

**Universidad Católica de Santa María**  
**Facultad de Ciencias e Ingenierías Físicas  
y Formales**  
**Escuela Profesional de Ingeniería Mecánica,  
Mecánica Eléctrica y Mecatrónica**



**PRODUCCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE  
NANOESTRUCTURAS DE CARBONO A PARTIR DE GAS  
METANO Y EVALUACIÓN DE SUS PROPIEDADES  
MECÁNICAS EN UNA MATRIZ DE POLIPROPILENO.**

**Tesis presentada por el Bachiller:  
Villagarcía Cárdenas, Bryan Luis  
Para optar el Título Profesional de  
Ingeniero Mecánico**

**Asesor:  
Ing. Castro Valdivia, Jorge**

**Arequipa – Perú  
2019**



*Universidad Católica de Santa María*

☎ (51 54) 382038 Fax:(51 54) 251213 ✉ ucsm@ucsm.edu.pe 🌐 http://www.ucsm.edu.pe Apartado:1350

AREQUIPA - PERÚ

ESCUELA PROFESIONAL DE INGENIERÍA MECÁNICA, MECÁNICA  
ELÉCTRICA Y MECATRÓNICA

INFORME DICTAMINATORIO

VISTO

EL BORRADOR DE TESIS TITULADO:

**“PRODUCCION Y CARACTERIZACION DE  
NANOESTRUCTURAS DE CARBONO A PARTIR DE  
GAS METANO Y EVALUACION DE SUS  
PROPIEDADES MECANICAS EN UNA MATRIZ DE  
POLIPROPILENO”**

Presentado por el Bachiller:

VILLAGARCIA CARDENAS BRYAN LUIS

Nuestro **DICTAMEN** es:

*para la sustentación.*

OBSERVACIONES: *largos espaciamientos en algunos  
puntos.*

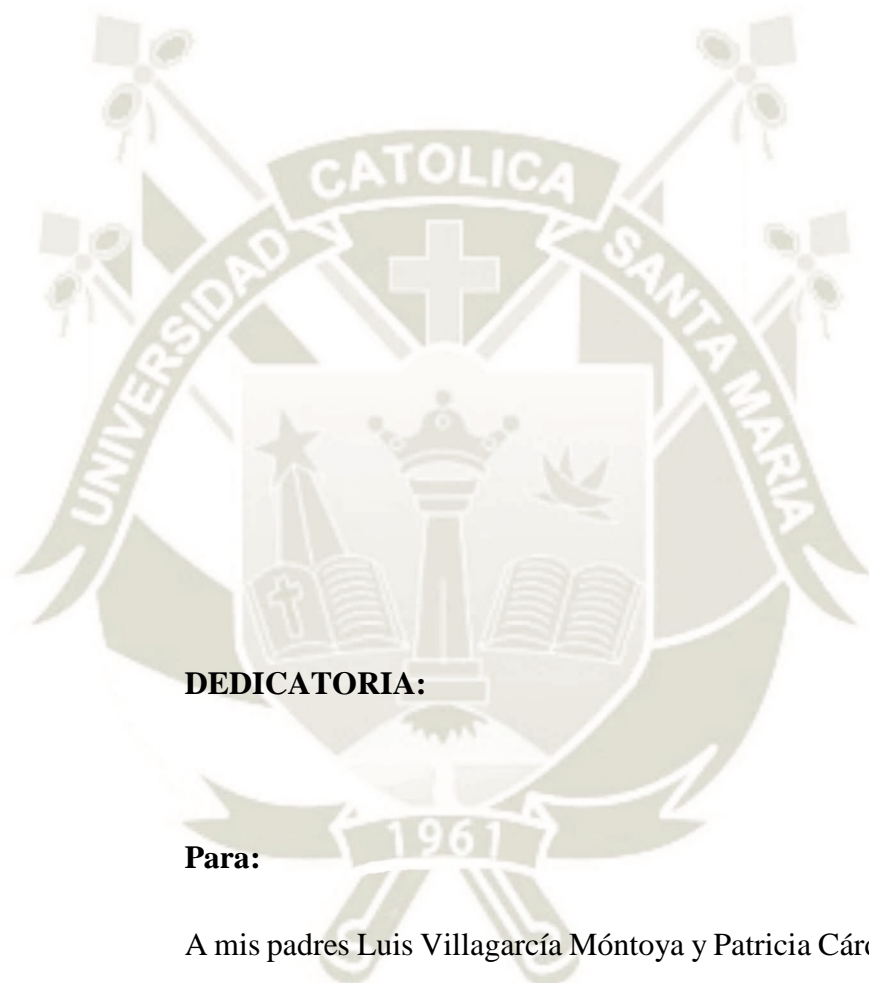
Arequipa, *26 Setiembre* 201*19*



ING. JORGE CASTRO VALDIVIA



ING. MARCO CARPIO RIVERA



**DEDICATORIA:**

**Para:**

A mis padres Luis Villagarcía Móntoya y Patricia Cárdenas Bernal, por haber sido mi mejor ejemplo a seguir, dándome siempre su apoyo y amor para poder seguir adelante, alcanzando mis metas; a mis hermanos Jeancarlo y Alejandra por siempre darme todo su apoyo incondicional y sus buenos consejos para poder seguir siempre hacia adelante superándome y cada vez ser mejor.

## AGRADECIMIENTOS

Agradezco al PhD. Hermann Alcázar; por la oportunidad de ser parte del proyecto, su asesoría y apoyo en toda esta etapa del desarrollo de la investigación.

Agradezco a las Ingenieras Maria Vargas, Rossibel Churata y Zulema por toda su colaboración y apoyo en todas las etapas del proyecto.

Agradezco a las Profesores por haberme compartido su conocimiento en transcurso del proyecto.

Agradezco al Vicerrectorado de Investigación de la UCSM, por permitirme la oportunidad de ser parte de este proyecto, habiéndome dado las facilidades de uso de sus laboratorios y materiales a lo largo de esta investigación.

## RESUMEN

Las nanoestructuras de carbono son materiales de excelentes propiedades mecánicas, eléctricas, entre otras; las cuales se vienen investigando con gran interés científico en la industria; una de las cuales es como reforzante de resinas, aleaciones mecánicas, geles, cerámicos y polímeros, aumentando así sus propiedades mecánicas de manera considerable. En la actualidad se vienen usando en diversas aplicaciones como en la aeronáutica, automotriz, eléctrica. En este estudio se realizará la síntesis y obtención de nanotubos de carbono y nanofibras de carbono para poder usarlas como reforzante del polipropileno y se espera mejorar sus propiedades mecánicas. Para la obtención de estas nanoestructuras se usará el reactor del laboratorio de investigación de la Universidad Católica de Santa María, siendo el método a aplicar la deposición química en fase vapor, usando gas metano como hidrocarburo precursor y catalizadores de níquel y hierro soportados en alúmina con el método de impregnación; Por ende al obtenerlos y realizar la mezcla de cada compuesto se procederá a la comparación de las propiedades mecánicas mediante probetas normalizadas, para poder definir cuál de las nanoestructuras de carbono presenta las mayores propiedades mecánicas como reforzante del polipropileno.

**Palabras Clave:** Nanotubo de carbono, Nanofibra de Carbono, Deposición química en fase vapor, catalizadores, metano, polipropileno, ensayos mecánicos.

## ABSTRACT

Carbon nanostructures are materials with excellent mechanical, electrical properties, among others. ; these are the investigations with great scientific interest in the industry one of which is as a reinforcer of resins, mechanical alloys, gels, ceramics and polymers, as well as their mechanical properties in a considerable way. Currently, they are included in various applications such as aeronautics, automotive, electrical. In this study the synthesis and obtaining of carbon nanotubes and carbon nanofibers is done to use as a reinforcer of the polypropylene and it is expected to improve its mechanical properties. In order to obtain these nanostructures, the reactor of the research laboratory of the Catholic University of Santa María is used as a method to apply chemical deposition in the vapor phase, using methane gas as a precursor hydrocarbon and nickel and iron catalysts supported in alumina with the impregnation method; Therefore, obtain and obtain the mixture of each compound will proceed to the comparison of the mechanical properties through standardized test pieces, to be able to define the carbon nanostructures present the mechanical properties as reinforcer of the polypropylene

**Keywords:** Carbon nanotube, Carbon Nanofiber, Chemical vapor deposition, catalysts, methane, polypropylene, mechanical tests.



## INTRODUCCIÓN

La investigación para la síntesis y obtención de nanotubos de carbono se desarrolla en el laboratorio de investigación a la ciencia de los materiales de la Universidad Católica de Santa María, con un marco de financiamiento del vicerrectorado de investigación.

Los nanotubos de carbono fueron descubiertos por Sumio Iijima en el año 1991, (Ibrahim, 2013) posteriormente se continuaron con las investigaciones por Donald Bethune y la corporación IBM obteniendo nanotubos de carbono de pared única. Esta forma alotropica se considera que el material deriva de una lámina de grafeno formando un cilindro con puntas cerradas. En la actualidad existen muchas formas de síntesis de nanotubos de carbono que están ligadas a la obtención de fibra de carbono, entre estas podemos encontrar Arco de descarga eléctrica, Ablación laser y Deposición química en fase vapor, Por lo cual el presente proyecto será desarrollado por la ultima mencionada.

El método de deposición química en fase vapor es el más utilizado para la producción de nanotubos de carbono, consiste en la introducción de un hidrocarburo (El cual utilizaremos en proyecto es metano) a un reactor de cuarzo que se encuentra a temperaturas elevadas (superiores a 600 °C), en el reactor se encuentra el catalizador, acelerando las reacciones químicas para la obtención de nanotubos de carbono.

Los catalizadores son esenciales para la producción de nanotubos de carbono ya que influyen en la calidad y rendimiento, permitiendo la adhesión disociativa del gas metano y a través de las partículas metálicas la formación del grafeno y nanotubos de carbono.

En el presente proyecto, se estudia la síntesis de nanotubos de carbono química en fase vapor y la comparación de las propiedades mecánicas que tiene los nanotubos de carbono con diferente composición de catalizador y nanofibras de carbono como reforzante de polipropileno. Mediante el método CVD se obtiene los nanotubos de carbono, a partir de gas metano, en un reactor que trabaja a altas temperaturas y presiones bajas.

