Universidad Católica de Santa María

UNIVERSIDAD

de santa maría

CATÓLICA

Facultad de Ciencias e Ingenierías Físicas y Formales

Escuela Profesional de Ingeniería Mecánica, Mecánica Eléctrica

y Mecatrónica



"DEPOSICIÓN DE GRAFENO SOBRE ALAMBRES DE COBRE POR EL MÉTODO DE DEPOSICIÓN QUÍMICA DE VAPOR A PARTIR DE GAS METANO"

Tesis presentada por el Bachiller: **Rodríguez Vizcarra, Andrés René**

para optar al Título Profesional: Ingeniero Mecánico

Asesor: Ing. Carpio Rivera, Marco

Arequipa - Perú 2018





Universidad Católica de Santa María

열 (51 54) 382038 Fax:(51 54) 251213 ⊠ucsm@ucsm.edu.pe ⊕http://www.ucsm.edu.pe Apartado:1350

ESCUELA PROFESIONAL DE INGENIERÍA MECANICA, MECÁNICA ELÉCTRICA Y MECATRÓNICA

INFORME DICTAMINATORIO

VISTO

EL BORRADOR DE TESIS TITULADO:

"DEPOSICION DE GRAFENO SOBRE ALAMBRES DE COBRE POR EL METODO DE DEPOSICION QUIMICA DE VAPOR A PARTIR DE GAS METANO"

Presentado por el Bachiller:

RODRIGUEZ VIZCARRA, Andrés Rene

probable

Nuestro DICTAMEN es:

OBSERVACIONES: Nínguna

Arequipa, 25 de Setiembre 2018

RPIO RIVERA MARCO INC

ING. AUGUSTO CACERES NUÑEZ



DEDICATORIA

Para:

Mi madre Olga Amelia Vizcarra, por siempre haber sido un ejemplo de vida para mí y enseñarme que no hay nada más valioso que la honradez y el trabajo duro.

Mi padre Roberto Primitivo Rodríguez, por sus ejemplos de responsabilidad y dedicación que lo describen y que me ha demostrado siempre y por enseñarme el valor de un trabajo bien hecho.





AGRADECIMIENTOS

Agradezco a mis padres por todo su apoyo incondicional, por siempre tener fe en mí y ayudarme a alcanzar mis metas.

Agradezco a mis profesores que con su conocimiento y experiencia me guiaron en el desarrollo de este trabajo.

Agradezco al equipo del Laboratorio de Investigación de Ciencia de los Materiales LICMA, por permitirme ser parte de él y por compartir conmigo sus conocimientos y experiencias.

Y, estaré eternamente agradecido con las personas que no menciono aquí, pero aprecio todo su apoyo en este proceso.





INTRODUCCIÓN

El grafeno es una monocapa de átomos de carbono que están dispuestos en una red en panal 2D con una longitud de enlace C-C de 0.142 nm. (Dasari, 2017). Este material ha llamado la atención de la comunidad científica los últimos años debido a sus propiedades físicas, tales como alta movilidad de electrones de 250,000 cm2/Vs (Novoselov KS G. A., 2005), alta conductividad térmica de 5000 W / m-K (Baladin AA, 2008) y excepcional módulo de Young de 1 TPa (Lee C W. X., 2008). Estas propiedades han abierto una gran gama de aplicaciones para el grafeno como en dispositivos de almacenamiento de energía (Berger C, 2004)y transistores (Dasari, 2017).

La deposición química de vapor o Chemical Vapor Deposition (CVD) es una de las técnicas más prometedoras para producir monocapas de grafeno a gran escala. Este proceso tiene la ventaja de poder seleccionar un sustrato, es capaz de darnos una producción a gran escala dependiendo del tamaño del sustrato y se puede obtener grafeno de buena calidad (Dasari, 2017).

Los sustratos de Ni y Cu son los más utilizados debido a su bajo costo y disponibilidad. En el caso del Cu, el grafeno crece como una sola capa uniforme y de alta calidad en un área grande. Estudios han demostrado que el grafeno puede tener un crecimiento uniforme de una sola capa y de alta calidad en un área grande de hasta 30 pulgadas (X. Li, 2009). Se confirmó además que el 95% de la superficie de cobre estaba cubierta por una sola capa de grafeno, mientras que el área restante estaba cubierta por 2 a 3 capas de grafeno (Dhananjay K. Sharma, 2017).

En el presente proyecto, se abordan las condiciones necesarias para la deposición de grafeno sobre alambres de cobre, esto incluye: tipo de sustrato, preparación de la superficie del sustrato, gas precursor, flujos volumétricos, temperatura y tiempos en las etapas del proceso.



RESUMEN

El grafeno es un material alótropo del carbono que está llamando la atención de la comunidad científica e industrial, debido a su gama de propiedades eléctricas, mecánicas y térmicas. Actualmente se cuenta con aplicaciones en la aeronáutica y como semiconductor en circuitos eléctricos. En este estudio se busca depositar grafeno sobre un alambre de cobre, para ello se definirá un procedimiento escrito para la deposición del grafeno y se estudiará los efectos en las variaciones de tiempo, temperatura y flujos de gases (metano, hidrógeno), se espera que esto mejore sus propiedades mecánicas. En el laboratorio de investigación de materiales de la Universidad Católica de Santa María contamos con los equipos necesarios para la obtención de grafeno, teniendo como principal equipo un reactor de deposición química de vapor. Para obtener grafeno requeriremos de las variables de: flujos de gases, temperatura y tiempo.

Palabras Clave: grafeno, deposición química de vapor, metano, cobre, carbono.





ABSTRACT

Graphene is an allotropic carbon material that is drawing the attention of the scientific and industrial community, due to its range of electrical, mechanical and thermal properties. Currently, it has applications in aeronautics and as a semiconductor in electrical circuits. This study seeks to deposit graphene on a copper wire, for this purpose a written procedure for graphene deposition will be defined and the effects on variations of time, temperature and gas flows (methane, hydrogen) will be studied. This improves its mechanical properties. In the materials research laboratory of the Catholic University of Santa Maria we have the necessary equipment to obtain graphene, having as main equipment a chemical vapor deposition reactor. To obtain graphene we will require the following variables: gas flows, temperature and time.

Keywords: graphene, chemical vapor deposition, methane, copper, carbon.





ÍNDICE GENERAL

DEDICATORIA	ii
AGRADECIMIENTOS	iii
INTRODUCCIÓN	iv
RESUMEN	v
ABSTRACT	vi
ÍNDICE GENERAL	vii

CAPÍTULO I

1. Marc	o Metodológico	1
1.1	Tema de Investigación	1
1.2	Descripción del Problema	1
1.3	Justificación	1
1.4	Hipótesis	2
1.5	Variables	2
	1.5.1 Variables Independientes	2
	1.5.2 Variables Dependientes	3
1.6	Objetivos	3
	1.6.1 Objetivo General	3
	1.6.2 Objetivos Específicos	3
1.7	Alcances	3
1.8	Antecedentes	4

CAPÍTULO II

2. Mar	co Teórico	7
2.1	Definición de Grafeno	7
2.2	Definiciones y Clasificación	8
	2.2.1 Grafeno	8
	2.2.2 Capa de Grafeno	9
	2.2.3 Carbono Turbostrático	9
	2.2.4 Grafeno Bicapa, Grafeno Tricapa	11
	2.2.5 Grafeno Multicapa (MLG)	11
	2.2.6 Grafeno de Pocas Capas (FLG)	12
	2.2.7 Nanoplacas de Grafito; Nano Hojas de Grafito; Nano Escamas de Grafito	12



	2.2.8 Grafito Exfoliado	. 14
	2.2.9 Nano-Capa de Grafeno	. 15
	2.2.10Micro-Capa de Grafeno	. 15
	2.2.11 Nano-Cinta de Grafeno	. 16
	2.2.12Puntos Cuánticos de Grafeno (GQD)	. 17
	2.2.13Oxido de Grafeno (GO)	. 17
	2.2.14Oxido de Grafito	. 19
	2.2.15Oxido de Grafeno Reducido (rGO)	. 20
	2.2.16Grafenización	. 20
	2.2.17 Materiales de grafeno (también materiales a base de grafeno, nanomateriales de	21
	grateno, nanomateriales de familia de grateno)	. 21
• •	2.2.18 Clasificación del Grareno	. 21
2.3	Metodologías Experimentales para Medir los Parámetros de Clasificación del Grateno	. 22
2.4	Propiedades del Grafeno	. 22
	2.4.1 Electrónica	. 22
	2.4.2 Optica	. 23
	2.4.3 Mecánicas	. 24
	2.4.4 Toxicidad	. 26
	2.4.5 Propiedades generales	. 26
2.5	Aplicaciones del Grafeno	. 26
	2.5.1 Grafeno para Desalinización del Agua	. 27
	2.5.2 Electrodos Transparentes	. 28
2.6	Producción de Grafeno en Sudamérica	. 30
2.7	Métodos de Obtención del Grafeno	.31
2.8	Método de Deposición Química de Vapor (CVD)	. 31
	2.8.1 Definición	. 32
	2.8.2 Clasificación del Proceso CVD	. 33
	2.8.3 lasificación de Equipos para el proceso CVD	. 35
2.9	Sustrato	. 39

CAPÍTULO III

3. Metodología Experimental	
3.1 Ubicación del Área de Investigación	
3.2 Definiendo el Método CVD a Usar	
3.3 Material Necesario	
3.3.1 Equipo de Protección Personal	
3.3.2 Equipos	
3.3.3 Instrumentos	41



	3.3.4 Reactivos	41
	3.3.5 Otros	41
3.4	Criterios para Fabricación de la Probeta de Alambre de Cobre	41
3.5	Procedimiento Experimental de Deposición de Grafeno	42
	3.5.1 Antes del uso del Sistema de Producción de Grafeno:	43
	3.5.2 Durante el uso del Sistema de Producción de Grafeno:	47
	3.5.3 Después del uso del Sistema de Producción de Fibra de Carbono:	49
3.6	Proceso Para la Deposición de Grafeno	50
3.7	Caracterización de las Probetas	52
	3.7.1 Microscopía Electrónica de Barrido	52
	3.7.2 Prueba con el Puente de Weathstone	52
	3.7.3 Ensayo de Tracción	53
3.8	Resultados	54
	3.8.1 Ensayo de Tracción	56
	3.8.2 Ensayo de Puente de Weathstone	57
	3.8.3 Microscopia de Barrido de Electrones	60
3.9	Análisis de Resultados	66
	3.9.1 Ensayo de Tracción	66
	3.9.2 Ensayo de Weathstone	70
	3.9.3 Microscopia de Barrido de Electrones	75
CONCL	LUSIONES	82
RECOM	IENDACIONES	83
BIBLIO	OGRAFÍA	84
ANEXC	DS	90



х

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 2-1: Técnicas Analíticas Para la Clasificación de Grafeno	22
Tabla 2- 2: Propiedades del grafeno	26
Tabla 2- 3: Métodos de obtención del grafeno	31

Tabla 3 - 1: Resumen de experimentos de deposición de grafeno en el reactor CVD	55
Tabla 3 - 2: Resultados de prueba de tracción	57
Tabla 3 - 3: Resultados de ensayo con el puente de Weathstone I	58
Tabla 3 - 4: Resultados de ensayo con el puente de Weathstone II	58
Tabla 3 - 5: Resultados de ensayo con el puente de Weathstone III	59
Tabla 3 - 6: Esfuerzo máximo de tracción soportado por las probetas	66
Tabla 3 - 7: Modulo de Young de las probetas sometidas al ensayo de tracción	67
Tabla 3 - 8: Porcentaje de resistividad respecto a la probeta sin tratar	70





ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 2- 1: Estructura del grafeno	7
Figura 2- 2: Estructura sp2 del grafeno	8
Figura 2- 3: Capa de grafeno obtenido por CVD, sobre una lámina de cobre (SEM)	9
Figura 2- 4: Comparativa de carbono turbostrático con grafito	10
Figura 2- 5: Carbono turbostrático (SEM)	10
Figura 2- 6: Grafeno bicapa y tricapa (SEM)	11
Figura 2- 7: Grafeno multicapa (SEM)	12
Figura 2- 8: Nano placas de grafito (SEM)	13
Figura 2- 9: Nano hojas de grafito (SEM)	13
Figura 2- 10: Nano escamas de grafito (SEM)	14
Figura 2- 11: Grafito exfoliado (SEM)	14
Figura 2- 12: Nano-capa de grafeno (SEM)	15
Figura 2- 13: Micro-capa de grafeno (SEM)	16
Figura 2- 14: Nano-cinta de grafeno	16
Figura 2- 15: Nano-cinta de grafeno (SEM)	17
Figura 2- 16: Preparación de óxido de grafeno a partir de grafeno	18
Figura 2- 17: Capas de óxido de grafeno (SEM)	18
Figura 2- 18: Preparación de óxido de grafeno a partir de grafito	19
Figura 2- 19: Oxido de grafito (SEM)	19
Figura 2- 20: Preparación de óxido de grafeno reducido	20
Figura 2- 21: Oxido de grafeno reducido por exfoliación térmica (SEM)	20
Figura 2- 22: Grafica Resumen de clasificación del grafeno	21
Figura 2- 23: Microfotografía óptica de cristales de grafeno	23
Figura 2- 24: Transmitancia en función del espesor de películas delgadas de OG	24
Figura 2- 25:Esquema de nanoindentación en grafeno suspendido	25
Figura 2- 26: Curva de carga/descarga	25
Figura 2- 27: Aplicaciones industriales del grafeno	27
Figura 2- 28: Diagrama esquemático de proceso de filtración de NaCl del agua a travé	s de
membrana de grafeno monocapa	28
Figura 2- 29: Representación de un electrodo de grafeno transparente en un DSSC	29
Figura 2- 30: Reservas mundiales de grafeno 2014 (en miles de toneladas)	30
Figura 2- 31: Proyección de mercado del grafeno hacía el 2025	30



Figura 2- 32: Esquema de Proceso CVD	32
Figura 2- 33: Sistema ALD	34
Figura 2- 34: Proceso ALD	35
Figura 2- 35: Reactor CVD horizontal	35
Figura 2- 36: Reactor CVD vertical.	36
Figura 2- 37: Esquema de reactor de barril I	36
Figura 2- 38: Reactor de barril II	37
Figura 2- 39: Reactor planetario	37
Figura 2- 40: Esquema de reactor planetario	38
Figura 2- 41: Reactor LPCVD	38
Figura 2- 42: Esquema de reactor LPCVD	39
Figura 3 - 1: Criterio para fabricación de probeta de alambre de cobre	42
Figura 3 - 2: Procedimiento para la deposición de grafeno sobre alambres de cobre	42
Figura 3 - 3: Base de Alúmina	43
Figura 3 - 4: Adaptación de Acero Inoxidable	43
Figura 3 - 5: Uso del cúter	44
Figura 3 - 6: Probeta de alambre de cobre	45
Figura 3 - 7: Probeta con sujetador	45
Figura 3 - 8: Zona Marcada de la Manguera	46
Figura 3 - 9: Salida del Tubo de Cuarzo	47
Figura 3 - 10: Etapas del proceso CVD de deposición de grafeno	50
Figura 3 - 11: Microscopio electrónico de barrido EVO MA 19	52
Figura 3 - 12: Puente de Weathstone portátil Yokogawa 2755	53
Figura 3 - 13: Máquina de ensayo de tracción LIYI	54
Figura 3 - 14: Ensayo de tracción	56
Figura 3 - 15: Ensayo de puente de Weathstone	57
Figura 3 - 16: Imágenes SEM de un alambre de cobre sin tratar	60
Figura 3 - 17: Imágenes SEM de alambre de cobre tratado solo con N2 y H2	61
Figura 3 - 18: Imágenes SEM del ensayo Gr-Cu-N2-P-07	62
Figura 3 - 19: Imágenes SEM del ensayo Gr-Cu-N2-P-11	63
Figura 3 - 20: Imágenes SEM del ensayo Gr-Cu-N2-P-20	64
Figura 3 - 21: Imágenes SEM del ensayo Gr-Cu-N2-P-21	65
Figura 3 - 22: Gráfica comparativa de esfuerzo máximo de las probetas	66



Figura 3 - 23: Gráfica comparativa del módulo de Young de las probetas	67
Figura 3 - 24: Esfuerzo Máximo (MPa) vs CH4 (sccm) y T.D. (min)	68
Figura 3 - 25: Esfuerzo Máximo (MPa) vs T.D. (min)	68
Figura 3 - 26: Esfuerzo Máximo (MPa) vs CH4 (sccm)	69
Figura 3 - 27: Resistividad de la probetas en relación a la probeta sin tratar	71
Figura 3 - 28: Resistividad (%) vs CH4 (sccm) y T.D. (min)	71
Figura 3 - 29: Resistividad (%) vs CH4 (sccm)	72
Figura 3 - 30: Resistividad (%) vs T.D. (min)	72
Figura 3 - 31: Resistividad (%) vs CH4 (sccm) y T.D. (min) con distintios calibres	73
Figura 3 - 32: Resistividad (%) vs CH4 (sccm) con distintos calibres	74
Figura 3 - 33: Resistividad (%) vs T.D. (min) con distintos calibres	74
Figura 3 - 34: Probeta sin tratar (izquierda) vs probeta activada con H2 (derecha)	75
Figura 3 - 35: Comparativa de imágenes SEM a 550 X aumentos	76
Figura 3 - 36: Comparativa de imágenes SEM a 4 KX aumentos	78
Figura 3 - 37: Comparativa de imágenes SEM a 12 KX aumentos	80





CAPÍTULO I

1. Marco Metodológico

1.1 Tema de Investigación

"Deposición de grafeno sobre alambres de cobre por el método de deposición química de vapor a partir de gas metano".

1.2 Descripción del Problema

En un proceso de investigación y desarrollo se busca sacar el máximo provecho a cada equipo a disposición que se tenga, este es el caso del reactor CVD del Laboratorio de Investigación de Materiales de la Universidad Católica de Santa María, el cual, es capaz de producir una gran cantidad de compuestos de carbono, incluyendo grafeno.

El grafeno es un material alótropo del carbono con características excepcionales como: una alta conductividad térmica y eléctrica, una alta elasticidad, dureza y resistencia (es uno de los materiales más tenaces conocidos), es un material liviano y denso, etc.

Actualmente hay procedimientos de obtención de grafeno, en varios laboratorios y con distintos tipos de reactores CVD, sin embargo, el Laboratorio de Investigación de Materiales no cuenta con un procedimiento propio para su reactor en específico.

