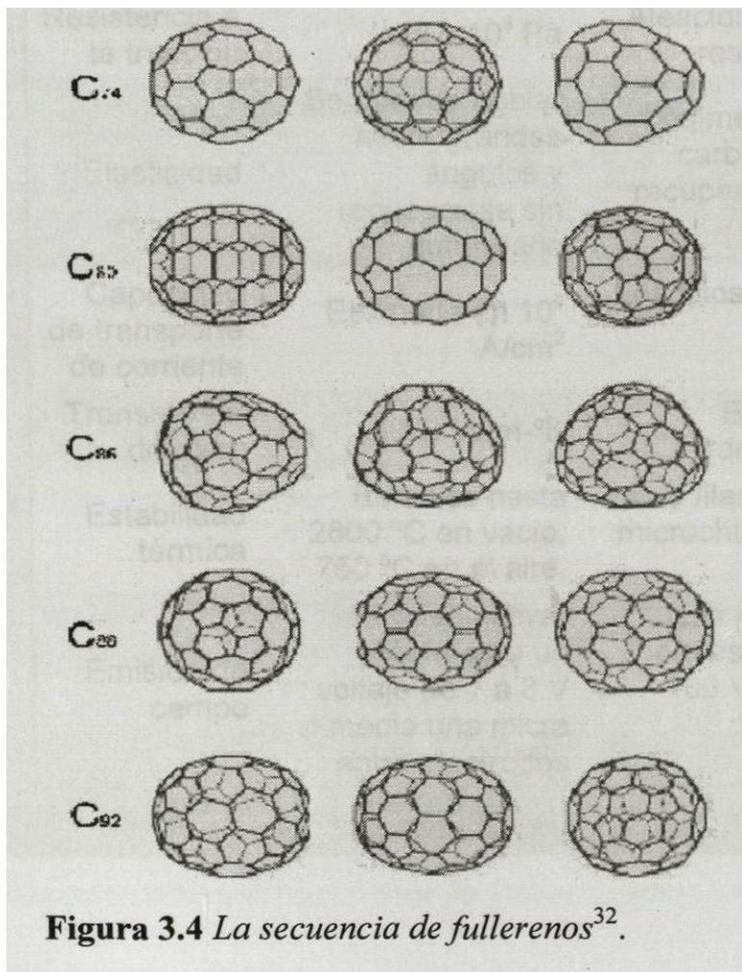
Los fullerenos pueden tener aplicaciones muy interesantes, una de sus aplicaciones es en lubricantes. Para ello los fullerenos deben ser modificados químicamente para que se contengan otros átomos fuera de la esfera³⁷.

El descubrimiento de los fullerenos C₃₂, C₄₄, C₅₀, C₅₈, C₆₀, C₇₀, C₂₄₀, C₄₅₀, C₉₆₀, ha estimulado una gran actividad en la química. Al inicio el C₆₀ se producía solamente en cantidades pequeñas. Las cosas cambiaron en 1990, cuando Wolfgang Krätschmer, Lowell Lamb, Konstantinos Fostiropoulos y Donald Huffman

descubrieron como producir el C_{60} puro en cantidades mucho mas grandes. Ahora el fullereno C_{60} puede ser producido comercialmente³⁸.

El fullereno más común es el C_{60} , pero los hay de mas carbonos como son, entre otros, el C_{70} , C_{76} , C_{84} , C_{240} , C_{540} y C_{960} , y también los hay de menos como el C_{32} , C_{44} , C_{50} y C_{58} , los cuales por lo general, presentan un arreglo cuasiesférico o en forma de elipsoide³² (Figura 3.4).

En 1991, como producto de fullerenos, se descubren alargados tubos de carbono, conocidos como 'Buckytubes', estos tienen aproximadamente el diámetro de un fullereno y aún así, pueden tener varias micras de largo. Estos nanotubos fueron descubiertos en 1991 por el japonés Sumio Iijima³.



3.2 Clasificación de los nanotubos de carbono.

Los nanotubos son la cuarta forma alotrópica encontrada del carbono, algunas de sus propiedades físicas se encuentran resumidas en la Tabla III.II, así como algunas comparaciones entre materiales a base de fibras en la Tabla III.III.

Tabla III.II Propiedades físicas de los nanotubos.

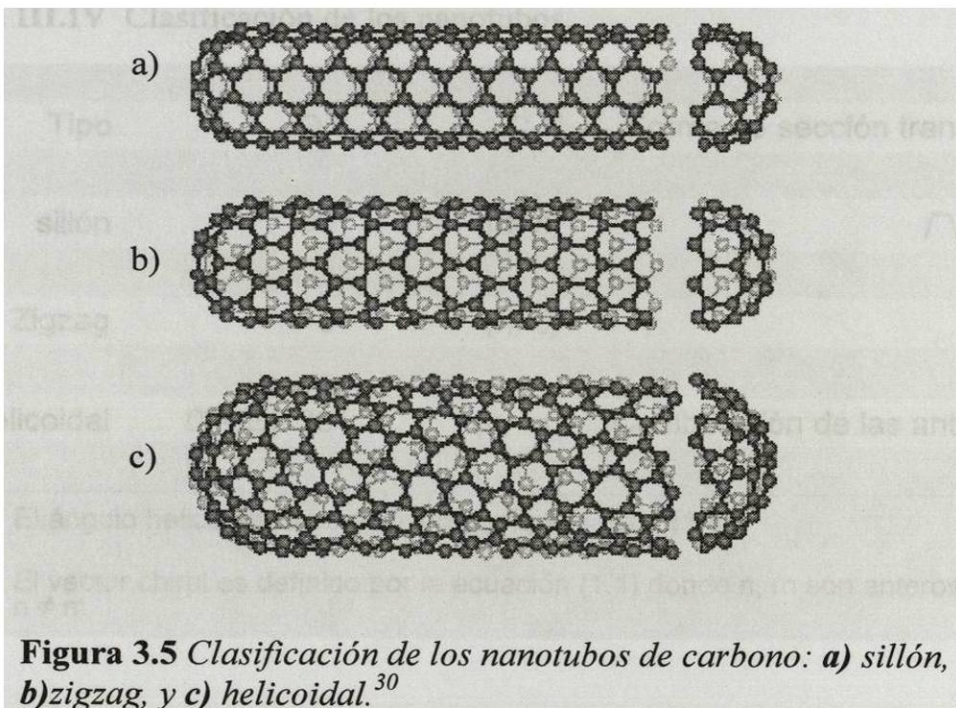
| PROPIEDAD | NANOTUBOS | EN COMPARACIÓN |
|--------------------------------------|---|--|
| Tamaño | 0.6 a 0.8 nm de diámetro | La litografía por haz electrónico puede crear líneas de 50 nm de ancho por 7 nm de espesor |
| Densidad | 1.33 a 1.44 g/cm ³ | El aluminio 2.7 g/cm ³ |
| Resistencia a la tracción | 45 x 10 ⁹ Pa | Aleaciones de acero de alta resistencia <2 x 10 ⁹ Pa |
| Elasticidad | Se pueden doblar hasta grandes ángulos y recuperarse sin sufrir daño | Los metales y las fibras de carbono se rompen o no recuperan su forma original tan rápidamente. |
| Capacidad de transporte de corriente | Estimada en 10 ⁹ A/cm ² | Los hilos de cobre se funden un millón de A/cm ² aproximadamente. |
| Transmisión de calor | 6000 W/m-°K | El diamante casi puro transmite 3320 W/m-°K |
| Estabilidad térmica | Estables hasta 2800 °C en vacío, 750 °C en el aire. | Los filamentos metálicos en microchips se funden de 600 a 1000°C. |
| Emisión de campo | Pueden activar fósforos a un voltaje de 1 a 3 V si media una micra entre electrodos | Las puntas de molibdeno necesitan campos de 50 a 100 V por micrón y tienen periodos de vida muy limitados. |

Tabla III.III Propiedades de los materiales a base de fibras.

| Material | Ruptura (Pa) | Módulo de Young GPa | Densidad Kg/m ³ | Velocidad del sonido ms ⁻¹ |
|------------------|--------------|---------------------|----------------------------|---------------------------------------|
| Acero | 1 – 5 | 200 | 7900 | 5000 |
| Fibra de boro | 3.5 | 400 | 2450 | 12778 |
| Espectro 1000 | 3.0 | 170 | 970 | 13234 |
| Fibra de carbono | 2 – 5 | 250 | 1850 | 11600 |
| Nanotubos | 150 | 630 | 1300 | 22014 |



Existen dos tipos de nanotubos: monocapa y multicapa.

El nanotubo monocapa es definido como un cilindro con un diámetro de alrededor de 0.7 – 10.0 nm, aunque la mayoría de los nanotubos monocapa observados tienen diámetros de menos de 2 nm. Si nosotros despreciamos los extremos del nanotubo y nos enfocamos en su longitud, entonces los nanotubos pueden ser considerados como nanoestructuras unidimensionales. Un factor interesante y esencial acerca de la estructura de un nanotubo de carbono es la orientación de los seis miembros de la estructura de carbono. En la Figura 3.5 podemos ver tres ejemplos de nanotubos de carbono monocapa. Se observa que las direcciones de los seis miembros es casi arbitraria sin ninguna distorsión en el hexágono excepto en la curvatura de los extremos. Este hecho nos ofrece muchas posibles estructuras de nanotubos de carbono aunque la forma básica de la pared del nanotubo es un cilindro.



La terminación de los nanotubos es llamada ‘sombrero’ y consiste en un hemisferio de un fullereno. Cada sombrero contiene seis pentágonos y un número apropiado de hexágonos que son seleccionados para encajar perfectamente a lo largo de la sección cilíndrica. La clasificación simétrica primaria de un nanotubo de carbono consiste en: si es helicoidal (Figura 3.5c) o no. Un nanotubo de carbono no helicoidal se define como aquel que su imagen espejo tiene una estructura idéntica que el original. Solo existen dos casos de arreglos de nanotubos no helicoidales: nanotubos sillón (Figura 3.5a) y zigzag (Figura 3.5b) estos nombres nacen de la forma del anillo de un corte transversal. Los nanotubos helicoidales exhiben una simetría espiral en la cual la imagen espejo no se puede suponer como el original³⁰.

Tabla III.IV Clasificación de los nanotubos.

| Tipo | Θ ^{a)} | C_h ^{b)} | Forma de sección transversal |
|------------|---------------------------------|---------------------|---|
| sillón | 30° | (n, n) |  |
| Zigzag | 0° | $(n, 0)$ |  |
| helicoidal | $0^\circ < \Theta < 30^\circ$ | (n, m) | Combinación de las anteriores |

a) El ángulo helicoidal Θ es definido por la ecuación (1.3)

b) El vector chiral es definido por la ecuación (1.1) donde n, m son enteros y $n \neq m$

3.2.1 El vector chiral: C_h

La estructura de un nanotubo monocapa es especificada por el vector **OA** que corresponde a una sección perpendicular al eje del nanotubo. En el nanotubo desenrollado que se muestra en la Figura 3.6 el vector **OB** es la dirección del eje del nanotubo, y la dirección **OA** corresponde al ecuador. Los vectores **OA** y **OB** definen el vector chiral C_h y el vector translacional **T** respectivamente. El vector chiral puede

ser expresado por los vectores unitarios \mathbf{a}_1 y \mathbf{a}_2 , definidos como $\mathbf{a}_1 = \left(\frac{3}{2} a, \frac{a}{2} \right)$ y

$$\mathbf{a}_2 = \left(\frac{3}{2} a, -\frac{a}{2} \right):$$

$$C_h = na_1 + ma_2 \equiv (n, m), \quad (n, m \text{ enteros}, 0 \leq |m| \leq n) \quad (1.1)$$

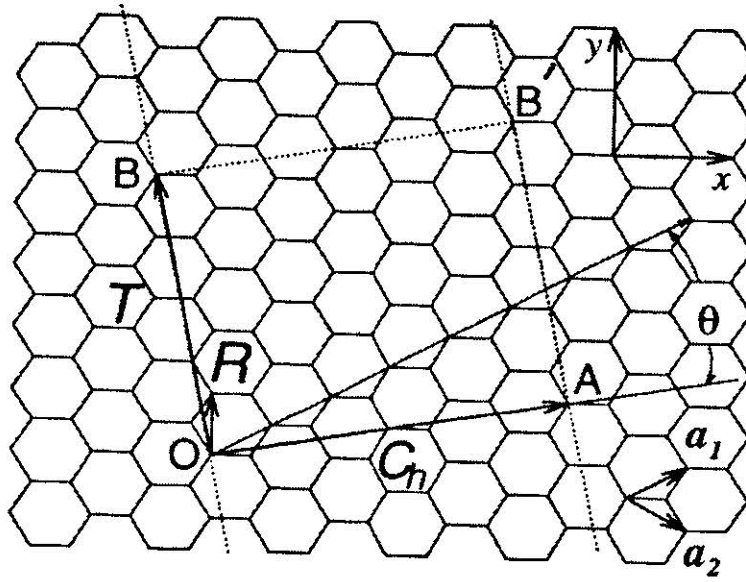


Figura 3.6 Nanotubo desenrollado. Cuando conectamos los sitios O con A y B con B' un nanotubo puede ser construido.

El diámetro del nanotubo, d_t esta dado por $\frac{L}{\pi}$, donde L es el perímetro:

$$d_t = \frac{L}{\pi}, L = C_h = \sqrt{C_h \cdot C_h} = a \sqrt{n^2 + m^2 + nm} \quad (1.2)$$

El ángulo θ de la Figura 3.6 se define como un ángulo entre los vectores C_h y a_1 , con valores de θ en el rango $0 \leq |\theta| \leq 30^\circ$, por la simetría hexagonal. La definición del ángulo θ se da con el producto interno de los vectores C_h y a_1 , que nos lleva a una expresión del coseno de θ (Tabla III.IV):

$$\cos \theta = \frac{C_h \cdot a_1}{C_h a_1} = \frac{2n + m}{2 \sqrt{n^2 + m^2 + nm}} \quad (1.3)$$

CAPÍTULO IV

METODOS DE SÍNTESIS DE NANOTUBOS DE CARBONO.

Los primeros nanotubos que se encontraron en 1991 fueron nanotubos multicapa³. Esto llevo a un largo número de trabajos teóricos en las estructuras y propiedades de nanotubos monocapa. El descubrimiento experimental de nanotubos monocapa ocurrió en 1993^{39,40}. Estos nanotubos monocapa fueron encontrados con grandes concentraciones de carbono amorfo, nanopartículas de carbono, y otros materiales a base de carbono, y los componentes monocapa contenían una distribución de diámetros y ángulos helicoidales como se explica a continuación, es por eso que la mayoría de los estudios continuaron sobre nanotubos multicapa.

En 1996 se descubre una nueva forma de síntesis mucho mas eficiente involucrando vaporización láser de grafito⁴¹ para preparar arreglos de cuerdas de nanotubos monocapa, ofreciendo mayores oportunidades de experimentos cuantitativos en nanotubos.

El mecanismo detallado del crecimiento de estos nanotubos no esta del todo comprendido. Poco después de la publicación del método de vaporización láser para

la síntesis de nanotubos monocapa, se encontró el método del arco de carbono⁴², por este método, la síntesis de nanotubos se da en cantidades de gramos.

Se continúan buscando métodos de síntesis con el fin de aumentar producción y disminuir costos, así que continuamente tendremos reportes de nuevos métodos, ya que actualmente la industria de nanotubos tiene un gran auge manteniendo el interés en este tema.

4.1 Método de síntesis de vaporización láser.

Los últimos reportes de esta técnica⁴¹ indican que hay una gran producción con una conversión de grafito a nanotubos monocapa mayor de 70% a 90% presentados en el vapor condensado del tubo de flujo caliente que opera a 1200 °C. Se utiliza un blanco de CoNi/grafito, consistente en una aleación de 1.2 % Co-Ni, donde el Co y el Ni están en iguales cantidades, y un 98.8% de grafito. Dos pulsos de láser son utilizados para evaporar el blanco que contiene carbono mezclado con una pequeña cantidad de metales en transición (Figura 4.1). El flujo de gas argón barre los nanotubos desde la zona de temperatura alta hasta un colector de cobre enfriado con agua, afuera del horno^{41,44}. Variando la temperatura de crecimiento, la composición catalítica y otros parámetros de crecimiento, el promedio de diámetro de nanotubo y su distribución varían³⁰.