## ÍNDICE

<b>AGRADECIMIENTOS</b> .....	<b>iv</b>
<b>INTRODUCCIÓN</b> .....	<b>vii</b>
<b>RESUMEN</b> .....	<b>v</b>
<b>ABSTRACT</b> .....	<b>vi</b>
<b>CAPÍTULO I</b> .....	<b>1</b>
1. Marco Metodológico .....	1
1.1. Tema de Investigación .....	1
1.2. Descripción del problema .....	1
1.3. Hipótesis .....	1
1.4. Variables .....	1
1.4.1. Variables Independientes .....	1
1.4.2. Variables Dependientes .....	2
1.5. Objetivos.....	2
1.5.1. Objetivo General.....	2
1.5.2. Objetivos Específicos.....	2
1.6. Alcances.....	3
1.7. Justificación .....	3
<b>CAPÍTULO 2</b> .....	<b>4</b>
2. Marco Teórico .....	4
2.1. Definición de nanotubos de carbono .....	4
2.2. Propiedades de los Nanotubos de Carbono .....	5
2.3. Clasificación de nanotubos de carbono .....	6
2.3.1. Nanotubo de capa unica (SWNT).....	6
2.3.2. Nanotubo de multiple capa (MWCNT). .....	7
2.3.3. Tipos de NTC sobre la basa de Quiralidad .....	8
2.4. Métodos de producción de nanotubos de carbono.....	9
2.4.1. Método de Arco Electrico.....	9
2.4.2. Método de Vaporización por Láser.....	9
2.4.3. Método de Desposición Química en fase Vapor.....	9



2.5. Aplicación industrial de nanotubos de carbono.....	12
2.6. Metodología de síntesis de nanotubos de carbono .....	13
2.7. Caracterización de nanotubos de carbono .....	14
2.8. Definición de nanofibra de carbono .....	14
2.9. Deposición química de vapor CVD.....	15
2.9.1. Ventajas del método CVD .....	15
2.10. Catalizador.....	16
2.11. Soporte de catalizador (alúmina).....	17
2.12. Fuente de Carbono.....	17
2.13. Polipropileno.....	18
2.14. Nanocompuestos de polímeros con nanotubos de carbono .....	18
2.14.1. Mezclado en solución .....	19
2.14.2. Mezclado en Fundido.....	19
2.14.3. Polimerización In-Situ .....	19
2.15. Propiedades mecánicas de los materiales .....	19
2.15.1. Ensayo mecánico de tracción.....	19
2.15.2. Ensayo mecánico de charpy.....	20
2.15.3. Ensayo mecánico de dureza .....	21
<b>CAPÍTULO 3 .....</b>	<b>22</b>
3. Metodología Experimental.....	22
3.1. Ubicación del Área de Investigación.....	22
3.2. Preparación de los catalizadores por el método de impregnación.....	22
3.2.1. Documentación experimental .....	22
3.2.2. Selección del tipo de catalizador.....	23
3.2.3. Metodo de impregnación .....	24
3.2.4. Etapas del método de impregnación .....	25
3.2.5. Materiales y Reactivos.....	25
3.2.5.1. Reactivos.....	25
3.2.5.2. Materiales .....	26
3.2.5.3. Instrumentos y Maquinaria .....	26
3.2.6. Metodología del desarrollo de los catalizadores .....	27
3.2.6.1. Catalizador Fe40-Ni10: .....	27
3.2.6.2. Catalizador Fe50:.....	33

3.3. Síntesis de Nanotubos de Carbono .....	38
Procedimiento .....	38
3.3.1. Documentación experimental .....	38
3.3.2. Deposición Química de Vapor .....	38
3.3.3. Etapas del método CVD.....	39
3.3.4. Etapas del método de Síntesis.....	40
3.3.5. Parámetros que Influyen en el Proceso de Obtención de Nanotubos de Carbono.....	40
3.3.5.1. Temperatura de crecimiento de la fibra de carbono .....	40
3.3.5.2. Tasa de flujo de los gases de reacción .....	41
3.3.5.3. Catalizador .....	43
3.3.6. Definición de los parámetros de síntesis.....	44
3.3.7. Procedimiento de síntesis de fibra de carbono.....	44
3.3.8. Rediseño de procesos unitarios y sistema integrado a partir de evaluaciones.....	45
3.3.9. Materiales y Reactivos .....	46
3.3.9.1. Reactivos.....	46
3.3.9.2. Materiales .....	46
3.3.9.3. Instrumentos y Maquinaria .....	46
3.3.10. Metodología .....	46
3.3.10.1. Síntesis de Nanotubo de Carbono .....	46
3.3.10.2. Evaluación y validación de la operatividad y desempeño del sistema rediseñado. ....	51
3.3.11. Caracterización de los Nanotubos de Carbono .....	53
3.3.11.1. Microscopía electrónica de barrido.....	53
3.3.11.2. Espectroscopia de Raman .....	56
3.4. Aplicación de los Nanoestructuras de Carbono como Reforzante .....	60
3.4.1. Materiales y Equipos.....	60
3.4.1.1. Equipos .....	60
3.4.1.2. Materiales .....	60
3.4.2. Procedimiento .....	60
3.4.3. Preparación de las probetas normalizadas: .....	61
3.4.3.1. Procedimiento de obtención de la mezcla .....	61
3.4.3.2. Probeta normalizada para ensayo de Tracción: .....	67

3.4.3.3. Probeta normalizada para ensayo de Charpy:.....	74
3.4.3.4. Probeta normalizada para ensayo de Dureza:.....	78
3.4.4. Resultados de los Ensayos .....	81
3.4.4.1. Ensayo de Tracción: .....	81
3.4.4.2. Ensayo de charpy .....	89
3.4.5. Ensayo de Dureza .....	89
<b>CONCLUSIONES.....</b>	<b>90</b>
<b>RECOMENDACIONES .....</b>	<b>91</b>
<b>BIBLIOGRAFÍA.....</b>	<b>92</b>



## ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 2- 1	Propiedades de los NTC .....	6
Tabla 2- 2	Comparación de los métodos de obtención de Nanotubos de Carbono .....	11
Tabla 3- 1	Información de tipos de catalizadores para la obtención de NTC.....	23
Tabla 3- 2	Resumen de rango de cargas de Fe-Ni usada en la síntesis de Catalizador Fe40-Ni10.....	24
Tabla 3- 3	Resumen de rango de cargas de Fe-Ni usada en la síntesis de Catalizador Fe50-Ni.....	25
Tabla 3- 4	Etapas del Proceso de Ingrenación .....	25
Tabla 3- 5	Metodología de síntesis del Catalizador Fe40-Ni10 .....	27
Tabla 3- 6	Metodología de síntesis del Catalizador Fe50.....	33
Tabla 3- 7	Análisis teórico de Temperatura para la obtención de NTC .....	41
Tabla 3- 8	Análisis teórico de Flujo de Gases para la obtención de NTC.....	42
Tabla 3- 9	Análisis teórico del tipo de catalizador para la obtención de NTC .....	43
Tabla 3- 10	Parámetros para la obtención de NTC.....	44
Tabla 3- 11	Procedimiento de Síntesis de NTC.....	44
Tabla 3- 12	Parámetros de Programación de Flujo de Gases para la obtención de NTC ....	45
Tabla 3- 13	Parámetros de Programación del Horno para la obtención de NTC .....	45
Tabla 3- 14	Condiciones y obtención de NTC por Ensayo .....	51
Tabla 3- 15	Numero de Probetas Normalizadas para los ensayos mecánicos .....	61
Tabla 3- 16	Medidas de probetas de ensayo de Tracción .....	82
Tabla 3- 17	Resultados de ensayo de Tracción .....	82
Tabla 3- 18	Resultados de ensayo de Charpy .....	89
Tabla 3- 19	Resultados de ensayo de Dureza .....	89

## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 2- 1	Formación de Nanotubos de Carbono .....	5
Figura 2- 2	Estructura de nanotubo SWCNT .....	7
Figura 2- 3	Nanotubo de carbono de tipo MWCNT .....	8
Figura 2- 4	Estructura de nanotubos de carbono según la Quiralidad: a) Armchair, b) Zigzag c) Chiral.....	8
Figura 2- 5	Diagrama esquemático básico del proceso CVD .....	16
Figura 2- 6	Grafica Esfuerzo-Deformación .....	19
Figura 2- 7	Ensayo de Charpy.....	20
Figura 2- 8	Ensayo de Dureza.....	21
Figura 3- 1	Mezcla del agitador magnético a 70°C .....	29
Figura 3- 2	Solución de hierro Fe(NO <sub>3</sub> ) <sub>3</sub> · 9 H <sub>2</sub> O .....	29
Figura 3- 3	Proceso de Secado mediante el Rotavapor.....	30
Figura 3- 4	Resultado del Catalizador después del Proceso del Rotavapor.....	30
Figura 3- 5	Resultado del proceso de Secado- catalizador Fe <sub>40</sub> -Ni <sub>10</sub> .....	31
Figura 3- 6	Resultado de proceso molido - catalizador Fe <sub>40</sub> -Ni <sub>10</sub> .....	31
Figura 3- 7	Horno eléctrico calcinación a 600°C.....	32
Figura 3- 8	Resultado de proceso de calcinación - catalizador Fe <sub>40</sub> -Ni <sub>10</sub> .....	32
Figura 3- 9	Resultado del proceso de molienda- catalizador Fe <sub>40</sub> -Ni <sub>10</sub> .....	33
Figura 3- 10	Proceso de Rotavapor- catalizador Fe <sub>40</sub> -Ni <sub>10</sub> .....	35
Figura 3- 11	Resultado del proceso de secado- catalizador Fe <sub>40</sub> -Ni <sub>10</sub> .....	36
Figura 3- 12	Resultado de proceso molido - catalizador Fe <sub>40</sub> -Ni <sub>10</sub> .....	37
Figura 3- 13	Resultado final del catalizador .....	37
Figura 3- 14	Diagrama del proceso CVD .....	39
Figura 3- 15	Etapas para la síntesis de fibra de carbono.....	39
Figura 3- 16	Catalizador Fe <sub>50</sub> /Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	47
Figura 3- 17	Colocación de Catalizador dentro del Reactor Horizontal.....	47
Figura 3- 18	Obtención de NTC .....	49
Figura 3- 19	Retiro de los NTC del Reactor .....	50
Figura 3- 20	Pesado de la muestra de NTC .....	50
Figura 3- 21	Deposición de NTC con el catalizador Fe <sub>50</sub> Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	52
Figura 3- 22	Muestra de NTC con el catalizador Fe <sub>50</sub> Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	52
Figura 3- 23	Deposición de NTC con el catalizador Fe <sub>40</sub> Ni <sub>10</sub> Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	53
Figura 3- 24	Muestra de NTC con el catalizador Fe <sub>40</sub> Ni <sub>10</sub> Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> .....	53

Figura 3- 25	Imágenes SEM de los Nanotubos de Carbono con el catalizador Fe50 Al2O3	54
Figura 3- 26	Imágenes SEM de los Nanotubos de Carbono con el catalizador Fe50 Al2O3	54
Figura 3- 27	Imágenes SEM de los Nanotubos de Carbono con el catalizador Fe40Ni10 Al2O3	55
Figura 3- 28	Imágenes SEM de los Nanotubos de Carbono con el catalizador Fe40Ni10 Al2O3	55
Figura 3- 29	Imágenes SEM de los Nanotubos de Carbono	56
Figura 3- 30	Ensayo de Espectroscopia de Raman del Catalizador Fe40Ni10 Al2O3 a 700°C	57
Figura 3- 31	Ensayo de Espectroscopia de Raman del Catalizador Fe40Ni10 Al2O3 a 750°C	58
Figura 3- 32	Ensayo de Espectroscopia de Raman del Catalizador Fe40Ni10 Al2O3 a 800°C	58
Figura 3- 33	Ensayo de Espectroscopia de Raman del Catalizador Fe50/Al2O3 a 700°C	59
Figura 3- 34	Ensayo de Espectroscopia de Raman del Catalizador Fe50/Al2O3 a 750°C	59
Figura 3- 35	Pesado de Muestras de NTC- NFC y Pellets PP puro	62
Figura 3- 36	De Muestras de NTC y Pellets PP	62
Figura 3- 37	Equipo Brabender	63
Figura 3- 38	Mezclado de Muestras de NTC y Pellets de PPpuro en el Equipo Brabender	64
Figura 3- 39	Mezcla de PPpuro y NTC	64
Figura 3- 40	Prensa Brabender	65
Figura 3- 41	Planchas de acero inoxidable para prensado	66
Figura 3- 42	Prensado de la mezcla PP+NTC(Fe40Ni10)	66
Figura 3- 43	Probeta para ensayo de Tracción Mecánico	67
Figura 3- 44	Peso de PP virgen puro	68
Figura 3- 45	Plancha de PP virgen	68
Figura 3- 46	Probetas de PP puro para el ensayo de Tracción	69
Figura 3- 47	Muestra de PP virgen y NTC (Fe40 Ni10)	69
Figura 3- 48	Mezcla de PP virgen y NTC (Fe40 Ni10)	70
Figura 3- 49	Probetas de PP virgen y NTC (Fe40 Ni10) para el ensayo de Tracción	70
Figura 3- 50	Muestra de la mezcla de PP virgen y NTC (Fe50) salida del brabender	71
Figura 3- 51	Mezcla de PP virgen y NTC (Fe50)	71