El presente proyecto se desarrollará en base al proyecto de nombre" Deposición de Grafeno sobre Alambres de Cobre por Deposición Química de Vapor a Partir de Gas metano", del Vicerrectorado de Investigación de la Universidad Católica de Santa María, en el Laboratorio de Investigación de Materiales, el cual se realizará mediante calentamiento térmico, a presión atmosférica en un reactor CVD horizontal, en el cual se producirá grafeno a pequeña escala. Posteriormente se intentará caracterizar el material a un nivel macroscópico.

1.3 Justificación

El problema planteado en cuestión se suscita en la necesidad de crear un procedimiento para obtener grafeno mono-capa de alta calidad en el reactor CVD del Laboratorio de Investigación de Materiales y poder realizar nuevos estudios sobre dicho material, así como también investigar acerca de sus aplicaciones, usos y características. Esto incluye un procedimiento para el tratamiento superficial previo al proceso CVD y ya en el proceso CVD



poder determinar las condiciones necesarias para la deposición de una capa de grafeno de calidad sobre el alambre de cobre y posteriormente caracterizarlo.

Este proyecto se centra en el objetivo básico de poder asegurar la deposición de grafeno sobre un sustrato de cobre a través de procedimientos efectivos y seguros. Este grafeno debe poder ser caracterizado con una microscopia de barrido de electrones. Para ello, es vital realizar un previo proceso de limpieza del sustrato de cobre, antes de que ingrese al reactor CVD, esto con su procedimiento correspondiente. Y, también se experimentará con las condiciones de temperatura, tiempo y flujo de gases de metano, hidrógeno y argón/nitrógeno para determinar el procedimiento más efectivo en lo que ha calidad del grafeno se refiere. Con estos dos procedimientos se pretende crear un grafeno con una calidad aceptable para poder derivar en nuevas investigaciones.

Este trabajo de investigación tiene como finalidad el planteamiento de procedimientos efectivos y seguros para la deposición de una capa de grafeno sobre un sustrato de cobre de una calidad tal que pueda abrir las puertas a nuevos trabajos de investigación para el laboratorio del Laboratorio de Investigación de Materiales de la Universidad Católica de Santa María, permitiendo a los estudiantes nuevas oportunidades para desarrollar temas de investigación relacionados con el grafeno y así poder continuar con el desarrollo de nuevas aplicaciones y procesos en relación a este material.

1.4 Hipótesis

Al emplear el método CVD, usando metano como material precursor, alambre de cobre como sustrato, con determinado flujo de metano, hidrogeno y argón/nitrógeno, a presión atmosférica y a una temperatura aproximada de 950 °C a 1050 °C; se puede depositar grafeno sobre la superficie del cobre, haciendo que las propiedades mecánicas del cobre mejoren.

1.5 Variables

1.5.1 Variables Independientes

- Tratamiento de superficie del sustrato de cobre.
- Temperatura.



- Flujos de: metano, hidrogeno y argón/nitrógeno.
- Tiempo de flujo de metano.

1.5.2 Variables Dependientes

- Distribución del grafeno sobre el cobre.
- Cambio en las propiedades mecánicas del cobre.

1.6 Objetivos

- 1.6.1 Objetivo General
 - Depositar grafeno sobre alambres de cobre a través del método de deposición química de vapor a partir de gas metano.

1.6.2 Objetivos Específicos

- Determinar el método de preparación de la superficie del alambre de cobre.
- Determinar las condiciones necesarias para obtener grafeno y que este recubra la superficie de un alambre de cobre, comprobando su distribución a través de microscopia de barrido.
- Evaluar la resistencia a la tracción de los alambres de cobre recubiertos con grafeno.

1.7 Alcances

En este proyecto se engloba el proceso de investigación acerca de los procedimientos necesarios para la deposición de grafeno sobre alambres de cobre a través del método CVD a partir de gas metano y la posterior caracterización del material en cuestión, a través de microscopia de barrido de electrones y una prueba de tracción.

Así mismo estos procedimientos buscan facilitar y simplificar la producción de grafeno de forma segura, asegurando una buena calidad, para que sea útil como material de investigación para nuevos trabajos de investigación en el laboratorio del Laboratorio de Investigación de Materiales de la Universidad Católica de Santa María.



Por lo tanto, el proyecto comprende el diseño y ejecución de procedimientos efectivos y seguros acerca de: la preparación de la superficie del sustrato de cobre, la deposición de grafeno en el reactor CVD y la caracterización del material a través de microscopia de barrido de electrones y de una prueba de tracción.

1.8 Antecedentes

Nguyen Van Chuc, Cao Thi Thanh, Nguyen Van Tu, Vuong TQ (China, 2014). UN ENFOQUE SIMPLE PARA LA FABRICACIÓN DE PELÍCULAS HÍBRIDAS DE NANOTUBOS DE GRAFENO Y CARBONO EN SUSTRATO DE COBRE POR DEPOSICIÓN QUÍMICA DE VAPOR

En este estudio, las películas híbridas de grafeno-carbono-nanotubo (CNT) se sintetizaron directamente en sustratos de cobre policristalino (Cu) mediante el CVD. Las películas de grafeno se sintetizaron en sustrato de Cu a 1000 °C en una mezcla de gases: argón (Ar), hidrógeno (H2) y metano (CH4). Luego, los nanotubos de carbono (CNT) se cultivaron uniformemente en la superficie de las películas de grafeno / Cu a 750 °C en una mezcla de gases Ar, H2 y acetileno (C2H2). La solución de FeCl3 de sal férrica depositada sobre la superficie del substrato de grafeno / Cu mediante el método de revestimiento por rotación se usó como precursor para el crecimiento de los CNT. La densidad y la calidad de los CNT en la superficie de las películas de grafeno / Cu pueden controlarse variando la concentración de catalizador de sal de FeCl3.

Wenwen Fei, Jun Yin, Xiaofei Liu, Wanlin Guo (Nanjing - China, 2013). DOMINIOS DENDRÍTICOS DE GRAFENO: CRENICIMIENTO, MORFOLOGÍA Y PROMOCIÓN DE LA OXIDACIÓN.

La morfología de los dominios de grafeno es muy sensible a las condiciones de crecimiento en el proceso deposición química de vapor. Aquí, demostramos el crecimiento de dominios de grafeno dendrítico de monocapa bien cristalizados con un tamaño de hasta 100 micrones bajo condiciones controladas. Los dominios dendríticos de grafeno aparecen solo en la superficie de cobre más cerca del tubo de cuarzo, mientras que el grafeno en la superficie opuesta de cobre es de forma fractal tradicional. Al reducir el tiempo previo al

recocido del cobre, obtuvimos dominios de grafeno en forma de cuadrados. Y es inesperado que algunos dominios dendríticos de grafeno promuevan la oxidación del cobre subyacente después de mantenerse en condiciones atmosféricas durante un largo plazo, lo que contrasta fuertemente con la propiedad antioxidante del grafeno durante el proceso de recocido corto, como se informó anteriormente.

Xiumei Zhanga, Shicai Xua, Shouzhen Jiang b, Jihua Wanga, Jie Wei c, Shida Xud, Shoubao Gao b, Hanping Liua, Hengwei Qiub, Zhen Li b, Huilan Liua, Zhenhua Li a, Hongsheng Li (Jinan - China, 2015). CRECIMIENTO DE GRAFENO EN NANOPARTÍCULAS DE PLATA Y COBRE POR DEPOSICIÓN QUÍMICA DE VAPOR PARA DISPERSION DE RAMAN MEJORADA EN UNA SUPERFICIE DE ALTO RENDIIENTO.

Presentamos un sistema híbrido de nanopartículas de grafeno / plata-cobre (G / SCNPs) para ser utilizado como un sustrato de dispersión Raman mejorado de superficie (SERS) de alto rendimiento. Las nanopartículas de cobre y plata envueltas por una capa de grafeno monocapa se sintetizan directamente en sustrato de SiO2 / Si por deposición de vapor química de vapor en una mezcla de metano e hidrógeno. El G / SCNP muestra una excelente actividad de mejora de SERS y alta reproducibilidad. La concentración mínima detectada de R6G es tan baja como 10-10 M y la curva de calibración muestra una buena respuesta lineal de 10-6 a 10-10 M. Las fluctuaciones de fecha de 20 posiciones de un sustrato SERS son menores que 8% y desde 20 sustratos diferentes son menos del 10%. La alta reproducibilidad de las señales de Raman mejoradas podría deberse a la presencia de una capa de grafeno ultrafino y una morfología uniforme de las nanopartículas de plata y cobre. El uso de G / SCNP para la detección de nucleósidos extraídos de la orina humana demuestra un gran potencial para las aplicaciones prácticas en una variedad de detección en el campo de la medicina y la biotecnología.

Chenye Hea, Xiuming Bub, Siwei Yanga, Peng Hea, Guqiao Dinga, Xiaoming Xie (Shangai-China, 2017). ESTRUCTURA DE GRAFENO POR DEPOSICIÓN DE VAPOR QUÍMICA DE VAPOR PARA UN MEJOR RENDIMIENTO FOTOCATALÍTICO



El crecimiento directo de grafeno de alta calidad en la superficie de SrTiO3 (STO) se realizó a través de la deposición de vapor químico (CVD), para construir pocas capas de "caparazón de grafeno" en cada nanopartícula de STO. El compuesto STO / grafeno muestra una actividad fotocatalítica de luz ultravioleta significativamente mejorada en comparación con la referencia STO / rGO. El análisis del mecanismo confirma el papel de la estructura núcleo-capa y el enlace químico (Ti C) especiales para la transferencia interfacial rápida de electrones y la separación efectiva del orificio de electrones.



Publicación autorizada con fines académicos e investigativos En su investigación no olvide referenciar esta tesis



CAPÍTULO II

2. Marco Teórico

Teóricamente, el grafeno se estudió durante mucho tiempo, sin embargo, se creía que el aislamiento de materiales monocapa a temperaturas finitas no era posible debido a las inestabilidades termodinámicas inherentes a sus redes (Dhananjay K. Sharma, 2017). Años más tarde, Andre Geim y Konstantin Novoselov, dos químicos de la Universidad de Manchester, Reino Unido, utilizaron el método de exfoliación mecánica para redescubrir el grafeno (K.S. Novoselov, 2004), que se convirtió en un material electrónico prometedor, debido a sus propiedades únicas, como la alta movilidad de electrones, útil para varias aplicaciones potenciales (Dhananjay K. Sharma, 2017).

2.1 Definición de Grafeno

El grafeno es una monocapa de átomos de carbono que están dispuestos en una red en panal hexagonal 2D con una longitud de enlace C-C de 0.142 nm. (Dasari, 2017).



Figura 2- 1: Estructura del grafeno Fuente: (Romero, 2017)

Publicación autorizada con fines académicos e investigativos En su investigación no olvide referenciar esta tesis



2.2 Definiciones y Clasificación

2.2.1 Grafeno

Es una capa de un átomo de espesor compuesta por átomos de carbono, enlazados mediante un enlace sp², dispuestos hexagonalmente que no conforma una parte integral de un material de carbono, sino que se suspende libremente o se adhiere a un sustrato extraño. Las dimensiones laterales del grafeno pueden variar desde varios nanómetros hasta la macroescala. Tenga en cuenta que, con esta definición, otros miembros de la familia de materiales en 2D de grafeno no pueden llamarse simplemente "grafeno", sino que deben nombrarse utilizando un término único de varias palabras que los distingue de la monocapa aislada. (Alberto Bianco, 2013).



Figura 2- 2: Estructura sp2 del grafeno Fuente: (Papageorgiou, 2017)



2.2.2 Capa de Grafeno

Comprende una capa de un átomo de espesor de átomos de carbono, enlazados mediante un enlace sp², unidos hexagonalmente, que se produce dentro de una estructura de material de carbono, independientemente de si la estructura del material tiene orden tridimensional (grafítico) o no (turboestrático o rotativamente fallado). La "capa de grafeno" es una unidad estructural conceptual que se ha utilizado durante muchos años para describir la estructura y la textura de los materiales de carbono tridimensionales con enlaces híbridos sp2 primarios. (Alberto Bianco, 2013).



Figura 2- 3: Capa de grafeno obtenido por CVD, sobre una lámina de cobre (SEM) Fuente: (Diana Berman a, 2014)

2.2.3 Carbono Turbostrático

Es un material tridimensional de carbono unido con enlaces sp2, en el que no existe un registro definido de las capas, lo que significa que no hay una relación espacial entre las posiciones de los átomos de carbono en una capa de grafeno y las de las capas adyacentes. El nombre deriva de " turbo " (rotado) y " estratos " (capa) y también se puede denominar

10

rotativamente defectuoso. Esta es una estructura común en materiales de carbono preparados a temperaturas más bajas o en "carbones duros" que no pasan por una fase fluida durante la carbonización y resisten el desarrollo del orden cristalino 3D incluso con un tratamiento térmico de muy alta temperatura. (Alberto Bianco, 2013)



Graphite structure



Figura 2- 4: Comparativa de carbono turbostrático con grafito Fuente: (Sonja Schimmelpfennig, 2011)



Figura 2- 5: Carbono turbostrático (SEM) Fuente: (A. Śrębowata, 2015)



2.2.4 Grafeno Bicapa, Grafeno Tricapa

Material 2D (en forma de lámina), ya sea como películas independientes o escamas, o como un recubrimiento unido al sustrato, que consta de 2 o 3 capas de grafeno apiladas, bien definidas y apiladas de dimensión lateral extendida. Si se conoce el registro de apilamiento, se puede especificar por separado, como "grafeno de bicapa apilado en AB" o "grafeno de tricapa con falla rotacional". (Novoselov KS G. A., 2004).



Figura 2- 6: Grafeno bicapa y tricapa (SEM) Fuente: (Madito, 2016)

2.2.5 Grafeno Multicapa (MLG)

Es un material 2D (similar a una lámina), ya sea como un compuesto independiente o un recubrimiento unido al sustrato, que consiste en un pequeño número de capas de grafeno apiladas (entre 2 y aproximadamente 10), bien definidas y apiladas de dimensión lateral extendida. Si se conoce el registro de apilamiento, se puede especificar por separado, como "grafeno multicapa apilado en ABA", "grafeno multicapa apilado en Bernal" o "grafeno multicapa con fallas rotatorias". Las películas de carbono que contienen capas de grafeno discontinuas o fragmentadas de dimensión lateral muy pequeña deben denominarse "películas delgadas de carbono" en lugar de "grafeno multicapa", ya que no consisten en un número definido de capas contables de grafeno extendido. (Novoselov KS G. A., 2004).





Figura 2- 7: Grafeno multicapa (SEM) Fuente: (Diana Berman a, 2014)

2.2.6 Grafeno de Pocas Capas (FLG)

Es un subconjunto de grafeno multicapa, que posee de 2 a 5 capas aproximadamente. (Novoselov KS G. A., 2004).

2.2.7 Nanoplacas de Grafito; Nano Hojas de Grafito; Nano Escamas de Grafito

Materiales de grafito 2D con apilamiento ABA o ABCA, y con un grosor y/o una dimensión lateral inferior a 100 nm. El uso de la terminología a nanoescala aquí se puede usar para ayudar a distinguir estas nuevas formas ultrafinas de los polvos de grafito finamente molidos convencionales, cuyo espesor es típicamente menor a 100 nm. Un término alternativo aceptable es "grafito ultrafino", aunque "ultra" es menos específico que "nano" al describir el grosor máximo. (Alberto Bianco, 2013).



13



Figura 2- 8: Nano placas de grafito (SEM) Fuente: (Luis C. Herrera Ramírez, 2015)



Figura 2- 9: Nano hojas de grafito (SEM) Fuente: (Guohua Chen, 2004)





Figura 2- 10: Nano escamas de grafito (SEM) Fuente: (Bo Zhonga, 2017)

2.2.8 Grafito Exfoliado

Comprende una multicapa de grafito hecha por exfoliación parcial (térmica, química o mecánica) en paquetes finos multicapa que retienen el apilamiento del grafito en 3D. Esta es una definición operacional, una basada en el proceso de fabricación en lugar del material resultante, y como tal puede superponerse con otras definiciones, como las nanoplacas de grafito. (Alberto Bianco, 2013).



Figura 2- 11: Grafito exfoliado (SEM) Fuente: (A.V. Ivanov, 2018)



2.2.9 Nano-Capa de Grafeno

Comprende una hoja de un solo átomo de espesor de átomos de carbono, con enlaces sp², unidos hexagonalmente, que no es una parte integral de un material de carbono, sino que se suspende o se adhiere libremente sobre un sustrato extraño y tiene una dimensión lateral inferior a 100 nm. " nano-capa de Grafeno" ahora se usa comúnmente en la literatura para referirse a todos los materiales de grafeno, pero " nano " no es necesario aquí ya que todas las muestras de " grafeno " son muy delgadas. No se recomienda el uso de " nano-capa de Grafeno " ya que interfiere con su uso más lógico para describir el importante subconjunto de materiales de grafeno con dimensión lateral en la nanoescala (menores a 100 nm). (Alberto Bianco, 2013).



Figura 2- 12: Nano-capa de grafeno (SEM) Fuente: (Haiyang Xian, 2015)

2.2.10 Micro-Capa de Grafeno

Comprende una hoja de un átomo de espesor de átomos de carbono, unidos mediante enlaces sp², unidos hexagonalmente, que no es una parte integral de un material de carbono, sino que se suspende o adhiere libremente sobre un sustrato extraño y tiene una dimensión lateral entre 100 nm y 100 µm. Este término se recomienda sobre el "grafeno" más general,

16

cuando se quiere enfatizar la escala micrométrica de la dimensión lateral en los casos en que es clave para las propiedades o los comportamientos. (Alberto Bianco, 2013).



Figura 2- 13: Micro-capa de grafeno (SEM) Fuente: (Zhongxin Chen, 2014)

2.2.11 Nano-Cinta de Grafeno

Comprende una tira de un solo átomo de espesor de átomos de carbono, unidos mediante enlaces sp², unidos hexagonalmente, que no es una parte integral de un material de carbono, sino que se suspende o se adhiere libremente sobre un sustrato extraño. La dimensión lateral más larga debe exceder la dimensión lateral más corta por al menos un orden de magnitud para ser considerada una cinta, y la dimensión lateral más corta (ancho) debe ser inferior a 100 nm para llevar el prefijo "nano". (Alberto Bianco, 2013).