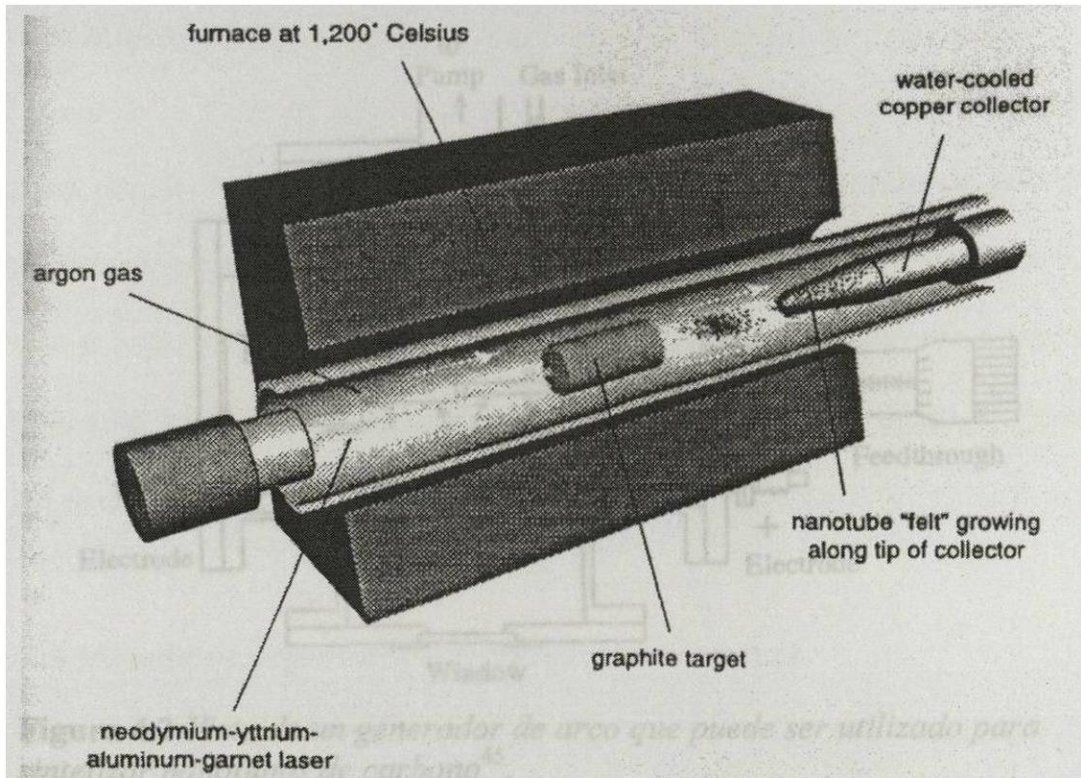


Figura 4.1 Los nanotubos monocapa son producidos en un tubo de cuarzo calentado a 1200 °C utilizando un blanco de grafito y un colector de cobre para nanotubos⁴³.

4.2 Método de arco para sintetización de nanotubos de carbono.

Este método se utiliza no sólo para la producción de nanotubos monocapa, sino también multicapa. Las condiciones típicas para operar el arco y así producir nanotubos, incluyen el uso de barras de carbón como electrodos de 5 –20 mm de diámetro separadas por 1 mm aproximadamente con un voltaje de 20 – 25 V, a lo largo de los electrodos y una corriente eléctrica directa de 50 – 120 A fluyendo entre los electrodos. El arco es típicamente operado bajo 500 torr He, aproximadamente, con una proporción de flujo de agua de 5 – 15 ml/s, para enfriar. A medida que se da la formación de nanotubos el largo del electrodo positivo decrece. (Figura 4.2)

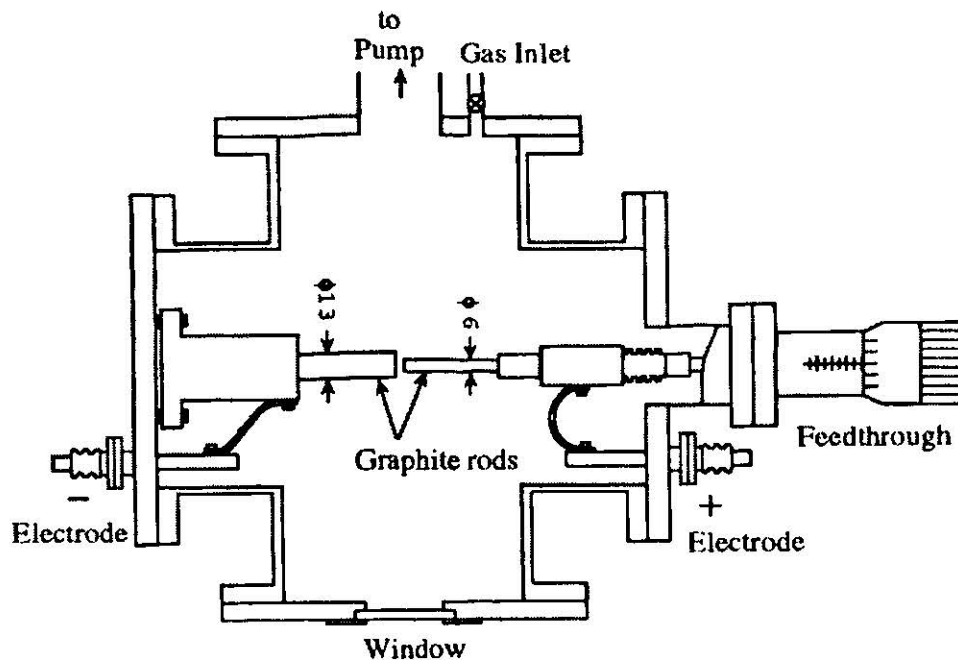


Figura 4.2 Vista de un generador de arco que puede ser utilizado para sintetizar nanotubos de carbono⁴⁵.

Una vez que el arco está en operación, un depósito de carbono se forma en el electrón negativo. Para la síntesis de nanotubos multicapa, no se necesita utilizar catalizador y los nanotubos se encuentran en manojos en la región interna del cátodo donde la temperatura está en un máximo (2500 – 3000 °C). Los manojos de nanotubos se encuentran alineados en dirección de la corriente eléctrica.^{46,47} Alrededor de los nanotubos se forma una capa gris consistente en nanopartículas, fullerenos y carbono amorfo.^{48,49} Un adecuado enfriamiento en la cámara de crecimiento es necesario para maximizar la producción de nanotubos en este proceso. Los catalizadores son utilizados para preparar nanotubos monocapa aislados, incluyendo metales en transición como Co/Ni, Fe/Ni, y Co/Pt⁵⁰.

4.3 Método Kroto.

Consiste en calentar dentro de una campana de cristal, unas varillas de carbón. Se utilizan placas de recolección de hollín, fabricadas de bromuro de potasio. La longitud de las varillas es de alrededor de 6 y 7 centímetros. La cámara se evacúa y se deja ingresar helio nuevamente. Con una fuente de poder de soldadura se calientan las varillas durante 15 a 20 segundos. Finalmente el carbón se depositará en forma de hollín, en la campana de cristal⁵¹.

4.4 Método de deposición termoquímica de vapor.

Este método es superior a todos en cuanto a pureza, concentración y alineación controlada. En los reportes de este método, se notaron crecimientos de nanotubos bien alineados verticalmente en un área de cobalto y oxido de silicio como sustrato, por CVD (siglas en ingles del método) de acetileno. Antes del crecimiento de los nanotubos, las partículas catalíticas nanométricas de cobalto son formadas por ácido fluorhídrico liquido y subsecuentes emisiones de gas amoniaco de la superficie del cobalto depositado sobre el oxido de silicio, este paso es crucial para controlar el tamaño y el alineamiento vertical de los nanotubos de carbono. Después de preparar el sustrato le suministraron gas acetileno a un flujo de 20 – 80 cm³ estándar durante 10 a 20 minutos a la misma temperatura. Hicieron fluir argón dentro del reactor mientras se incrementaba y reducía la temperatura. Lo que hallaron finalmente fue una alta concentración de nanotubos en la superficie del cobalto; después de hacer los análisis microscópicos hallaron que todas las muestras de nanotubos presentaban una apariencia a plantas de bambú (Figura 4.3), o sea que el nanotubo aparecía seccionado a varios compartimentos⁵¹.

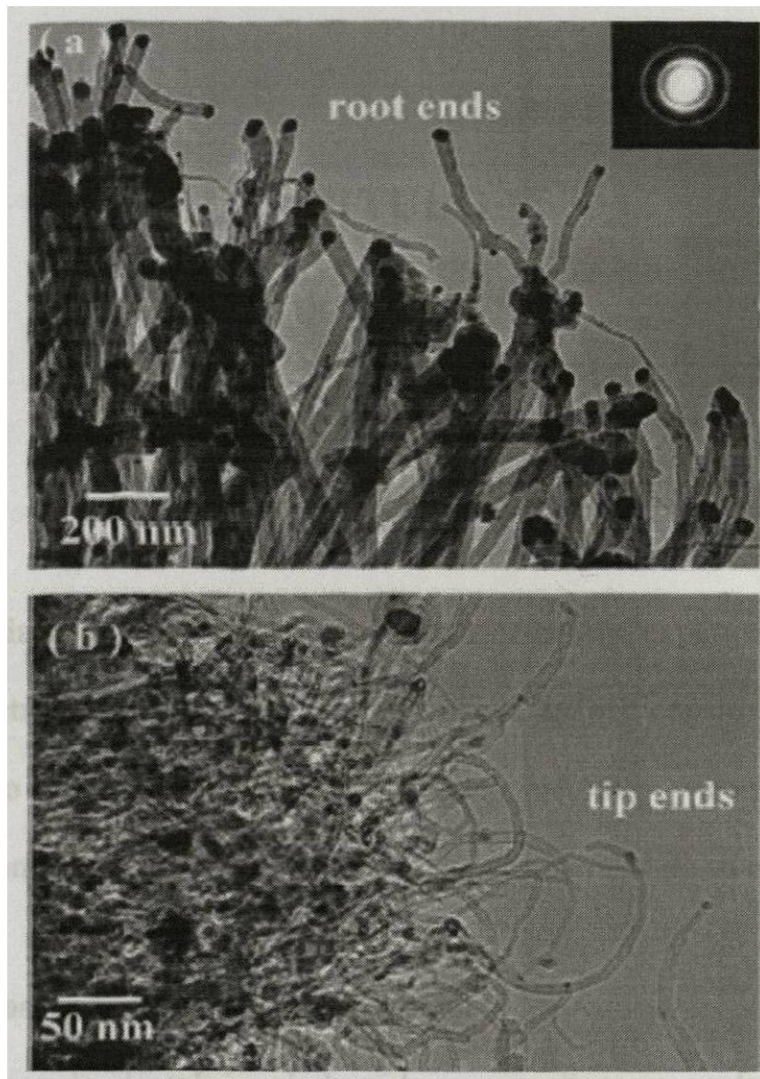


Figura 4.3 Ejemplo de nanotubos multicapa. Imagen obtenida por TEM. a) Mostrando solo las puntas y b) mostrando la madeja de nanotubos multicapa utilizando para el crecimiento Ru y Fe como catalizadores⁶⁰.

En este trabajo de investigación se utilizó la irradiación de microondas como método para la producción de nanotubos, del cual hablaremos mas adelante en el capítulo correspondiente al experimento.

CAPITULO V

TÉCNICAS DE ANÁLISIS.

Para analizar las muestras procesadas en este trabajo experimental se utilizó la microscopía electrónica de barrido y de transmisión, así que consideramos útil hablar primero un poco acerca de que como son estos métodos, y como funcionan los microscopios mencionados, así como algunos datos generales de su historia.

5.1 Microscopio electrónico de barrido.

La microscopía electrónica de barrido, en sus diversas modalidades, surge en forma experimental entre los años 1930 y 1940, en Alemania. En 1935, Knoll propone un instrumento bastante similar a los actuales, destinado a estudiar fenómenos de emisión secundaria. En 1938, Von Ardenne diseña un nuevo tipo de microscopio, con el objeto de estudiar muestras relativamente gruesas. Este instrumento operaba con lentes electrostáticas y barrido electromagnético, pero carecía de dispositivos de amplificación y pantalla de observación. El haz de electrones atravesaba la muestra e incidía directamente sobre una placa fotográfica que se desplazaba en sincronía con el haz, pero a mayor velocidad. Las imágenes en este instrumento sólo podían observarse una vez obtenida las placas fotográficas. Von

Ardenne sugirió también la posibilidad de observar la superficie de cuerpos opacos, recogiendo y amplificando los electrones secundarios emitidos por ellas, para modular la intensidad del haz de un tubo de rayos catódicos.

En 1942, Zworokin, Hillier y Zinder diseñaron un microscopio con el cual se observaban directamente superficies de muestras metálicas, y publicaron las primeras micrografías electrónicas de barrido.

Estos estudios se descontinuaron durante la Segunda Guerra Mundial, pero resurgieron en 1948 en un programa bajo la dirección de C. W. Oatley en el Laboratorio de Ingeniería de la Universidad de Cambridge, donde se iniciaron una serie de proyectos que permitieron grandes avances. En 1952 Mc Mullan diseña un microscopio con importantes adelantos. Utiliza una tensión de aceleración mayor, se reducen los efectos de contaminación y se introduce un nuevo tubo fotomultiplicador que mejora considerablemente la calidad de la imagen. La observación de la imagen se efectuaba en un tubo de rayos catódicos de larga resistencia. Este microscopio es modificado luego por Smith, quien en 1959 consigue micrografías de muy buena calidad. Como resultado de estas investigaciones, entre los años 1963 y 1965, surgen los primeros microscopios electrónicos de barrido comerciales, que alcanzaban unos 250 Å de resolución. Actualmente se desarrollan a escala comercial microscopios que garantizan una resolución de 35-100 Å (3,5-10 nm)⁵². El SEM permite un rango de aumentos que va desde 15 a 100000 veces, dependiendo de la naturaleza y la forma del material examinado.

5.2 Descripción del Microscopio Electrónico de Barrido (SEM).

Un SEM moderno consta esencialmente de las siguientes partes (Figura 5.1) :

- ✓ Una unidad óptica-electrónica, que genera el haz que se desplaza sobre la muestra.
- ✓ Un portamuestra, con distintos grados de movimientos.
- ✓ Una unidad de detección de las señales que se originan en la muestra, seguida de un sistema de amplificación adecuado.
- ✓ Un sistema de visualización de las imágenes (tubo de rayos catódicos).
- ✓ Un sistema de vacío, un sistema de refrigeración y un sistema de suministro eléctrico, relativamente similares a los del TEM.
- ✓ Un sistema de registro fotográfico, magnético o de video.
- ✓ Un sistema de procesamiento de la imagen con ayuda computacional (optativo).

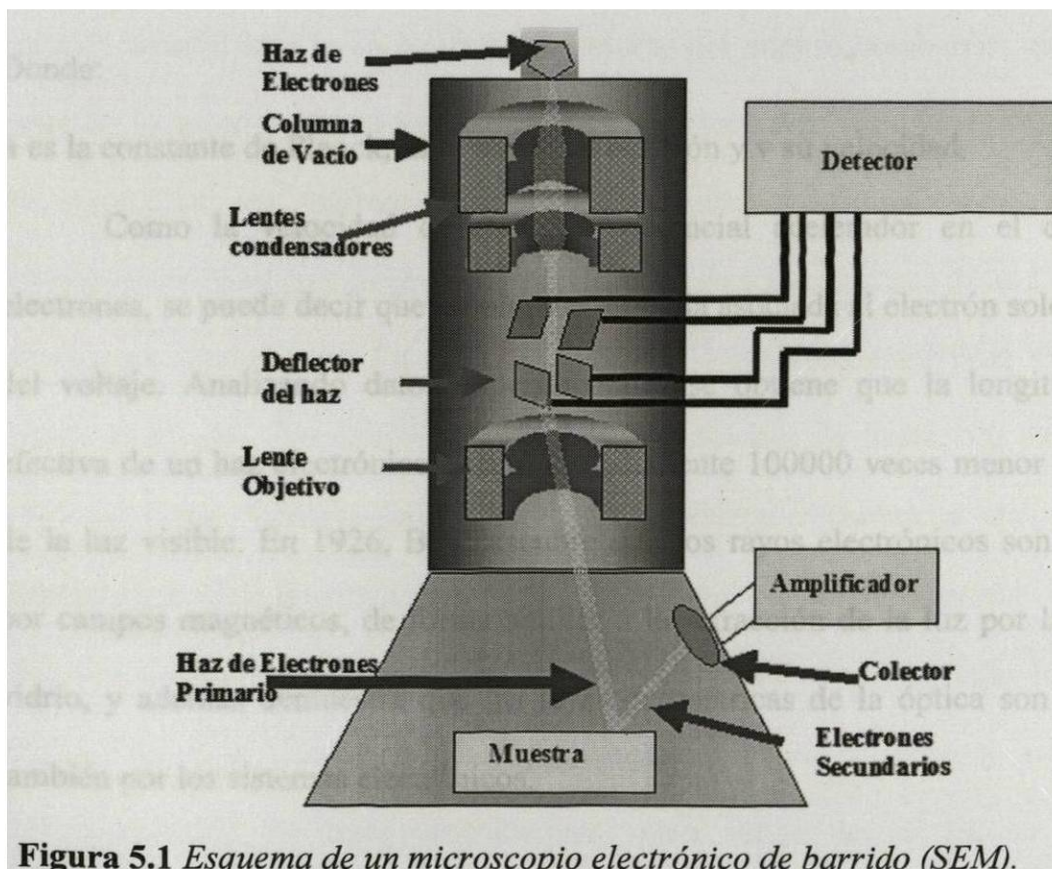


Figura 5.1 Esquema de un microscopio electrónico de barrido (SEM).

5.3 Microscopio Electrónico de Transmisión.

De Broglie demostró que asociado a cualquier movimiento rápido de partículas, existe una nueva forma de radiación, de pequeña longitud de onda. De Broglie extendió la idea de una naturaleza ondulatoria-corpúscular (cuántica) de la luz, a otros tipos de radiaciones, como los rayos catódicos, anódicos, iónicos, X, etc. En otras palabras comprobó que los electrones respondían también a las características de las radiaciones ondulatorias. La ecuación fundamental de la mecánica cuántica expresa que la longitud de onda de una partícula en movimiento es función de su velocidad y de su masa:

$$\lambda = h/mv$$

Donde:

h es la constante de Planck, **m** la masa del electrón y **v** su velocidad.