Figura 3- 52	Probetas de PP virgen y NTC (Fe40 Ni10) para el ensayo de Tracción .....	72
Figura 3- 53	Muestra de PP virgen y NFC (Ni50).....	72
Figura 3- 54	Mezcla de PP virgen y NTC (Ni50).....	73
Figura 3- 55	Probetas de PP virgen y NTC (Ni50) para el ensayo de Tracción .....	73
Figura 3- 56	Pesado de Muestras de Pellets PP puro .....	74
Figura 3- 57	Equipo Brabender.....	75
Figura 3- 58	Molde para ensayo de Charpy .....	75
Figura 3- 59	Introducción de la mezcla a la matriz para ensayo de Charpy .....	76
Figura 3- 60	Probetas de Charpy de PP puro .....	77
Figura 3- 61	Probetas de Charpy de PP + NTC (Fe40 Ni10) .....	77
Figura 3- 62	Probetas de Charpy de PP + NFC (Ni50).....	78
Figura 3- 63	Molde para ensayo de Dureza .....	79
Figura 3- 64	Equipo para ensayos de Tracción.....	80
Figura 3- 65	Equipo de ensayo de Charpy .....	81
Figura 3- 66	Equipo para ensayo de Dureza .....	81
Figura 3- 67	Longitudes de la probeta según Norma ASTM D 63.....	82
Figura 3- 68	Diagrama Esfuerzo- Deformación ensayo de Tracción Probeta 1 – PP Puro ..	83
Figura 3- 69	Diagrama Esfuerzo- Deformación ensayo de Tracción Probeta 2– PP Puro ...	83
Figura 3- 70	Diagrama Esfuerzo- Deformación ensayo de Tracción Probeta 3– PP Puro ...	84
Figura 3- 71	Diagrama Esfuerzo- Deformación ensayo de Tracción Probeta 1– NFC .....	84
Figura 3- 72	Diagrama Esfuerzo- Deformación ensayo de Tracción Probeta 2– NFC .....	85
Figura 3- 73	Diagrama Esfuerzo- Deformación ensayo de Tracción Probeta 3– NFC .....	85
Figura 3- 74	Diagrama Esfuerzo- Deformación ensayo de Tracción Probeta 1– NTC(Cat Fe 50 Al2O3).....	86
Figura 3- 75	Diagrama Esfuerzo- Deformación ensayo de Tracción Probeta 2– NTC(Cat Fe 50 Al2O3).....	86
Figura 3- 76	Diagrama Esfuerzo- Deformación ensayo de Tracción Probeta 3– NTC(Cat Fe 50 Al2O3).....	87
Figura 3- 77	Diagrama Esfuerzo- Deformación ensayo de Tracción Probeta 1– NTC( Cat Fe 40 Ni10 Al2O3).....	87
Figura 3- 78	Diagrama Esfuerzo- Deformación ensayo de Tracción Probeta 2– NTC( Cat Fe 40 Ni10 Al2O3).....	88
Figura 3- 79	Diagrama Esfuerzo- Deformación ensayo de Tracción Probeta 3– NTC( Cat Fe 40 Ni10 Al2O3).....	88

## GLOSARIO DE TÉRMINOS

Deposición Química en Fase Vapor _____	CVD
Deposición Química en Fase Vapor Catalítico _____	CCVD
Fibra de Carbono _____	FC
Nanofibras de Carbono _____	CNFs
Nanotubos de Carbono _____	CNT
Nanotubos de carbono de pared múltiple _____	MWCNT
Nanotubos de carbono de pared Simple _____	SWCNT
Descomposición Catalítica del Metano _____	DCM
Microscopia Electrónica de Transmisión _____	TEM
Análisis Termogravimétrico _____	TGA
Difracción de rayos X _____	XDR
Microscopia Electrónica de Barrido _____	SEM
Reducción de Temperatura Programada _____	TPR
Microscopia electrónica de transmisión de alta resolución _____	HR-TEM
Temperatura programada de oxidación _____	TPO
Hierro _____	Fe
Cobalto _____	Co
Níquel _____	Ni
Hidrógeno _____	H <sub>2</sub>
Nitrógeno _____	N <sub>2</sub>
Metano _____	CH <sub>4</sub>
Polipropileno _____	PP
Grados Celcius _____	°C
Nanómetro _____	nm
Pascal _____	Pa
Gramos _____	gr



## CAPÍTULO I

### 1. Marco Metodológico

#### 1.1. Tema de Investigación

“Producción y caracterización de nanoestructuras de carbono a partir de gas metano y evaluación de sus propiedades mecánicas en una matriz de polipropileno”

#### 1.2. Descripción del problema

En la actualidad la información de la obtención de nanotubos de carbono es muy escasa, ya que las compañías que producen nanotubos de carbono salvaguardan su propiedad intelectual, proporcionando información limitada acerca de su obtención. Por lo cual este proyecto desea obtener información sobre la síntesis de los NTC variando la composición química del catalizador y comparando las propiedades mecánicas de los NTC Y NFC como reforzantes de polipropileno.

#### 1.3. Hipótesis

Es posible obtener nanotubos de carbono con el método de deposición química en fase vapor, usando gas metano como hidrocarburo precursor y catalizadores de níquel y hierro soportados en alúmina con el método de impregnación, ya que los catalizadores a alta temperatura aceleran y propician la descomposición del metano para la producción de nanotubos de carbono.

Por ende, las comparaciones de las propiedades mecánicas se deben hacer mediante probetas normalizadas, para poder definir cuál de las nanoestructuras de carbono presenta las mayores propiedades mecánicas como reforzante del polipropileno.

#### 1.4. Variables

##### 1.4.1. Variables Independientes

- Porcentaje de Hierro en la composición química del catalizador.
- Porcentaje de Níquel en la composición química del catalizador.
- Método de preparación del catalizador.

- Método de síntesis de los NTC.
- Método de obtención de la matriz reforzada.
- Porcentaje de nanoestructuras de carbono en la matriz reforzada.

#### 1.4.2. Variables Dependientes

- Caracterización de catalizadores estructurados.
- Caracterización de los NTC obtenidos.
- Caracterización de la matriz reforzante.

### 1.5. Objetivos

#### 1.5.1. Objetivo General

Producir y caracterizar nanotubos de carbono a partir dos tipos de catalizador, y hacer una comparación de las propiedades mecánicas de compuestos de nanotubos y nanofibras de carbono con matriz reforzante de polipropileno.

#### 1.5.2. Objetivos Específicos

- Obtener catalizadores metálicos de por el método de impregnación para diferentes concentraciones de níquel y hierro.
- Sintetizar los Nanotubos y Nanofibras de Carbono por el método de deposición química en fase vapor.
- Caracterizar los Nanotubos de carbono con un ensayo SEM.
- Definir la proporción de concentración de NTC y NFC en la Matriz reforzante.
- Definir la metodología de obtención de las probetas normalizadas para los ensayos mecánicos.
- Comparar los resultados de las propiedades mecánicas de los NTC y NFC como reforzante en el polipropileno.

## 1.6. Alcances

El presente proyecto contempla la producción de nanotubos de carbono de dos tipos de catalizador, con el método de deposición química en fase vapor. Su caracterización se dará por medio de un análisis de microscopía electrónica de barrido y electroscopía RAMAN, posteriormente obtener las probetas normalizadas en una matriz de polipropileno con reforzantes de NTC y NFC para poder realizar ensayos y obtener sus propiedades mecánicas por consiguiente poderlas comparar.

Por lo tanto, el proyecto comprende la ejecución de experimentos; ejecución e interpretación resultados, caracterización de los nanotubos de carbono obtenidos en el laboratorio.

## 1.7. Justificación

Los nanotubos de carbono son de gran interés en la industria, debido a sus diversas aplicaciones y la capacidad de mejorar o reemplazar a distintos materiales usados en la industria. Presentan extraordinarias propiedades mecánicas como reforzante de resinas, aleaciones mecánicas, geles, cerámicos y polímeros, que intervienen en muchos procesos industriales, mediante el método de obtención propuesto nos permite evitar el uso de elevado de presiones y temperaturas.

Por lo tanto, la investigación esta tesis estará centrada en obtener nanotubos de carbono de mejores prestaciones de la calidad, con catalizadores de níquel- hierro soportado en alúmina, y un flujo de gas metano, para caracterizarlo y evaluar sus propiedades mecánicas mediante ensayos mecánicos.

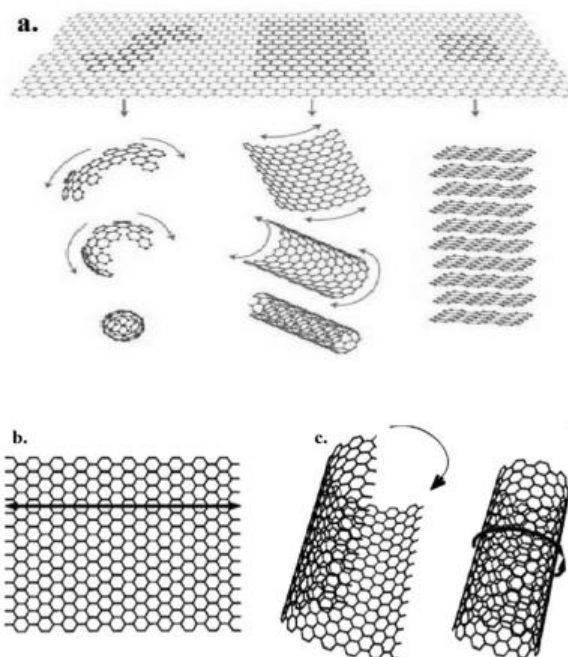
## Capítulo 2

### 2. Marco Teórico

#### 2.1. Definición de nanotubos de carbono

Los CNT son alótopos de carbono con una nanoestructura cilíndrica (Ibrahim, 2013), formados por el ordenamiento concéntrico de varias o una sola capa, en una forma tubular. Las nanoestructuras de carbono se han estudiado durante décadas; pero fue el informe de Iijima, que logro los nanotubos de carbono sean una de las categorías más investigadas en el área de los materiales, debido a sus buenas propiedades ópticas (Ibrahim, 2013), electrónicas, mecánicas, electromecánicas y químicas que generan una extensa investigación sobre sus posibles aplicaciones (Kim Yen Tran, 2006). El descubrimiento de Sumio Iijima en la década de 1990 descubrió a los CNT como cilindros de grafeno a nano escala que se encuentran cerrados por los extremos. Estas estructuras de un solo cilindro se les dominaron nanotubos de carbono de pared simple (SWCNT), mientras que las estructuras que contengan 2 a más cilindros de grafeno concéntricas fueron denominadas nanotubos de paredes múltiple (MWCNTs) (Shah KA, 2016)

La demanda de producción de los nanotubos de carbono va en aumento actualmente supera las 1000 toneladas al año; sin embargo, el precio de ambos tipos de nanotubos (SWCNT y MWCNT) a granel sigue siendo muy costoso; siendo así 10 veces más costoso que el de fibras de carbono. Siendo unas variables que el proceso de producción a gran escala no se puede controlar la pureza y las propiedades de los NTC (Shah KA, 2016)