Figura 2- 14: Nano-cinta de grafeno Fuente: (Haiyang Xian, 2015)





Figura 2- 15: Nano-cinta de grafeno (SEM) Fuente: (A.O. Raji, 2014)

2.2.12 Puntos Cuánticos de Grafeno (GQD)

Un término alternativo para nano-capa de grafeno o de grafeno de pocas capas, que se usa particularmente en estudios donde la fotoluminiscencia es la propiedad objetivo. En general, las GQD tienen dimensiones laterales muy pequeñas menores a 10 nm (aproximadamente de 5 nm) en el extremo inferior del rango de las nano-capas de grafeno, que es menor a 100 nm de dimensión lateral. Algunos GQD pueden ser materiales de pocas capas. (Li L, 2013)

2.2.13 Oxido de Grafeno (GO)

Es grafeno químicamente modificado, se prepara por oxidación y exfoliación que se acompaña de una amplia modificación oxidativa del plano basal. El óxido de grafeno es un material monocapa con un alto contenido de oxígeno, que se caracteriza por relaciones atómicas C/O inferiores a 3.0 y típicamente más cerca de 2.0. (Alberto Bianco, 2013)

REPOSITORIO DE TESIS UCSM



18



Figura 2- 17: Capas de óxido de grafeno (SEM) Fuente: (A. Shalaby, 2015)



2.2.14 Oxido de Grafito

Es un sólido a granel hecho por la oxidación del grafito a través de procesos que funcionalizan los planos basales y aumentan el espaciamiento entre capas. El óxido de grafito se puede exfoliar en solución para formar óxido de grafeno (monocapa) o parcialmente exfoliar para formar óxido de grafeno de pocas capas. (Alberto Bianco, 2013).



Figura 2- 18: Preparación de óxido de grafeno a partir de grafito Fuente: (Kei Toda, 2015)



Figura 2- 19: Oxido de grafito (SEM) Fuente: (A.G. Bannov, 2018)

2.2.15 Oxido de Grafeno Reducido (rGO)

Es óxido de grafeno que ha sido procesado de manera reductiva por métodos químicos, térmicos, de microondas, fotoquímicos, fototermales o microbianos/bacterianos para reducir su contenido de oxígeno. (Alberto Bianco, 2013).



Figure 2. SEM image of thermally exfoliated/reduced graphene oxide



2.2.16 Grafenización

El desarrollo, crecimiento o perfección de capas de grafeno durante el procesamiento de sólidos carbonosos desordenados. Las capas de grafeno pueden aparecer dentro de un material de carbono 2D (hoja similar) o 3D. Un término relacionado es "carbonización", que se refiere a la conversión primaria de material orgánico en un sólido carbonoso, uno que consiste principalmente en carbono elemental, independientemente de la estructura. También se relaciona la "grafitización ", que se refiere al desarrollo del orden cristalino 3D que incluye el registro definido de la capa de grafeno ABA o ABCA, que típicamente aparece solo en las últimas etapas del desarrollo del pedido. En algunos casos, la

grafenización puede ocurrir después de la carbonización como un proceso distinto de reordenamiento de estado sólido que conduce a la pérdida de material amorfo y a la aparición de capas de grafeno bien definidas. En otros casos, las capas de grafeno pueden crecer directamente a partir de la fase de gas o fusión sin pasar por etapas identificables de carbonización y grafenificación separadas. (Alberto Bianco, 2013).

2.2.17 Materiales de grafeno (también materiales a base de grafeno, nanomateriales de grafeno) de grafeno (también materiales de familia de grafeno)

Términos generales para la colección de materiales 2D definidos anteriormente que contienen la palabra "grafeno", que incluyen materiales de varias capas (N menos de aproximadamente 10), formas químicamente modificadas (GO, rGO) y materiales elaborados con grafeno, óxido de grafeno u otro material de grafeno como precursor. (Alberto Bianco, 2013).



2.2.18 Clasificación del Grafeno



2.3 Metodologías Experimentales para Medir los Parámetros de Clasificación del Grafeno

La siguiente tabla resume las técnicas analíticas básicas para la medición de los tres parámetros fundamentales de clasificación de Grafeno. (Peter Wick, 2014).

	TEM	
Número de Capas (Espesor)	AFM	
	Espectroscopia Raman	
	Mediciones de Absorbancia	
	Óptica	
Tamaño Lateral	TEM	
	SEM	
	AFM	
	XPS	
Relacion Atomica C/O	Análisis Elemental (ICP-MS)	
TEM: Microscopia Electrónica de Transmisión.		
SEM: Microscopía de Barrido de Electrones.		
AFM: Microscopia de Fuerza Atómica.		
ICP-MS: Espectrometría de Masas por Inducción de Plasma		

Tabla 2-1: Técnicas Analíticas Para la Clasificación de Grafeno

Fuente: (Peter Wick, 2014)

2.4 Propiedades del Grafeno

2.4.1 Electrónica

La movilidad de electrones es notablemente alta en el grafeno a temperatura ambiente, se encuentra aproximadamente en 2000 $\frac{cm^2}{V*s}$ para cualquier grafeno depositado micromecánicamente. La movilidad de electrones del grafeno es independiente de la temperatura entre 10 y 100 K, lo que sugiere que el mecanismo de dispersión dominante se relacionó inicialmente con los defectos del grafeno. (Novoselov KS G. A., 2005). Además, las observaciones simultáneas de alta movilidad, sensibilidad al efecto de campo y gran extensión lateral, las cuales implican una facilidad de contacto, convirtieron el grafeno en una alternativa atractiva a los nanotubos de carbono para dispositivos transistores de efecto de campo. Para mejorar aún más la movilidad del grafeno, es necesario un cribado eficiente (Lin YM, 2008) o incluso la eliminación completa del sustrato. De hecho, en los dispositivos
de grafeno suspendidos y recocidos, se ha demostrado que la movilidad excede 200,000 $\frac{cm^2}{V*s}$ (Du X, 2008). Este es el mayor valor informado para un semiconductor o semimetal.

2.4.2 **Óptica**

El color negro característico del grafito se pierde y se hace muy transparente cuando se reduce a monocapa de grafeno (figura 2-2), en donde la variación lineal de la transparencia como función del número de capas se observa hasta seis capas.



Figura 2- 23: Microfotografía óptica de cristales de grafeno de uno y dos átomos de espesor

Fuente: (Nair RR, 2008).

Esta característica combinada con la excelente conductividad de los materiales a base de grafeno promete ser un reemplazo de los elementos de Oxido de Indio y Estaño o *Indium Tin Oxide* (ITO) que poseen un costo alto relativo al del grafeno. De hecho, en el rango visible, las películas delgadas de grafeno tienen una transparencia que disminuye linealmente con el espesor de la película, en la (figura 2-3), en donde láminas delgadas de óxido de grafeno son evaluadas indirectamente por el volumen total de la suspensión filtrada. Las gráficas se muestran para películas delgadas con diferentes pasos de reducción.





Figura 2- 24: Transmitancia a 550nm en función del espesor de películas delgadas de OG Fuente: (Eda G, 2008).

Para películas de 2 nm de grosor, la transmitancia es superior al 95% y permanece por encima del 70% para películas de 10 nm de espesor (Blake P, 2008). Además, el espectro óptico se deteriora entre 500 y 3000 nm de grosor con la absorción dominante por debajo de 400 nm, (Hernandez Y, 2008). Teniendo en cuenta el bajo costo de grafeno exfoliado químicamente en comparación con ITO (40 Ω /sq a > 80% de transmitancia) o alfombras de nanotubos de carbono (70 Ω /sq >80% de transmitancia), la combinación de alta conductividad de película, transparencia óptica, química y estabilidad mecánica sugiere emplear el grafeno como electrodo transparente para células solares o de cristal líquido, pero también como material para electrodos flexibles transparentes. (Lotya M, 2009).

2.4.3 Mecánicas

Los nanotubos de grafito, diamante y carbono han establecido cada uno su propio récord en términos de robustez mecánica, ya sea dureza o módulo de Young. El grafeno no es una excepción, aunque su comportamiento mecánico ha sido mucho menos investigado que sus propiedades electrónicas u ópticas. La Fig. 10 a y b ilustran cómo se usó la nanoindentación de AFM para investigar la respuesta de tensión elástica-deformación. La rigidez informada del orden de 300-400 N / m, con una resistencia a la rotura de aprox. 42 N / m, representa la resistencia intrínseca de una hoja libre de defectos. (Lee C W. X., 2008).



Figura 2- 26: Curva de carga/descarga en comparación de modelos simulados (línea roja) Fuente: (Bunch JS v. d., 2007)

Las estimaciones del módulo de Young arrojaron aproximadamente 0,5-1,0 Tpa, que es muy cercano al valor aceptado para grafito a granel. (Lee C W. X., 2008), (Frank IW, 2007). Curiosamente, a pesar de sus defectos, las láminas de óxido de grafeno suspendidas conservaron rendimientos mecánicos casi intactos con un módulo de Young de 0,25 TPa (Gomez-Navarro C, 2008). Estos valores combinados con el bajo costo relativo del grafito

fino y la facilidad para mezclar el óxido de grafeno en matrices (Stankovich S, 2006), hace que estos materiales sean candidatos ideales para el refuerzo mecánico (Yang YG, 2008). Por otro lado, con una tensión sostenible tan alta en una sola hoja delgada, el grafeno tiene un tremendo potencial como material el material más delgado para aplicaciones NEMS, como sensores de presión y resonadores (Bunch JS v. d., 2007). El grafeno impermeable y suspendido bajo tensión proporciona una membrana de soporte optimizada, atómicamente delgada, para la detección sensible de gases. (Bunch JS V. S., 2008).

2.4.4 Toxicidad

Estudios recientes han demostrado cierta citotoxicidad celular del grafeno, que puede provocar una disminución de la adhesión celular, inducción de la apoptosis celular e introducción en ciertos compartimentos celulares. Sin embargo, al realizar estos estudios sobre GO se afirma una ausencia de citotoxicidad celular. (Zhang, 2012).

2.4.5 Propiedades generales

Tabla 2- 2: Propiedades del grafeno

Propiedades	Valor	Autor
Resistencia a la tracción	130 GPa	(Lee C W. X., 2009)
Módulo de elasticidad	1,1 TPa	(Lee C W. X., 2008)
Conductividad térmica	1200 - 2700 W/(m·K)	(Lee J, 2011)
Conductividad eléctrica	10 ⁸ S/m	(Castro EV, 2007)
Movilidad de electrón	15000 - 200 000 cm2/Vs	(Castro EV, 2007)
Transmitancia	95%	(Blake P, 2008)

Fuente: Elaboración Propia

2.5 Aplicaciones del Grafeno

La Fig. 1 muestra las aplicaciones industriales de grafeno, donde las aplicaciones relacionadas con la energía y las aplicaciones electrónicas ocupan los porcentajes más altos, mientras que los compuestos representan el 11% de los usos de la aplicación (Xiang Z, 2014).







2.5.1 Grafeno para Desalinización del Agua

Los nanomateriales basados en grafeno presentan una solución excelente para resolver el principal inconveniente de las tecnologías actuales de desalinización y ofrece la ventaja de utilizar una membrana de separación tamaño selectivo. La forma de la superficie del grafeno permite un flujo de agua extremadamente alto además de un bajo potencial de bioincrustación. Además, se espera que las membranas basadas en grafeno eliminen varios problemas que ocurren durante el uso de los métodos convencionales donde se necesita una gran cantidad de energía y un mantenimiento meticuloso. (Goh, 2016). Aunque el grafeno es impermeable al agua, tiene nanocapilares formados debido a algunos de los grupos funcionales existentes, como el hidroxilo y el epoxi. Estos grupos se agregan para formar un grupo con grandes regiones de filtración entre las hojas de grafeno. Estos nano-capilares permiten solo un flujo de baja fricción de agua monocapa transportada tan rápido como el movimiento de las moléculas de agua a través de una abertura abierta. (Nair, 2012).





Figura 2- 28: Diagrama esquemático de proceso de filtración de NaCl del agua a través de membrana de grafeno monocapa Autor: (Grossman, 2013)

El grafeno tiene una permeabilidad al agua que es dos órdenes más altas que las membranas comerciales de ósmosis inversa y un 100% de rechazo de los iones comunes que existen en el agua de mar. En otro estudio, se usó grafeno como membrana de ósmosis de reenvío para aumentar el flujo de agua y disminuir la polarización de concentración interna (Internal Concentration Polarization, ICP). (Subramani, 2015).

2.5.2 Electrodos Transparentes

Los electrodos transparentes (TE) son películas que exhiben una alta conductividad eléctrica y una buena transparencia óptica que tienen muchas aplicaciones en dispositivos ópticos y optoelectrónicos. Los óxidos metálicos tales como el óxido de indio y estaño (ITO) y el óxido de flúor y estaño (FTO) son buenos ejemplos de TE. Sin embargo, estos óxidos tienen algunas desventajas, por ejemplo, el indio es menos abundante, son frágiles cuando se usan sobre sustratos flexibles, exhiben una resistencia química pobre hacia ácidos o bases, y tienen transparencia de semana en el infrarrojo cercano. (Xu, 2016).

Debido a que el grafeno posee una gran área de superficie, una alta movilidad del portador y estabilidad frente al agua y al oxígeno, estas propiedades lo convierten en un candidato excelente como material de electrodo transparente de próxima generación para aplicaciones fotovoltaicas. (Nair RR, 2008). Los electrodos transparentes basados en grafeno se han investigado para células solares sensibilizadas con colorante. Las películas de grafeno fabricadas a partir de óxido de grafito exfoliado exhibieron una buena conductividad eléctrica de 550 S/cm y una transparencia del 70% sobre 1000 a 3000 nm.

Las células solares sensibilizadas con colorante (dye-sensitized solar cell, DSSC) mostró voltaje de circuito abierto de 0.7 V y una densidad de fotocorriente de cortocircuito de 1.01 mA/cm2. La eficiencia total de conversión de energía fue 0.26%. La baja eficiencia de DSSC se discutió en términos de baja calidad de la película de grafeno fabricada como se muestra en la figura xx. Todavía hay algunos desafíos con respecto a la fabricación directa de una gran área de grafeno en sustratos transparentes. En la figura (Figura 2-8) se puede ver esquematizado lo anteriormente mencionado, la figura a la izquierda representa el electrodo transparente basado en grafeno. La figura de la derecha representa una vista superior de un DSSC donde el tinte se encuentra sobre el electrodo de grafeno. (Wang, 2007), (Pei Dong, 2014).



Figura 2- 29: Representación de un electrodo de grafeno transparente en un DSSC Fuente: (Pei Dong, 2014)

Los electrodos transparentes a base de grafeno también se han explorado en diferentes aplicaciones tales como supercondensadores (Na Li, 2015), (Ping Xu, 2014), dispositivos electrocrómicos (Iskandar N. Kholmanov, 2013), (Soo Choi, 2014), sensores electroquímicos o electroquimioluminiscentes (ECL). Se desarrolló un novedoso electrodo transparente de grafeno/AgNWs/EVA/PET y se insertó en un dispositivo electrocrómico. El rendimiento del dispositivo fabricado a base de grafeno fue superior y mostró una vida de ciclo largo de hasta 10 000 ciclos. (Deng, 2015).

Un ánodo de grafeno multicapa fue fabricado por (Han, 2012) y fue investigado en un dispositivo optoelectrónico orgánico flexible. El dispositivo mostró un alto rendimiento caracterizado por una importante eficiencia de corriente (30.2 y 98.1 cd A-1) y eficiencia luminosa (37.2 y 107.7 lm W-1). Como un TCE flexible, el grafeno ofrece varias ventajas de uso, ya que ofrece un material químicamente estable de bajo costo y mantiene las propiedades eléctricas al doblarse (Rosenow, 2010), (Rana, 2014).



2.6 Producción de Grafeno en Sudamérica

Sudamérica tiene enormes reservas de grafito y cobre, que son esenciales para crear grafeno (Neto, 2017). Brasil posee las segundas reservas más grandes del planeta en grafito, equivalentes a 40 millones de toneladas métricas, tras China, que figura con alrededor de 55 millones de toneladas. Chile posee la mayor cantidad de reservas de cobre, con 251 millones de toneladas disponibles (Survey, 2014). Estos yacimientos, junto a la capacidad de los diversos centros de excelencia en Sudamérica, fácilmente podrían poner a la región en las grandes ligas de la investigación y la tecnología relativas al grafeno (Neto, 2017).



Figura 2- 30: Reservas mundiales de grafeno 2014 (en miles de toneladas) Fuente: (Survey, 2014)



Fuente: (Survey, 2014)

2.7 Métodos de Obtención del Grafeno

Método	Ventajas	Desventajas	Costo
Exfoliación	Es relativamente sencillo, consiste en extraer grafeno usando cinta adhesiva y así obtener grafeno prístino.	Las láminas de grafeno obtenidas presentan tamaños variados, son irregulares y tienen una reducida aplicación	De bajo costo, pero también es de poca relevancia para aplicaciones comerciales.
Deposición Química de Vapor	Tiene la ventaja de poder seleccionar un sustrato. Puede darnos una producción a gran escala, dependiendo del tamaño del sustrato. Se puede obtener grafeno prístino.	El proceso de transferencia a veces afecta la integridad y desempeño del grafeno producido. Se pueden formar impurezas y defectos estructurales	Es el proceso de más bajo costo para producción a gran escala, depende del tamaño del sustrato. El tipo de sustrato puede afectar el costo
Síntesis Orgánica	Es versátil y los hidrocarburos poliacíclicos pueden ser sustituidos por cadenas alipáticas para cambiar la solubilidad	El tamaño de la lámina está limitado por la reducción de la solubilidad e incremento reacciones indeseadas, que no ayudan con una dispersión uniforme	El costo en la de la caracterización de productos por reacciones químicas es alto.
Derivación Química del Grafeno	La técnica más viable para obtener grafeno del grafito. Cerca del 80% de una lámina de óxido de grafeno puede obtenerse.	El proceso reduce la conductividad eléctrica del grafeno.	Esta es la forma más económica de obtener grafeno.

UNIVERSIDAD

ÓLICA

SANTA MARÍA

Tabla 2-3: Métodos de obtención del grafeno

Fuente: (Dasari, 2017)

2.8 Método de Deposición Química de Vapor (CVD)

La deposición de vapor químico (CVD) es un proceso versátil adecuado para la fabricación de recubrimientos, polvos, fibras y componentes monolíticos. Con CVD, es posible producir la mayoría de los metales, muchos elementos no metálicos como el carbono y el silicio, así como una gran cantidad de compuestos que incluyen carburos, nitruros, óxidos, intermetálicos y muchos otros. Esta tecnología es ahora un factor esencial en la

fabricación de semiconductores y otros componentes electrónicos, en el recubrimiento de herramientas, rodamientos y otras piezas resistentes al desgaste y en muchas aplicaciones ópticas, optoelectrónicas y de corrosión. (Pierson, 1999).