Como la velocidad depende del potencial acelerador en el caso de los electrones, se puede decir que la longitud de onda asociada al electrón solo es función del voltaje. Analizando datos experimentales se obtiene que la longitud de onda efectiva de un haz electrónico es aproximadamente 100000 veces menor que la onda de la luz visible. En 1926, Bus descubre que los rayos electrónicos son refractados por campos magnéticos, de forma similar a la refracción de la luz por las lentes de vidrio, y además demuestra que las leyes geométricas de la óptica son obedecidas también por los sistemas electrónicos.

La idea de utilizar estos descubrimientos en un microscopio de alta resolución no surgió de inmediato. No está claro quien fue el de la idea original, sin embargo alrededor de 1930 un grupo de alemanes del instituto técnico de Berlín (Ruska, Knoll, Von Borries y otros) construyó el primer microscopio electrónico, y la primera patente surge en 1931, firmada por Ruedenberg de la Siemens. En 1932, Knoll y Ruska publican una descripción del primer microscopio electrónico de transmisión (TEM), el que puede ser considerado el prototipo de los instrumentos modernos, este microscopio constaba de una fuente de electrones y dos lentes electromagnéticas sin condensador, aunque este instrumento proporcionaba una resolución inferior a la de un buen microscopio óptico con el se logró obtener las primeras electro micrografías.

En 1934 Ruska describe una versión corregida a la que añade una lente condensadora, este modelo fue el primero en sobrepasar el poder de resolución del microscopio fotónico. Aunque con este microscopio se obtuvieron algunas imágenes algunos especímenes se carbonizaban producto del intenso bombardeo electrónico. A pesar de lo anterior Ruska logró en 1934 una resolución cinco veces mayor al poder de resolución del microscopio óptico. Lo anterior dio pie para que nuevos investigadores buscaran mejoras al microscopio de Ruska, lo que llevó a la obtención de mejores resoluciones. En 1938, Von Borries y Ruska construyeron un aparato de diseño avanzado, con el que se obtienen resoluciones de hasta 100 Å. En 1939 la firma Siemens-Halske inicia la producción comercial del instrumento diseñado por Von Borries y Ruska. En 1939 Mahl construye el primer microscopio electrónico electrostático y la firma AEG se encarga de la producción de un número limitado de ellos. Con el comienzo de la segunda guerra mundial se interrumpió la comercialización de estos instrumentos, pero luego de su fin se reinició la

construcción masiva de estos microscopios en las firmas Siemens y AEG-Zeiss de Alemania, RCA de Estados Unidos, Phillips de Holanda, Hitachi de Japón, etc.

En 1955 se llega a resoluciones de 10 Amstrong, aumentos de 250000 X y voltajes aceleradores de 10000 voltios. Todo esto da comienzo a la era de la Microscopia Electrónica. El microscopio electrónico proporciona información directa de las estructuras que oscilan entre 0,2 y 200 nm, lo que aumenta extraordinariamente las posibilidades de investigación en las distintas ramas de la ciencia⁵³.

5.4 Descripción del Microscopio Electrónico de Transmisión (TEM).

Las partes principales de un microscopio electrónico son (Figura 5.2):

- ✓ Cañón de electrones
- ✓ Lentes magnéticas
- ✓ Sistema de vacío
- ✓ Placa fotográfica o pantalla fluorescente
- ✓ Sistema de registro

El microscopio electrónico de transmisión emite un haz de electrones dirigido hacia el objeto que se desea aumentar. Una parte de los electrones rebotan o son absorbidos por el objeto y otros lo atraviesan formando una imagen aumentada de la muestra.

Para utilizar un microscopio electrónico de transmisión debe cortarse la muestra en capas finas, no mayores de un par de miles de ángstroms. Los microscopios electrónicos de transmisión pueden aumentar un objeto hasta un millón de veces.

De hecho, un microscopio electrónico típico en un voltaje acelerativo de 75 kV puede tener una longitud de onda de menos de 5 pm. Esto hace a la resolución teórica cerca de 100,000 veces mejor que la luz. Desafortunadamente, esta resolución teórica ni siquiera ha estado cerca de lograrse.

Los microscopios electrónicos deben utilizar aberturas pequeñas las cuales atenúan seriamente la resolución, cerca de 100 veces. Esta pequeña abertura imparte una ventaja óptica adicional en la profundidad del campo⁵⁴.

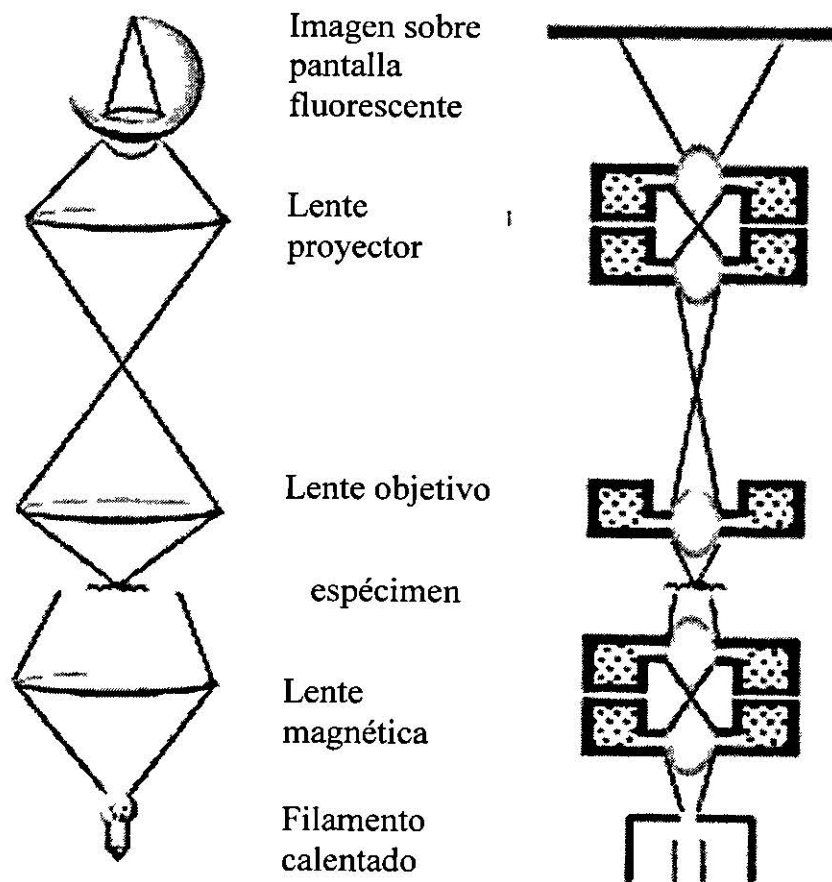


Figura 5.2 Diagrama de un microscopio electrónico de transmisión (TEM).⁵⁵

5.5 Comparaciones entre TEM y SEM.

Todos los microscopios electrónicos cuentan con varios elementos básicos. Disponen de un cañón de electrones que emite los electrones que chocan contra el espécimen, creando una imagen aumentada. Se utilizan lentes magnéticas para crear campos que dirigen y enfocan el haz de electrones. El sistema de vacío es una parte relevante del microscopio electrónico. Los electrones pueden ser desviados por las moléculas del aire, de forma que tiene que hacerse un vacío casi total en el interior de un microscopio de estas características. Por último, todos los microscopios electrónicos cuentan con un sistema que registra o muestra la imagen que producen los electrones.

Cuando un haz de electrones interactúa con un espécimen determinado, este puede transmitir los electrones que inciden en él, reflejarlos, absorberlos, emitir electrones secundarios, producir calor, fotones, rayos X, o bien emitir electrones cargados positivamente.

Los electrones que atraviesan la muestra sin ser afectados se denominan electrones primarios. Gran parte de ellos modifican su trayectoria sin cambiar su energía, (dispersión elástica) y otros electrones sufren cambios en ella. (dispersión inelástica) La interacción entre electrones puede producir diferentes fenómenos:

- ✓ Desprendimiento de electrones del átomo que son emitidos como electrones libres y debido a su baja energía, solo aquellos cercanos a la superficie pueden ser acelerados y ser captados por un detector.
- ✓ En lugar de desprenderse de la muestra los electrones excitados saltan a un nivel energético superior y vuelven a su estado de energía estable, emitiendo la diferencia de energía en forma de rayos X, luz visible o electrones Auger.

- ✓ Una porción de electrones puede ser reflejada en ángulos próximos a los 180°. Estos electrones que han perdido parte de su energía se denominan retrodispersados.

Por otro lado el haz de electrones puede ser fijo, de 1µm a 1mm de diámetro, o móvil, que recorre punto por punto la muestra, de 2 a 200 ángstrom.

Basándose en los diferentes tipos de interacciones entre el haz de electrones y los átomos de la muestra y las distintas señales a que dan origen se han desarrollado distintos instrumentos de análisis.

Un TEM utiliza un haz fijo de electrones, y en la formación de la imagen se aprovechan los electrones primarios, por esta razón solo es posible obtener imágenes de muestras lo suficientemente delgadas como para transmitir entre el 50% y 90% de los electrones que inciden en ella, de aproximadamente 0.1µm de espesor. Se han desarrollado microscopios electrónicos de alto voltaje de 200 KV hasta 3 MeV donde es posible observar preparados de hasta 5µm. Sus principales ventajas son:

- ✓ Alto poder de penetración de los electrones, para muestras más gruesas.
- ✓ Menor daño que sufre el espécimen, dado que el tiempo de interacción del haz y los átomos de la muestra es menor por la velocidad de los primeros.
- ✓ Alta resolución en muestras gruesas.

Un SEM crea una imagen ampliada de la superficie de un objeto, utilizando un haz móvil de electrones que recorre la muestra en áreas seleccionadas. No es

necesario cortar el objeto en capas para observarlo, sino que puede colocarse en el microscopio con muy pocos preparativos. El SEM explora la superficie de la imagen punto por punto, al contrario que el TEM, que examina una gran parte de la muestra cada vez. Su funcionamiento se basa en recorrer la muestra con un haz muy concentrado de electrones, de forma parecida al barrido de un haz de electrones por la pantalla de una televisión. Los electrones del haz pueden dispersarse al alcanzar la muestra o provocar la aparición de electrones secundarios. Los electrones dispersados y los secundarios son recogidos y contados por un dispositivo electrónico situado a los lados del espécimen. Cada punto leído de la muestra corresponde a un píxel en un monitor de televisión. Cuanto mayor sea el número de electrones contados por el dispositivo, mayor será el brillo del píxel en la pantalla. A medida que el haz de electrones barre la muestra, se presenta toda la imagen de la misma en el monitor. Los microscopios electrónicos de barrido pueden ampliar los objetos 100.000 veces o más. Este tipo de microscopio es muy útil porque, al contrario que los TEM o los microscopios ópticos, produce imágenes tridimensionales realistas de la superficie del objeto⁵⁶.

En la Figura 5.3 podemos observar el alcance de los microscopios electrónicos, y como es que se sitúa la escala nanométrica (que, como de ha dicho anteriormente, es donde estamos trabajando) dentro del alcance de un microscopio electrónico.

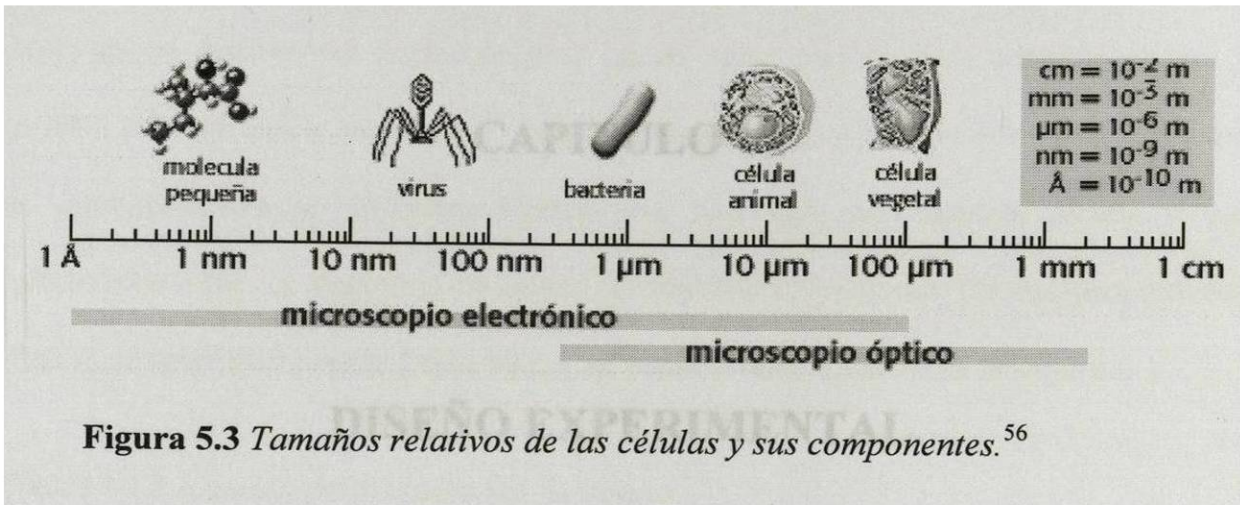


Figura 5.3 *Tamaños relativos de las células y sus componentes.*⁵⁶

CAPITULO VI

DISEÑO EXPERIMENTAL.

Se considera importante hablar un poco de las características físicas del ferroceno, grafito (del que ya habíamos hablado anteriormente) y azúcar, antes de comenzar con los detalles del experimento, ya que estos son los materiales que se utilizaron en este experimento para la producción de nanotubos. Hablaremos también del método de producción de nanotubos utilizado, así como de la descripción del experimento.

6.1 Los precursores.

Estas son algunas de las características del ferroceno y azúcar. Las características del grafito se mencionaron en el capítulo III, así que en este capítulo las omitiremos para evitar repetitividad.

6.1.1 Ferroceno.

El descubrimiento del ferroceno a principios de la década de los 50 abrió unas posibilidades importantes en la síntesis de compuestos organometálicos.

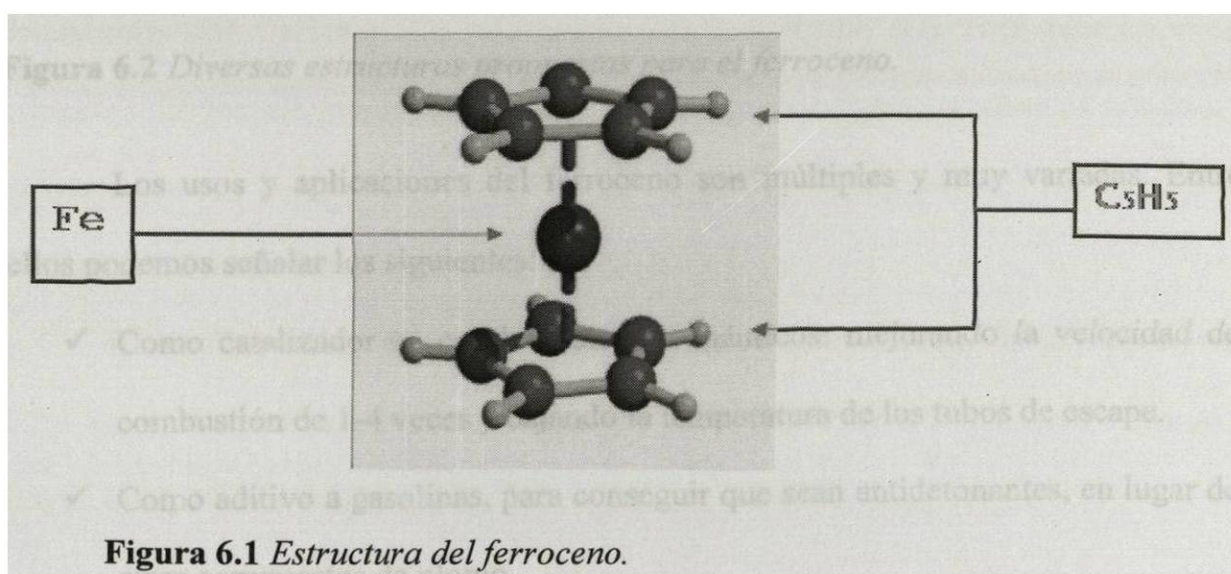
La química de los derivados del ferroceno es muy extensa, con gran versatilidad y potencial de aplicaciones en áreas como la síntesis de polímeros, la electroquímica, la catálisis asimétrica y la medicina. Físicamente, el ferroceno se

presenta como cristales de color naranja a temperatura ambiente con olor a alcanfor solubles en disolventes orgánicos pero no en agua, parcialmente sensible al aire y estable a la hidrólisis; sublimable. Estable a temperatura y presión normales. Inestable a calor excesivo y oxidantes fuertes. No reacciona con ácidos, álcalis y luz ultravioleta. No se descompone antes de los 400°C. Algunas de sus propiedades físicas se mencionan en la Tabla VI.I, y su estructura se muestra en la Figura 6.1.

Tabla VI.I Algunas propiedades del ferroceno.

PROPIEDADES DEL FERROCENO

| | |
|---------------------|------------------|
| Fórmula | $C_{20}H_{30}Fe$ |
| Punto de fusión | 249 °C |
| Punto de ebullición | 174 °C |
| Peso molecular | 186.04 u.m.a. |



En el año de 1951, en el número de Diciembre de la revista británica *Nature*, Kealy y Paulson de la Universidad de Duquesque en Pittsburg, describieron la síntesis de un compuesto inusual de hierro y dos grupos de ciclopentadienilo.