**Figura 2- 1 Formación de Nanotubos de Carbono**

**Fuente:** (Ibrahim, 2013)

## 2.2. Propiedades de los Nanotubos de Carbono

Los nanotubos son conocidos como la fibra más rígida, con un módulo de Young de 1 a 1.4 TPa, una resistencia a la tracción de 50 GPa o superior. En comparación con las fibras de carbono en una relación fuerza-peso; son cuatro veces más fuertes en dirección axial. La máxima deformación de SWNT es >10%, la cual es mayor que la mayoría de los materiales estructurales. Estas excelentes propiedades mecánicas se deben al enlace de covalencia C-C y la red hexagonal sin costura. La conductividad también es muy alta en dirección al eje del nanotubo, normalmente va alrededor de 1750–5800 W /mK. (Inpil Kang, 2006)

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

		SWCNT	MWCNT
<b>Propiedades Mecánicas</b>	Modulo de Young	1 TPa	1-1.2 Tpa
	Resistencia a la Tracción	60 Gpa	0.15 Tpa
<b>Propiedades Térmicas</b>	Conductividad Térmica	1750-5800 W/m°K	>3000 W/m°K
<b>Propiedades Eléctricas Electrónicas</b>	Metálico	0 eV	0 eV
	Semiconductor	0.4-2 eV	0 eV

**Fuente:** (Shah KA, 2016)

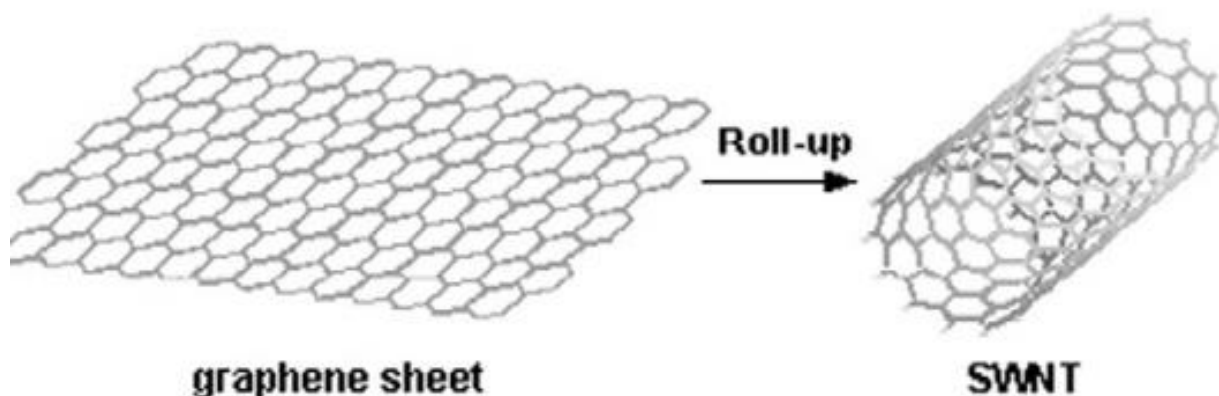
### 2.3. Clasificación de nanotubos de carbono

#### 2.3.1. Nanotubo de capa unica (SWNT)

Los Nanotubos de capa única se forman a partir de una lámina de grafeno enrollada sobre sí misma (Ibrahim, 2013), presentan un diámetro atómico de 1.4nm y una longitud que varía de 0.3 a 2nm. Los SWNT presentan dos regiones con diferentes propiedades físicas y químicas, la primera región es la pared lateral del tubo y la segunda es la parte del extremo del tubo (Ahmad Aqel, 2010) Normalmente son sintetizados por el método de deposición química de vapor catalizada (CVD). (Inpil Kang, 2006)

Los SWNT tienen excelentes propiedades mecánicas y eléctricas (Ahmad Aqel, 2010); pero al introducirlos en una mezcla con un polímero de alta carga puede ser muy dificultoso. (Inpil Kang, 2006)

Los SWNTC presentan un costo purificado de \$ 500/g. (Carbón Nanotecnologías, Inc.) (Inpil Kang, 2006)



**Figura 2- 2 Estructura de nanotubo SWCNT**

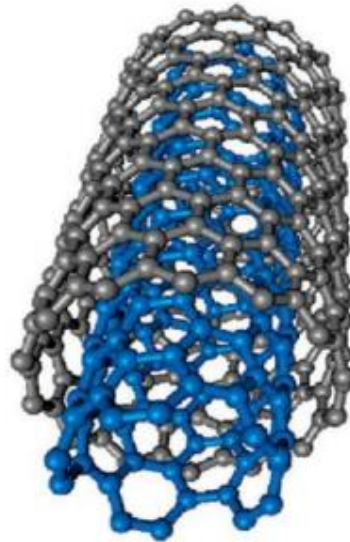
**Fuente:** (Ahmad Aqel, 2010)

### 2.3.2. Nanotubo de multiple capa (MWCNT).

Los MWCNT son múltiples capas de grafeno laminadas, estas están unidas mediante fuerzas electromagnéticas (López, 2006); con diámetros que van desde 2 a 50nm (Ibrahim, 2013); la distancia entre capas es aproximadamente de  $3.3 \text{ \AA}$ ; hay casos especiales que presenta nanotubos de doble pared, estos presentan una morfología y propiedades parecidas al los SWCNT (Ahmad Aqel, 2010). Los MWCNT presentan propiedades altas y variadas, pero son más fáciles de procesar debido a su diámetro mayor de 10-50nm y su longitud aproximada de 50nm. Se producen normalmente a partir del método CVD con metano de gas precursor sobre nanoparticulas de cobalto soportadas en nanoparticulas porosas de MgO. (Inpil Kang, 2006)

Los MWCNT presentan buenas propiedades electroquímicas, su costo es moderado; puede ser posible introducir los nanotubos a una mezcla polimérica mediante el proceso de fundición, dependiendo de las características del polímero. (Inpil Kang, 2006)

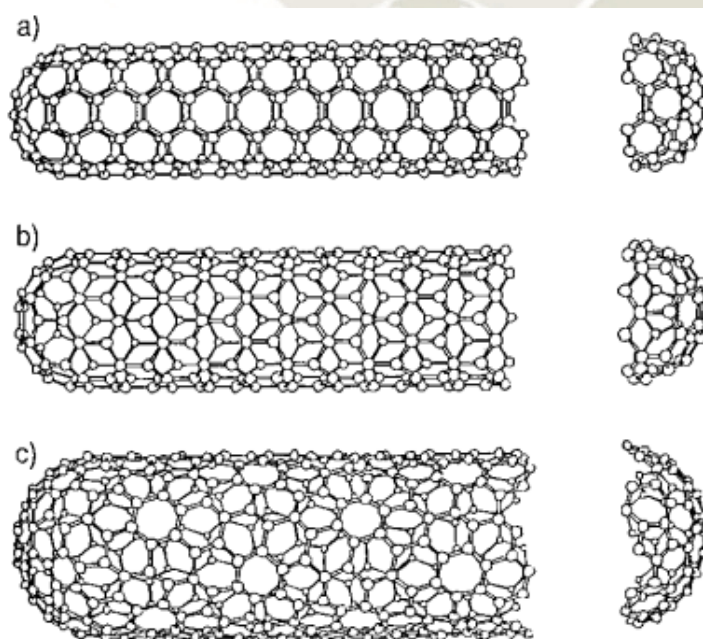
Los MWCNT presentan un costo de \$ 150/g. (First Nano, Inc) (Inpil Kang, 2006)



**Figura 2- 3 Nanotubo de carbono de tipo MWCNT**  
Fuente (Mohammad Hadi Dehghani, 2018)

### 2.3.3. Tipos de NTC sobre la basa de Quiralidad

La quiralidad es un factor muy importante para determinar las propiedades eléctricas de los NTC; en base a esta propiedad los NTC se clasifican en Chiral, armchair y zigzag como veremos en la figura N°2.4 (Ibrahim, 2013)



**Figura 2- 4 Estructura de nanotubos de carbono según la Quiralidad: a) Armchair, b) Zigzag c) Chiral**  
Fuente: (Rao, 2001)



## **2.4. Métodos de producción de nanotubos de carbono**

En la actualidad existen muchos tipos para la producción de Nanotubos de carbono como son el método de vaporización láser, el método de descarga por arco y el método de deposición química; este último el más utilizado debido a que presenta mayor producción de NTC y a un costo menor. (Shah KA, 2016)

### **2.4.1. Método de Arco Electrico**

Este es el primer método para la fabricación de NTC en cantidades Macroscópicas, usado Lijima en 1991. Ebbesen y Ajayan informaron que este método produce a gran escala MWCNT (Ibrahim, 2013). Este método consiste en la conexión de electrodos de carbono los cuales generan un vapor por medio de una descarga eléctrica, esto genera que el carbono se evapore de forma plasmática generando así los NTC (Ahmad Aqel, 2010)

### **2.4.2. Método de Vaporización por Láser**

Este método fue descubierto por un grupo de científicos de la universidad de Rice, cuando investigaban la producción de moléculas metálicas. Es un método se da por medio de la ablación laser, se usa varillas de grafito en cuales en su extremo lleva pequeñas cantidades de Ni y Co (Ibrahim, 2013), las cuales son bombardeadas mediante pulsos laser a 1200°C, permitiendo el crecimiento de los NTC, el tubo crecerá hasta que se agreguen los átomos del catalizador (Ibrahim, 2013). Este método logra producir pequeñas cantidades de CNT, debido a que estos nanotubos son de una pureza alta en comparación que el método de arco eléctrico o el método CVD. (Ahmad Aqel, 2010)

### **2.4.3. Método de Desposición Química en fase Vapor**

Este método se descubrió en los años 1996 (Ibrahim, 2013). Es uno de los procesos más recomendados para la producción a gran escala de NTC, debido a que nos permite controlar la dirección del crecimiento en el sustrato y sintetiza una gran cantidad de NTC (Ibrahim, 2013). El proceso de síntesis de los NTC por este método trata de que el catalizador se deposite sobre el sustrato y luego de la activación del catalizador que se lleva a través de una sustancia química o recocido térmico, se coloca en un reactor tubular para el crecimiento. Se calienta el reactor a una temperatura de 600 a 1200°C, e ingresa una mezcla de un gas hidrocarburo (etileno, acetileno, metano, etc.) y gas inerte

(nitrógeno, hidrógeno, argón). En esta etapa comienza a reaccionar sobre la superficie de los catalizadores por un período de 15 a 60 min; obteniendo así los NTC y dejando enfriar al sistema a temperatura ambiente. (Shah KA, 2016). El método CVD da como resultado nanotubos de simple y múltiples capas de baja calidad, pero es eficiente en la producción en masa, lo que favorece una producción comercial. (Ahmad Aqel, 2010)