2.8.1 Definición

La deposición de vapor químico puede definirse como la deposición de un sólido sobre una superficie calentada a partir de una reacción química en la fase de vapor. Pertenece a la clase de procesos de transferencia de vapor que es de naturaleza atomística, es decir, las especies de deposición son átomos o moléculas o una combinación de estos. (Pierson, 1999).

Es un proceso en el que se usan gases químicamente reactivos para depositar una película delgada sobre un sustrato sólido. El método CVD requiere algún tipo de aporte de energía para disociar los precursores y formar intermedios reactivos que se depositan en el sustrato. (Aydil, 2003).



Figura 2- 32: Esquema de Proceso CVD Fuente: (Aydil, 2003)



2.8.2 Clasificación del Proceso CVD

Según (Aydil, 2003) la clasificación de este proceso está dada por lo siguiente:

2.8.2.1 Por Fuente de Energía de Entrada

- Deposición química de vapor térmico (CVD): calentar el gas y / o el sustrato.
- Deposición química de vapor mejorada con plasma (PECVD): excitación por electrones en un plasma donde los electrones son acelerados por un campo eléctrico.
- CVD fotolítico: excitación por fuente de luz, láser o banda ancha.

2.8.2.2 Por Régimen de Presión

- CVD a presión atmosférica (APCVD) (760 Torr)
- CVD sub-atmosférico (10 Torr a 760 Torr)
- CVD de baja presión (LPCVD) (0.01-10 Torr)
- CVD de ultra alto vacío (UHV-CVD): La presión más baja que la cámara puede alcanzar es de 10⁻⁹ Torr, pero las deposiciones se hacen de 10⁻⁶ a 10⁻³ Torr

2.8.2.3 Por Precursor de Gas / Estructura de Película / Mecanismo de Crecimiento

- CVD metalorgánico (MOCVD): Los precursores de gas son líquidos organometálicos de bajo punto de ebullición o sólidos que pueden sublimarse sin descomponerse.
- Epitaxy o fase de vapor Epitaxy: Para cultivar capas de monocristal de baja densidad de defectos, se dividen en dos tipos:
 - Homoepitaxy: la película y el sustrato son el mismo material.
 - Heteroepitaxy: la película y el sustrato son materiales diferentes.
- Crecimiento no epitaxial: Películas policristalinas o amorfas.
- Deposición de capa atómica (ALD) o Epitaxia de capa atómica (ALE):



Es una variante de la CVD utilizada para depositar películas delgadas una capa atómica a la vez. Las películas producidas usando tecnología ALD son altamente uniformes y el proceso puede ser térmico o plasma mejorado. (Michael Edison, s.f.) El sistema ALD que se muestra a continuación puede soportar la deposición térmica y por plasma.



Figura 2- 33: Sistema ALD Fuente: (Michael Edison, s.f.)

La alta uniformidad en ALD se debe a que el precursor adsorbe sobre la superficie del sustrato una monocapa a la vez. Idealmente, las películas se forman monocapa a la vez, pero en la práctica, debido al impedimento estérico de las moléculas precursoras, solo se forma una fracción de una monocapa durante un ciclo de reacción. El número de ciclos de deposición determina el grosor de la película, lo que facilita el control.

El proceso ALD alterna entre la pulsación del gas reactivo, que se denomina gas precursor, y la purga del gas no reaccionado y los subproductos de reacción. Los

UNIVERSIDAD Católica De Santa María

pasos se ilustran en el diagrama y se describen a continuación. (Michael Edison,



Figura 2- 34: Proceso ALD Fuente: (Michael Edison, s.f.)

- El pulso del precursor se expone a la superficie del sustrato.
- > Purga del exceso de precursor sin reaccionar usando gas inerte.
- Pulso de un segundo precursor seguido de una reacción superficial.
- Purga de subproductos de reacción gaseosos.

2.8.3 lasificación de Equipos para el proceso CVD

Según (Aydil, 2003), se clasifican en:

Reactor Horizontal:

Figura 2- 35: Reactor CVD horizontal Fuente: Elaboración Propia



36

• Reactor vertical:



Figura 2- 37: Esquema de reactor de barril I Fuente: (Laube, 2008)





Figura 2- 38: Reactor de barril II Fuente: (Aydil, 2003)

• Reactor Planetario:



Figura 2- 39: Reactor planetario Fuente: (Anjana Devi, s.f.)



38



Fuente: (Aydil, 2003)

• LPCVD Reactor o Low Pressure CVD Reactor: son similares a los reactores que funcionan da presión atmosférica, pero funcionan bajo vacío. (Aydil, 2003).



Figura 2- 41: Reactor LPCVD Fuente: (Aydil, 2003)





Figura 2- 42: Esquema de reactor LPCVD Fuente: (Aydil, 2003)

2.9 Sustrato

El sustrato es una especie química que se considera como objeto de la acción de uno o más reactivos; por ejemplo, un compuesto transformado por la acción de un catalizador (Julián Pérez Porto, 2010).

Para el crecimiento industrial a gran escala de grafeno, se prefieren los métodos de fabricación basados en CVD. Diferentes sustratos fueron utilizados para sintetizar grafeno por CVD. Una variedad de metales de transición como rutenio (Ru) (P.W. Sutter, 2008), iridio (Ir) (J. Coraux, 2008), cobalto (Co) (J.C. Hamilton, 1980), níquel (Ni) (A. Reina, 2009), platino (Pt) (J.C. Hamilton, 1980) y el paladio (Pd) (J.C. Hamilton, 1980) están siendo ampliamente utilizados para el crecimiento de grafeno. La solubilidad del carbono en los metales y las condiciones de crecimiento determinan el mecanismo de deposición y también definen la morfología junto con el espesor de las películas de grafeno (Dhananjay K. Sharma, 2017).

Los sustratos de Ni y Cu son los más utilizados debido a su bajo costo y disponibilidad. En el caso del Cu, el grafeno crece como una sola capa uniforme y de alta calidad en un área grande. Estudios han demostrado un crecimiento uniforme de grafeno de una sola capa de alta calidad en un área grande de hasta 30 pulgadas. En sustratos policristalinos (X. Li, 2009). Se confirmó además que el 95% de la superficie de cobre estaba cubierta por una sola capa de grafeno, mientras que el área restante estaba cubierta por 2-3 capas de grafeno (Dhananjay K. Sharma, 2017).



CAPÍTULO III

3. Metodología Experimental

3.1 Ubicación del Área de Investigación

El estudio se basa en la deposición de grafeno en un sustrato de cobre con forma de alambre mediante el método de Deposición Química de Vapor. Se intentará evaluar mejoras en las propiedades del sustrato, después de la deposición, para ello se realizará: una prueba de resistencia eléctrica (Puente de Weathstone) y una prueba de tracción mecánica. Y para el grafeno como tal se realizará: un análisis de la microestructura del material obtenido (Microscopia de Barrido de Electrones) y se usará un electrómetro para medir su conductividad eléctrica. La preparación de los sustratos y pruebas antes mencionadas se realizarán en los laboratorios de la Universidad Católica de Santa María. El tipo de investigación es experimental aplicada.

3.2 Definiendo el Método CVD a Usar

El proceso que se empleará será: Deposición química de vapor por calentamiento térmico a presión atmosférica en un reactor químico horizontal.

3.3 Material Necesario

3.3.1 Equipo de Protección Personal

- Guantes de nitrilo.
- Lentes.
- Mascarilla semifacial 3M 6003 (Anexo 01).
- Mandil de laboratorio.

3.3.2 Equipos

- Horno CVD.
- Campana extractora.
- Secador Binder. (Anexo 02).
- Purificador de agua ultra-pura Simplicity. (Anexo 03).



3.3.3 Instrumentos

- Tubos de ensayo.
- Soporte de tubos de ensayo.
- Vejiga.
- Pipeta de 10 ml.
- Escobilla de cerdas.
- Varilla de un metro.
- Llave Allen hexagonal N° 5.
- Paños nuevos.
- Alicate.

3.3.4 Reactivos

- Metano. (Anexo 04).
- Hidrógeno (Anexo 05).
- Ácido acético glacial. (Anexo 06).
- Alambre de cobre calibre 14.

3.3.5 Otros

- Alcohol.
- Agua ultra-pura.
- Argón/Nitrógeno. (Anexo 07 y Anexo 08).
- Dos pernos de 6 mm de diámetro exterior.
- Varilla de acero A 316-L de 1.5mm de diámetro.
- Crisol de alúmina.

3.4 Criterios para Fabricación de la Probeta de Alambre de Cobre

Para la fabricación de la probeta, se siguió indicaciones de la norma ASTM E8. Se determinó que la probeta debe tener un largo de 13 cm, esto para el criterio de la prueba de tracción.





Dimensions, mm [in.]						
	Standard Specimen		Small-Size Specimens Proportional to Standard		rd	
	Specimen 1	Specimen 2	Specimen 3	Specimen 4	Specimen 5	
G—Gage length	50.0 ± 0.1 [2.000 ± 0.005]	36.0 ± 0.1 [1.400 ± 0.005]	24.0 ± 0.1 [1.000 ± 0.005]	16.0 ± 0.1 [0.640 ± 0.005]	10.0 ±0.1 [0.450 ± 0.005]	
D—Diameter (Note 1)	12.5 ± 0.2 [0.500 \pm 0.010]	9.0 ±0.1 [0.350 ± 0.007]	6.0 ± 0.1 [0.250 ± 0.005]	4.0 ± 0.1 [0.160 ± 0.003]	2.5 ± 0.1 [0.113 ± 0.002]	
R—Radius of fillet, min	10 [0.375]	8 [0.25]	6 [0.188]	4 [0.156]	2 [0.094]	
A-Length of reduced section, min (Note 2)	56 [2.25]	45 [1.75]	30 [1.25]	20 [0.75]	16 [0.625]	
Dimensions, mm [in.]						
For Test Specimens with Gage Length Five times the Diameter [E8M]						
	Standard Specimen Small-Size Specimens Proportional to Standard		rd			
	Specimen 1	Specimen 2	Specimen 3	Specimen 4	Specimen 5	
G—Gage length	62.5 ± 0.1	45.0 ± 0.1	30.0 ± 0.1	20.0 ± 0.1	12.5 ± 0.1	
	$[2.500 \pm 0.005]$	[1.750 ± 0.005]	[1.250 ± 0.005]	[0.800 ± 0.005]	[0.565 ± 0.005]	
D—Diameter (Note 1)	12.5 ± 0.2	9.0 ± 0.1	6.0 ± 0.1	4.0 ± 0.1	2.5 ± 0.1	
	[0.500 ± 0.010]	[0.350 ± 0.007]	[0.250 ± 0.005]	[0.160 ± 0.003]	[0.113 ± 0.002]	
R—Radius of fillet, min	10 [0.375]	8 [0.25]	6 [0.188]	4 [0.156]	2 [0.094]	
A—Length of reduced section, min (Note 2)	75 [3.0]	54 [2.0]	36 [1.4]	24 [1.0]	20 [0.75]	

Figura 3 - 1: Criterio para fabricación de probeta de alambre de cobre Fuente: (E8/E8M, 2009)

3.5 Procedimiento Experimental de Deposición de Grafeno



Figura 3 - 2: Procedimiento para la deposición de grafeno sobre alambres de cobre Fuente: Elaboración Propia



3.5.1 Antes del uso del Sistema de Producción de Grafeno:

- 1) Preparación de la base en la que descansará la muestra:
 - Se utilizará el crisol de alúmina como parte de la base, Figura 3-3.





- El alambre de cobre debe estar alineado con al eje del tubo de cuarzo, para ello se emplea una adaptación en la cerámica hecha con alambre de acero A-316L.
- La adaptación se realizará según los planos adjuntos (anexo 09).
- El doblado se hará con ayuda dos pernos de 6 mm de diámetro atornillados uno junto a otro hasta conseguir la forma especificada por el plano, Figura 3-4.



Figura 3 - 4: Adaptación de Acero Inoxidable Fuente: Elaboración Propia

- Una vez terminado, colocar la adaptación de acero sobre la base de cerámica.
- Como norma de seguridad, antes de iniciar el uso del cualquier producto químico se debe conocer la Hoja de Seguridad o Ficha técnica para saber su manipulación

correcta, en el presente caso de ácido acético glacial, argón/hidrogeno, nitrógeno y metano, los cuales se encuentran disponibles en el laboratorio.

- 3) Con el uso del Registro de monitoreo diario de los cilindros de gases (FORM-LICMA-006) subir a la azotea del pabellón F, hacia la caseta donde se almacenan los gases y llenar los datos solicitados en el FORM-LICMA-006, para verificar el estado de los cilindros, así como la presión de los mismos.
- Habiendo verificado la presión y buen estado de los cilindros, bajar al laboratorio LICMA.
- 5) Preparación del tubo de cuarzo:
 - Se debe extraer del horno CVD:
 - Abrir el pestillo del horno y levantar la tapa.
 - Desconectar la manguera de alimentación (azul) y retirar la termocupla (amarillo).
 - Levantar el tubo de cuarzo y dejarlo en sus soportes en la mesa de trabajo.
 - Abrir la brida que tiene la termocupla (desatornillar en cruz).
 - Limpiar con alcohol la termocupla y el interior del tubo con un trapo nuevo.
- 6) Fabricación de probeta de alambre de cobre
 - Se debe pelar 14 cm del alambre a lo largo, utilizando un cúter, haciendo un ángulo de 10° entre la cuchilla y el alambre, cuidando no dañar la superficie. Figura 3-5.



Figura 3 - 5: Uso del cúter Fuente: Elaboración propia



 Cortar el alambre y hacer un doblez en 90° a 5 mm de cada extremo como se muestra Figura 3-6.



Figura 3 - 6: Probeta de alambre de cobre Fuente: Elaboración propia

• Amarrar un extremo de la probeta con un alambre de menor diámetro, de tal manera que la probeta se pueda meter y sacar con facilidad de los tubos de ensayo. Figura 3-7.



Figura 3 - 7: Probeta con sujetador Fuente: Elaboración propia

- 7) Preparación de la superficie del alambre de cobre:
 - Colocarse el EPP correspondiente (guantes de nitrilo, lentes, mascarilla y bata del laboratorio).
 - Posicionarse bajo la campana extractora y encenderla.
 - Llenar tres tubos de ensayo con agua desionizada, etanol y ácido acético glacial respectivamente (será obligatorio tener el recipiente con el ácido bajo la campana extractora en todo momento).
 - Sumergir la muestra por 10 min en el recipiente con ácido acético glacial, luego 10 min en el agua desionizada y 10 min en el etanol.



46

- Extraer la muestra y ejecutar rápidamente el paso 8.
- 8) Colocación de las muestras en el reactor CVD:
 - Colocar cuidadosamente la muestra en la boca del tubo y con ayuda de la varilla empujarla suavemente hasta la mitad de tubo.
 - Iniciar la colocación de la con ayuda de la llave Allen, ajustar en cruz y con algo de presión para evitar fugas de gas.
 - Levantar el tubo y encajarlo en el horno CVD, evitando que la muestra se mueva.
- 9) Cerrar el reactor CVD.
- 10) Conectar la termocupla, positivo con positivo y negativo con negativo.
- Colocar la manguera proveniente del mixer en el horno, asegurarse de que entre hasta la zona marcada. Figura 3-8.



Figura 3 - 8: Zona Marcada de la Manguera Fuente: Elaboración propia

12) Colocar la manguera localizada a la salida del tubo de cuarzo, la cual estará sumergida en un matraz con agua para asegurar la salida correcta de gas como se muestra en la Figura 3-9.







3.5.2 Durante el uso del Sistema de Producción de Grafeno:

- Usar el Registro de control para programación de temperatura, flujos y presión del reactor CVD (FORM-LICMA-003), donde se colocará la programación establecida para el sistema de producción de Fibra de Carbono antes de la programación de los equipos.
- 2) Encender la llave termo magnética general y luego la del horno
- Además, se encenderá el equipo UPS (apretando ON hasta que se encienda y soltarlo) para el encendido de los controladores de flujo másico y el de presión.
- 4) Programar los tiempos y temperaturas del horno.

- 5) Abrir las válvulas de los gases localizados al lado de la campana extractora de gases, así como las llaves de las mangueras de conducción de las válvulas hacia el horno CVD (localizados en la parte lateral izquierda de la campana extractora de gases).
- 6) Programar la apertura del controlador de flujo másico del gas de Nitrógeno según el manual de los controladores de flujo másico y presión. El flujo establecido será de acuerdo a la programación establecida en el Registro de control para programación de temperatura, flujos y presión del reactor CVD (FORM-LICMA-003) y se verificará que el gas este saliendo a través del burbujeo en el matraz con agua.
- 7) Con el nitrógeno ingresando al horno se da inicio al proceso de producción de grafeno, apretando RUN y TURN ON en el horno CVD.
- 8) Se deberá ENCENDER la Campana extractora de gases.
- Se debe utilizar un cronómetro para controlar el tiempo de cambio de los flujos de los gases.
- 10) Realizar el monitoreo del funcionamiento del horno CVD utilizando el Registro de datos de ensayo en el reactor CVD (FORM-LICMA-004).
- 11) Está terminantemente prohibido encender fuego o fumar durante el funcionamiento del horno.

EN CASO DE EMERGENCIA: Como presencia de llamas o fuga de gases:

- Cerrar las válvulas localizadas en la parte lateral de la campana extractora de gases, dejando circular el gas de nitrógeno (gas inerte).
- Cerrar las válvulas de los gases de metano e hidrógeno.
- Detener el horno (presionando STOP) y apagarlo.
- Bajar las llaves termo magnéticas del horno.
- Mantener la campana extractora de gases encendida.
- Cerrar las válvulas de los cilindros de gases localizada en la caseta (metano e hidrogeno).

• Si hubiera presencia de llamas utilizar el extintor localizado en el laboratorio.