La estructura propuesta era incorrecta (Figura 6.2a) como después probarían Geoffrey Wilkinson y Ernst Fischer, independientemente, en un trabajo que les valió el Premio Nobel de Química en 1973. (Figura 6.2b). Kealy y Paulson intentaban preparar dihidrofulvaleno (Figura 6.2c). Un discípulo de Willkinson, Francis A. Cotton haría sus tesis de postgrado sobre ferroceno y estudiaría teóricamente sus propiedades.

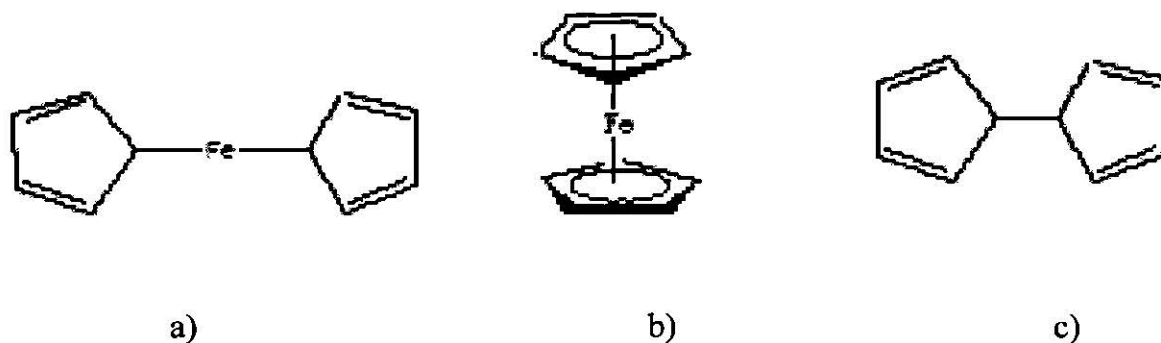


Figura 6.2 *Diversas estructuras propuestas para el ferroceno.*

Los usos y aplicaciones del ferroceno son múltiples y muy variadas. Entre ellos podemos señalar los siguientes:

- ✓ Como catalizador en combustibles aeronáuticos: mejorando la velocidad de combustión de 1-4 veces y bajando la temperatura de los tubos de escape.
- ✓ Como aditivo a gasolinas, para conseguir que sean antidetonantes, en lugar de otros compuestos de plomo.

- ✓ Y añadido al fuel-oil elimina humos, reduciendo contaminaciones y consumos; sin dejar depósito alguno.
- ✓ Como catalizador en la síntesis del amoníaco en condiciones moderadas.
- ✓ En la fabricación de polímeros es un agente protector y estabilizador frente al calor o los ultravioletas.
- ✓ En materiales fotosensibles: sustituyendo a la plata en películas, en copistería y en impresiones con alta resolución.
- ✓ Se utiliza como ingrediente médico en preparaciones anti cáncer y antibióticas.
- ✓ Utilizado en producción de fertilizantes.
- ✓ En investigaciones recientes sobre células solares más eficientes: uniendo una molécula de ferroceno a la pared de uno de cada cien nanotubos de carbono⁵⁷.

6.1.2 Azúcar.

Los carbohidratos o hidratos de carbono o glúcidos son biomoléculas constituidas por Carbono (C), Hidrógeno (H), y Oxígeno (O), (tres bioelementos primarios diferentes), situación por la cual se les conoce como compuestos ternarios. (a veces pueden contener en su estructura molecular Nitrógeno (N), Azufre (S), o Fósforo (P). Su fórmula general suele ser $(C_1H_2O_1)_n$

El nombre de Hidrato de Carbono proviene, probablemente de la proporción 1:2:1 de sus átomos. Los criterios de clasificación pueden ser múltiples, sin embargo, esta es la clasificación mas común de los glúcidos o carbohidratos (Figura 6.3):

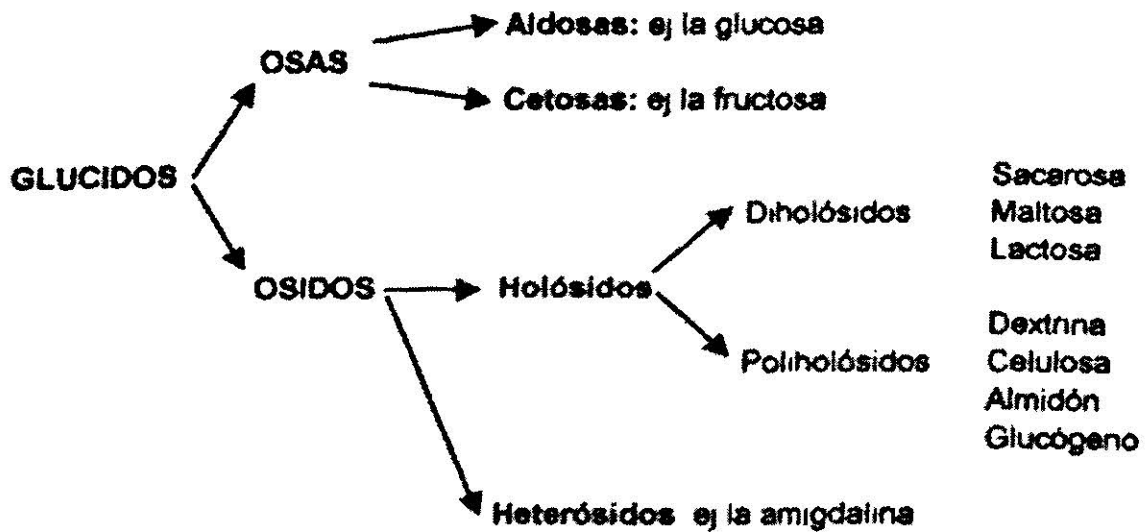
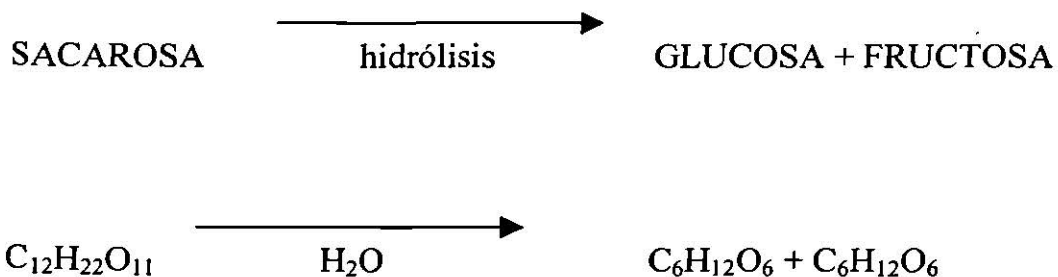


Figura 6.3: Clasificación de los glúcidos.

Esta clasificación se basa en la capacidad de hidrolizar de algunos glúcidos y en los productos que se forman de dicha hidrólisis.

El azúcar que utilizamos en el experimento se encuentra en el grupo de los diholósidos o Disacáridos estos son los glúcidos que por hidrólisis dan origen a 2 moléculas de osas (Figura 6.4). A este grupo pertenece la sacarosa (azúcar de caña o de remolacha).

La hidrólisis de la sacarosa da origen a glucosa y fructosa.



Los glúcidos se originan a partir del proceso de fotosíntesis que realizan los vegetales clorofilados. Por medio de un pigmento asimilador llamado clorofila, las plantas verdes captan la energía solar y unen las moléculas de anhídrido carbónico y agua para formar el glúcido más elemental que es la glucosa. Los disacáridos se forman por la unión de dos moléculas de monosacáridos con la eliminación de una molécula de agua⁵⁹.

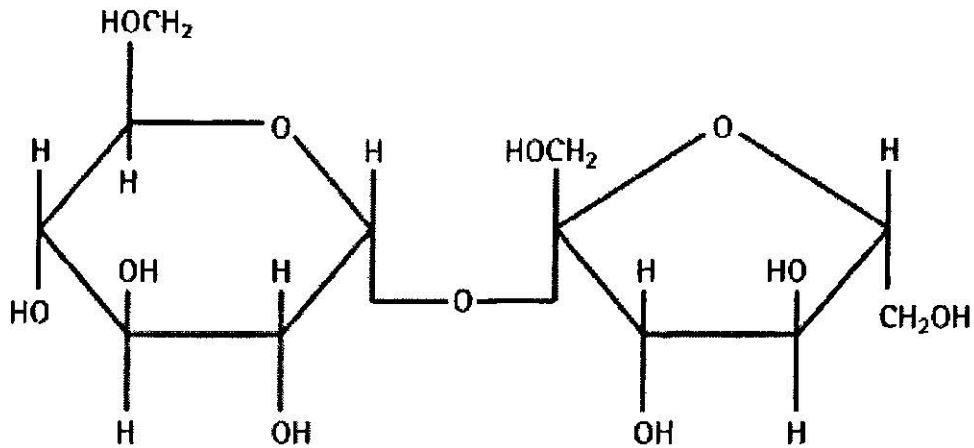
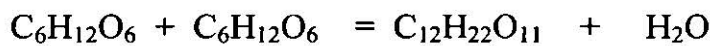


Figura 6.4: Estructura de la sacarosa. Peso molecular: 342.3 u.m.a., fórmula: $C_{12}H_{22}O_{11}$.

6.2 Uso de microondas en la sintetización de nanotubos.

El calentamiento con microondas es aquel en el que la energía es transferida por medio de irradiación electromagnética de frecuencias que comúnmente pueden estar entre 1 y 300 GHz. Un material no conductor de la electricidad puede ser calentado mediante un campo eléctrico que polarice las cargas en el material sin un revertimiento rápido de campo eléctrico. Para ciertas frecuencias, la componente de la

corriente resultante en fase con el campo eléctrico produce una disipación de la energía dentro del material aislante. Acoplado a este efecto de polarización, el dieléctrico puede ser calentado a través de la redistribución de las cargas bajo la influencia de campos eléctricos externos. La potencia disipada dentro del material depende del campo eléctrico establecido dentro del material. Esta energía se atenúa a medida que el campo electromagnético penetra el dieléctrico. El secado de materiales mediante altas frecuencias depende de la presión total interna, principalmente cuando la parte líquida alcanza su punto de ebullición⁵⁸.

El método de la irradiación de microondas se aplica mucho en varias áreas de la química y la tecnología para la producción y destrucción de diversos materiales y compuestos químicos, así como en el estudio de procesos físico – químicos. Las ventajas de su uso son las siguientes:

- ✓ Se logra de manera sencilla el calentamiento rápido.
- ✓ Se produce acumulación de energía dentro del material sin las limitaciones debidas a efectos superficiales
- ✓ Se logra ahorro de energía debido a que no se requiere calentar el ambiente
- ✓ No hay un contacto directo entre la fuente de energía y el material
- ✓ Fácil calentamiento y posibilidad de ser automatizado⁵⁸.

El método propuesto por este trabajo para la producción de nanotubos es la vaporización de distintas proporciones de la combinación de grafito, ferroceno y azúcar por irradiación de microondas. Lo llevamos a cabo calentando la muestra encerrada al vacío en ampollas de vidrio de cuarzo por determinado tiempo, teniendo

resultados favorables en las muestras procesadas, de los cuales hablaremos mas adelante.

6.3 Preparación de muestras y descripción del experimento.

Se tomaron 3 muestras de la siguiente composición:

Tabla VI.II Composición de las muestras.

COMPOSICIÓN DE LAS MUESTRAS

| | |
|------------------|------------------------------------|
| Muestra 1 | 50% azúcar comercial – 50% grafito |
| Muestra 2 | 75% azúcar comercial– 25% grafito |
| Muestra 3 | 100% ferroceno |

Ya que antes se habían tenido buenos resultados con el procesamiento de nanotubos por microondas con el grafito además de la obtención de nanofibras a base de azúcar, se escogieron estos materiales y se decidió hacer una combinación de ambos, con el fin de encontrar una combinación que disminuyera costos de producción en cuanto al material procesado, y se escogió el ferroceno, para estudiar la posibilidad de producir nanotubos a partir de él con el fin principal de producirlos alineados, aprovechando la presencia del hierro actuando como catalizador.

Se incorporaron los componentes con ayuda de un mortero y posteriormente estas muestras se envasaron en ampollas de vidrio de cuarzo al vacío (presión de 10^{-5} torr), para proceder con el calentamiento en un horno de microondas convencional

(800 W y 2.45 GHz), (Figuras 6.5 y 6.6) en un tiempo de 20 minutos basándonos en el tiempo de calentamiento del grafito mostrado mas adelante en la Figura 7.6.



Figura 6.5 *Muestras en proceso de calentamiento.*

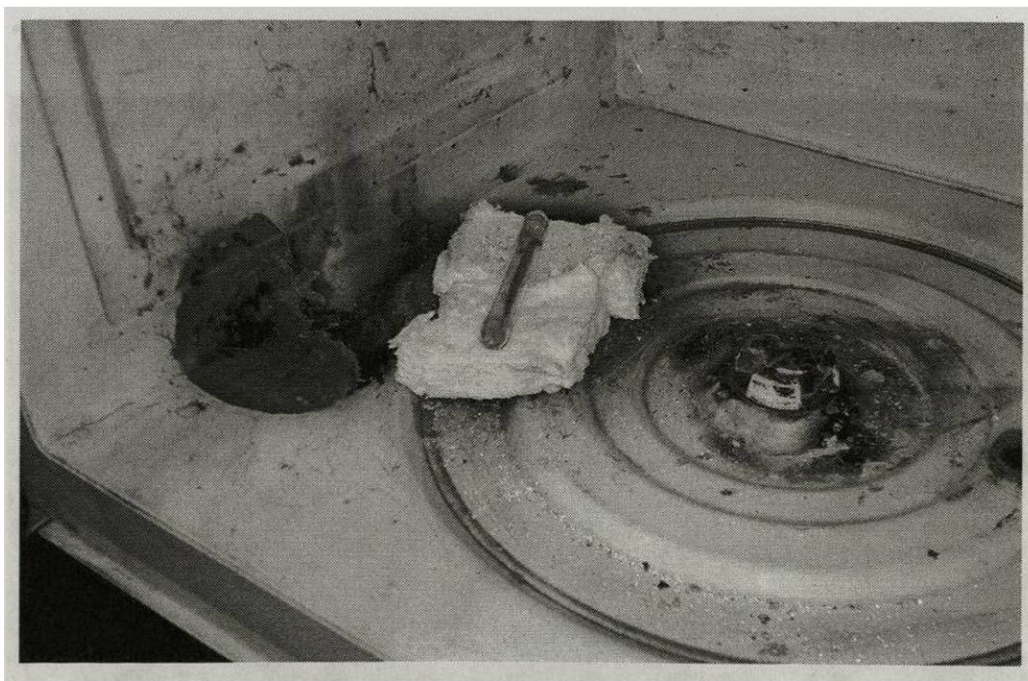


Figura 6.6 *Muestra 3 dentro del horno de microondas después del calentamiento.*

CAPITULO VII

ANÁLISIS Y DISCUSIÓN DE RESULTADOS.

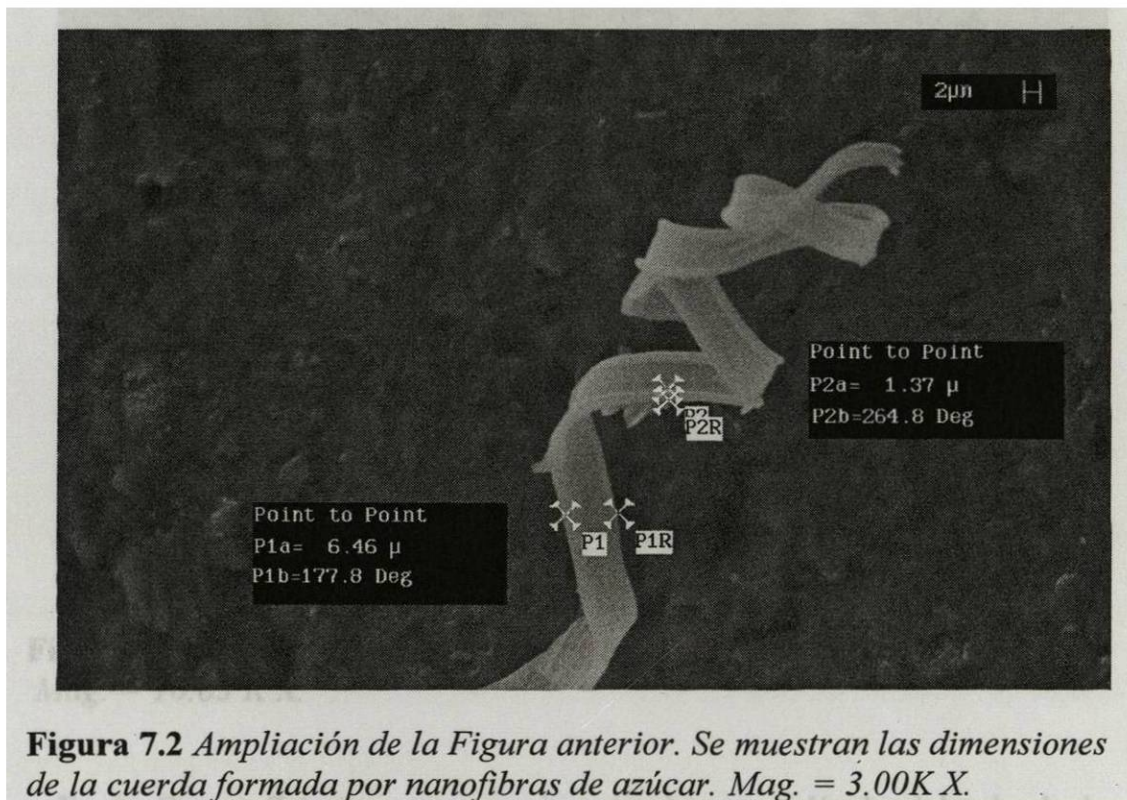
Antes de comenzar a hablar de los resultados obtenidos, me gustaría comenzar con algunos resultados en azúcar y grafito puro, con el motivo de observar la mejoría de la producción con las combinaciones propuestas de ambos materiales mencionados.