**Tabla 2- 2 Comparación de los métodos de obtención de Nanotubos de Carbono**

Parámetros	Deposición química en fase Vapor	Arco Eléctrico	Ablación Laser
<b>Proceso</b>	El proceso se basa en colocar el catalizador en el horno calentarlo a una temperatura elevada e ir suministrando un hidrocarburo gaseoso de manera lenta, a medida que se va descomponiendo el hidrocarburo libera átomos de carbono y se va formando los NTC	Este proceso consiste en conectar dos barras de grafito a una fuente de alimentación un una separación milimétrica; para lo cual a 100 amperios se evapora el carbono dando lugar a la formación de un plasma el cual dará la generación de NTC	En este método hace explosionar al grafito a través de pulsos láser, estos pulsos general gas de carbono los cuales a partir de ello se genera los CNT
<b>Condición</b>	gas inerte a baja presión	Gas inerte o nitrógeno a una presión de 500 torr	Altas temperaturas de 500 a 1000°C a presión atmosférica
<b>Temperatura</b>	500 a 1200 °C	4000°C	Temperatura ambiente a los 100°C
<b>Productos</b>	Nanotubos de SWCNT de una longitud de 0.6 nm y un diámetro de 4 nm Nanotubos de MWCNT de longitud de 10 nm y un diámetro de 240nm aprox.	Nanotubos de Carbono SWCNT cortos de diámetro 0.6-1.4nm Nanotubo MWCNT cortos de diámetro de 1-3 nm	Nanotubos de carbono SWCNT largos de 1-5nm y de diámetro de 1-2nm
<b>Fuente de Carbono</b>	Hidrocarburos	Grafito Puro	Grafito
<b>Pureza</b>	Media a alta pureza	Media	Altas temperaturas de 500 a 1000°C a presión atmosférica
<b>Costo</b>	bajo	Alto	Alto
<b>Rendimiento</b>	Alto	Bajo	Bajo
<b>Ventajas</b>	Mejor manejo de producción a gran escala, proceso simple, en el caso de SWCNT se puede controlar el diámetro.	Produce fácilmente SWCNT y MWCNT de manera fácil; Los SWCNT tienen pocos defectos en su estructura; su síntesis se puede dar al aire libre	Los NTC son de buena calidad y de distribución más estrecha de los SWCNT que en el método de arco eléctrico

Fuente (Shah KA, 2016)

## 2.5. Aplicación industrial de nanotubos de carbono

Las características eléctricas de las CNT las hacen prometedoras para el desarrollo de un compuesto inteligente único y revolucionario. Además, a diferencia de otros materiales inteligentes, los CNT poseen una alta resistencia térmica y eléctrica por consiguiente pueden proporcionar capacidades funcionales simultáneamente. Estas capacidades representan la posibilidad de desarrollar actuadores. Capaces de operar a alta y baja tensión, sensores electroquímicos y mecánicos. (Inpil Kang, 2006)

Las diversas aplicaciones de las CNT son recubrimientos electromagnéticos y de absorción de microondas, materiales de interfaz térmica, iónicos y electrónicos, dispositivos de transporte tales como actuadores, supercondensadores, baterías, fibras, sensores, almacenamiento de energía y dispositivos de conversión de energía, fuentes de radiación y dispositivos semiconductores de tamaño manométrico entre otras. (Shah KA, 2016)

Existen diversas aplicaciones de los nanotubos de carbono, debido a sus excelentes propiedades que este posee entre las más usadas tenemos.

- **Supercondensadores y Actuadores:** Esta aplicación se da gracias a la su gran área superficie, así también por su alta conductividad eléctrica. Se Realizó estudios donde demuestran que los actuadores de NTC presentan una tensión máxima de 6MPa, este valor es 100 veces mayor a la de los musculo natural. (Ibrahim, 2013)
- **Almacenamiento de Combustibles:** Esta aplicación se debe a sus propiedades de capilaridad, al ser capaces de absorber gas; son utilizados para almacenamiento de combustibles a base de hidrogeno.
- **Bioquímica y Biosensores:** Se debe a las propiedades electrónicas y estructurales, lo cual lo hace muy usado en aplicaciones bioelectromecanicas. Han demostrado ser capaces de mejorar síntesis de enzimas y otras proteínas.
- **Baterías:** Esta aplicación se da para la mejora de las baterías de litio ya que a su alta reactividad limita su aplicabilidad; por tal motivo al combinar los CNT y el litio se espera que haya un intercambio de iones de litio por medio de los CNT ya que es necesario un medio de separación entre el ánodo y el cátodo; teóricamente se espera una capacidad de almacenamiento de 372mAh/g (Ibrahim, 2013).

- **Reforzarte de es Estructuras:** Se usan los NTC para mejorar las propiedades mecánicas de los materiales añadiendo una pequeña cantidad de NTC. Se crean piezas para generar una mayor dureza como partes automotrices, bicicletas entre otras aplicaciones.

## 2.6. Metodología de síntesis de nanotubos de carbono

La obtención de Nanotubos de carbono por el método de deposición química en fase vapor se da en varias etapas como las mostramos a continuación:

1. **Etapa de Purga:** El objetivo de la purga es extraer todas las impurezas que se encuentren en el reactor, la purga se efectuará antes de ingresar el catalizador al reactor. El cual se realizará introduciendo un flujo elevado de nitrógeno al reactor, esta etapa se realizará a temperatura ambiente.
2. **Etapa de Calentamiento:** El catalizador inactivo será colocado en el reactor antes del calentamiento. Luego se programa el horno a una temperatura y velocidad de calentamiento determinada; seguido se introduce en el sistema un flujo de nitrógeno el cual genera un ambiente inerte en el reactor.
3. **Etapa de Activación de catalizador:** La activación del catalizador consiste en la reducción del catalizador a su estado elemental que se realiza a través de ataque químico con gases reductores ( $H_2$ ) y temperatura, de esta forma se obtiene catalizador pre-tratado que contiene las partículas metálicas en su forma activa a partir de la cual crecen los filamentos de Carbono.
4. **Etapa de Crecimiento:** Después de la etapa de reducción, para la formación de estructuras de carbono a partir de metano en el reactor se reajustarán las condiciones de temperatura y composición de los gases en el reactor, se calienta el horno/reactor a la temperatura de reacción suficiente (600 a 1200°C), se hace reaccionar una mezcla de hidrocarburos gaseoso (metano) y un gas de proceso (nitrógeno, hidrógeno, argón) sobre la superficie de los catalizadores activos durante un periodo determinado de tiempo (15-60 min). A partir de este momento comienza la nucleación y crecimiento de la fibra, a medida que la fuente de carbono se va descomponiendo y difundiendo a través del catalizador. La orientación de la “alfombra” de fibra formada está influenciada por la gravedad y por el sentido del flujo a través del lecho.

5. **Etapa de enfriamiento:** Para finalizar la síntesis, el horno se enfría mediante una corriente de nitrógeno hasta temperatura ambiente.

## 2.7. Caracterización de nanotubos de carbono

La caracterización de los NTC se da mediante dos tipos de análisis:

- **Microscopia electrónica de Barrido**

Este ensayo consiste en estudiar la superficie de los sólidos a una alta resolución, se da por la interacción de los electrones con los sólidos, lo cual nos da una mayor información de su orientación cristalina y su composición química. Un microscopio electrónico de barrido se puede observar la superficie de toda clase de muestras cristalinas y amorfas. (Farias Carrillo, 2010)

El funcionamiento de este microscopio está basado en exponer la muestra a un haz de electrónico de sección transversal pequeña y de alta energía, generando una imagen punto a punto de esa superficie (Farias Carrillo, 2010)

- **Microscopia electrónica de Transmisión**

La micrografía electrónica consiste al registro de la intensidad de electrones transmitidos a través de la muestra; por lo que estos electrones inciden sobre el material atravesándolos y permitiendo que el sistema de lentes magnéticos capte esta interacción, reproduciendo así una imagen electrónica. El objetivo principal de la microscopia electrónica es relacionar esta imagen electrónica, con la naturaleza y estructura del material. (Farias Carrillo, 2010)

Estos ensayos consisten en hacer un barrido con un haz de electrones sobre la muestra, la cual esa cubierta por una capa fina de carbón, generando partículas y energía, las cuales son captadas para transfórmalas en imágenes y datos.

## 2.8. Definición de nanofibra de carbono

Los CNF presentan múltiples tubos concéntricos anidados con paredes con un ángulo de  $20^\circ$  respecto a su eje longitudinal; presentan un gran diámetro como de los MWCNT, pero no son tubos continuos. Tienen un diámetro que va de 65 a 130 nm. (Inpil Kang, 2006)

Los CNF presentan propiedades electroquímicas moderadas; al realizar una mezcla de NFC con polímeros es mucho más sencilla que los NTC, debido al tamaño de las fibras que son mucho más grandes. (Inpil Kang, 2006). El precio de las nanofibras de carbono es de \$100/lb (Ciencias aplicadas, Inc) (Inpil Kang, 2006)

## 2.9. Deposición química de vapor CVD

Este método fue desarrollado en los años 60 y 70, es muy utilizado en la obtención de fibras de carbono y nanofibras de carbono. El proceso de síntesis de los NTC por este método trata de que el catalizador se deposite sobre el sustrato y luego de la activación del catalizador que se lleva a través de una sustancia química o recocido térmico, se coloca en un reactor tubular para el crecimiento. Se calienta el reactor a una temperatura de 500 a 1100°C (López, 2006), e ingresa una mezcla de un gas hidrocarburo (etileno, acetileno, metano, etc) y gas inerte (nitrógeno, hidrogeno, argón). En esta etapa comienza a reaccionar sobre la superficie de los catalizadores por un periodo de 15 a 60 min; obteniendo así los NTC y dejando enfriar al sistema a temperatura ambiente. (Shah KA, 2016) . El método de deposición química en fase vapor es el más utilizado para la producción de nanotubos de simple capa y capa múltiple, utilizando como fuente un hidrocarburo (mayormente acetileno, etileno y metano) (Kim Yen Tran, 2006)

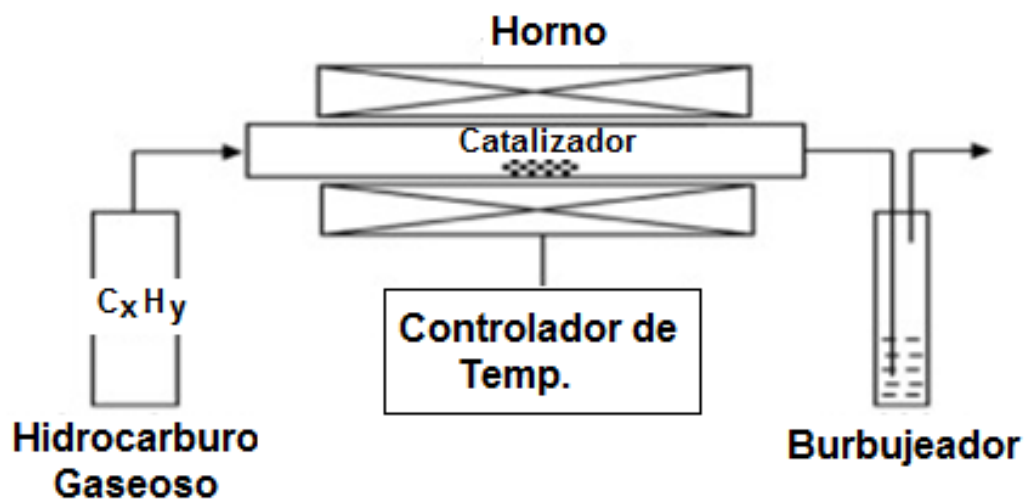
El método de deposición química en fase vapor es un proceso para la producción de NTC a gran escala debido a que es menos costoso porque trabaja a temperaturas por debajo de los 1000°C; para lo cual tiene un gran rendimiento de producción de nanotubos de un tamaño pequeño; por consiguiente para la producción de NTC de mayor tamaño se usan los métodos de ablación laser o descarga eléctrica (Kim Yen Tran, 2006); es una de las técnicas más prometedoras para la producción en masa de NTC, ya que el mundo hay diversas empresas que se ocupan de la producción y comercialización de CNT a gran escala. (Shah KA, 2016)

### 2.9.1. Ventajas del método CVD

- Este método es una técnica simple, económica y es ideal para la producción a gran escala de nanotubos de carbono
- Se puede utilizar gran cantidad de hidrocarburos en cualquier estado y sus diversos sustratos

- Se puede utilizar para el crecimiento de los nanotubos en formas diferentes como alineados, retos, enrollados o cualquier arquitectura deseada (Shah KA, 2016)

La síntesis de nanotubos por este método incluye muchos parámetros como los hidrocarburos, catalizadores, temperatura, presión, velocidad de flujo de gas, tiempo de deposición, tamaño de catalizador, geometría de reactor, etc.