3.5.3 Después del uso del Sistema de Producción de Fibra de Carbono:

Culminado el proceso de producción de Fibra de Carbono, se deberá apagar el sistema de producción de Fibra de Carbono, para lo cual:

- 1) Se apaga la campana extractora de gases y se baja su llave termo magnética.
- Se cerrará la llave de salida del tubo de cuarzo / tubo de acero inoxidable para que dentro del tubo se quede el gas de nitrógeno y la muestra no se vea afectada hasta su retiro.
- 3) Se programará el cierre del controlador de flujo másico del gas de nitrógeno.
- 4) Se cerrarán las llaves localizadas en la parte lateral de la campana extractora de gases y posteriormente se cerrarán las tres válvulas de los gases (nitrógeno, metano e hidrógeno) localizadas a la izquierda de la campana extractora de gases.
- 5) Para el apagado de los controladores de flujo másico y de presión se presiona OFF en el equipo de UPS y se verificará que las pantallas frontales de los controladores estén apagadas.
- 6) Se procederá a apagar el horno CVD para lo que se presiona TURN OF y se mueve hacia la izquierda la manija de LOCK. Posteriormente se baja la llave termo magnética del horno y la llave termo magnética general.
- 7) Los registros llenados deben ser guardados en el archivador correspondiente.
- 8) Para el retiro de la muestra del horno:
 - Se retirará el matraz con agua de la campana extractora de gases.
 - Se abrirá la llave localizada en la brida de salida del tubo de cuarzo / tubo de acero inoxidable.

50

- Se abrirá el horno CVD y retirará el tubo de acero inoxidable/tubo de cuarzo con mucho cuidado (*el horno debe ser aperturado solo cuando esté a menos de* 300°C).
- El tubo de cuarzo será colocado en sus soportes encima del mesón del laboratorio.
- Se retirará la brida de salida del tubo con el uso de la llave hexagonal con mucho cuidado para que la muestra no esté en movimiento brusco.
- Se deberá guardar el material utilizado en su lugar correspondiente y dejar el laboratorio ordenado y limpio.

3.6 Proceso Para la Deposición de Grafeno

Para depositar grafeno se hicieron varias pruebas con distintos flujos volumétricos de gases, tiempos y temperaturas, sin embargo, todas siguen un solo proceso básico:



Figura 3 - 10: Etapas del proceso CVD de deposición de grafeno Fuente: Elaboración Propia

Etapa 1: Purga

El sustrato de cobre es colocado en el reactor, inmediatamente después del baño con ácido. En este proceso se inyecta Nitrógeno, desplazando el aire dentro del tubo de cuarzo, dejando una atmosfera inerte, a su vez el sustrato es secado por la corriente de aire y nitrógeno.

Etapa 2: Calentamiento

Comprende en aumentar la temperatura del horno, desde la temperatura ambiente hasta la requerida (1000 °C). En esta parte del proceso se empieza a inyectar Hidrógeno.

Etapa 3: Activación

Consiste en preparar el sustrato de cobre para la deposición, el ambiente creado dentro del tubo de cuarzo, que es una mezcla de hidrógeno y nitrógeno a 1000 °C de temperatura, permite retirar el óxido restante en el cobre y aumentar su tamaño de grano, lo cual favorece a la formación de grafeno.

Etapa 4: Deposición

Al ambiente de hidrogeno y nitrógeno se le añade un flujo de metano, esto, junto con la alta temperatura, inicia con la deposición de grafeno sobre el cobre.

Etapa 5: Enfriamiento

Por último, se corta el flujo de metano dejando enfriar el reactor en un ambiente de Hidrógeno y nitrógeno.



3.7 Caracterización de las Probetas

3.7.1 Microscopía Electrónica de Barrido

Está técnica se utilizó para caracterizar estructuralmente el material depositado en la superficie del alambre de cobre. Los análisis se llevaron a cabo en las instalaciones de la Universidad Católica de Santa María, con el microscopio electrónico de barrido EVO MA 10.



Figura 3 - 11: Microscopio electrónico de barrido EVO MA 19 Fuente: Elaboración propia
3.7.2 Prueba con el Puente de Weathstone

Esta técnica se utilizó para caracterizar el material depositado en la superficie del alambre de cobre mediante su propiedad de alta conductividad. Los análisis se llevaron a

cabo en las instalaciones de la Universidad Católica de Santa María, con el puente de Weathstone portátil Yokogawa 2755.



Figura 3 - 12: Puente de Weathstone portátil Yokogawa 2755 Fuente: Elaboración Propia

3.7.3 Ensayo de Tracción

Este ensayo se utilizó para caracterizar el material depositado en la superficie del alambre de cobre mediante su propiedad de alta resistencia mecánica y flexibilidad. Los análisis se llevaron a cabo en las instalaciones de la Universidad Católica de Santa María, con la máquina de ensayo de tracción LIYI de dos toneladas de capacidad.





Figura 3 - 13:Máquina de ensayo de tracción LIYI Fuente: Elaboración Propia

3.8 Resultados

Para llevar una mejor visión del análisis de los resultados obtenidos se ha hecho una tabla resumen de todas las experiencias realizadas, donde se presentan las características principales de cada experimento:

- Temperatura
- Tiempo de Calentamiento (T.C.).
- Tiempo de Activación (T.A.).
- Tiempo de Deposición (T.D.).
- Flujo volumétrico del CH4.
- Flujo volumétrico del N2.
- Flujo volumétrico del H2.

55

Tabla 3 - 1: Resumen de experimentos de deposición de grafeno en el reactor CVD

Código	Temp.	T.C.	T.A.	T.D.	CH4	N2	H2
Courgo	(°C)	(min)	(min)	(min)	(sccm)	(sccm)	(sccm)
Sin tratar	-	-	-	-	-	-	-
Recocido O2	1000	30	-	-	-	-	-
Recocido N2 y H2	1000	30	270	-	-	450	20
Gr-Cu-N2- P-00	1050	30	10	5	10	100	50
Gr-Cu-N2- P-01	1000	30	10	20	5	100	20
Gr-Cu-N2- P-07	1000	30	10	20	5	100	20
Gr-Cu-N2- P-08	1000	30	10	5	10	100	50
Gr-Cu-N2- P-09	1000	30	30	30	20	250	100
Gr-Cu-N2- P-10	1000	30	10	15	5	100	75
Gr-Cu-N2- P-11	1000	30	10	45	10	100	75
Gr-Cu-N2- P-12	900	30	10	5	10	100	50
Gr-Cu-N2- P-13	900	30	10	20	-5	100	20
Gr-Cu-N2- P-14	900	30	10	45	10	100	75
Gr-Cu-N2- P-15	1050	30	10	20	5	100	20
Gr-Cu-N2- P-16	1050	30	10	45	10	100	75
Gr-Cu-N2- P-17	1000	30	10	20	5	100	20
Gr-Cu-N2- P-18	1000	30	180	90	1	450	20
Gr-Cu-N2- P-19	1000	30	180	90	2	450	20
Gr-Cu-N2- P-20	1000	30	180	90	0.5	450	20
Gr-Cu-N2- P-21	1000	30	180	90	0.1	450	20
Gr-Cu-N2- P-22	1000	30	180	90	0.1	450	20

Fuente: Elaboración propia



56

3.8.1 Ensayo de Tracción

El ensayo de tracción se realizó en el laboratorio de materiales de la Universidad Católica de Santa María, se utilizó la máquina de ensayo de tracción YILI de dos toneladas de capacidad. Se tienen los siguientes datos previos del ensayo.

> Velocidad de Máquina de Tracción: $50 \frac{mm}{min}$ Área transversal de Probeta: 1.83854 mm^2

El ensayo se realizó de la siguiente manera:



Figura 3 - 14: Ensayo de tracción Fuente: Elaboración propia

Publicación autorizada con fines académicos e investigativos En su investigación no olvide referenciar esta tesis Después del ensayo con cada probeta se obtuvieron los siguientes resultados:

Tabla 3 - 2: Resultados de prueba de tracción

	Código	Esfuerzo Máximo (MPa)
	Sin tratar	267.55
	Recocido O2	20.06
	Recocido N2 y H2	207.07
	Gr-Cu-N2-P-00	169.83
	Gr-Cu-N2-P-01	121.61
	Gr-Cu-N2-P-08	140.82
	Gr-Cu-N2-P-09	157.67
	Gr-Cu-N2-P-10	168.55
	Gr-Cu-N2-P-11	187.11
10	Gr-Cu-N2-P-12	89.40
57.	Gr-Cu-N2-P-13	123.11
	Gr-Cu-N2-P-14	142.10
	Gr-Cu-N2-P-15	167.91
	Gr-Cu-N2-P-16	163.43
	Gr-Cu-N2-P-17	159.60
	Gr-Cu-N2-P-18	194.59
	Gr-Cu-N2-P-19	197.79
	Gr-Cu-N2-P-20	208.46
	Gr-Cu-N2-P-21	210.59

Fuente: Elaboración propia

3.8.2 Ensayo de Puente de Weathstone

El ensayo se realizó con el puente de Weathstone portátil Yokogawa 2755, se hizo la siguiente conexión:



Figura 3 - 15: Ensayo de puente de Weathstone Fuente: Elaboración propia

UNIVERSIDAD Católica De Santa María

Los resultados fueron los siguientes:

	Cable Base	TW 80 - 14 AWG
	Fecha	24/05/2018
	Código	Resistencia (Ω)
	Sin Tratar	0.172
	Gr-Cu-N2-P-00	0.178
	Gr-Cu-N2-P-01	0.159
	Gr-Cu-N2-P-08	0.156
	Gr-Cu-N2-P-09	0.143
	Gr-Cu-N2-P-10	0.153
1	Gr-Cu-N2-P-11	0.150
	Gr-Cu-N2-P-12	0.155
	Gr-Cu-N2-P-13	0.149
NO	Gr-Cu-N2-P-14	0.174
CY	Gr-Cu-N2-P-15	0.152
KJ.	Gr-Cu-N2-P-16	0.149
AY \	Gr-Cu-N2-P-17	0.151

Tabla 3 - 3: Resultados de ensayo con el puente de Weathstone I

Fuente: Elaboración propia

Debido a los primeros resultados obtenidos, se decidió hacer la prueba del puente de Weathstone justo después de sacar la probeta del reactor CVD.

Cable Base	TW 80 - 14 AWG
Código	Resistencia (Ω)
Fecha	29/05/2018
Sin Tratar	0.3672
Gr-Cu-N2-P-18	0.3235
Fecha	01/06/2018
Sin Tratar	1.8080
Gr-Cu-N2-P-19	2.2460
Fecha	05/06/2018
Sin Tratar	0.1817
Gr-Cu-N2-P-20	0.1773
Fecha	13/06/2018
Sin Tratar	0.2410
Recocido N2 y H2	0.1680
Gr-Cu-N2-P-21	0.1907

Tabla 3 - 4: Resultados de ensayo con el puente de Weathstone II

Fuente: Elaboración propia
Debido a que las pruebas anteriores no parecían relevantes, se optó por hacer pruebas con alambres de menor calibre, del calibre 16 al calibre 26, esperando que la reducción de la masa del cobre en las probetas, influyera de forma positiva en la disminución de la resistencia presentada por las mimas, a continuación, los resultados:

Tabla 3 - 5: Resultados de ensayo con el puente de Weathstone III

Cable Base	TW 80 - 14 AWG
Fecha	29/05/2018
Código	Resistencia (Ω)
Sin Tratar - C-16	1.094
Gr-Cu-N2-P-22-16	0.984
Sin Tratar - C-18	0.724
Gr-Cu-N2-P-22-18	0.823
Sin Tratar - C-20	0.676
Gr-Cu-N2-P-22-20	0.723
Sin Tratar - C-22	0.686
Gr-Cu-N2-P-22-22	0.636
Sin Tratar - C-24	0.642
Gr-Cu-N2-P-22-24	0.601
Sin Tratar - C-26	0.662
Gr-Cu-N2-P-22-26	0.594

Fuente: Elaboración propia



3.8.3 Microscopia de Barrido de Electrones

3.8.3.1 Sin Tratar



Figura 3 - 16: Imágenes SEM de un alambre de cobre sin tratar Fuente: Elaboración propia



3.8.3.2 Tratada con N2 y H2



Figura 3 - 17: Imágenes SEM de alambre de cobre tratado solo con N2 y H2 Fuente: Elaboración propia



3.8.3.3 Gr-Cu-N2-P-07



Figura 3 - 18: Imágenes SEM del ensayo Gr-Cu-N2-P-07 Fuente: Elaboración propia



3.8.3.4 Gr-Cu-N2-P-11



Figura 3 - 19: Imágenes SEM del ensayo Gr-Cu-N2-P-11 Fuente: Elaboración propia



3.8.3.5 Gr-Cu-N2-P-20



Figura 3 - 20: Imágenes SEM del ensayo Gr-Cu-N2-P-20 Fuente: Elaboración propia



3.8.3.6 Gr-Cu-N2-P-21



Figura 3 - 21: Imágenes SEM del ensayo Gr-Cu-N2-P-21 Fuente: Elaboración propia



UNIVERSIDAD CATÓLICA DE SANTA MARÍA

66

3.9 Análisis de Resultados

3.9.1 Ensayo de Tracción

Código	Esfuerzo Máximo (MPa)
Sin tratar	267.55
Recocido O2	20.06
Recocido N2 y H2	207.07
Gr-Cu-N2-P-00	169.83
Gr-Cu-N2-P-01	121.61
Gr-Cu-N2-P-08	140.82
Gr-Cu-N2-P-09	157.67
Gr-Cu-N2-P-10	168.55
Gr-Cu-N2-P-11	187.11
Gr-Cu-N2-P-12	89.40
Gr-Cu-N2-P-13	123.11
Gr-Cu-N2-P-14	142.10
Gr-Cu-N2-P-15	167.91
Gr-Cu-N2-P-16	163.43
Gr-Cu-N2-P-17	159.60
Gr-Cu-N2-P-18	194.59
Gr-Cu-N2-P-19	197.79
Gr-Cu-N2-P-20	208.46
Gr-Cu-N2-P-21	210.59

Tabla 3 - 6: Esfuerzo máximo de tracción soportado por las probetas

Fuente: Elaboración propia

Con el fin de visualizar mejor los resultados se utilizó la siguiente gráfica:





Debido al aparente ablandamiento de las probetas después del proceso de deposición de grafeno, se optó por calcular el porcentaje de elongación y el módulo de Young:

Código	Elongación (%)	Módulo de Young (GPa)
Sin tratar	27.52	0.9721
Recocido O2	0.91	2.2088
Recocido N2 y H2	16.84	1.2398
Gr-Cu-N2-P-00	13.60	1.2487
Gr-Cu-N2-P-01	11.40	1.0666
Gr-Cu-N2-P-08	6.77	2.0793
Gr-Cu-N2-P-09	10.65	1.4810
Gr-Cu-N2-P-10	12.29	1.3715
Gr-Cu-N2-P-11	15.89	1.1774
Gr-Cu-N2-P-12	2.87	3.1156
Gr-Cu-N2-P-13	4.86	2.5343
Gr-Cu-N2-P-14	9.39	1.5129
Gr-Cu-N2-P-15	15.40	1.0903
Gr-Cu-N2-P-16	18.56	0.8803
Gr-Cu-N2-P-17	13.06	1.2222
Gr-Cu-N2-P-18	18.09	1.0757
Gr-Cu-N2-P-19	17.92	1.1038
Gr-Cu-N2-P-20	22.01	0.9472
Gr-Cu-N2-P-21	18.05	1.1665

Tabla 3 - 7: Modulo de Young de las probetas sometidas al ensayo de tracción

Fuente: Elaboración propia

Para ilustrar mejor los resultados se hizo la siguiente gráfica del módulo de Young de las probetas:







En las gráficas anteriores solo se muestra un resumen de los datos obtenidos mediante el ensayo de tracción, siendo imposible relacionar los resultados, para poder agrupar los resultados se hizo uso de una gráfica de dispersión, tomando como variable dependiente el esfuerzo máximo y como variables independientes la cantidad de metano usado y el tiempo de deposición.



Figura 3 - 24: Esfuerzo Máximo (MPa) vs CH4 (sccm) y T.D. (min) Fuente: Elaboración propia

Se puede ver que hay agrupaciones en los resultados, para un mejor análisis veremos la gráfica desde dos ángulos diferentes:



Figura 3 - 25: Esfuerzo Máximo (MPa) vs T.D. (min) Fuente: Elaboración propia

Analizando la Figura 3 - 32 se pueden distinguir dos grupos que han obtenidos resultados similares, mostrando una mejor resistencia cuando se utilizan largos tiempos de deposición.



Figura 3 - 26: Esfuerzo Máximo (MPa) vs CH4 (sccm) Fuente: Elaboración propia

Analizando la Figura 3 - 33 se pueden distinguir dos grupos que han obtenidos resultados similares, mostrando una mejor resistencia cuando se utiliza un flujo bajo de metano.

En conclusión, se obtienen mejores propiedades en el material al utilizar altos tiempos de deposición y flujos de metano bajos, sim embargo, el material sufre un tratamiento térmico de recocido especial, al ser hecho este en una atmosfera inerte sin oxígeno, dejando el cobre más frágil que el cobre sin tratar, también se pensó en hacer el mismo tratamiento en el mismo reactor, pero sin una atmosfera inerte (aire del medio ambiente), lo que se obtuvo fue un material completamente oxidado y frágil.



3.9.2 Ensayo de Weathstone

Debido a las variantes en las que se realizó está prueba, no se pueden comparar los anteriores datos de forma directa. Para poder comparar los datos de manera conjunta, se decidió obtener un porcentaje de resistividad respecto a la probeta sin tratar, siendo el porcentaje de la misma del 100%, si este es superior a la probeta sin tratar será menos efectiva y respectivamente si este es menor será más efectiva que la probeta sin tratar.