7.1 Antecedentes de una muestra de 100% azúcar comercial.



Figura 7.1 Imagen obtenida por SEM de una muestra procesada por microondas de azúcar. Mag. = 600 X.

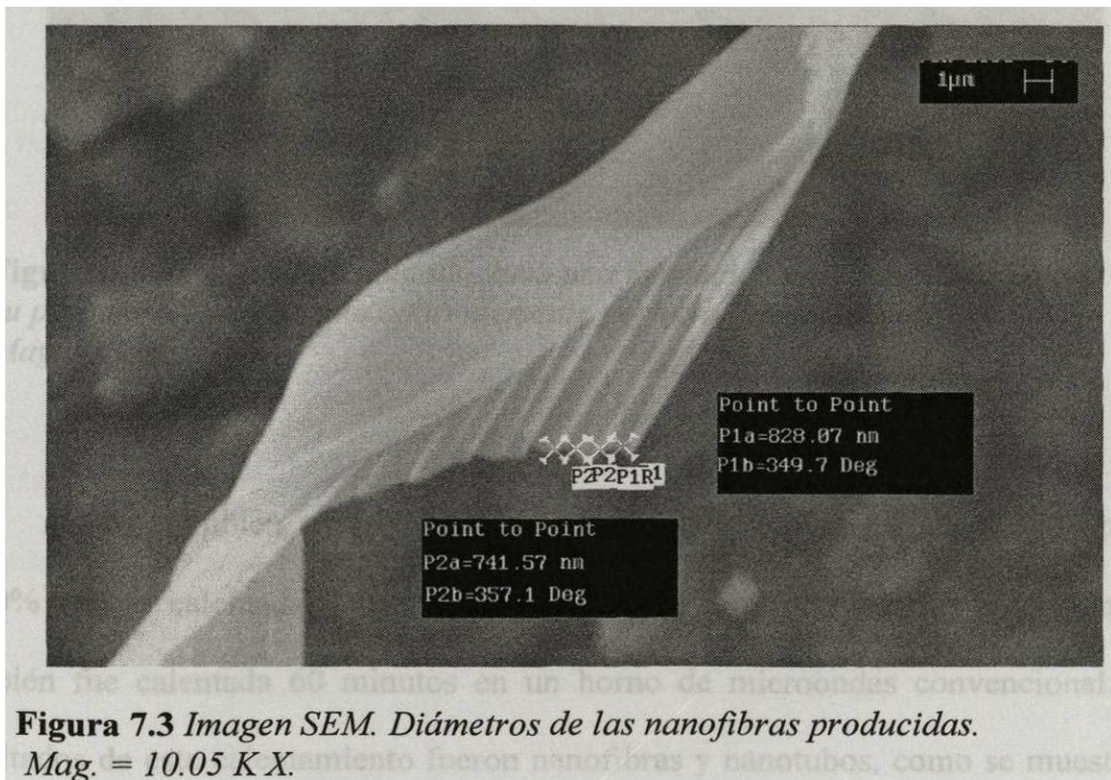
En la Figura 7.1 podemos apreciar una muestra de 100% azúcar procesada por calentamiento mediante irradiación de microondas. En la parte izquierda de las imagen podemos ver la formación de películas delgadas en la superficie y, si centramos nuestra atención a la esquina superior derecha, podemos ver una especie de soga formada solo por fibras de carbono. Esta parte de la imagen se muestra en la Figura 7.2, podemos predecir que el vector C_h , del que habíamos hablado anteriormente en el Capítulo III, se encuentra involucrado en este proceso, en base al retorcimiento de la fibra que observamos.



La medición de las fibras que componen esta cuerda, se encuentran en la Figura 7.3, donde a su vez, se puede apreciar que efectivamente son fibras de carbono. Esta soga tiene un ancho promedio de $6.46 \mu\text{m}$, y sus pequeñas fibras que la integran tienen un diámetro de entre 740 nm y 828 nm , y largos de entre 5 y $10 \mu\text{m}$.

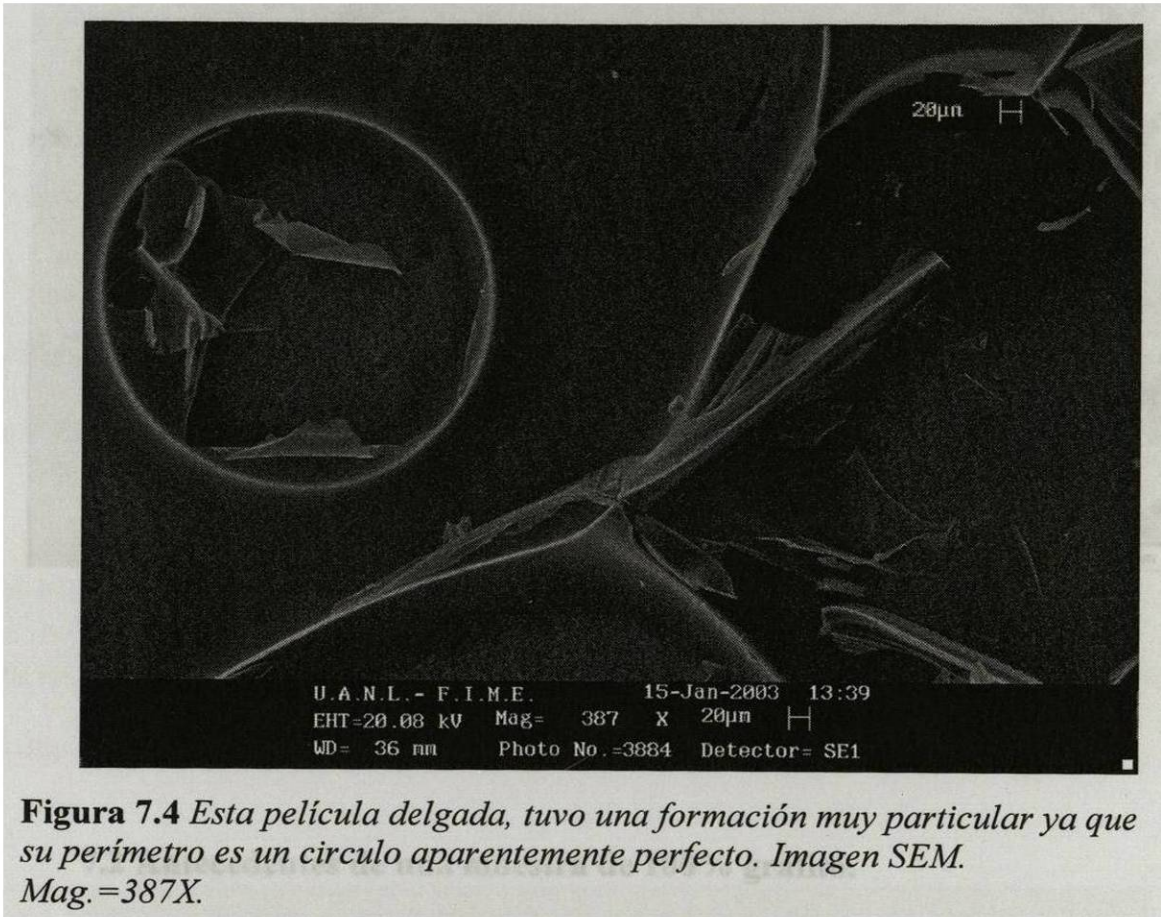
En esta investigación, a pesar del éxito obtenido en cuanto a procesamiento de nanofibras, hubo ausencia de nanotubos, lo cual se puede deber a la baja capacidad de absorción de microondas del azúcar (no alcanza los 1000 °C), así que, para poder obtener nanotubos a partir de ella, se pensó en mezclarla con otro material que actuara como un catalizador, que tuviera la capacidad de absorber microondas.

La estructura que tienen las fibras medidas en la Figura 7.3, incluso podrían catalogarse como “nanobelt”, un tipo de estructura que apenas se esta investigando.



En la Figura 7.4, tenemos un ejemplo de una película delgada de las que habíamos hablado antes. En la imagen se nota “rota”, como una especie de burbuja en la superficie. Lo interesante de esta película es la forma de círculo en que se formó.

Midiendo los espesores de las partes rotas de las películas, podemos ver que tienen un espesor promedio de 340 nm.



Existen también, antecedentes de muestras con combinaciones de 50% grafito y 50% azúcar calcinada. Esta muestra, como las dos mencionadas anteriormente, también fue calentada 60 minutos en un horno de microondas convencional. Los resultados de este calentamiento fueron nanofibras y nanotubos, como se muestra en la Figura 7.4, obtenida por TEM.

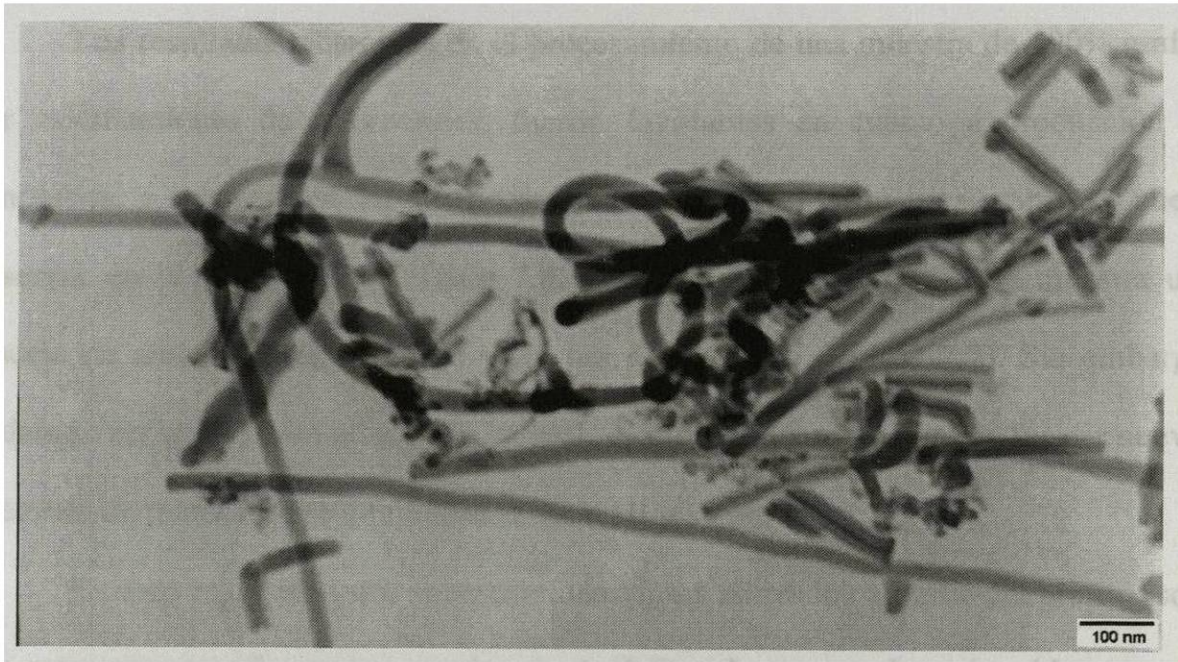


Figura 7.5 Imagen obtenida por TEM de una muestra procesada por calentamiento de microondas de composición 50% grafito, 50% azúcar calcinada.

7.2 Antecedentes de una muestra de 100% grafito.

El grafito, por sí mismo, no necesita de un calentamiento preeliminar para absorber microondas. La gráfica de la Figura 7.6, nos indica, como es el calentamiento del grafito a través del tiempo.

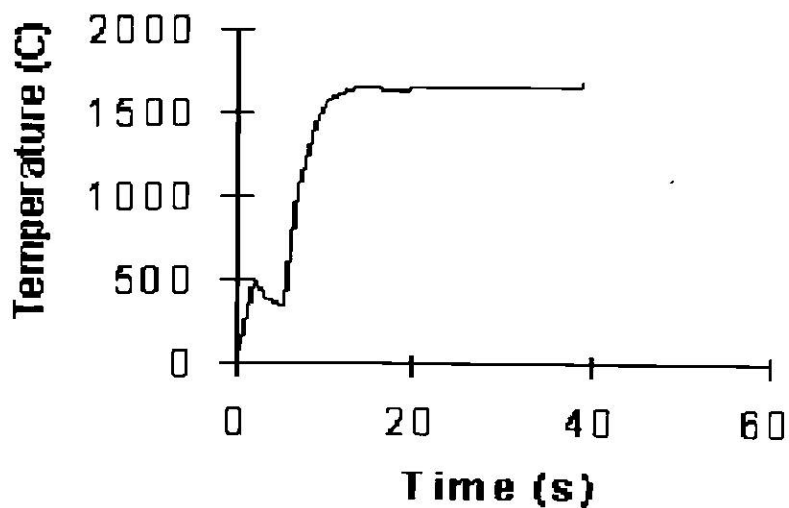
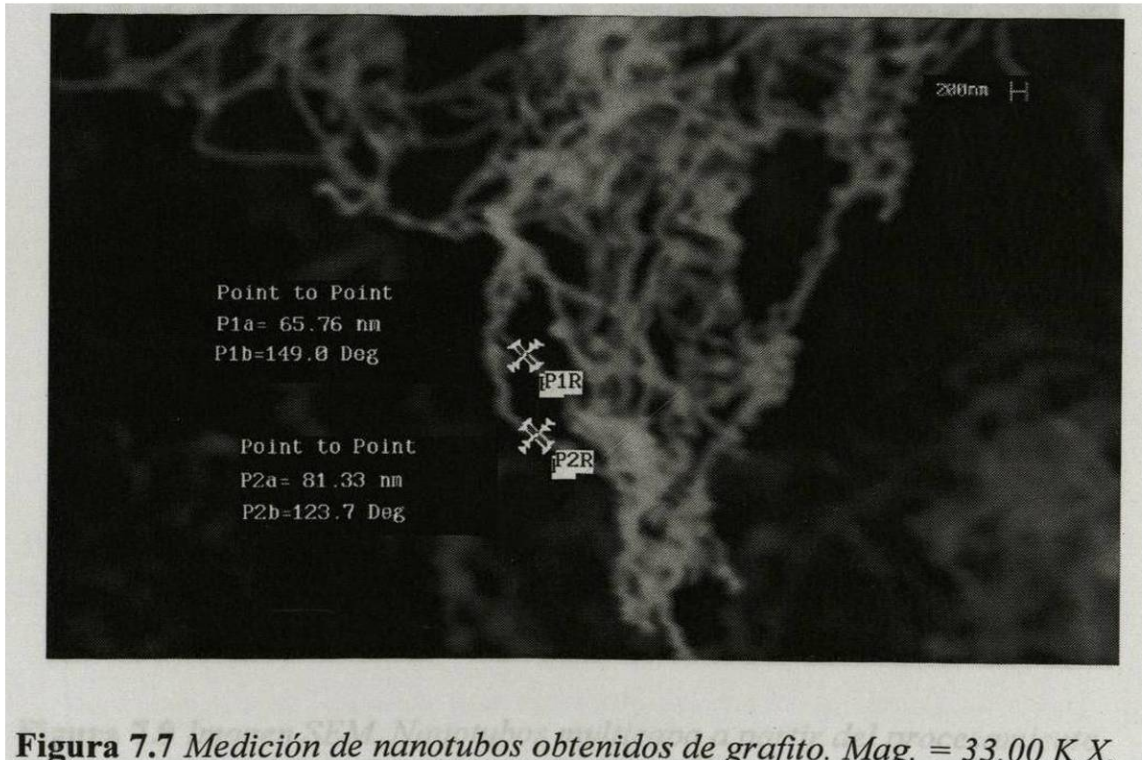


Figura 7.6 Calentamiento por microondas del grafito.⁶¹

Los resultados obtenidos en el procesamiento de una muestra de 100% grafito por calentamiento de microondas, fueron favorables en cuanto a producción de nanotubos, e irrefutables, en cuanto a la existencia de los mismos, como se puede observar en la Figura 7.7 y Figura 7.8, obtenida por SEM, donde se muestra una madeja de nanotubos de entre 65 y 81 nm de diámetro (Figura 7.7). Sin embargo, podemos ver que no son alineados, lo cual, es otro de los motivos para buscar nuevas opciones de materiales (o combinaciones de ellos) a procesar.

Existen resultados que muestran nanotubos alineados a partir del grafito, solo que estas muestras fueron procesadas en atmósfera. Los nanotubos obtenidos, aunque fueron alineados, también fueron escasos, en comparación con la cantidad producida de una muestra en vacío.