**Figura 2- 5 Diagrama esquemático básico del proceso CVD**

Fuente: (Shah KA, 2016)

## 2.10. Catalizador

La función del catalizador es descomponer a los hidrocarburos a una temperatura más baja que su descomposición espontánea, para así poder extraer el carbono y dar paso a la formación de los NTC. (Shah KA, 2016). Para la producción de NTC mediante el proceso de deposición química en fase vapor se usa catalizadores de hierro con soporte de cobalto o níquel preparados por método de impregnación, co-precipitación o proceso de sol-gel. (Kim Yen Tran, 2006)

En los catalizadores la fuente que normalmente se usa son los metales de transición generalmente son el Fe, Co, Ni debido a que a altas temperaturas, el carbono tiene una mejor solubilidad con estos metales y también debido a que el carbono tiene una alta tasa de difusión con los metales ya mencionados (Shah KA, 2016)

Para la elección del soporte del catalizador es un área crítica, mayormente se usan soportes de materiales como  $Al_2O_3$ ,  $SiO_2$  o  $MgO$  debido a su gran área superficial, porosidad y dispersión de los metales para influir directamente en la productividad de producción de NTC (Kim Yen Tran, 2006)



En la síntesis de CNT los catalizadores juegan un rol importante, esto se debe a que dependiendo de las características del catalizador mejora el rendimiento y la calidad de los CNT. Las partículas catalizadoras actúan como sitios de nucleación para el crecimiento de los NTC. (Shah KA, 2016)

### **2.11. Soporte de catalizador (alúmina)**

El soporte del catalizador desempeña una gran importancia en la calidad y rendimiento en la formación de NTC, hay que tener en cuenta el material del soporte, su morfología y sus propiedades de textura; dado que todo ello afecta en la distribución y tamaño en el crecimiento de los CNT. (Shah KA, 2016)

Los principales materiales usados como soporte del catalizador son el silicio, carburo de silicio, grafito, cuarzo, sílice, alúmina, óxido de magnesio, carbonato de calcio, zeolita, etc. El soporte de alúmina que usan Fe y Mo como catalizadores son más eficientes para la producción de nanotubos de simple capa. (Shah KA, 2016)

### **2.12. Fuente de Carbono**

La fuente de carbono desarrolla un papel importante en la morfología de los nanotubos de carbono y su tasa de crecimiento. Los hidrocarburos lineales como el metano, etileno, acetileno, etc. producen NTC huecos y rectos, mientras que los hidrocarburos cíclicos como el benceno, xileno, fullereno, etc, producen CNT relativamente curvados. (Shah KA, 2016)

Las fuentes de carbono eficientes para la producción de MWCNT son los hidrocarburos cíclicos; pero son inestables a altas temperaturas y por lo tanto se puede producir compuestos carbonosos que influyen en el crecimiento de los NTC (Shah KA, 2016)

Las fuentes normalmente usadas para la producción de los NTC por el método CVD son el metano, acetileno, etano, benceno, etileno, xileno, monóxido de carbono, isobutano, etanol. Además otros compuestos orgánicos como el aceite de eucalipto, aceite de ricino, aceite de coco y palma entre otras se han usado para poder producir CNT. (Shah KA, 2016)

### 2.13. Polipropileno

El polipropileno es uno de los polímeros más usados en la producción de plásticos debido a sus buenas propiedades en peso y resistencia al impacto. Los proyectos de investigación en la actualidad, tienden a realizar mezclas con otros materiales sobre matrices de PP por medio de desarrollo de materiales compuestos utilizando partículas a nano o micro escala. (Caicedo Carolina, 2017). El PP presenta ventajas competitivas frente a otros polímeros por sus propiedades mecánicas, baja densidad, alta versatilidad y su bajo costo de producción (Morelo, 2015)

Las propiedades mecánicas del PP son determinadas mediante ensayos a la tracción y flexión mediante normas internacionales (ASTM ó ISO), las cuales nos dan dimensiones de las probetas a utilizar en cada ensayo.

En la actualidad el polipropileno presenta una demanda global de 55 millones de toneladas por año. Su uso masivo se debe a que es usado en diversas aplicaciones como recipientes rígidos, electrodomésticos, herramientas de mano, fibras, telas, piezas de vehículos, etc. en muchos casos reemplazando a los materiales metálicos y cerámicos. (Caicedo Carolina, 2017)

### 2.14. Nanocompuestos de polímeros con nanotubos de carbono

El objetivo esencial de la mezcla es obtener una buena dispersión y homogeneidad de los nanotestructuras de carbono en toda la matriz polimérica (Morales, 2008). La matriz de la mezcla entre un polímero y nanotubos de carbono presenta mejores propiedades que las del polímero en estado natural; estas propiedades dependen de diversos factores; el más importante es la dispersión de los nanotubos y su adhesión a los componentes, ya que al aumentar estos factores las propiedades de la matriz aumentan.

Si la dispersión de las Nanoestructuras de carbono en la matriz no es adecuada pueden actuar como defectos en lugar de mejorar sus propiedades. (Morales, 2008)

Existen 3 formas de mezcla entre polímeros y NTC las cuales detallamos a continuación:

### 2.14.1. Mezclado en solución

Se da cuando el polímero se disuelve en un solvente y simultáneamente se disuelve los NTC mediante un proceso de ultrasonido; al tener ambas soluciones se mezclan y posteriormente se extrae el solvente por un proceso de evaporación o ultrasonido. (López, 2006)

### 2.14.2. Mezclado en Fundido

En este método el polímero es calentado hasta su estado de fusión; cuando el polímero este completamente fundido se le añade los NTC; se sigue moviendo hasta obtener una mezcla completamente dispersa y homogénea. (López, 2006)

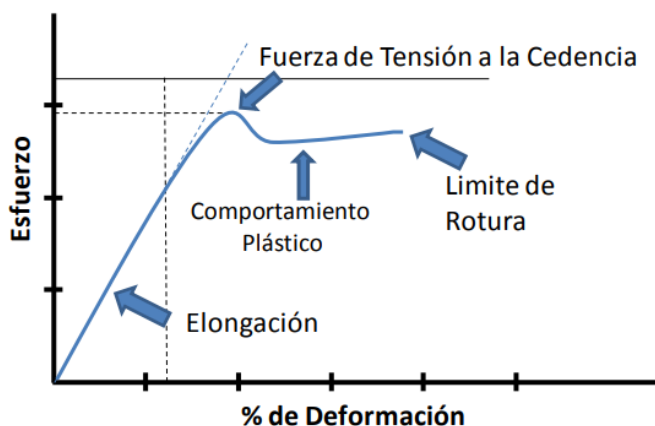
### 2.14.3. Polimerización In-Situ

En este método se utiliza la polimerización de monómeros en presencia de los NTC; permitiendo la dispersión de NTC durante toda la reacción; este proceso mejora la resistencia mecánica y la adhesión entre los nanotubos y el polímero. (López, 2006)

## 2.15. Propiedades mecánicas de los materiales

### 2.15.1. Ensayo mecánico de tracción

En el ensayo de tracción se somete al material a una fuerza axial; aplicando al material una o más fuerzas externas que van a tratar de estirar al material hasta su punto de rotura. Se realiza mediante equipos los cuales nos permite conocer curvas de carga – desplazamiento de las materias como se muestra en la figura 2-6. (Jones, 2008)



**Figura 2- 6 Grafica Esfuerzo-Deformación**

Fuente: (Morelo, 2015)

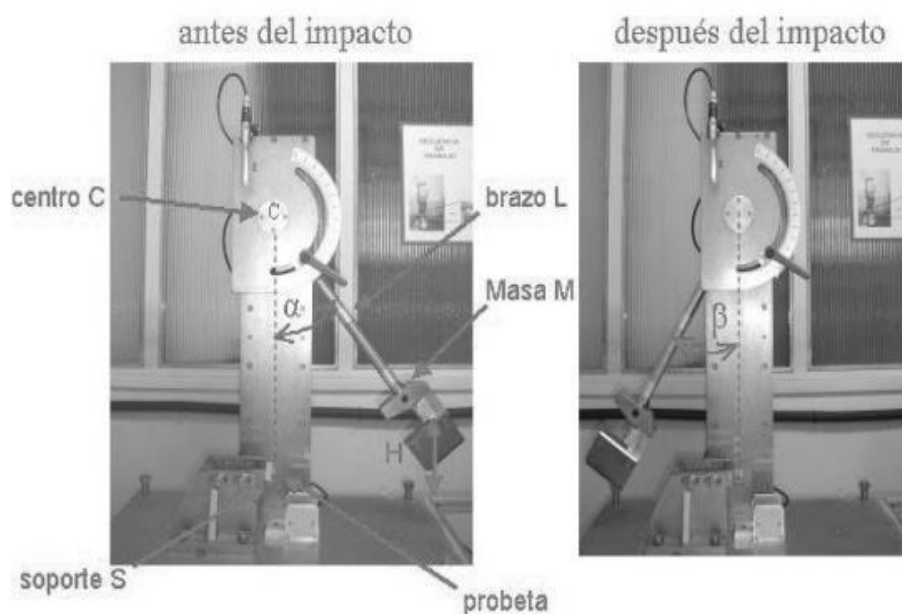
### 2.15.2. Ensayo mecánico de charpy

La prueba de impacto de charpy es muy utilizada en la industria debido a su facilidad para llevarla a cabo y su bajo costo; este ensayo nos permite conocer una descripción cualitativa de la fragilidad del material. (A. Rossoll, 1999)

El péndulo de Charpy es un péndulo ideado por Georges Albert Charpy que se utiliza en ensayos para determinar la tenacidad de un material. Este ensayo consiste en golpear mediante una masa a una probeta; esta masa se encuentra acoplada al borde del péndulo como se muestra en la figura, la cual se deja caer a una altura y Angulo calculado; mediante el cual se controla la velocidad de aplicación a la carga en el momento de impacto. (Ortega, 2006)

Son ensayos de impacto de una probeta entallada y ensayada a flexión en 3 puntos. El péndulo cae sobre el dorso de la probeta y la parte. La diferencia entre la altura inicial del péndulo ( $h$ ) y la final tras el impacto permite medir la energía absorbida en el proceso de fracturar la probeta.

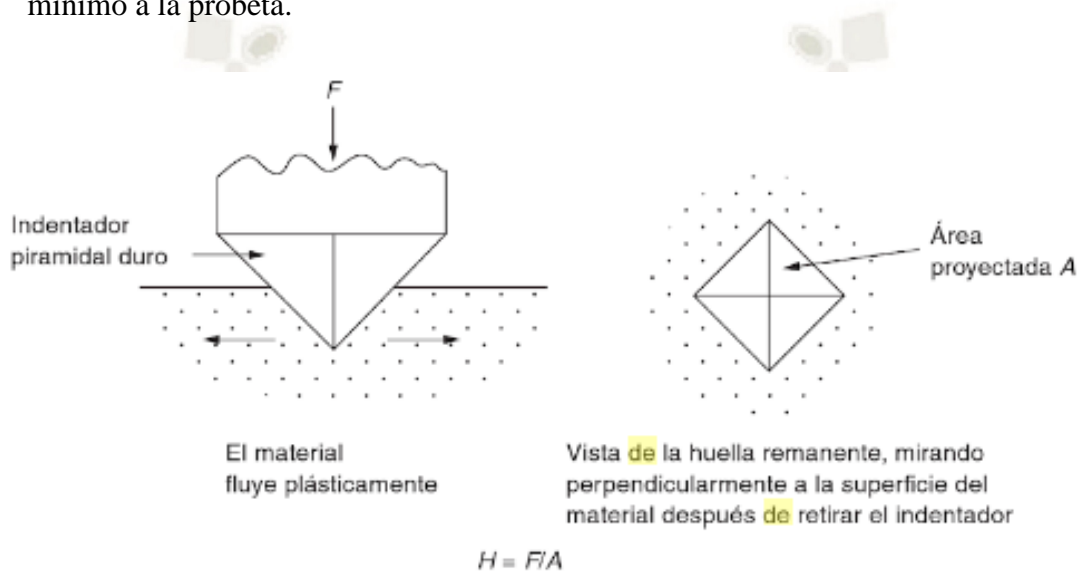
Las pruebas de impacto de Charpy se realizan según normas internacionales en las cuales detallan las dimensiones de las probetas. Las entidades de estas normativas son ISO y ASTM.