Código	Porcentaje de Resistividad(%)
Sin Tratar	100.0
Recocido N2 y H2	79.1
Gr-Cu-N2-P-00	103.5
Gr-Cu-N2-P-01	92.6
Gr-Cu-N2-P-08	90.9
Gr-Cu-N2-P-09	82.9
Gr-Cu-N2-P-10	89.1
Gr-Cu-N2-P-11	87.4
Gr-Cu-N2-P-12	90.3
Gr-Cu-N2-P-13	86.6
Gr-Cu-N2-P-14	101.4
Gr-Cu-N2-P-15	88.2
Gr-Cu-N2-P-16	86.6
Gr-Cu-N2-P-17	88.0
Gr-Cu-N2-P-18	88.1
Gr-Cu-N2-P-19	124.2
Gr-Cu-N2-P-20	97.6
Gr-Cu-N2-P-21	69.7
Gr-Cu-N2-P-22-16	89.89
Gr-Cu-N2-P-22-18	113.68
Gr-Cu-N2-P-22-20	107.05
Gr-Cu-N2-P-22-22	92.71
Gr-Cu-N2-P-22-24	93.67
Gr-Cu-N2-P-22-26	89.73

Tabla 3 - 8: Porcentaje de resistividad respecto a la probeta sin tratar

Fuente: Elaboración propia



Con el fin de visualizar mejor los resultados se hizo la siguiente gráfica:



Figura 3 - 27: Porcentaje de Resistividad de la probetas en relación a la probeta sin tratar Fuente: Elaboración propia

Para un correcto análisis de los resultados obtenidos se hizo el siguiente diagrama de dispersión:



Figura 3 - 28: Resistividad (%) vs CH4 (sccm) y T.D. (min) Fuente: Elaboración propia

En esta gráfica, Figura 3 - 25, se encuentra como variable dependiente la resistividad de las probetas, en porcentaje, con respecto a la probeta sin tratar y como variables independientes el flujo de metano usado y el tiempo de deposición empleado. Para un mejor

análisis se analizará la variable dependiente junto con una independiente, dándonos como resultado las siguientes gráficas:



Figura 3 - 29: Resistividad (%) vs CH4 (sccm) Fuente: Elaboración propia

En la Figura 3 – 26, distingue un grupo grade que figura en el 90 %, sin embargo, estos vienen de distintos flujos de metano, convirtiéndolos en algo poco relevante. El único dato rescatable es que con la muestra Gr-Cu-N2-P-21 se obtuvo el porcentaje de resistividad más bajo que es de un 70%, pero este resultado también coincide con otros que a pesar de tener un flujo de metano igual o parecido, han obtenido un porcentaje mayor de resistividad.



Figura 3 - 30: Resistividad (%) vs T.D. (min) Fuente Elaboración propia



En la Figura 3 - 27 se observa un comportamiento parecido al de la Figura 3 - 26, un grupo va por el 90% de efectividad sin embargo esto logra con distintos tiempos de deposición, dejando este dato como irrelevante y la muestra Gr-Cu-N2-P-21 obtuvo el porcentaje de resistividad más bajo que es de un 70%, pero este resultado también coincide con otros que, a pesar de tener el mismo tiempo de deposición, han obtenido un porcentaje mayor de resistividad.

En conclusión, la prueba del puente de Weathstone nos demuestra que el grafeno no tiene influencia en las propiedades eléctricas de un material a nivel macroscópico, debido a los resultados aleatorios obtenidos.

Sin embargo, se pensó que debido a la gran diferencia de masas entre el alambre de cobre y la delgada capa de grafeno, este no hacía un efecto contundente, así que se hizo el mismo procedimiento que a la muestra Gr-Cu-N2-P-21 a probetas con un mayor calibre, calibre 16 al 26. A continuación se tiene la gráfica de dispersión de las muestras.



Figura 3 - 31: Resistividad (%) vs CH4 (sccm) y T.D. (min) con distintios calibres Fuente Elaboración propia

En esta gráfica, Figura 3 - 28, se encuentra como variable dependiente la resistividad de las probetas, en porcentaje, con respecto a una probeta sin tratar, siendo esta el 100% y como variables independientes el flujo de metano usado y el tiempo de deposición empleado. Para un mejor análisis se analizará la variable dependiente junto con una independiente, dándonos como resultado las siguientes gráficas:







Figura 3 - 32: Resistividad (%) vs CH4 (sccm) con distintos calibres Fuente: Elaboración propia

En la Figura 3 – 29 se observan resultados dispersos, a pesar de usar el mismo flujo de metano.



Figura 3 - 33: Resistividad (%) vs T.D. (min) con distintos calibres Fuente: Elaboración propia

En la Figura 3 - 30, al igual que en la anterior, se observa un resultado disperso e inconcluso, a pesar que se usó el mismo tiempo de deposición.

En conclusión, tenemos que el grafeno no influye en las propiedades eléctricas del cobre de forma directa a nivel macroscópico.



3.9.3 Microscopia de Barrido de Electrones

Primero compararemos la superficie de un alambre que solo ha sido limpiado con ácido acético glacial y otro que además del baño ácido, ha sido activado con nitrógeno por tres horas.



Figura 3 - 34: Probeta sin tratar (izquierda) vs probeta activada con H2 (derecha) Fuente: Elaboración propia



De la Figura 3 – 34 podemos apreciar que el Hidrógeno realmente tiene un efecto positivo sobre la superficie del alambre de cobre, la superficie de la probeta activada con Hidrógeno tiene una superficie más lisa y con menos impurezas. En las imágenes con el mayor aumento, se nota aún más la diferencia, ya que en la imagen de la probeta tratada solo con ácidos aún se pueden apreciar las imperfecciones claramente, mientras que en la probeta activada con Hidrógeno ya es difícil ver sus imperfecciones. Esto nos lleva a concluir que el paso de activación es fundamental en la deposición de grafeno puesto que retira el óxido y alisa la superficie a nivel microscópico, lo cual favorece la aparición de grafeno.

Para el análisis de imágenes solo se compararán las imágenes que estén a una escala de micras, debido a que a esa escala se empiezan a notar las características de las muestras.



Figura 3 - 35: Comparativa de imágenes SEM a 550 X aumentos Fuente: Elaboración propia

De la Figura 3 – 35 tenemos una comparación entre cuatro muestras trabajadas en el Laboratorio de Investigación de Materiales de la UCSM, perteneciendo estas a las siguientes experiencias: Gr-Cu-N2-P-07 (a), Gr-Cu-N2-P-11 (b), Gr-Cu-N2-P-20 (c) y Gr-Cu-N2-P-21 (d).

- La parte "a" exhibe un claro recubrimiento total de la superficie, sin embargo, este recubrimiento está dividido en grietas, lo cual da indicios de que el material depositado ahí tiene varias capas, una sobre otra.
- La parte "b" exhibe una superficie más accidentada y con imperfecciones, pero el material logra recubrir toda la superficie. Las grietas del material son más grandes y con más imperfecciones, dejan ver las múltiples capas que tiene el material.
- La parte "c" nos presenta un material similar al de la parte "b", pero este tiene grietas suaves y una superficie uniforme, solo cabe destacar que en su superficie tiene líneas que describen la dirección por la que fluyeron los gases, lo que hace pensar que este material es más delgado que el de la parte "b".
- La parte "d" nos muestra una superficie sin muchas imperfecciones y sin grietas, lo cual nos sugiere que este material tiene pocas capas, solo tiene algunas hendiduras producto de los defectos del cobre.

REPOSITORIO DE TESIS UCSM





Figura 3 - 36: Comparativa de imágenes SEM a 4 KX aumentos Fuente: a) (Michaël Lobet, 2015), b) (Diana Berman a, 2014), c), d), e) y f) Elaboración propia

De la Figura 3 – 36 tenemos una muestra tipo de un estudio hecho en el 2015 (a), otra muestra tipo de un estudio hecho en el 2014 (b) y una comparación entre cuatro muestras trabajadas en el Laboratorio de Investigación de Materiales de la UCSM, perteneciendo estas a las siguientes experiencias: Gr-Cu-N2-P-07 (c), Gr-Cu-N2-P-11 (d), Gr-Cu-N2-P-20 (e) y Gr-Cu-N2-P-21 (f).

- En la parte "a" de la Figura 3 36 tenemos una imagen SEM de grafeno que presenta varios defectos:
 - (1) Agujeros o grafeno que no cubre la probeta.
 - o (2) Grafeno bicapa.
 - (3) Grafeno tricapa.
 - o (4) Límites de grano.
- En la parte "b" de la Figura 3 36 tenemos una imagen SEM de una monocapa de grafeno depositada sobre una lámina de Cu que es de una calidad aceptable.
- La parte "c" exhibe que el material posee una gran cantidad de capa, sin embargo, tiene una superficie bastante lisa y con pocas imperfecciones.
- La parte "d" exhibe una superficie más accidentada y con imperfecciones y al igual que la parte "c" tiene un gran número de capas.
- La parte "e" un material sin demasiadas imperfecciones y de pocas capas.
- La parte "f" nos muestra un material con imperfecciones, pero de pocas capas y con formaciones que muestran que una nueva capa estaba por formarse de haberse continuado con la aplicación de metano.

REPOSITORIO DE TESIS UCSM



80



Figura 3 - 37:Comparativa de imágenes SEM a 12 KX aumentos Fuente: a) (Nguyen Van Chuc, 2014) b), c), d) y e) Elaboración propia De la Figura 3 – 37 tenemos una muestra tipo de un estudio hecho en el 2014 (a) y una comparación entre cuatro muestras trabajadas en el Laboratorio de Investigación de Materiales de la UCSM, perteneciendo estas a las siguientes experiencias: Gr-Cu-N2-P-07 (c), Gr-Cu-N2-P-11 (d), Gr-Cu-N2-P-20 (e) y Gr-Cu-N2-P-21 (f).

- En la parte "a" de la Figura 3 36 tenemos una imagen SEM de una monocapa de grafeno depositada sobre una lámina de Cu de una calidad aceptable.
- En la parte "b" de la Figura 3 36 tenemos que el material presenta bastantes defectos en su superficie además de un crecimiento desordenado de capas de grafeno.
- La parte "c" exhibe una superficie con aún más imperfecciones que la parte "b", además de un gran desorden en sus capas.
- La parte "d" encontramos pocos defectos superficiales y hay un crecimiento ordenado de las capas de grafeno.
- La parte "e" nos presenta una superficie con pocas imperfecciones y sin un aparente crecimiento de capas encima de la ya existente.



CONCLUSIONES

Se consiguió depositar grafeno de diversas calidades en la probeta de alambre de cobre, prueba de ello son las imágenes obtenidas por el microscopio de barrido de electrones de la Universidad Católica de Santa María, el grafeno tiende a ser de mejor calidad cuando se usan bajos flujos de metano y tiempos de activación altos, con este procedimiento se obtiene grafeno de pocas capas o monocapa y presenta una superficie con pocas imperfecciones, sin embargo, la probeta usada se ve afectada por el tratamiento térmico al que se somete en el proceso, afectando sus propiedades mecánicas y eléctricas.

La superficie de la probeta de alambre de cobre a demostrado responder bien al tratamiento con ácido acético glacial (suciedad) junto con un largo tiempo de activación con H2 en el reactor CVD (impurezas y alisado de la superficie). Este procedimiento nos deja una superficie carente de suciedad y oxido, además de retirar las imperfecciones de la superficie, dejándonos una superficie bastante lisa.

Se ha determinado que las condiciones necesarias para que se forme grafeno de buena calidad tienden a usar largos tiempos de activación con H2 (alrededor de 3 horas), tiempos de deposición altos (entre 1 hora a 2 horas) con un flujo bajo de metano (alrededor de 120 ppm), todo dentro de una atmosfera inerte de N2 dentro del reactor CVD a una temperatura aproximada de 1000 °C. Sin embargo, la investigación se vio limitada por los controladores de flujo de los gases, debido a que las condiciones que se les exigían sobrepasaban su capacidad máxima y mínima, ignorando las indicaciones del equipo, se trabajó por debajo del 5% haciendo que la regulación del gas no sea precisa en el controlador del gas metano, pero contrario a lo que se creía que sería el resultado, fue de estas experiencias por debajo del umbral del 5%, en donde se obtuvieron los mejores resultados, este punto aún debe ser explorado.

Aunque se ha recubierto con grafeno toda la superficie de la probeta de alambre de cobre, esta queda fragilizada por el tratamiento térmico que recibe dentro del reactor CVD producto del mismo procedimiento de deposición de grafeno, mermando su resistencia, eso descarta la posibilidad de aplicar directamente el grafeno al cobre para poder mejorar sus propiedades mecánicas, para aplicar el grafeno como material de aporte, este primero debe ser separado de la probeta de cobre.



RECOMENDACIONES

Al observar que las propiedades de la probeta se ven alteradas por el tratamiento térmico recibido en el proceso de deposición de grafeno en el reactor CVD, se debe optar por cambiar los alambres de cobre por una placa de cobre de alta pureza y buen acabado superficial, al mejorar la calidad del sustrato utilizado, mejorará la calidad del grafeno producido.

Se sugiere que la base para el sustrato este hecha completamente de alúmina, ya que se ha observado que el acero inoxidable AISI 316 L ha tenido una reacción en el proceso, ya que después de fabricar algunas probetas, este cambio su color a un tono verdoso, para después de otro par de pruebas, volverse completamente negro. Si se cambia el alambre de cobre por una placa, esto no representará un problema, ya que se cuentan con bases de alúmina para esa forma de sustrato en el Laboratorio de Investigación de Materiales o también pueden ir directamente sobre el tubo de cuarzo.

Se debe cambiar el gas inerte utilizado, actualmente se está utilizando nitrógeno para realizar las probetas, sin embargo, la mayoría de experimentos son realizados con argón, esto debido a la baja reactividad del argón, solo reacciona en altas temperaturas con: agua, hidroquinona y fenol. Mientras que el nitrógeno reacciona en altas temperaturas con: cromo, silicio, titanio, aluminio, boro, berilio, magnesio, bario, estroncio, calcio y litio.

Por último, se deben cambiar los controladores de flujo de nitrógeno y gas metano. Como ya se explicó anteriormente, se necesitan 120 ppm de flujo de metano, pero hay investigaciones en las cuales se usa hasta 10 ppm, si se desea explorar más este umbral una opción viable sería reemplazar el controlador de flujo de nitrógeno con un uno que tenga una capacidad de 2000 sccm y reemplazar el controlador de metano por uno con una precisión en el orden de dos decimales, ya que con 0.02 sccm de metano, 20 sccm de hidrógeno y 2000 sccm de nitrógeno se tienen 10 ppm de metano.



BIBLIOGRAFÍA

- A. Reina, X. J. (2009). Layer area, few.layer graphene films on arbitrary substrates by chemical vapor deposition. Nano Lett.
- A. Shalaby, D. N. (2015). Structural analysis of reduced graphene oxide by transmission electron microscopy. Bulgarian Chemical Communications, 291–295.
- A. Śrębowata, I. K. (2015). Turbostratic carbon supported Ni-Pd alloys in aqueousphase hydrodechlorination of 1,1,2-trichloroethene. Open Access.
- A.G. Bannov, A. M. (2018). Synthesis Dynamics of Graphite Oxide. Thermochimica.
- A.O. Raji, R. U. (16 de Septiembre de 2014). Phys.org. Obtenido de https://phys.org/news/2014-09-nanoribbon-glass-ice-free-team-refines.html
- A.V. Ivanov, N. M. (2018). Influence of intercalation and exfoliation conditions on macrostructure and microstructure of exfoliated graphite. Materials Letters, 403– 406.
- Acerind. (2014). http://www.inoxidable.com/electropulido.htm.
- Alberto Bianco, H. -M. (2013). All in the graphene family A recommended nomenclature for two-dimensional carbon materials. Carbono, 1-6.
- Anjana Devi, P. E. (s.f.). Ruhr Universitat Bochum. Obtenido de http://www.ruhruni-bochum.de
- Aydil, E. (04 de 24 de 2003). Univesity of California Santa Barbara. Obtenido de https://chemengr.ucsb.edu/
- Baladin AA, G. S. (2008). Superior thermal conductivity of single-layer graphene . Nano Lett, 8.
- Berger C, S. A. (2004). "d electron gas properties and a route toward grapjene based nanoelectronics. J Phys Chem.
- Bhagya Lakshmi Dasari, J. M. (2017). Graphene and derivatives Synthesis Techniques, properties and their energy applications. Energy.
- Blake P, B. P. (2008). Graphene-based liquid crystal device. Nano Letters, 04-08.
- Bo Zhonga, W. L. (2017). Enhanced microwave absorption properties of graphite nanoflakes by coating hexagonal boron nitride nanocrystals. Applied Surface Science, 858–867.
- Bunch JS, v. d. (2007). Electromechanical. Science.

- Bunch JS, V. S. (2008). Impermeable atomic membranes from graphene sheets. Nano Letters.
- Castro EV, N. K. (2007). Biased bilayer graphene: semiconductor with a gap tunable by electric field effect. Phys Rev Lett.
- Caterina Soldano, A. M. (2010). Production, properties and potential of graphene. Science Direct, 24.
- Dasari, B. L. (2017). Grafeno y derivados: tecnicas de sintesis , propiedades y aplicaciones. Energy, 13.
- Deng, B. e. (2015). Roll-to-Roll Encapsulation of Metal Nanowires between Graphene and Plastic Substrate for High-Performance Flexible Transparent Electrodes. Nano Letters.
- Dhananjay K. Sharma, S. F.-I. (2017). Defect concentration in nitrogen-doped graphene grown on Cu substrate: A thickness effect. Physica B.
- Diana Berman a, A. E. (2014). Nanoscale friction properties of graphene and graphene oxide. Diamond and Related Materials.
- Dogukan Senyildiz, O. T. (2017). Los efectos del pretratamiento ácido y las tensiones superficiales en la evolución de los grupos de impurezas y la formación de grafeno en la lámina de Cu. Science Direct.
- Dreyer, D. R., Park, S., Bielawski, C. W., & Ruoff, R. S. (2010). The chemistry of graphene oxide. Chemical Society Reviews.
- Du X, S. I. (2008). Approaching ballistic transport in suspended graphene. Nat Nanotechnol.
- E8/E8M, A. (2009). Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials. ASTM.
- Eda G, F. G. (2008). Large-area ultrathin films of reduced graphene oxide as a transparent and flexible electronic material. Nat Nanotechnol, 270-4.
- Franco, M. A. (2008). Nanoindentaci´on basada en espectroscopia. Ingenier´ıa y Ciencia, 85-98.
- Frank IW, T. D. (2007). Mechanical properties of suspended graphene sheets. 51st International conference on electron, ion, and photon beam technology and nanofabrication (pág. 5861). Denver: Amer Inst Physics.
- Goh, P. S. (2016). Nano-enabled membranes technology: Sustainable and revolutionary solutions for membrane desalination? Desalination.