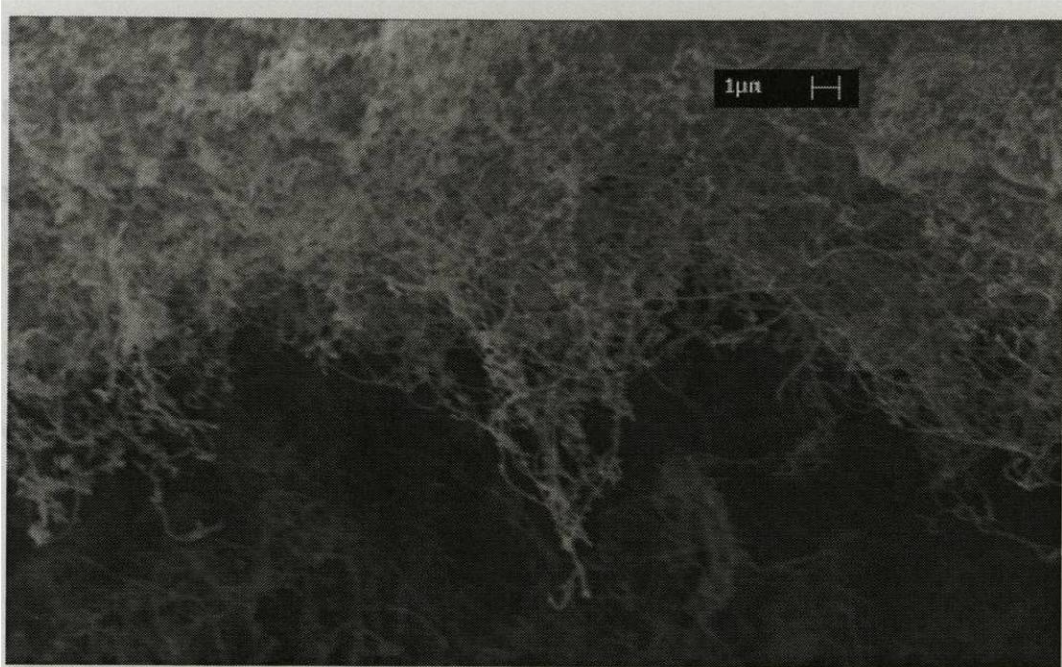
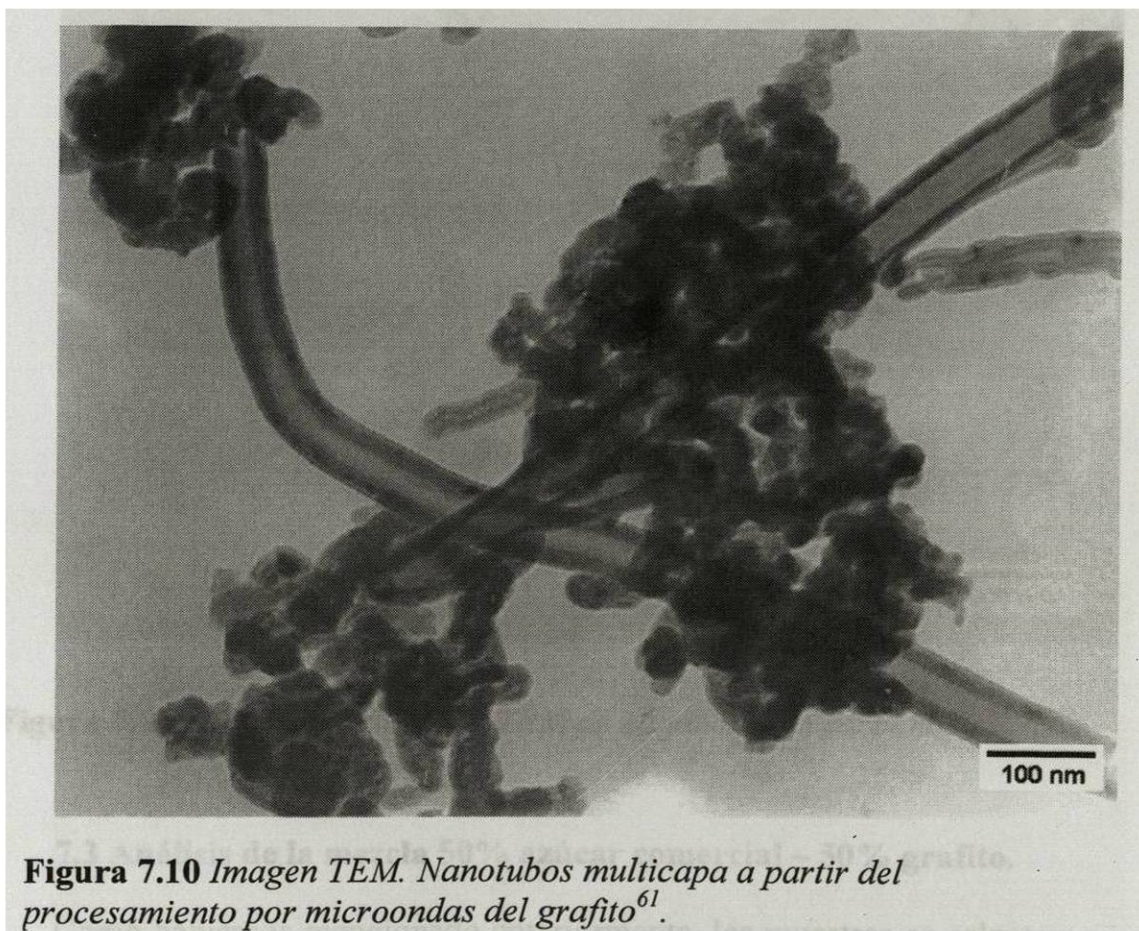


Figura 7.8 Imagen SEM. Muestra 100% grafito procesada por calentamiento de microondas. Mag. = 10.16 K X.



Figura 7.9 Imagen SEM. Nanotubos multicapa a partir del procesamiento por microondas del grafito. Mag. = 10.00K X.⁶¹

En la Figura 7.8 podemos observar una imagen mas nítida de los nanotubos producidos a partir de grafito, calentado en microondas por 60 minutos, obteniendo nanotubos mono y multicapa, cuyos diámetros se encontraron entre 100 nm y 200 nm. En la Figura 7.10, obtenida por TEM, se muestran los nanotubos mencionados, con un diámetro promedio de 50 nm y largo del orden de micras. Como podemos ver en la figura mencionada, la mayoría de los nanotubos obtenidos se encuentran rodeados de partículas carbonáceas.



Una imagen mas obtenida por TEM (Figura 7.10), de diferente escala que la anterior, nos muestra nanotubos multicapa con una estructura tipo bambú (Figura

7.11 (1)), algunas puntas abiertas (Figura 7.11 (2)) y la mayoría de las puntas cerradas o con partículas carbonáceas.

Después de revisar los antecedentes mencionados de los componentes de nuestras muestras 1 y 2, fue que sugerimos las mezclas mencionadas utilizadas en este trabajo, tomando 20 minutos en base al tiempo que le lleva al grafito obtener su temperatura máxima (Figura 7.6).

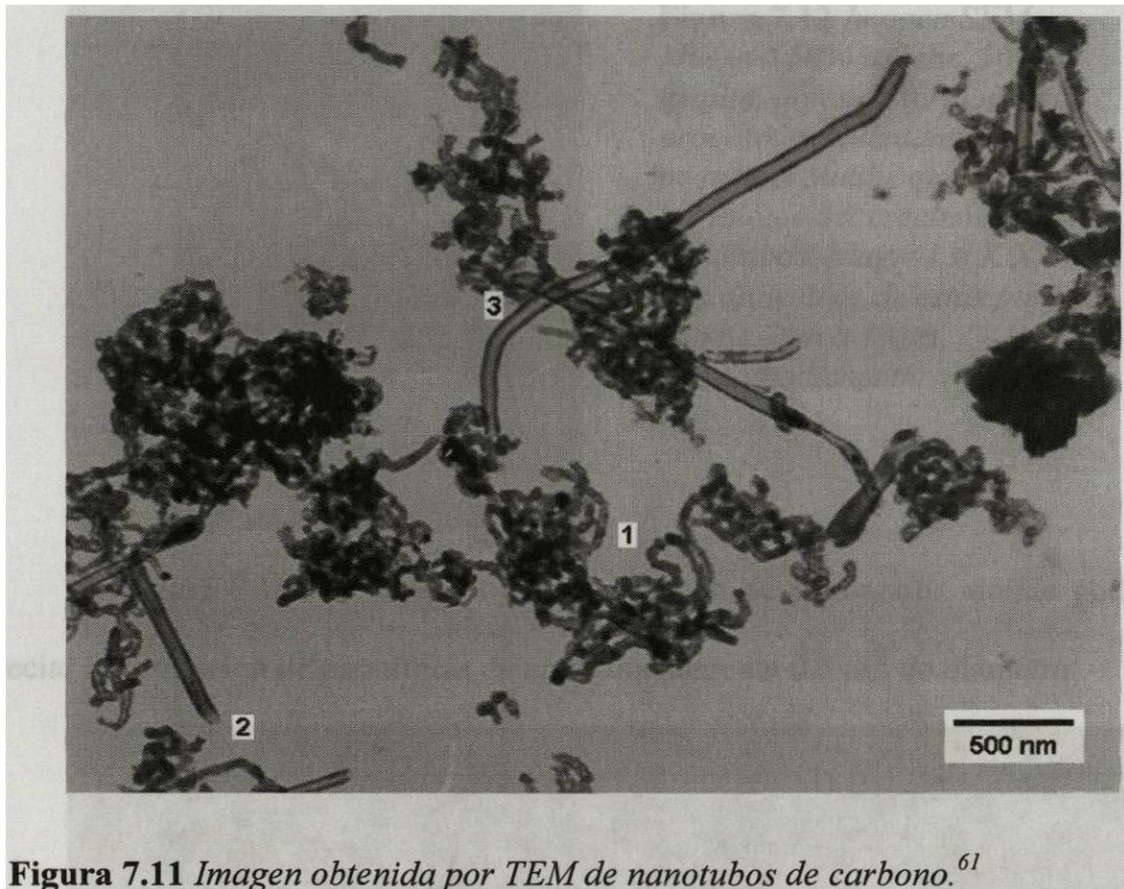


Figura 7.11 Imagen obtenida por TEM de nanotubos de carbono.⁶¹

7.3 Análisis de la mezcla 50% azúcar comercial – 50% grafito.

Como habíamos mencionado anteriormente, las muestras se calentaron juntas por un periodo de 20 minutos, sin embargo, esta muestra, notamos que durante el proceso de calentamiento llegó al rojo vivo durante menos tiempo que el azúcar pura y calcinada. Esto nos permite decir que la presencia de grafito permite que la muestra

se caliente mas rápido. Si analizamos esta muestra un poco antes de que llegue al rojo vivo podemos ver lo que muestra la Figura 7.12, pudiéndose observar que el crecimiento de nanopartículas indicado por los pequeños puntos que se pueden ver en la figura, apenas comenzaba.

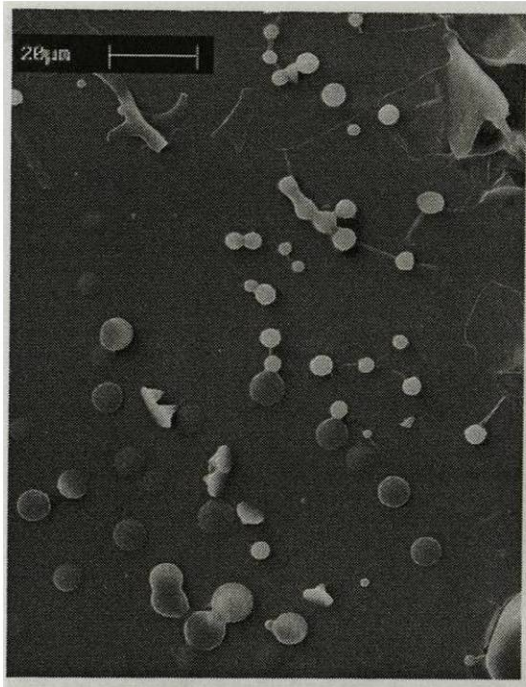


Figura 7.12 Imagen SEM. Muestra 50% azúcar, 50% grafito, antes de terminar el proceso de calentamiento. Los pequeños puntos que se ven son los inicios del crecimiento de nanotubos. Mag. = 1.6 K X. Los diámetros de estos puntos van de 2 μm a 10 μm aproximadamente.

La Figura 7.13 nos muestra una ampliación de la anterior, donde podemos apreciar la formación de nanofibras de aproximadamente 0.5 μm de diámetro.

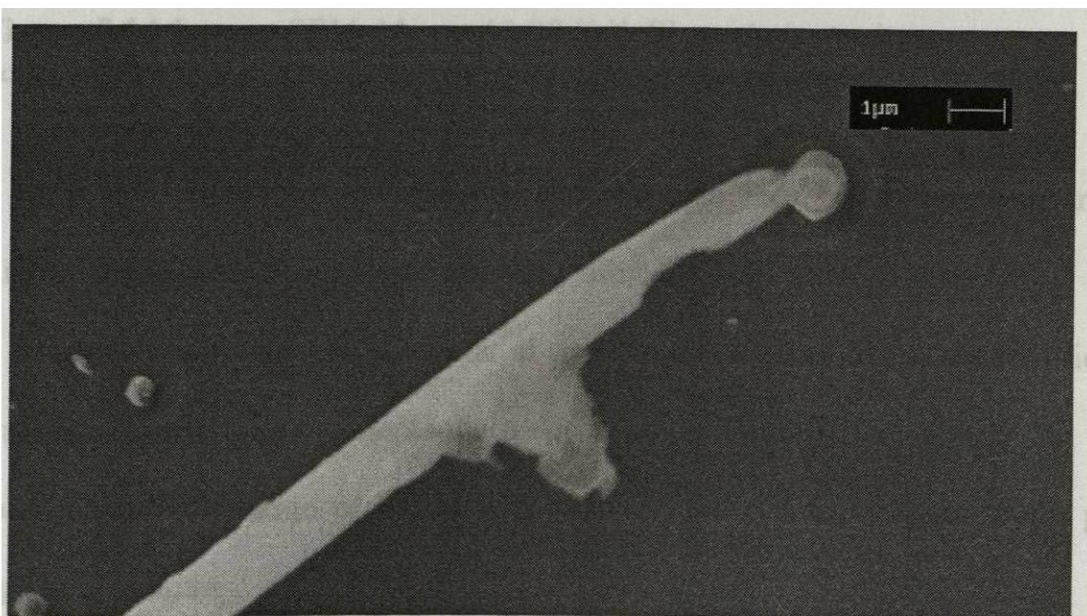
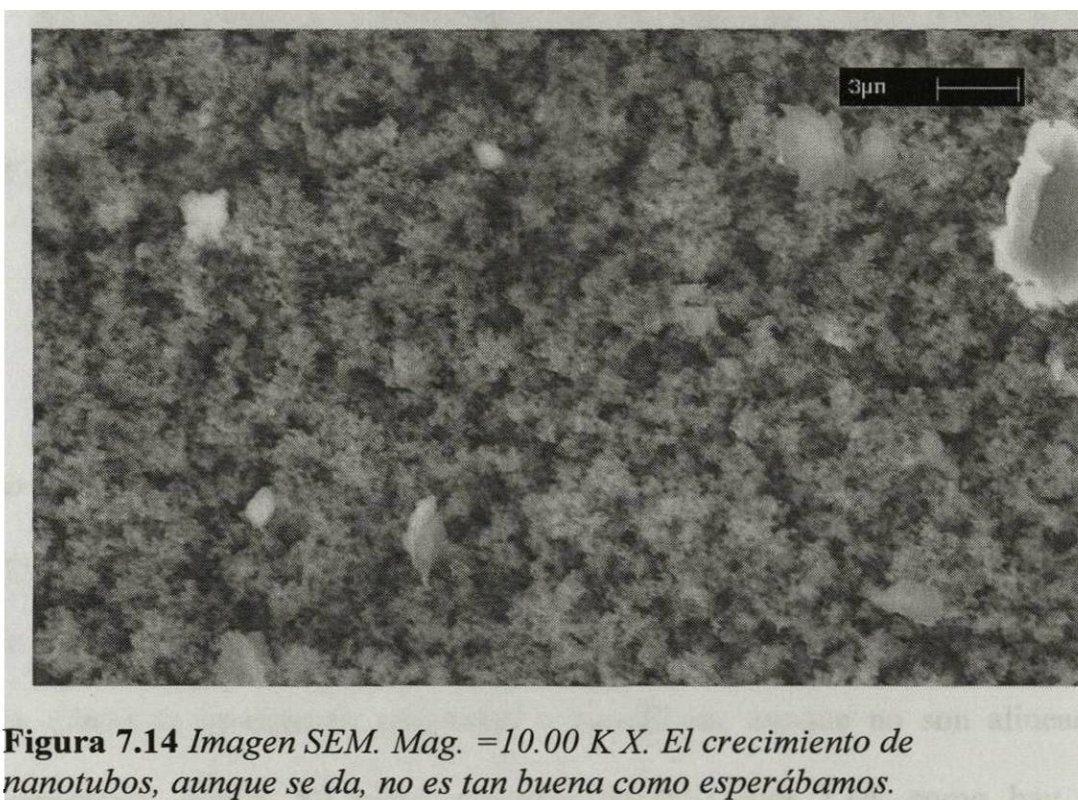


Figura 7.13 Imagen SEM. Formación de nanofibras antes de terminado el proceso de calentamiento. Mag. = 20.00 K X.

Una vez terminado el proceso de calentamiento de la muestra anterior, se volvió a analizar por SEM y, como muestra la Figura 7.14 se presenta la formación de nanopartículas, donde también se observan algunas partes donde el proceso de calentamiento no fue aprovechado completamente. Aunque como se puede ver el crecimiento de los nanotubos no es tan bueno como el esperado.



La Figura 7.15, con un doble de aumento que la anterior, nos muestra el crecimiento de nanopartículas cortas y no muy alineadas.

Esto nos hizo pensar en aumentar el proceso de calentamiento, pues se vio en muestras anteriores que aumentándolo aumentaba también el largo de los nanopartículas, sin embargo esta idea solo se tomó como una recomendación para investigaciones futuras.