**Figura 2- 7 Ensayo de Charpy**  
Fuente: (Ortega, 2006)

### 2.15.3. Ensayo mecánico de dureza

El ensayo de dureza consiste en presionar una punta de diamante o una bola de acero endurecida contra la superficie del material que se va a analizar. Cuanto más penetre la punta de diamante más blando es el material (Jones, 2008). Este ensayo junto con el de tracción, uno de los más empleados en la selección y control de calidad de los metales. El ensayo de dureza es simple, aporta valiosa información y causa un daño mínimo a la probeta.



**Figura 2- 8 Ensayo de Dureza**  
Fuente: (Jones, 2008)

## Capítulo 3

### 3. Metodología Experimental

#### 3.1. Ubicación del Área de Investigación

El estudio se basa en la obtención de nanotubos de carbono a base de catalizadores de hierro y níquel soportados en alúmina por medio del método de impregnación y a diferentes concentraciones químicas, también en la preparación de probetas normalizadas de una mezcla de nanoestructuras de carbono y polipropileno. Se evaluarán la resistencia a la compresión, dureza, charpy, características morfológicas y la actividad de las diferentes probetas obtenidas. La preparación de las probetas y determinación de las propiedades mecánicas ya mencionadas se realizará en los laboratorios de materiales de la Universidad Católica de Santa María.

#### 3.2. Preparación de los catalizadores por el método de impregnación

##### 3.2.1. Documentación experimental

En el presente estudio se realizó la selección del catalizador para poder obtener nanotubos de carbono, mediante la descomposición catalítica del metano por el método de deposición química en fase vapor. El catalizador tiene como función principal descomponer el hidrocarburo a una temperatura menor a su temperatura de descomposición y directamente actúa como sitios de nucleación para el crecimiento de nanoestructuras de carbono.

Los catalizadores más usados son los metales de transición del grupo VIII debido a su estabilidad, alta actividad y costo tales como el Ni, Fe y Co. Como se puede observar en la tabla 3-1, para la obtención de nanotubos de carbono el principal componente del catalizador es el Fe. Al agregarle Fe al catalizador se mejora su estabilidad catalítica, mejorando la velocidad de difusión del carbono y evitando la formación de carbono amorfo (N. Bayat, 2015)

Al sintetizar NTC con el catalizador Ni-Fe/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> por métodos de impregnación, sol-gel y coprecipitación; se obtuvo que el método de impregnación obtuvo una mejor actividad catalítica a altas temperaturas, pero una menor área superficial que los otros dos métodos ya mencionados. (Ahmed. Sadeq Al-Fatesh, 2016)

### 3.2.2. Selección del tipo de catalizador

Los nanotubos de carbono son alotropos de carbono tales como los fullerenos o el grafito; estos se forman en función a las capas de grafito debido a ello existen 2 tipos de NTC, los nanotubos de capa simple y los nanotubos de capa múltiple. La forma de obtención de estos NTC depende esencialmente del tipo de catalizador usado y de las condiciones de obtención ( hidrocarburo, Gas de activación, Temperatura)

De la información obtenida de la tabla 3-1 se muestra que para la obtención de nanotubos de carbono uno de los mejores resultados es el tipo de catalizador Fe-Ni/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y el Fe/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, los cuales se emplearán en este estudio, debido a su alta producción de NTC y a su baja temperatura para realizar su obtención.

**Tabla 3- 1 Información de tipos de catalizadores para la obtención de NTC**

PAPER	CATALIZADOR			Método
	Tipo	Concentración		
		Metales	Porcentaje (%)	
<b>(Vladimir V. Chesnokov, 2009)</b>	Ni-Cu-Fe/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Ni	70	impregnación
		Cu	10	
		Fe	10	
<b>(Nima Bayat, 2015)</b>	Ni-Fe/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Ni	50	sol-gel y impregnación húmeda
		Fe	5	
	Ni-Fe/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Ni	50	
		Fe	10	
	Ni-Fe/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Ni	50	
		Fe	15	
<b>(Wenqin Shen, 2007)</b>	Ni-Fe/Mg(Al)O	Ni	65	Humedad incipiente
		Fe	35	
<b>(A.S. Al-Fatesh, 2016)</b>	Ni-Fe/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Ni	5	Impregnación
		Fe	20	Sol-gel
	Ni-Fe/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Ni	10	Coprecipitación
		Fe	20	
<b>(Kim Yen Tran, 2006)</b>	Fe/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe	0.7x10 <sup>-3</sup> mol de Fe por gramo de catalizador	Sol-gel
	Fe-Co/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe Co	1.:1	
<b>(Mauricio Velasquez, 2016)</b>	Ni-Fe/La <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Ni	50	Combustión Propia
		Fe	50	

	Ni-Fe/La <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Ni	75	
		Fe	25	
<b>(Ahmed. Sadeq Al-Fatesh, 2016)</b>	Fe/La <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe	25	Impregnación Húmeda
<b>(J.L. Pinilla, 2011)</b>	Fe/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	Fe	50	Fusión
	Fe-Co/MgO	Fe	50	
		Co	5	
<b>(Gaowei Wang, 2013)</b>	Ni-Fe/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (2:1:1)	Ni	41.9	Coprecipitación
		Fe	19.9	
	Ni-Fe/Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> (1:2:1)	Ni	20.6	
		Fe	39.1	

Fuente: Elaboración Propia

### 3.2.3. Metodo de impregnación

Existen muchos métodos para la preparación de catalizadores como el método de precipitación, fusión, sol-gel, combustión, coprecipitación e impregnación; este último se seleccionó debido a su mejor desempeño en el crecimiento de nanoestructuras de carbono.

Para la preparación de catalizadores por este método se parte a base de sales como en nitrato de aluminio (soporte del catalizador- Alúmina), nitrato de níquel (Ni(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O) y Nitrato de hierro (Fe(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>.9H<sub>2</sub>O). Se realiza la impregnación de metales en un soporte de alúmina en un volumen de disolución y una concentración de precursores (nitratos de níquel y hierro). El proceso se realiza en 2 etapas una para cada nitrato, posteriormente se procede a secar ya habiendo realizado la impregnación, y al finalizar se molturan y calcinan.

Se seleccionaron 2 tipos de catalizador para la obtención de NTC, la carga de estos catalizadores se muestra en la tabla 3-2 y tabla 3-3.

**Tabla 3- 2 Resumen de rango de cargas de Fe-Ni usada en la síntesis de Catalizador Fe<sub>40</sub>-Ni<sub>10</sub>**

Componente	%molar
Fe	40
Ni	10
Metal:alumina	50:50

Fuente: Elaboración Propia



Tabla 3- 3 Resumen de rango de cargas de Fe-Ni usada en la síntesis de Catalizador Fe50-Ni

Componente	% molar
Fe	50
Metal:alumina	50:50

Fuente: Elaboración Propia

### 3.2.4. Etapas del método de impregnación

Las etapas del metodo de impregnación se detallan en la tabla 3-4; luego del realizar todas las etapas se obtiene el catalizador, el cual se debera almacenar en un recipiente libre de humedad hasta su uso.

Tabla 3- 4 Etapas del Proceso de Ingregnación

Etapa	Descripción
<b>Pesado de soporte del catalizador</b>	En esta etapa se pesa 120 gr del soporte del catalizador en una capsula de porcelana.
<b>Secado de soporte del catalizador</b>	Se procede a secar el soporte del catalizador en un horno por un tiempo aproximado de 3 horas.
<b>Añadir Solución de Metal Precursor</b>	Se añade la solución del metal, cuya concentración dependerá de la cantidad de metal que se desea incorporar.
<b>Mezcla de solución</b>	Se mezcla la solución en un agitador magnético a una temperatura de 70°C durante un tiempo de 3 horas.
<b>Reservar</b>	Se reserva la mezcla en un balón por un tiempo de 24 horas
<b>Secado en el Rotavapor</b>	Se hace un secado de la solución en el Rota vapor hasta tener una mezcla homogénea y acuosa.
<b>Secado</b>	Se evapora el agua de la mezcla a 105°C por un tiempo de 4 horas.
<b>Moler</b>	Se muele la mezcla hasta un tamaño homogéneo y fino.
<b>Calcinar</b>	Se calcina la mezcla a una temperatura de 500°C y por un tiempo de 4 horas.
<b>Almacenar</b>	Se almacena en un recipiente de polipropileno de tapa ancha.

Fuente: Elaboración Propia

### 3.2.5. Materiales y Reactivos

#### 3.2.5.1. Reactivos

- Nitrato de níquel  
(Ni(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>.6H<sub>2</sub>O)
- Nitrato de hierro  
(Fe(NO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>.9H<sub>2</sub>O)
- Nitrato de aluminio

- Alúmina en polvo seca
- Agua destilada
- Alcohol
- Hielo seco

### 3.2.5.2. Materiales

- Pipetas gravimétrica de vidrio
- Matraz
- Bagueta de vidrio
- Luna de reloj de vidrio
- Mortero de porcelana
- Espátula de acero inoxidable
- Crisol de porcelana
- Frasco de polipropileno de tapa ancha
- Desecador de vidrio
- Probeta de vidrio de 100 ml
- Espátula de acero inoxidable
- Varilla agitadora magnética

### 3.2.5.3. Instrumentos y Maquinaria

- Balanza analítica
- Agitador magnético con plancha caliente
- Horno eléctrico hasta 1200°C
- Estufa eléctrica hasta 300°C
- Rotavapor

### 3.2.6. Metodología del desarrollo de los catalizadores

#### 3.2.6.1. Catalizador Fe40-Ni10:

##### Metodología de síntesis

Tabla 3- 5 Metodología de síntesis del Catalizador Fe40-Ni10

Etapa	Descripción
<b>Pesar Alúmina</b>	Pesar $120 \pm 1$ gr de alúmina en polvo en la cápsula de porcelana en una balanza
<b>Secar Alúmina</b>	Secar 120 gr de alúmina en polvo en el horno a $105^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ durante 3 horas.
<b>Pesar alúmina seca</b>	Pesar (Valor gr $\pm 0.01$ gr) de alúmina seca y fría en una capsula de porcelana ver tabla 2.
<b>Trasladar la alúmina</b>	Trasvasar a un balón de fondo redondo
<b>Añadir solución de Niquel</b>	Añadir la solución de Niquel cuya concentración dependerá de la cantidad de metal que se pretende incorporar.
<b>Mezclar</b>	Mezclar en el agitador magnético a $70^{\circ}\text{C}$ durante tres horas.
<b>Añadir solución de Fe</b>	Añadir la solución de Hierro cuya concentración dependerá de la cantidad de metal que se pretende incorporar.
<b>Mezclar</b>	Mezclar en el agitador magnético a $70^{\circ}\text{C}$ durante tres horas.
<b>Reservar</b>	En el balón reservar la solución durante 24 horas.