- Gomez-Navarro C, B. M. (2008). Elastic properties of chemically derived single graphene sheets. Nano Letters.
- Grossman, J. C. (2013). Green Plug Distric. Obtenido de http://greenplug.nu/desalination-using-nano-porous-graphene/
- Guohua Chen, W. W. (2004). Preparation and characterization of graphite nanosheets from ultrasonic powdering technique. Carbon, 753–759.
- Haifeng Xu, L. M. (2017). Nitrogen-doped graphene: Synthesis, characterizations and energy applications. Energy Chermistry, 15.
- Haiyang Xian, T. P. (2015). The Effect of Thermal Exfoliation Temperature on the Structure and Supercapacitive Performance of Graphene Nanosheets. Nano-Micro Letters, 17–26.
- Han, T. H. (2012). Extremely efficient flexible organic light-emitting diodes with modified graphene anode. Nat. Photon.
- Hernandez Y, N. V. (2008). High-yield production of graphene by liquid-phase. Nat Nano, 3-8.
- Hummers, W. S. (1958). Preparation of Graphitic Oxide. Journal of the American Chemical Society.
- Iskandar N. Kholmanov, S. H.-Y. (2013). Reduced Graphene Oxide/Copper Nanowire Hybrid Films as High-Performance Transparent Electrodes. ACS Nano.
- J. Coraux, A. N. (2008). Streutual coherenci of graphene en Ir. Nano Lett.
- J.C. Hamilton, J. B. (1980). Carbon segregation to seingle crustal sufaces of Pt, Pd and Co. Surf Sci.
- Julián Pérez Porto, A. G. (2010). https://definicion.de. Obtenido de https://definicion.de/sustrato/
- K.S. Novoselov, A. G. (2004). Electric field effect in atomically thin carbon films. Science.
- Kei Toda, R. F. (2015). Recent progress in applications of graphene oxide for gas sensing: A review. Analytica Chimica Acta, 43–53.
- Laube, P. (2008). Semiconductor Technology from A to Z. Obtenido de www.halbleiter.org
- Lee C, W. X. (2008). Measurement of the elastic properties and intrinsic strength of monolayer graphene. Science.

- Lee C, W. X. (2008). Measurement of the elastic properties and intrinsic strength of monolayer graphene. Science.
- Lee C, W. X. (2009). Elastic and frictional properties of graphene . Phys Status .
- Lee J, Y. D. (2011). Thermal conductivity of suspended pristine graphene measured by Raman espectroscopy. Phys Rev.
- Li L, W. G. (2013). Focusing on luminescent graphene quantum dots: current status and future perspectives. Nanosacale, 15-39.
- Lin YM, A. P. (2008). Strong suppression of electrical noise in bilayer graphene nanodevices. Nano Letters.
- Loeb, G. M. (1979). Performance of Permasep B-9 and B- 10 membranes in various osmotic regions and at high osmotic pressures.
- Lotya M, H. Y. (2009). Liquid phase production of graphene by exfoliation of graphite in surfactant/water solutions. J Am Chem Soc, 11-20.
- Luis C. Herrera Ramírez, P. C.-B. (2015). How do graphite nanoplates affect the fracture toughness of polypropylene composites? Composites Science and Technology, 9-16.
- Madito, M. J. (2016). AB-stacked bilayer graphene films obtained on dilute Cu(Ni) foils using atmospheric pressure chemical vapour deposition. University of Pretoria.
- Michael Edison, J. P. (s.f.). College Engineering Chemical Engineering. Obtenido de Universit of Michigan: http://encyclopedia.che.engin.umich.edu/Pages/Reactors/CVDReactors/CVDReact ors.html
- Michaël Lobet, N. R. (2015). Robust electromagnetic absorption by graphene/polymer heterostructures. Nanotechnology.
- MTI. (2012). MTI Corporation Market. Obtenido de http://www.mtixtl.com
- Na Li, G. Y. (2015). Free-Standing and Transparent Graphene Membrane of Polyhedron Box-Shaped Basic Building Units Directly Grown Using a NaCl Template for Flexible Transparent and Stretchable Solid-State Supercapacitors. Nano Letters.
- Nair RR, B. P. (2008). Fine structure constant defines visual. Science.
- Nair, R. R. (2012). Unimpeded Permeation of Water Through Helium-Leak-Tight Graphene-Based Membranes. Science.

- Neto, A. C. (2017). https://mine-class.com/nuevos-estudios-ubican-al-grafenocomo-aliado-del-cobre/.
- Nguyen Van Chuc, C. T. (2014). A Simple Approach to the Fabrication of Graphene-Carbon Nanotube Hybrid Films on. material science and technology.
- Novoselov KS, G. A. (2004). Electric field effect in atomically thin carbon films. Science.
- Novoselov KS, G. A. (2005). Two-dimensional gas of massless Dirac fermions in graphene. Nature, 197.
- P.W. Sutter, J. F. (2008). Expitaxial graphene on rutheniun. Nat. Mater.
- Papageorgiou, M. (22 de Noviembre de 2017). sculpteo. Obtenido de www.sculpteo.com
- Pei Dong, Y. Z. (2014). Graphene on Metal Grids as the Transparent Conductive Material for Dye Sensitized Solar Cell.
- Peter Wick, A. E.-G. (2014). Classification Framework for Graphene-Based Materials. Angewandte Chemie International Edition, vol. 53.
- Pierre Trinsoutrot, C. R. (2013). High quality graphene synthesized by armospheric pressure CVD on copper foil. Surface and Coatings Technology.
- Pierre Trinsoutrot, C. R. (2013). High quiality grapehene synthesized by atmospheric pressure CVD on coopper foil. Surface and Coatings Technology.
- Pierson, H. O. (1999). Handbook of Chemical Vapor Deposition (CVD) (Second Edition): Principles, Technology, and Applications. New Mexico.
- Ping Xu, J. K.-B.-H.-S.-W. (2014). Laminated Ultrathin Chemical Vapor Deposition Graphene Films Based Stretchable and Transparent High-Rate Supercapacitor. ACS Nano.
- Quiñones Segura, C. A. (2012). Síntesis de películas transparentes y conductoras utilizadas en celdas solares sensibilizadas por colorantes. Elementos .
- Rana, K. S. (2014). A graphene-based transparent electrode for use in flexible optoelectronic devices.
- Romero, E. (07 de Enero de 2017). www.grafeno.com. Obtenido de http://grafeno.com/investigaciones-del-grafeno-en-2017/
- Rosenow, T. C. (2010). Highly efficient white organic light-emitting diodes based on fluorescent blue emitters. J. Appl. Phys.

- Sonja Schimmelpfennig, B. G. (2011). One Step Forward toward Characterization: Some Important Material Properties to Distinguish Biochars. Journal of Environmental Quality.
- Soo Choi, D. e. (2014). Flexible electrochromic films based on CVD-graphene electrodes. Nanotechnology.
- Stankovich S, D. D. (2006). Graphene-based composite materials. Nature.
- State, A. A. (s.f.). E8/E8M 09 Standard Test Methods for Tension Testing of Metallic Materials.
- Subramani, A. &. (2015). Emerging desalination technologies for water treatment: A critical review. Water Research.
- Survey, U. G. (2014). https://mine-class.com/nuevos-estudios-ubican-al-grafenocomo-aliado-del-cobre/.
- Tinnesand, M. (2012). El Grafeno: El Próximo Material Maravilloso? ChemMatters,
 3.
- Wang, X. Z. (2007). Transparent, Conductive Graphene Electrodes for Dye-Sensitized Solar Cells. Nano Letters.
- Wikiwand. (s.f.).
- X. Li, W. C. (2009). Large-area synthesis of highquality and frowth of diamond on carbon. implanted sigle crystal copper surfaces.
- X.S. Li, W. C. (2009). Science .
- Xiang Z, B. S. (2014). Graphene's potencial in materials science and engineering . RSC .
- Xu, Y. &. (2016). Graphene as Transparent Electrodes: Fabrication and New Emerging Aplications. Small.
- Yang YG, C. C. (2008). Oxidized graphene and graphene based polymer composites. New Carbon Mater.
- Zhang, Y. N. (2012). Graphene: a versatile nanoplatform for biomedical applications. Nanoscale.
- Zhongxin Chen, T. H. (2014). High yield synthesis of single-layer graphene microsheets with dimensional control. Carbon, 167–174.



ANEXOS

ANEXO 01: HOJA TÉCNICA DE CATUCHO 6003 CONTRA VAPORES ORGÁNICOS Y GASES ÁCIDOS.

ANEXO 02: HOJA TÉCNICA DE SECADOR MODELO ED 56

ANEXO 03: HOJA TÉCNICA DE SISTEMA DE AGUA ULTRAPURA

ANEXO 04: FICHA TÉCNICA DEL METANO

ANEXO 05: FICHA TÉCNICA DEL HIDRÓGENO

ANEXO 06: FICHA DE SEGURIDAD DEL ÁCIDO ACÉTICO GLACIAL

ANEXO 07: FICHA TÉCNICA DEL NITRÓGENO

ANEXO 08: FICHA TÉCNICA DEL ARGÓN

ANEXO 09: PLANO DE BASE DE ACERO INOXIDABLE



ANEXO 01

ЗM

Cartucho 6003

Contra vapores orgánicos y gases ácidos Con respirador de media cara o cara completa

Hoja Técnica

Descripción

Los cartuchos 3M 6003 usados en la pieza facial Serie 6000 ó 7000 están aprobados para la protección contra vapores orgánicos y gases ácidos.

El diseño de estos cartuchos le atribuyen una mejor distribución del peso unido a la pieza facial, con lo que se incrementa su comodidad.

La construcción de la base del cartucho permite la distribución del aire a través de toda la superficie de las capas de carbono, de tal forma que éste se gasta uniformemente y a la vez alarga la vida útil del cartucho.

Aplicaciones

- Fundiciones
- · Plantas de concentrado minero
- Industria petroquímica

Aprobaciones

Aprobado por la National Institute for Occuapational Safety And Health (NIOSH) de Estados Unidos.

Características

- Pieza Facial: Polímero sintético
- Elemento filtrante: Carbón activado
 Color: Amarillo
- coror. Prinarino

Instrucciones de uso

Aprobado para protección respiratoria contra vapores orgánicos, cloro, cloruro de hidrógeno, dióxido de azufre, fluoruro de hidrógeno y sulfuro de hidrógeno (sólo abandone el área).

En el caso que en el área estén presentes contaminantes en forma de partículas, deberá utilizarse un retenedor con un filtro adecuado.

Guarde el respirador en un lugar apartado de áreas contaminadas cuando no lo use.

Concentraciones límites

- No usar cuando las concentraciones sean mayores a 10 veces el límite de exposición (media cara) ó 50 veces (cara completa) o menores de 0,05 mg/m³
- No usar en atmósferas cuyo contenido de oxígeno sea menor a 19.5%.
- No usar en atmósferas en las que el contaminante esté en concentraciones IDLH (inmediatamente peligrosas para la vida y la salud).

Limitaciones de uso

No altere, abuse o use en forma indebida los cartuchos o el respirador.

El no cumplir con las instrucciones y limitaciones sobre el uso del respirador y/o no usar el respirador durante el tiempo completo de exposición, puede reducir la eficiencia del mismo y ocasionar enfermedad o muerte.

Reemplace el cartucho de acuerdo a un calendario re recambio o antes, si se detecta algún olor, sabor o irritación proveniente de los contaminantes.

Garantía

La única responsabilidad del vendedor o fabricante será la de reemplazar la cantidad de este producto que se pruebe ser defectuoso de fábrica.

Ni el vendedor ni el fabricante serán responsables de cualquier lesión personal, pérdida o daños ya sean directos o consecuentes del mal uso de este producto.

Antes de ser usado, se debe determinar si el producto es apropiado para el uso pretendido y el usuario asume toda responsabilidad y riesgo en conexión con dicho uso.

Para mayor información:

3M Perú S.A. División Salud Ocupacional y Seguridad Ambiental Av. Canaval y Moreyra 641 San Isidro, Lima 27 Telf. 225-5252 Fax 224-3171 Provincia: Zona Norte: (044) 65-3185

Zona Sur: (054) 65-0652 E-mail: 3mperu@mmm.com



ANEXO 02

Modelo ED 56



- Tipos de cambio



ANEXO 03



Water System, Ultrapure, Millipore® Simplicity® with UV



Easy installation, intuitive operation

A small footprint makes it easy to install the water system wherever you want to in your lab

Maintenance offers simple cartridge change once or twice a year

The snap-in-and-out design of the SimpliPak purification cartridge enables easy and rapid replacement

Automatic notification to change your purification cartridge

Simple, low-level self maintenance

Ultrapure water from a pretreated source

For applications requiring very low organic contaminant levels, the Simplicity UV system also incorporates a dual wavelength 185/254 nm UV lamp to produce water with < 5 ppb TOC (when feed water TOC is below 50 ppb), making it suitable for HPLC, GC, ILC and TOC analyses.

Flow rates adapted to your ultrapure water needs

Simplicity systems can dispense > 0.5 liters of ultrapure water per minute

 Specifications 	
Electrical Specifications:	100-230V, 5Q/60Hz
Flow Rate:	>05 L/min
Length:	36i mm
Quantity:	Teach
Resistivity Measurement:	18.2 MD cm at 25°C
Type:	Type I
Volume:	Up to 5L/day

Contains mercury. Dispose of according to local, state and federal regulations

The Simplicity system delivers ultrapure (type 1) water from pretreated water

(distilled, delonized or reverse osmosis) to laboratories requiring < 5 liters of

Joistined, delonized or reverse osmosis) to laboratories requiring < 5 liters of ultrapure water per day. Simplicity is lightweight and optimal for your portable ultrapure water needs. Applications include preparation of blanks and standard solutions for a variety of analytical procedures. Choose with or without built-in UV lamp. Purification pack required and sold separately. Choose the Purification Pack right for your laboratory. Dimensions: 14.2" x 11.4" x 20.1" (LXWxH). Operating weight: 18 to 20 lbs. 100 -230V, 50/60Hz.

- Easy installation, intuitive operation
 Maintenance offers simple cartridge change once or twice a year
 Automatic notification to change your purification cartridge
 Ultrapure water from a pretreated source
- Automatic notification to created source
 Ultrapure water from a pretreated source
 Flow rates adapted to your ultrapure water needs



ANEXO 04



Fie	cha Técnica
Sustancia : Clase: METANO GRADO 4.0	UN 1971 MSDS G-50
ARACTERIZACIÓN DEL PRODUCTO	
PUREZA	99.99%
ONTENIDO DE IMPUREZAS	MAX. 100 PPM
SPECIFICACIONES PUREZA:	< 30 PPM N2, < 10 PPM H20, O2< 5 PPM < 10 PPM CO + CO2, < 30 PPM ETANO
STADO	GAS COMPRIMIDO
IPO DE EMPAQUE	CILINDRO ACERO CARBON
ALVULA	NORMA CGA 350
ROPIEDADES TERMOFÍSICAS	
ORMULA QUIMICA:	CH4
ESO MOLECULAR PROMEDIO:	16.04
UNTO DE EBULLICIÓN:	-161.5 °C
EMPERATURA CRÍTICA:	-82.1 °C
RESION CRITICA:	673 PSIA
DLUMEN ESPECÍFICO:	1.4795 M3/KG
ROPIEDADES PELIGROSIDAD	
MITES DE INFLAMABILIDAD:	5-15% EN AIRE
ROPIEDAD TOXICOLOGICA:	ASFIXIANTE SIMPLE
FORMACIÓN DE EMBARQUE:	GAS INFLAMABLE
OMPATIBILIDAD	NO CORROSIVO
MPERATURA DE IGNICIÓN	1000 F


95

ANEXO 05



Ficha Técnie	ca
Sustancia : Clase: HIDROGENO INDUSTRIAL	NTC-3273 CGA G-5
CARACTERIZACIÓN DEL PRODUCTO	
PUREZA	99.9%
CONTENIDO DE IMPUREZAS	MAX. 1000 PPM
ESTADO	GAS COMPRIMIDO
TIPO DE EMPAQUE	CILINDRO ACERO CARBON
VALVULA	NORMA CGA 350
CONTENIDO	CILINDRO ESTÁNDAR POR 6.0 M3
PROPIEDADES TERMOFÍSICAS	
FORMULA QUIMICA:	H2
PESO MOLECULAR:	2.02
PUNTO DE EBULLICIÓN:	-252.8 °C
TEMPERATURA CRÍTICA:	-239.9 °C
PRESION CRITICA:	190.8 PSIA
VOLUMEN ESPECÍFICO:	12.00 M3/KG
CAPACIDAD CALORIFICA	6.89 BTU/LBMOLT
PROPIEDADES PELIGROSIDAD	
LIMITES DE INFLAMABILIDAD:	4-75%
PROPIEDAD TOXICOLOGICA	ASFIXIANTE SIMPLE
INFORMACIÓN DE EMBARQUE:	GAS INFLAMABLE
COMPATIBILIDAD	NO CORROSIVO
TEMPERATURA DE IGNICIÓN	585°C