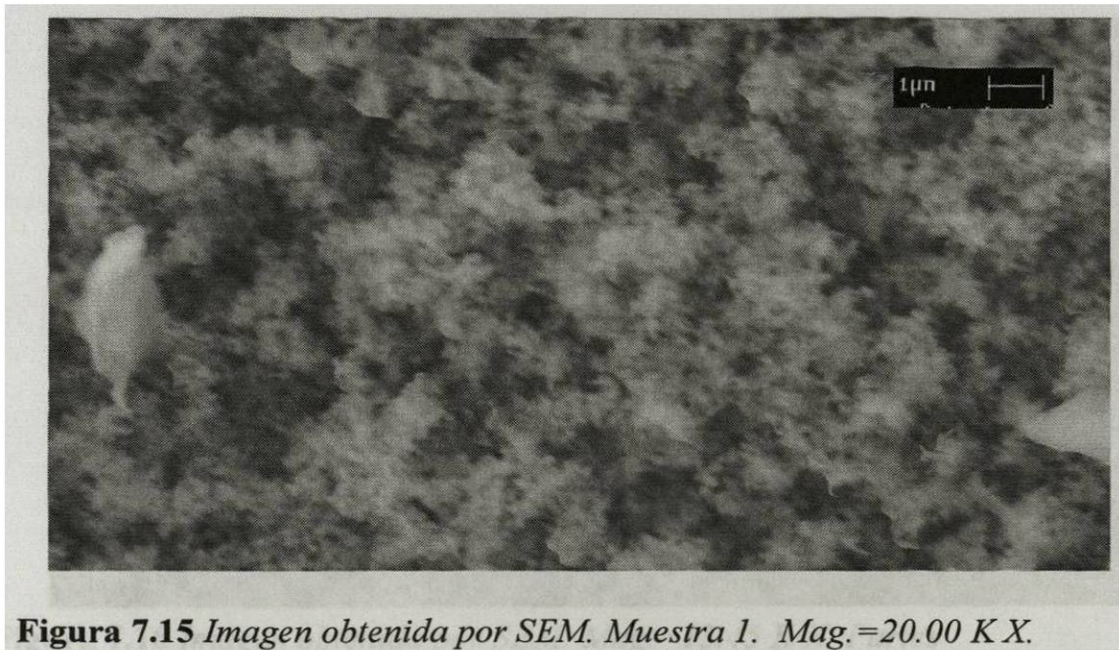
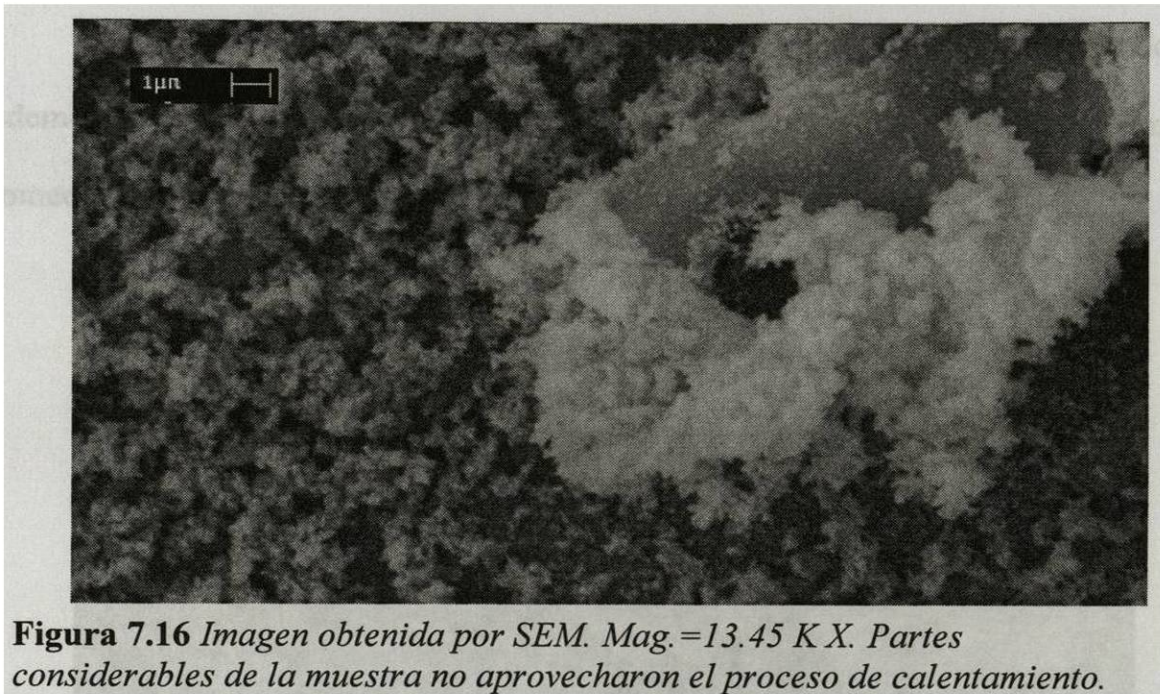


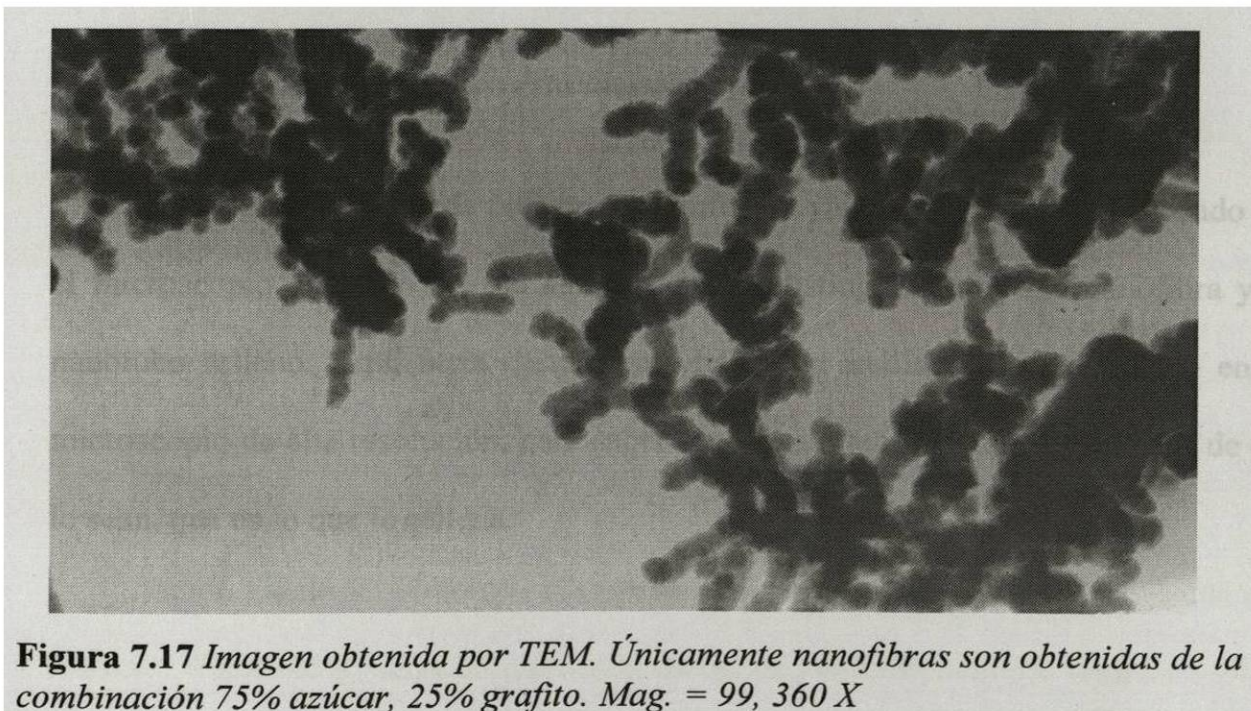
Figura 7.15 Imagen obtenida por SEM. Muestra 1. Mag. = 20.00 K X.

7.4 Análisis de la mezcla 75% azúcar comercial – 25% grafito.

El propósito de la composición de esta muestra fue “catalogar” un mínimo de grafito necesario para que el azúcar funcione como precursor de nanotubos calentada a un mismo tiempo y en las mismas condiciones que la anterior, a excepción, de que esta se analizó solamente una vez terminado su proceso de calentamiento. Se presume que en efecto se produjeron nanotubos y nanofibras, aunque no son alineadas ni suficientemente largos. Se puede observar en la Figura 7.16, como hay partes considerables donde el proceso de calentamiento no surgió efecto, muy grandes en comparación con la Figura 7.14 de la muestra anterior, donde estas partes parecían mínimas. Así mismo, sobre esta superficie, se alcanzan a apreciar pequeños puntitos que habíamos señalado antes como comienzos de algún crecimiento ya sea de nanofibras o nanotubos.



En la Figura 7.17 podemos ver una imagen obtenida por TEM de esta muestra, en ella podemos apreciar que las nanopartículas de las que se hablan son nanofibras únicamente.



En un acercamiento a la figura anterior, obtuvimos la Figura 7.18, donde podemos tener una apreciación mejor de la fibras obtenidas, con un diámetro promedio de 10 nm y un largo promedio de 65 nm.

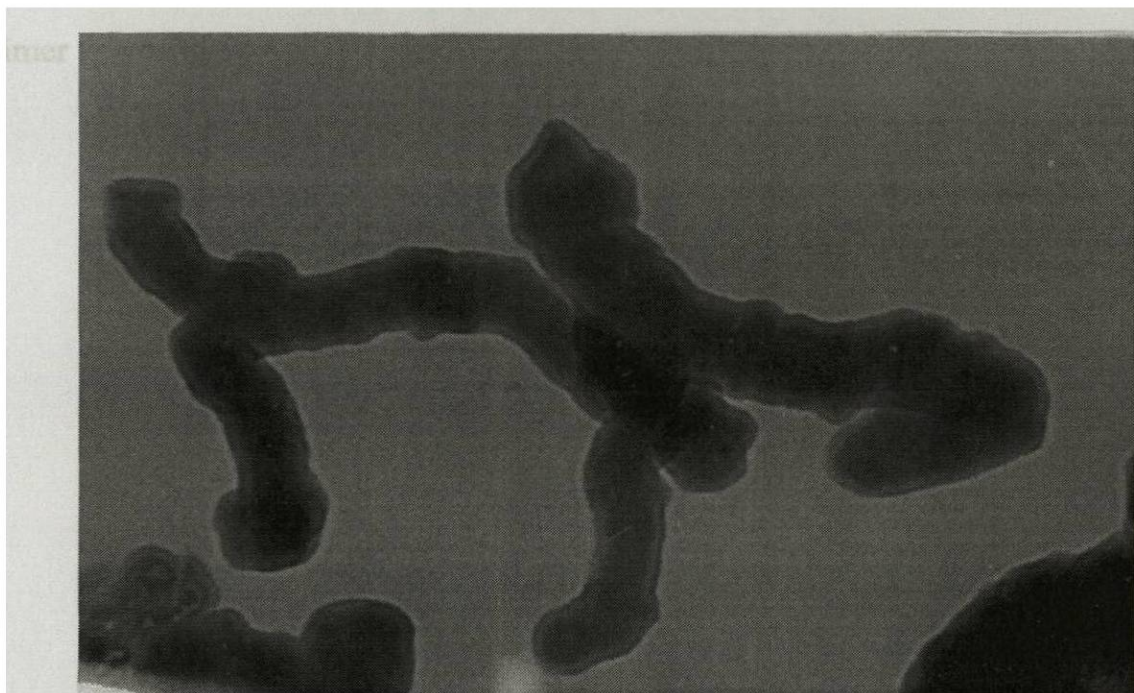


Figura 7.18 Imagen obtenida por TEM. Mag. =255000 X. Acercamiento de las nanofibras obtenidas en esta investigación.

La Figura 7.18 puede prestarse a confusión ya que, el aumento alcanzado por el microscopio utilizado no fue suficiente para distinguir entre una nanofibra y un nanotubo relleno. Aquí sería conveniente hacer un análisis mas exhaustivo en un microscopio de alta resolución, para saber si son nanotubos rellenos y en caso de que lo sean, que es lo que lo rellena.

7.5 Análisis de 100% ferroceno.

En comparación con los resultados anteriores, este fue realmente exitoso, ya que no solo obtuvimos nanotubos sino que los encontramos alineados y verticales. La Figura 7.19, obtenida por microscopía electrónica de barrido, nos los muestra en un primer acercamiento.

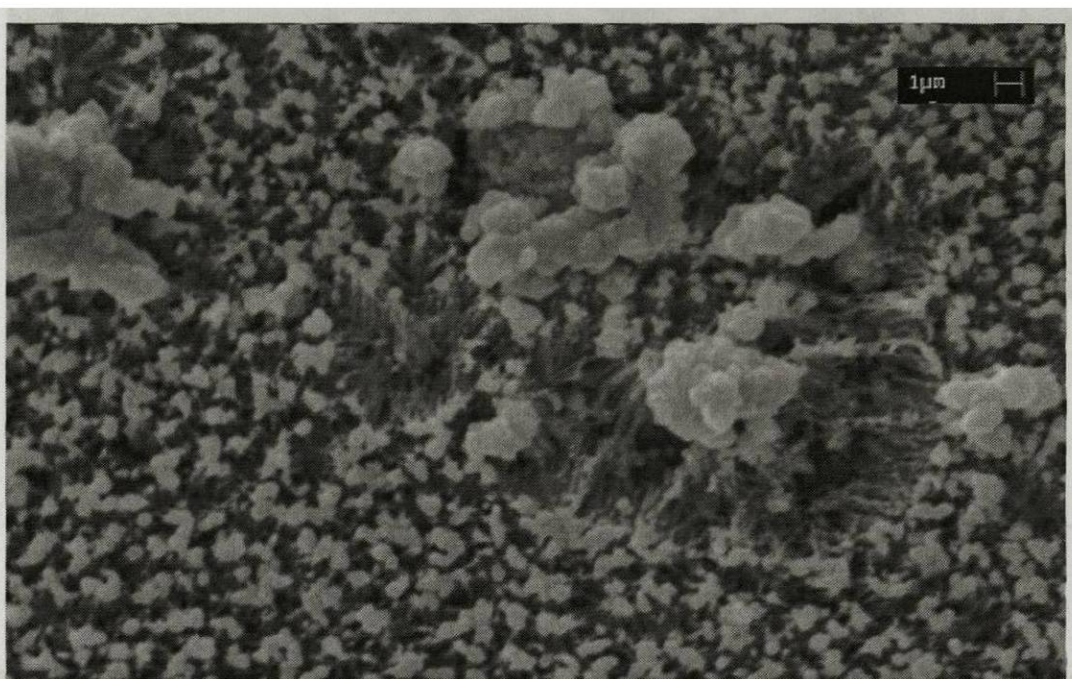


Figura 7.19 Imagen SEM de la muestra 3. podemos ver nanotubos alineados y verticales. Mag. = 10.00 K X.

La Figura 7.19 la podríamos analizar en 2 partes, donde la parte 1 sería la Figura 7.20 y la parte 2 la Figura 7.21.

En la Figura 7.20, vemos el aspecto de la mayor parte de la superficie de esta muestra. Haciendo el análisis elemental de las pequeñas bolitas que aparecen en las puntas de los nanotubos, supimos que era el hierro que estaba actuando como un catalizador, quizá fue el responsable del éxito en esta parte del experimento.

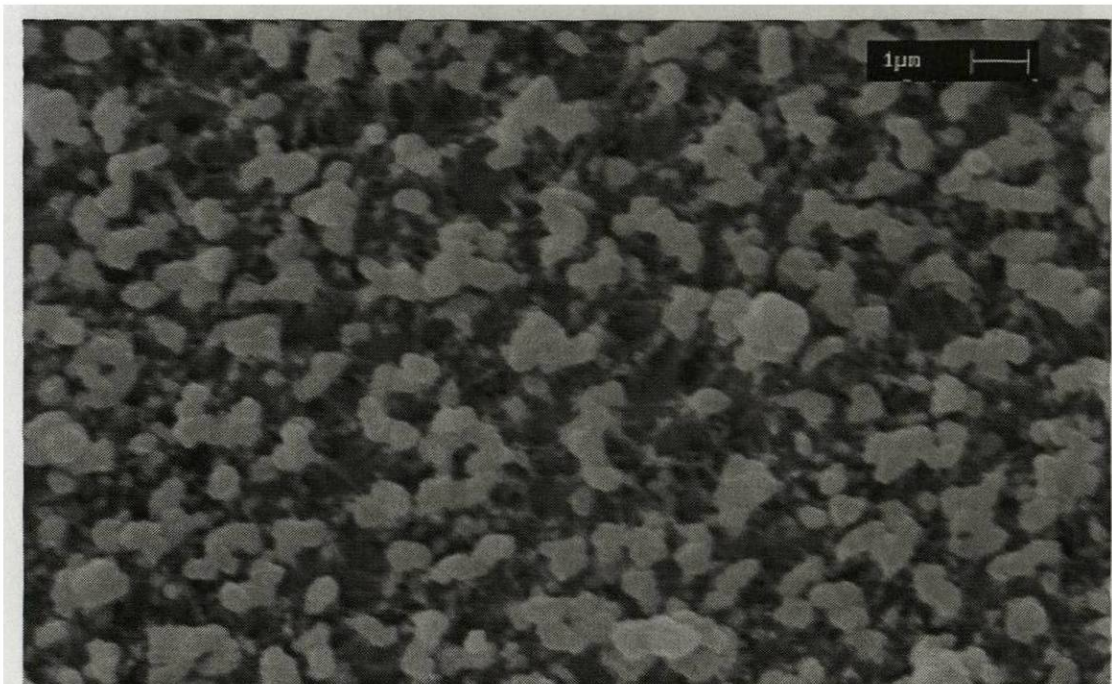


Figura 7.20 *Imagen SEM. Mag. = 20.00 K X. Podemos ver partículas de hierro en las puntas de los nanotubos como catalizadores.*

En la Figura 7.21, es la parte número 2 de la Figura 7.19 de la que hablábamos, y la verdadera responsable de que nos diéramos cuenta del éxito obtenido, ya que aparecen los nanotubos separados, permitiéndonos ver hacia adentro y ver la longitud de los mismos. Quizá esta “abertura” entre ellos se debió a la manipulación de la muestra, pues no hay indicaciones de que se repita un crecimiento así en otra parte de ella.