ANEXO 06

Fichas Internacionales de Seguridad Química

ÁCIDO ACÉTICO	O		ICSC: 0363 Mayo 2010
CAS: 64 RTECS: AF NU: 27 CE Indice Anexo I: 60 CE / EINECS: 20	-19-7 Ácido acético glacial 1225000 Ácido etanoico 89 Ácido etilico 7-002-00-6 Ácido metanocarboxílico 0-580-7 C ₂ H ₄ O ₂ / CH ₃ COOH Masa molecular: 60.1	1	
TIPO DE PELIGRO / EXPOSICIÓN	PELIGROS AGUDOS / SÍNTOMAS	PREVENCIÓN	PRIMEROS AUXILIOS / LUCHA CONTRA INCENDIOS
INCENDIO	Inflamable.	Evitar las llamas, NO pro- ducir chispas y NO fumar.	Polvo, espuma resistente al alcohol, agua pulverizada o dióxido de carbono.
EXPLOSIÓN	Por encima de 39°C pueden formarse mezclas explosivas vapor/aire. Riesgo de incendio y explosión en contacto con oxidantes fuertes.	Por encima de 39°C, sistema cerrado, ventilación y equipo eléctrico a prueba de explosión.	En caso de incendio: mantener frios los bidones y demás instalaciones rociando con agua.
EXPOSICIÓN		IEVITAR TODO CONTACTOI	ICONSULTAR AL MÉDICO EN TODOS LOS CASOSI
Inhalación	Dolor de garganta. Tos. Sensación de quemazón. Dolor de cabeza. Vértigo. Jadeo. Dificultad respiratoria.	Ventilación, extracción localizada o protección respiratoria.	Aire limpio, reposo. Posición de semiincorporado. Proporcionar asistencia médica.
Piel	Dolor. Enrojecimiento. Quemaduras cutáneas. Ampollas.	Guantes de protección. Traje de protección.	Quitar las ropas contaminadas. Aclarar la piel con agua abundante o ducharse durante 15 minutos como mínimo. Proporcionar asistencia médica.
Ojos	Enrojecimiento. Dolor. Quemaduras graves. Pérdida de visión.	Pantalla facial o protección ocular combinada con protección respiratoria.	Enjuagar con agua abundante durante varios minutos (quitar las lentes de contacto si puede hacerse con facilidad). Proporcionar asistencia médica inmediatamente.
Ingestión	Dolor de garganta. Sensación de quemazón. Dolor abdominal. Vómitos. Shock o colapso.	No comer, ni beber, ni fumar durante el trabajo.	Enjuagar la boca. NO provocar el vómito. Dar a beber un vaso pequeno de agua, pocos minutos después de la ingestión. Proporcionar asistencia médica inmediatamente.
DERRAMES Y FUGAS		ENVASADO Y ETIQUET	ADO
Eliminar toda fuente de ig protección química, incluy Recoger el líquido proced precintables. Neutralizar o carbonáto sódico, solo ba permitir que este producto	nición. Protección personal: traje de endo equipo autónomo de respiración. ente de la fuga en recipientes son precaución el liquido derramado con jo la responsabilidad de un experto. NO o químico se incorpore al ambiente.	No transportar con alimento Clasificación UE Simbolo: C R: 10-35 S: (1/2-)23-26-45 Nota: B Clasificación NU Clasificación NU Clasificación GHS Peligro Líquidos y vapores inflama Nocivo si se inhala el vapo Nocivo en contacto con la Puede ser nocivo en caso Provoca graves quemadu Puede provocarimitación i Provoca daños en el siste prolongadas o repetidas s Nocivo para los organismo	s y piensos. NU: 8 as NU: 3 i deingestön. ras en la piel y lesiones oculares. respiratoria. ma respiratorio tras exposiciones i se inhala. os acuáticos.
RESPUESTA DE EMER	RGENCIA	ALMACENAMIENTO	
Código NFPA: H3; F2; R0 Preparada	en el Contexto de Cooperación entre el IPC5	A prueba de incendio. Separado alimentos y piensos. Mantener er el recipiente original. Almacenar S y la Comisión Europea © CE.	de condantes fuertes, ácidos fuertes, bases fuertes l lugar bien ventilado. Bien cerrado. Almacenar en en un área sin acceso a desagües o alcantarillas. IPCS, 2010
IPCS International Programme on Chemical Safety) ((ii)) (iii) (ii		TROTADOR INTERNET INTERNET INTERNET

VÉASE INFORMACIÓN IMPORTANTE AL DORSO



ANEXO 06

|--|

ÁCIDO ACÉTICO	ICSC: 0363
DATOSIM	IPORTANTES
ESTADO FÍSICO; ASPECTO Líquido incoloro de olor acre.	VÍAS DE EXPOSICIÓN Efectos locales graves
PELIGROS QUÍMICOS La sustancia es un ácido débil. Reacciona violentamente con oxidantes fuertes originando peligro de incendio y explosión. Reacciona violentamente con bases fuertes, ácidos fuertes y muchos otros compuestos. Ataca a algunos tipos de plásticos, caucho y revestimientos. LÍMITES DE EXPOSICIÓN TLV: 10 ppm como TWA; 15 ppm como STEL (ACGIH 2010). LEP UE: 10 ppm; 25 mg/m² como TWA (EU 1991).	RIESGO DE INHALACIÓN Por evaporación de esta sustancia a 20°C se puede alcanzar bastante rápidamente una concentración nociva en el aire. EFECTOS DE EXPOSICIÓN DE CORTA DURACIÓN La sustancia es corrosiva para los ojos, la piel y el tracto respiratorio. Corrosivo por ingestión. La inhalación puede causar edema pulmonar, pero sólo tras producirse los efectos corrosivos iniciales en los ojos o las vías respiratorias. EFECTOS DE EXPOSICIÓN PROLONGADA O REPETIDA El contacto prolongado o repetido con la piel puede producir dermatitis. Los pulmones pueden resultar afectados tras exposiciones prolongadas o repetidas a un aerosol de esta sustancia. Riesgo de erosión de los dientes tras exposiciones prolongadas o repetidas al aerosol de esta sustancia.
PROPIED	ADES FÍSICAS
Punto de ebullición: 118°C Punto de fusión: 16.7°C Densidad relativa (agua = 1): 1.05 Solubilidad en agua: miscible. Presión de vapor, kPa a 20°C: 1.5 Densidad relativa de vapor (aire = 1): 2.1	Densidad relativa de la mezcla vapor/aire a 20°C (aire = 1): 1.02 Punto de inflamación: 39°C c.c. Temperatura de autoignición: 485°C Límites de explosávidad, % en volumen en el aire: 6.0-17 Coeficiente de reparto octanol/agua como log Pow: -0.17
DATOS A	MBIENTALES
La sustancia es nociva para los organismos acuáticos.	
El nº NU 2789 corresponde al ácido acético, ácido acético glacial o NU: NU 2790 disolución de ácido acético (entre el 10 y el 80% de á	un disolución de ácido acético con más del 80 % de ácido en peso. Otro nº cido acético en peso); clasificación de peligro NU 8, grupo de envasado II-II
INFORMA	CIÓN ADICIONAL
Límites de exposición profesional (INSHT 2011):	
VLA-ED: 10 ppm; 25 mg/m ³	
VLA-EC: 15 ppm, 37 mg/m ³	
NOTA LEGAL Esta ficha contiene la opinión colecti requisitos legales. Su posible uso no de la versión española.	va del Comité Internacional de Expertos del IPCS y es independiente de es responsabilidad de la CE, el IPCS, sus representantes o el INSHT, auto
01	PCS. CE 2010



UNIVERSIDAD CATÓLICA DE SANTA MARÍA

98

ANEXO 07

Fi	cha Técnica
Sustancia : Clase:	
ARGON GRADO 5.0	NTC 2852 CGA G-11.1
CARACTERIZACIÓN DEL PRODUCTO	
PUREZA	99.999%
Contenido de Impurezas	MAX. 10 PPM
ESPECIFICACIONES PUREZA:	 < 3 PPM O2, < 3 PPM H20 < 5 PPM NITROGENO < 1 ppm CO2 < 1 ppm THC (HIDROCARBUROS TOTALES)
ESTADO	GAS COMPRIMIDO
TPO DE EMPAQUE	CILINDRO ACERO CARBON
TAMAÑO DEL CILINDRO	23 cm diámetro x 140 cm altura
ONTENIDO	6.5 M3
CAPACIDAD	43 Lts de Agua
PRESION DE CILINDRO	2200 PSI
/ALVULA	NORMA CGA 580
PROPIEDADES TERMOFÍSICAS	
ORMULA QUIMICA:	Ar
PESO MOLECULAR:	39.95
PUNTO DE EBULLICIÓN:	-185.9 °C
TEMPERATURA CRÍTICA:	-122.4 °C
PRESION CRITICA:	710.0 PSIA
VOLUMEN ESPECÍFICO:	0.604 M3/KG
CAPACIDAD CALORIFICA	4.97 BTU/LBMOL°F
PROPIEDADES PELIGROSIDAD	
LIMITES DE INFLAMABILIDAD:	NO INFLAMABLE – GAS INERTE
PROPIEDAD TOXICOLOGICA	ASFIXIANTE SIMPLE
COMPATIBILIDAD	NO CORROSIVO
1	

Publicación autorizada con fines académicos e investigativos En su investigación no olvide referenciar esta tesis



99

ANEXO 08



Fich	a Técnica
Sustancia : Clase : NITROGENO ALTA PUREZA GRADO ALIMENTICIO	UN 1066 NTC 2803 CGA G 10.1
CARACTERIZACIÓN DEL PRODUCTO	
PUREZA	99.995%
CONTENIDO DE IMPUREZAS	MAX. 50 PPM
ESPECIFICACIONES PUREZA:	< 5 PPM O2, < 5 PPM H20
ESTADO	GAS COMPRIMIDO
TIPO DE EMPAQUE	CILINDRO ACERO CARBON
VALVULA	NORMA CGA 580
PROPIEDADES TERMOFÍSICAS	
FORMULA QUIMICA:	N2
PESO MOLECULAR:	28.01
PUNTO DE EBULLICIÓN:	-195.8 °C
TEMPERATURA CRÍTICA:	-146.9°C
PRESION CRITICA:	492.9 PSIA
VOLUMEN ESPECÍFICO:	0.8615 M3/KG
CAPACIDAD CALORIFICA	6.97 BTU/LBMOLT
PROPIEDADES PELIGROSIDAD	
LIMITES DE INFLAMABILIDAD:	NO INFLAMABLE - GAS INERTE
PROPIEDAD TOXICOLOGICA	ASFIXIANTE SIMPLE
COMPATIBILIDAD	NO CORROSIVO
TEMPERATURA DE IGNICIÓN	N/A

Publicación autorizada con fines académicos e investigativos En su investigación no olvide referenciar esta tesis



100

ANEXO 09





FORM-LICMA-003





FORM-LICMA-004

		Formato de Control Registro de datos de ensayo en el reactor CVD										FORM-LICMA-004 Versión 1						
1				Registr	o de d	atos	dee	ensay	oen	el rea	acto) 			Página	1 de	1
Fecha			Código Responsables															
llara	Tionson			<u> </u>			_								T 1	T 2		Thomas
Hora	riempo	ml/ min	FV	PSIA	T ℃	ml/ min	FV	PSIA	т∘с	NLPM	FV	PSIA	т∘с	P Bar	°C	°C	°C	°C
													4					
														10	~			
1	1														2 p			
	0.1			_			-			-								
					1.		2			4		1						
							-				1	4						
			-							-								
				-			_											
1							-					K	2		11			
-	1						-	1	-							0		
	Æ.	1	-	-														
	20		8 6				0							1	1			
-	- 7						10		Ø						1			
P	1											1		1.5	2			
1															5			
1	1														3			
	1																	
11									F	-								
/ 1							_			SE								_
												1						
		-													· · · ·			_
		-				-												
					-					-				7				
		1	-									-	1	-				
					1.	-		-	1									
			- Shake				1			1								
					1	-		11										
					1	/			2	1								
									1	-								
						<u> </u>	<u> </u>	<u> </u>	<u> </u>		<u> </u>							
							-				-							
00000							-				-							
UBSER	VACIO	VINES																
							-				-			-				-
					COD						<u>то</u>							



FORM-LICMA-006

				For	mate	o de	Co	ntrol							FC	ORM	-LIC	MA-	006	
	Regis	stro de	mon	itor	eo d ión	e ci de l	lind os g	rosy jase	y re s	gula	dor	es d	le		F	Ve Pági	ersić na	on 1 1 de	1	
FECHA DE INSPECCIÓN			RESI	PON	SABL	ED	EINS	SPEC	CIO	۷				FIRM	14					
			_									_							26	
ITEM INSPECCI	ONADO		нір	HIDRÓGENONITRÓGENO METANO HIDRÓGENONITRÓGENO META											NO					
1. CILINDRO			sı	NO		SI	NO		SI	NO		SI	NO		SI	NO		SI	NO	CR*
Cortes				_		-		-			-				-		-			
Abolladuras																				
Exceso de corrosión exte	rna																			
Limpio y libre de aceite c	arboniza	do.											1	6						
grasa y otras sustancias	combust	ibles.										1								
¿Está bien identificado e	l gas que			2			-		-											
contiene el cilindro (etiq	ueta) y co	olor de	4		2		10	1		7										
acuerdo con norma está	ndar?	0						6		4	4	<u> </u>		<u> </u>	<u> </u>			<u> </u>		
¿El cilindro cuenta con ta	apa o gor	ro de						11	-	P					2.					
protección?	49							5-				-						<u> </u>		
¿Se mantiene el cilindro	a una dis	tancia						6	-	1	1				1	-				
segura de trabajo?	lo del cel	or				-					-	12			1			<u> </u>		
excesivo?	to del cali	or					1					0		1		1.				
tapa o gorro cuando el c	ilindro no	ose									1		Ú							
434 :			DE	<u> </u>		DEC					05	DE			DEC				ATC	
	DECION	-		GÚL		NES	DE	103			03	NE	GÚL		INCO					
REGULADORES DI	PRESION	1	HIDRÓGENONITRÓGENO METANO								HIDROGENONITROGENO METANO									
64		-	SI	NO	CR↑	SI	NO	CR≁	SI	NO	CR*	SI	NO	CR*	SI	NO	CR≁	SI	NO	CR≁
¿El regulador es apropia de gas y su capacidad de	do para e e presión [.]	el tipo y flujo?													2		5			
¿Están limpias, sin polvo extrañas las conexiones	o ni partíc del regula	ulas ador?	30				(E		i de								-			
¿Las conexiones del regu cilindro están en buen es correctamente?	lador y d tado y aj	el ustan									ļ	-	4				-			
¿Las uniones, adaptador asiento en el regulador e	es y anill	os de																		
	stán en b	uen		Ċ,										1						
estado?	stán en b	uen				\mathbb{T}^{k}				1										
estado? ¿Están quebrados o daña	stán en b ados los v	uen vidrios				14				/			7	/						
estado? ¿Están quebrados o daña de los manómetros o me	ados los v didores?	uen vidrios				14				2			7	/						
estado? ¿Están quebrados o daña de los manómetros o me ¿Están limpias las esfera manómetros y sus núme	ados los v didores? as de los	vidrios					V V	X		2			7							
estado? ¿Están quebrados o daña de los manómetros o me ¿Están limpias las esfera manómetros y sus núme ¿Hay escapes o fuese de	están en b ados los v didores? as de los ros son le gas?	vidrios						2		/										
estado? ¿Están quebrados o daña de los manómetros o me ¿Están limpias las esfera manómetros y sus núme ¿Hay escapes o fugas de ¿El tornillo o marineco o	están en b ados los v didores? as de los ros son le gas?	vidrios			X			724												
estado? ¿Están quebrados o daña de los manómetros o me ¿Están limpias las esfera manómetros y sus númen ¿Hay escapes o fugas de ¿El tornillo o mariposa o presión del regulador gi	están en b ados los v didores? as de los ros son le gas? le ajuste o a libreme	vidrios						N N N												
estado? ¿Están quebrados o daña de los manómetros o me ¿Están limpias las esfera manómetros y sus núme ¿Hay escapes o fugas de ¿El tornillo o mariposa o presión del regulador gin ¿La presión de salida es	están en b ados los v didores? as de los ros son le gas? le ajuste o ra libreme estable. s	vidrios gibles? de ente?																		
estado? ¿Están quebrados o daña de los manómetros o me ¿Están limpias las esfera manómetros y sus núme ¿Hay escapes o fugas de ¿El tornillo o mariposa o presión del regulador gin ¿La presión de salida es filtración ni aumento de	están en b ados los v didores? as de los ros son le gas? le ajuste o ra libreme estable, s presión a	vidrios egibles? de ente? in						U ANN V												
estado? ¿Están quebrados o daña de los manómetros o me ¿Están limpias las esfera manómetros y sus númen ¿Hay escapes o fugas de ¿El tornillo o mariposa o presión del regulador gin ¿La presión de salida es filtración ni aumento de cerrarlo?	están en b ados los v didores? as de los ros son le gas? le ajuste o ra libreme estable, s presión a	vidrios egibles? de ente? in						N N N												
estado? ¿Están quebrados o daña de los manómetros o me ¿Están limpias las esfera manómetros y sus núme ¿Hay escapes o fugas de ¿El tornillo o mariposa o presión del regulador gin ¿La presión de salida es filtración ni aumento de cerrarlo? Presion marcada en el m	ados los v didores? os de los ros son le gas? le ajuste o ra libreme estable, s presión a	de ente? in in	5					S APS												
estado? ¿Están quebrados o daña de los manómetros o me ¿Están limpias las esfera manómetros y sus núme ¿Hay escapes o fugas de ¿El tornillo o mariposa o presión del regulador gir ¿La presión del salida es filtración ni aumento de cerrarlo? Presion marcada en el m CR*: 1: CRITICO, 2: ALTAME	stán en b ados los v didores? is de los ros son le gas? le ajuste o ra libreme estable, s presión a anometro NTE CRITIO	vidrios gibles? de ente? in il co, 3: SU	PERC	RITIC	0			S												
estado? ¿Están quebrados o daña de los manómetros o me ¿Están limpias las esfera manómetros y sus núme ¿Hay escapes o fugas de ¿El tornillo o mariposa o presión del regulador gin ¿La presión del salida es filtración ni aumento de cerrarlo? Presion marcada en el m CR*: 1: CRITICO, 2: ALTAME	stán en b ados los v didores? as de los ros son le gas? le ajuste c a libreme estable, s presión a anometro NTE CRITI	ridrios ridrios de ente? in il co, 3: SU	PERC	RITIC	0			いていて												
estado? ¿Están quebrados o daña de los manómetros o me ¿Están limpias las esfera manómetros y sus núme ¿Hay escapes o fugas de ¿El tornillo o mariposa o presión del regulador gin ¿La presión de salida es filtración ni aumento de cerrarlo? Presion marcada en el m CR*: 1: CRITICO, 2: ALTAME OBSERVACIONES:	stán en b ados los v didores? as de los ros son le gas? le ajuste c a libreme estable, s presión a anometro NTE CRITIC	ridrios ridrios de ente? in il co, 3: SU	PERC	RITIC	0			S A P S												
estado? ¿Están quebrados o daña de los manómetros o me ¿Están limpias las esfera manómetros y sus núme ¿Hay escapes o fugas de ¿El tornillo o mariposa o presión del regulador gin ¿La presión de salida es filtración ni aumento de cerrarlo? Presion marcada en el m CR*: 1: CRITICO, 2: ALTAME OBSERVACIONES:	stán en b ados los v didores? as de los ros son le gas? le ajuste c a libreme estable, s presión a anometro NTE CRITIO	gibles? de ente? in in co, 3: SU	PERC	RITIC	0			N N N N N N N N N N N N N N N N N N N												
estado? ¿Están quebrados o daña de los manómetros o me ¿Están limpias las esfera manómetros y sus núme ¿Hay escapes o fugas de ¿El tornillo o mariposa o presión del regulador gin ¿La presión de salida es filtración ni aumento de cerrarlo? Presion marcada en el m CR*: 1: CRITICO, 2: ALTAME OBSERVACIONES:	stán en b ados los v didores? as de los ros son le gas? le ajuste c a libreme estable, s presión a anometro NTE CRITIO	gibles? de ente? in in co, 3: SU	PERC	RITIC	0															