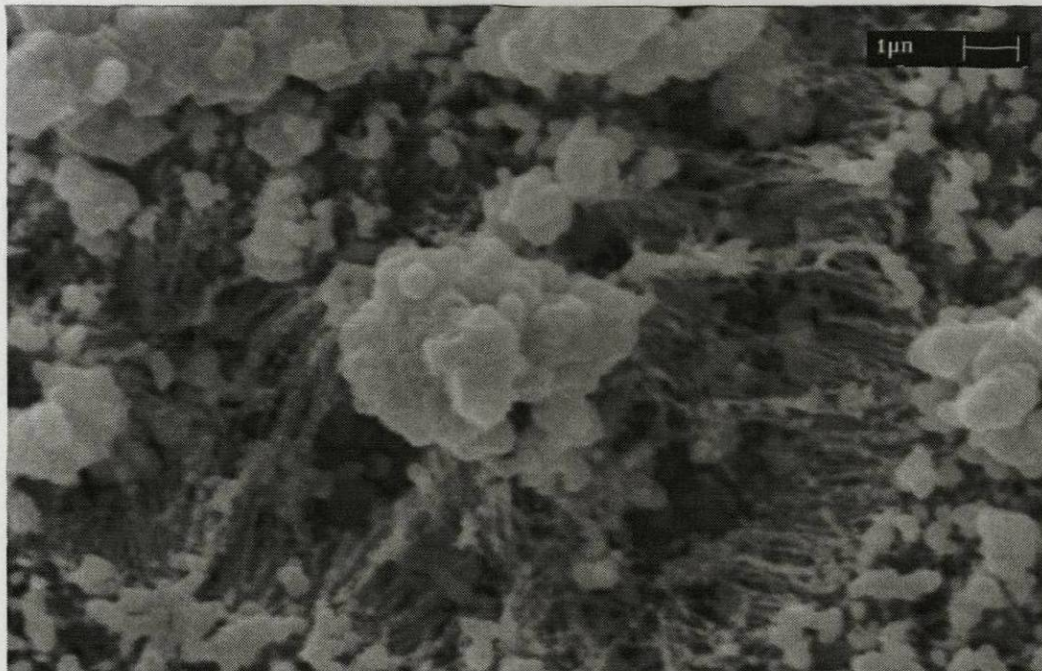


Figura 7.21 Imagen SEM. Mag.=20.00 K X. Viendo “hacia abajo” en la muestra podemos apreciar la alineación de los nanotubos y considerar esta parte del experimento un éxito.

En la Figura 7.22, obtenida por TEM, aparece uno de los nanotubos obtenidos por calentamiento de ferroceno por medio de irradiación de microondas. El nanotubo mostrado tiene unas medidas promedio de 52 nm de largo, 3 nm de diámetro y 13 nm de diámetro en el catalizador.

Podemos apreciar en la Figura 7.22, que más que una molécula de hierro sobrepuesta al nanotubo, parece estar atrapada en él. Sin embargo, una vez más se sugiere una nueva investigación de alta resolución sobre esta muestra, no obstante, no hay duda de que se produjeron nanotubos a partir de esta muestra.

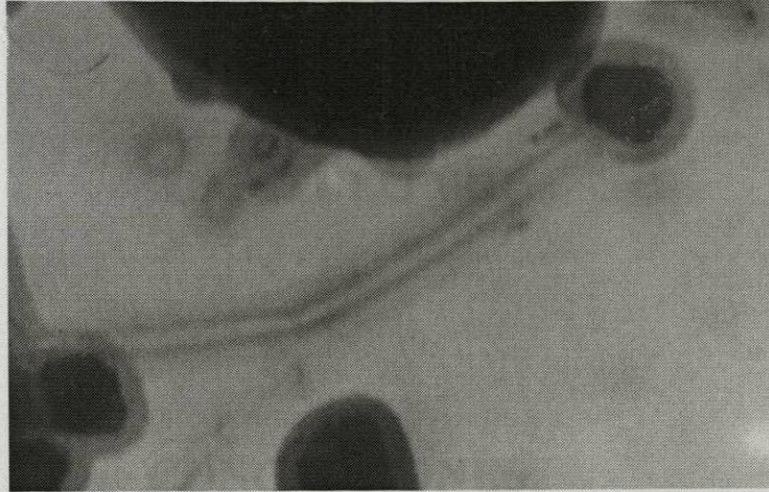


Figura 7.22 *Imagen TEM. Mag.=255000 X. Nanotubo a partir de calentamiento por irradiación de microondas de ferroceno.*

CAPITULO VIII

CONCLUSIONES.

Después del análisis de las muestras procesadas, con la ayuda del TEM y SEM, podemos llegar a las siguientes conclusiones, que se resumen en la Tabla VIII.I, donde se presentan los resultados, la composición de cada muestra y el tiempo de exposición.

Tabla VIII.I Resultados obtenidos a partir de las muestras propuestas.

RESULTADOS OBTENIDOS A PARTIR DE LAS MUESTRAS PROPUESTAS

| | |
|--------------------------|----------------------------|
| 50% azúcar – 50% grafito | Nanopartículas, nanofibras |
| 75% azúcar – 25% grafito | Nanofibras, nanopartículas |
| 100% ferroceno | Nanotubos |

El proceso de calentamiento fue por irradiación de microondas. Las muestras fueron expuestas por un periodo de 20 minutos.

Pudimos observar gracias a las comparaciones que hicimos entre trabajos anteriores y el trabajo que se presenta, que el crecimiento de nanotubos depende del tiempo de exposición a la irradiación de microondas.

Comparando los resultados de las muestras 1 y 2, podemos ver que entre menor sea la cantidad de grafito presente, mayor deberá ser el tiempo de calentamiento, mas si el azúcar presente no ha tenido algún tipo de precalentamiento.

Los nanotubos obtenidos utilizando el ferroceno procesado por medio de irradiación de microondas como precursor crecieron alineados, y en una forma vertical a la superficie del vidrio de cuarzo que se utilizó para procesar la muestra.

Con una mezcla de azúcar y grafito, se disminuyen costos de producción de nanopartículas (especialmente nanofibras), debido al bajo costo de los antes mencionados, sin embargo, aunque los resultados a partir del ferroceno fueron buenos, su costo es elevado en comparación con las mezclas sugeridas anteriormente.

CAPITULO IX

RECOMENDACIONES.

En base a las experiencias adquiridas en la elaboración de este trabajo, me permito hacer las siguientes recomendaciones:

- ✓ Aumentar el tiempo de calentamiento para la obtención de nanotubos mas largos.
- ✓ Obtener imágenes por encima de los 20000 aumentos, para una mejor apreciación del producto.
- ✓ Realizar un análisis en un microscopio electrónico de transmisión de alta resolución en las mezclas de azúcar y grafito para confirmar el crecimiento de nanofibras o nanotubos rellenos.
- ✓ Revisar la intervención del ángulo helicoidal en las nanopartículas obtenidas haciendo una caracterización de los mismos.
- ✓ Para obtener resultados a partir de alguna mezcla con azúcar comercial, de preferencia utilizar azúcar calcinada.

REFERENCIAS

1. www.dei.uc.edu.py/tai2002-2/nanotec/aplicacion.html
2. www.dei.uc.edu.py/tai2002-2/nanotec/introduccion.html
3. S. Iijima, Helical microtubules of graphitic carbon, *Nature*, (London) **354-356**, 56 (1991)
4. Proyecto Iabot members.fortunecity.es/iabot/ciencia/futuras/nanotecnologia/historia.htm
5. Crandall, BC; Nanotechnology: Molecular speculations on global abundance, **1-4**, (1992).
6. Sistema métrico," Enciclopedia Microsoft® Encarta® 2000. © 1993-1999 Microsoft Corporation. Encarta.
7. "Tabla 4:prefijos decimales," Enciclopedia Microsoft® Encarta® 2000. © 1993-1999 Microsoft Corporation.
8. T.A. Edison, US Patent 470,975 (1892).
9. P. Schützenberger y L. Schützenberger, *Compt. Rend* **111**, 774 (1890), Pelabon C.H. Pelabon, *Compt. Rend* **137**, 706 (1905).
10. R. Bacon, *J. Appl. Phys.* **31**, 283-290 (1960).
11. C. Herring y J. K. Galt, *Phys. Rev.* **85**, 1060 (1952).
12. A. P. Levitt, *Whisker Technology*, (Wiley-Interscience, New York, 1970).
13. www.astrocosmo.cl/biografi/b-r-p_feynman.htm

14. "Nanotecnología," Enciclopedia Microsoft® Encarta® 2000. © 1993-1999 Microsoft Corporation.
15. M. Endo. Mecanisme de croissance en phase vapeur de fibres de carbone. PhD thesis, University of Orleans, Orleans, France, 1975, M. Endo. PhD thesis, Nayoya University, Japan, (1978).
16. A. Oberlin, M. Endo, y T. Koyama, Carbon **14**, 133 (1976).
17. A. Oberlin, M. Endo, y T. Koyama, J. Cryst. Growth **32**, 335-349 (1976).
18. Binning, Gerd; Rohrer, Heinrich; Gerber C.; Weibel E.; surfece Studies of scanning tunneling microscopy, Physical Reviews Letters, 49, **57-71**, (1982).
19. Chen, Julian; Introduction to Scanning Tunneling Microscopy, Oxford University Press, (1993).
20. P. Alguacil, S. Pistone, Nanotecnología, **3**, (2002).
21. Nanotubos, Materiales para el tercer milenio, Aplicaciones www.geocities.com/percy_venegas/page4.html
22. O. V. Kharissova, F. P. Herrera M, , Guerrero M, P. Aplicaciones de los nanotubos en diversas áreas de la industria, **4**, (por publicar) (2003).
23. Nanotecnología, secretos ocultos e inmortalidad - Eva Chaparro www.redcientifica.com/doc/doc200112220001.html
24. J.N.barisci, G.G.Wallace, R.H.Baughman, J.Electroanal. Chem., **488**, **92** (2000).
25. S. Saito, Science, **278**, **77** (1997).
26. E. G. Rakov, Russ.Chem.Reviews, **70**(10) 934 (2001).
27. IBM www.research.ibm.com/resources/news/20010425_Carbon_Nanotubes.html

28. Angela Singleton, corresponsal de LPS. El arte de la nanotecnología. Mundo Medico No. 40, **4**, (2003)
29. www.dei.uc.edu.py/tai2002-2/nanotec/clasificacion.html
30. R. Saito, G. Dresselhaus, M. S. Dresselhaus. Physical Properties of Nanotubes, Imperial College Press, **11**, (2001)
31. www.uclm.es/profesorado/afantinolo/Docencia/Inorganica/Tema9/Alotropos%20del%20carbono.pdf
32. O. V. Kharissova, E. Zavala, Síntesis de nanotubos y fullerenos, Ingenierías, Vol. V, 14, **7** (2002).
33. R. E. Smalley. Nobel lecture, Discovering the fullerenos, Rev. Mod. Phys., **69**, **723**, (1997).
34. R. F. Curl. Nobel lecture, Dawn of the fullerenos, experiment and conjecture, Rev. Mod. Phys, **69**, **691**, (1997).
35. H. Kroto. Nobel lecture, Symmetry, space, stars and C₆₀, Rev. Mod. Phys, **69**, **703**, (1997).
36. L. A. Zheng, B.M. Lairson, E.V. Barrera, R.D. Shull. Formation of nonmagnetic thin films by dispersed fullerenes, Applied Physics Letters, Vol. **77**, 20, **3242-3244** (2000).
37. O. V. Kharissova, U. Méndez. La estructura del fullereno C₆₀ y sus aplicaciones. Ciencia UANL, Vol. 5, 4, **475-477**, (2002).
38. A. Mittelbach, W. Honle, H. G. von Schnering. Optimization of the Production and Separation of fullerenos, Angewandte chemie, Vol. 31, 12, **1640**, (1992).
39. S. Iijima y T. Ichihashi, Nature (London), **363**, 603 (1993).

40. D.S. Bethune, C. H. Kiang, M. S. de Vries, G. Gorman, R. Savoy, J. Vazquez y R. Beyers, *Nature (London)* **363**, 605 (1993).
41. A. Thess, R. Lee, P. Nikolaev, H. Dai, P. Petit, J. Robert, C. Xu, Y. H. Lee, S. G. Kim, A. G. Rinzler, D. T. Colbert, G. E. Scuseria, D. Tománek, J. E. Fischer, y R. E. Smalley. *Science* **273**, 483-487 (1996).
42. C. Journet, W. K. Maser, P. Bernier, A. Lioseau, M. Lamy de la Chapelle, S. Lefrant, P. Deniard, R. Lee, y J. E. Fischer, *Nature (London)* **388**, 756 (1997).
43. B. I. Yakobson y R. E. Smalley, *American Scientist* **85**, 324 (1997).
44. M. Yudasaka, T. Komatsu, T. Ichihashi y S. Iijima. *Chem. Phys. Lett.* **278**, 102 (1993).
45. Y. Saito y M. Inagaki, *Jpn. J. Appl. Phys.* **32**, L954 (1993).
46. T. W. Ebbesen, H. Hiura, J. Fujita, Y. Ochiai, S. Matsui, y K. Tanigaki, *Chem. Phys. Lett.* **209**, 83-90 (1993).
47. T. W. Ebbesen, *Annu. Rev. Mater. Sci.* **24**, 235-264 (1994).
48. P. M. Ajayan y S. Iijima, *Nature (London)* **358**, 23 (1992).
49. S. Iijima, *Mater. Sci. Eng.* **B19**, 172 (1993).
50. R. Saito, G. Dresselhaus, M. S. Dresselhaus. *Physical Properties of Nanotubes*, Imperial College Press, **79**, (2001)
51. C. L. Robledo. Estudio de superficies de nanotubos por medio de microscopia de fuerza atómica. Tesis de licenciatura, **24-25**, (2003).
52. www.cedex.es/lceym/eq_labce/eq_cmmeb.html
53. www.uma.es/Investigadores/servinv/microscopia.html
54. Wikipedia. es.wikipedia.org/wiki/microscopio_electrónico_de_transmisión

55. Introduction to Transmission Electron Microscopy. www.lct.fnt.hvu.nl/bov/Microscopy/
56. M. L. López. Serie Científica Avanzada: El microscopio Electrónico. Centro de Extensión Biomédica. Facultad de Medicina, Universidad de Chile.
57. www.uclm.es/profesorado/afantinolo/QAVANZADA/ferroceno
58. O. V. Kharissova. Influencia del hierro en la estructura del espinel en el sistema $MgO-Al_2O_3-Fe_2O_3$ sinterizado en horno convencional y mediante microondas. Tesis doctoral. UANL, México (2001).
59. H. Burgos G. CARBOHIDRATOS O HIDRATOS DE CARBONO O GLÚCIDOS. Colegio Liceo Alemán de Santiago. Departamento de ciencias era de biología.
60. E. C. Dickey, C. A. Grimes, M. K. Jain, K. G. Ong, D. Quian, P. D. Kichambare, R. Andrews, D. Jacques. Visible photoluminescence from ruthenium-doped multiwall carbon nanotubes. Applied Physics Letters. Vol. 79, 24, (2001).
61. U. O. Mendez, O. V. Kharissova, M. Rodriguez. Synthesis and morphology of nanostructures via microwave heating. Rev. Adv. Mater. Sci. 5, 398-402, (2003).

RESUMEN AUTOBIOGRÁFICO

Flor Peregrina Herrera Martínez.

Candidata para la obtención del título de Licenciado en Física.

Título de la tesis:

SÍNTESIS DE NANOMATERIALES A PARTIR DE MEZCLAS DE FERROCENO, AZÚCAR Y CARBONO EMPLEANDO LA IRRADIACIÓN DE MICROONDAS COMO FUENTE DE CALENTAMIENTO.

Biografía:

Datos personales:

- **Lugar de nacimiento:** Distrito Federal, México
- **Fecha de nacimiento:** 02 de mayo de 1982
- **Hija de:** Anselmo Herrera Ávila y Flor Peregrina Martínez Mendoza

Educación:

- **Primaria:** el primer año en Instituto Jorge Washington, Del. Venustiano Carranza, México, D. F. y de segundo año en adelante en el Colegio México – Americano, Monclova, Coahuila, México.
- **Secundaria:** Instituto Central Coahuila, Monclova, Coahuila.
- **Preparatoria:** Instituto Central Coahuila, Monclova Coahuila.
- **Licenciatura:** Facultad de Ciencias Físico – Matemáticas, Universidad Autónoma de Nuevo León, Nuevo León, México.