Fuente: Elaboración Propia

<b>Secar en el Rotavapor</b>	Verter la mezcla al balón del rotavapor
<b>Secar</b>	Evaporar el agua de la mezcla a 105 °C hasta peso constante.
<b>Moler</b>	Moler la mezcla hasta tamaño homogéneo.
<b>Verter la mezcla</b>	Verter la mezcla a un crisol de porcelana
<b>Calcinar</b>	Calcinar a 550°C durante 6 horas.
<b>Almacenar</b>	Almacenar en un recipiente polipropileno de tapa ancha de 100 g de capacidad.

### Síntesis del Catalizador

El catalizador se sintetizó en una relación molar 40:10:50 soportado en alúmina, siguiendo el procedimiento anteriormente indicado.

1. Se inició el proceso de preparación pesando las sales de nitrato de níquel y nitrato de hierro según a la relación molar planteada, seguidamente en un vaso precipitado de 600ml se le añadió un volumen de agua destilada para hacer la disolución de estas sales. Estas soluciones permanecieron en reposo un tiempo determinado. Luego se mezcló la solución de nitrato de níquel con solución de alúmina en un matraz de vidrio, para posteriormente poder hacer la impregnación mediante el agitador magnético a 70°C por un promedio de 3 horas; dando como resultado una solución acuosa de color celeste como se muestra en la figura 3-1.



**Figura 3- 1 Mezcla del agitador magnético a 70°C**  
Fuente: Elaboración Propia

2. Después de la impregnación de alúmina y níquel, se le añadió la solución de hierro  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3$  igualmente en el agitador magnético a 70°C, dando como resultado una solución acuosa de color marrón. Al acabar este proceso se reservó la mezcla por un promedio de 24 horas.



**Figura 3- 2 Solución de hierro  $\text{Fe}(\text{NO}_3)_3 \cdot 9 \text{H}_2\text{O}$**   
Fuente: Elaboración Propia

- Después de permanecer la mezcla reservada por un tiempo determinado, se inició el proceso de secado mediante el rotavapor, durando un promedio de 3 horas. Este proceso consta en una zona caliente donde se coloca la muestra de mediante un balón como se muestra en la figura 3-3 y una zona fría que sirve para la condensación del agua destilada extraída de la mezcla, para ello se utilizó hielo seco y alcohol para poder tener una baja temperatura necesaria en el proceso. Como resultado se obtuvo una solución espesa de color marrón como se puede ver en la figura 3-4.



**Figura 3- 3 Proceso de Secado mediante el Rotavapor**  
Fuente: Elaboración Propia



**Figura 3- 4 Resultado del Catalizador después del Proceso del Rotavapor**  
Fuente: Elaboración Propia

- Al obtener la mezcla del Rotavapor, se inicio con el proceso de secado del catalizador, para ello se uso una estufa a 105°C por un tiempo de 11 horas. Los

resultados obtenidos fueron un sólido de color marrón con una leve capa en la parte superior de color blanquecino como se puede ver en la figura N-°5.



**Figura 3- 5 Resultado del proceso de Secado- catalizador Fe40-Ni10**

Fuente: Elaboración Propia

5. Al ya tener una mezcla seca, se pasó al proceso de molienda. En este proceso se observó que el catalizador se hidrataba muy rápido por lo que se hacía complicado molerlo, ya que se formaba aglomeraciones de la mezcla; por lo cual se trató de reducirlo al tamaño más pequeño, como se podrá observar en figura 3-6.



**Figura 3- 6 Resultado de proceso molido - catalizador Fe40-Ni10**

Fuente: Elaboración Propia

6. Ya obteniendo el catalizador después del proceso de molienda, se pasó al proceso de calcinación en un horno eléctrico de 1200°C a una temperatura de 550°C por

un promedio de 6 horas. Resultado fue sólidos pequeños de color marrón-blanco como se puede ver en la figura 3-8.



**Figura 3- 7 Horno eléctrico calcinación a 600°C**  
Fuente: Elaboración Propia



**Figura 3- 8 Resultado de proceso de calcinación - catalizador Fe40-Ni10**  
Fuente: Elaboración Propia

7. Al tener la muestra calcinada, se pasa al proceso de molienda nuevamente. En este proceso la muestra se molió por un promedio de 15 minutos hasta que se obtuvo un polvo fino de color marrón como se puede ver en la figura 3-9.





**Figura 3- 9 Resultado del proceso de molienda- catalizador Fe40-Ni10**

Fuente: Elaboración Propia

8. Para finalizar se pesó, rotuló y almaceno la muestra obtenida obteniendo un promedio de 8g de catalizador Fe40-Ni10.
9. El catalizador se sintetizo en una relación molar 40:10:50 soportado en alúmina, siguiendo el procedimiento anteriormente indicado.

### 3.2.6.2. Catalizador Fe50:

#### Metodología de síntesis

**Tabla 3- 6 Metodología de síntesis del Catalizador Fe50**

Fuente: Elaboración Propia

Etapa	Descripción
<b>Pesar Alúmina</b>	Pesar $120 \pm 1$ gr de alúmina en polvo en la cápsula de porcelana en una balanza
<b>Secar Alúmina</b>	Secar 120 gr de alúmina en polvo en el horno a $105^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ durante 3 horas.
<b>Pesar alúmina seca</b>	Pesar (Valor gr $\pm 0.01$ gr) de alúmina seca y fría en una capsula de porcelana ver tabla 2.

<b>Trasladar la alúmina</b>	Trasvasar a un balón de fondo redondo
<b>Añadir solución de Fe</b>	Añadir la solución de Hierro cuya concentración dependerá de la cantidad de metal que se pretende incorporar.
<b>Mezclar</b>	Mezclar en el agitador magnético a 70°C durante tres horas.
<b>Reservar</b>	En el balón reservar la solución durante 24 horas.
<b>Secar en el Rotavapor</b>	Verter la mezcla al balón del rotavapor
<b>Secar</b>	Evaporar el agua de la mezcla a 105 °C hasta peso constante.
<b>Moler</b>	Moler la mezcla hasta tamaño homogéneo.
<b>Verter la mezcla</b>	Verter la mezcla a un crisol de porcelana
<b>Calcinar</b>	Calcinar a 550°C durante 6 horas.
<b>Almacenar</b>	Almacenar en un recipiente polipropileno de tapa ancha de 100 g de capacidad.

### Síntesis del Catalizador

El catalizador se sintetizó en una relación molar 50:0:50 (Fe:Ni:Alúmina) soportado en alúmina, siguiendo el procedimiento anteriormente indicado.

1. Se inició el proceso de preparación pesando la sal de nitrato de hierro según a la relación molar, seguidamente en un vaso precipitado de 600ml se le añadió un volumen de agua destilada para hacer la disolución de esta sal. Luego se mezcló la solución de nitrato de hierro con solución de alúmina en un matraz de vidrio,

para posteriormente poder hacer la impregnación mediante el agitador magnético a 70°C por un promedio de 3 horas; dando como resultado una solución acuosa de color marrón. Al acabar este proceso se reservó la mezcla por un promedio de 48 horas.

- Después de permanecer la mezcla reservada por un tiempo determinado, se inició el proceso de secado mediante el rotavapor, durando un promedio de 3 horas. Como resultado se obtuvo una solución espesa de color marrón-rojizo como se puede ver en la figura 3-10.



**Figura 3- 10 Proceso de Rotavapor- catalizador Fe40-Ni0**

Fuente: Elaboración Propia

- Al obtener la mezcla del Rotavapor, Al igual que el otro tipo de catalizador se inició con el proceso de secado, para ello se usó una estufa a 105°C por un tiempo de 11 horas. Los resultados obtenidos fueron un sólido macizo de color marrón - rojizo con una leve capa en la parte superior de color blanquecino como se puede ver en la figura 3-11.



**Figura 3- 11 Resultado del proceso de secado- catalizador Fe40-Ni0**

Fuente: Elaboración Propia

4. Al ya tener una mezcla seca, se pasó al proceso de molienda. Se observó que al igual que el otro catalizador se hidrataba muy rápido por lo que también se hacía complicado molerlo por el mismo motivo que el otro catalizador; igualmente se trató de reducirlo al tamaño más pequeño, como ve en la figura 3-12.



**Figura 3- 12 Resultado de proceso molido - catalizador Fe40-Ni0**

Fuente: Elaboración Propia

5. Posteriormente ambos catalizadores pasaron al proceso de calcinación en un horno eléctrico a una temperatura de 550°C por un promedio de 6 horas, como se puede ver en la figura 3-7. El resultado de este catalizador fue solidos de tamaño pequeño de color marron-rojiso-blanco.
6. Al tener la muestra calcinada, se pasa al proceso de molienda nuevamente. En este proceso la muestra se molió por un promedio de 15 minutos hasta que se obtuvo un polvo fino de color marrón-rojizo. Luego se pasó a proceso de almacenaje y pesado, como se puede ver en la figura 3-13, obteniendo aproximadamente 9g de catalizador.



**Figura 3- 13 Resultado final del catalizador**

Fuente: Elaboración Propia

### 3.3. Síntesis de Nanotubos de Carbono

#### Procedimiento

#### 3.3.1. Documentación experimental

Las nanoestructuras de carbono se han estudiado durante décadas; pero fue el informe de Ijima, que logro los NTC sean una de las categorías más investigadas en el área de los materiales, debido a sus buenas propiedades electrónicas, mecánicas, electromecánicas y químicas que generan una extensa investigación sobre sus posibles aplicaciones (Kim Yen Tran, 2006)

En este estudio se realizó la selección de la metodología de obtención de nanotubos de carbono mediante el método de deposición química en fase vapor (CVD) teniendo como principales variables la temperatura, presión y flujo de gases; estos cuales forman un rol importante en la producción de NTC.

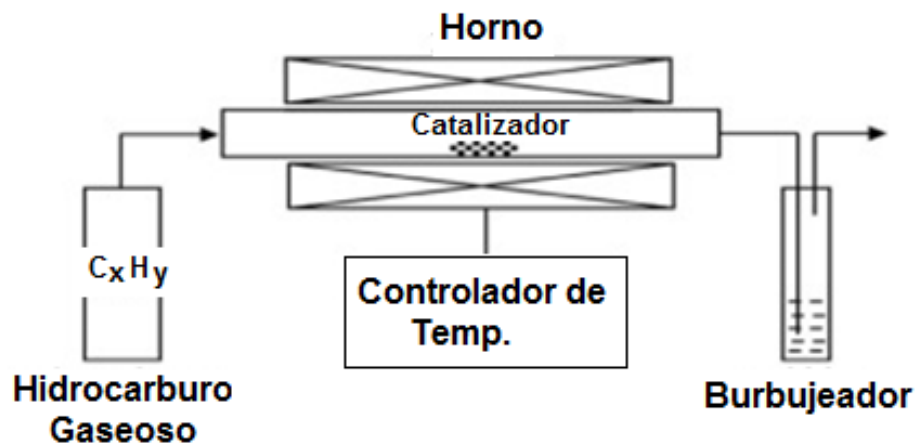
Los catalizadores sintetizados fueron basados en metales de transición del grupo VIII, como Ni, Fe; soportados en una base de alúmina; fueron sintetizados mediante el método de impregnación. El primer catalizador se desarrolló únicamente con el metal Fe soportado en alúmina. El segundo catalizador se desarrolló con metales de Fe y Ni, este último en un menor porcentaje.

La demanda de producción de los nanotubos de carbono va en aumento actualmente supera las 1000 toneladas al año; sin embargo, el precio de ambos tipos de nanotubos (SWCNT y MWCNT) a granel sigue siendo muy costoso; siendo así 10 veces más costoso del que las fibras de carbono. Siendo unas variables que el proceso de producción a gran escala no se puede controlar la pureza y las propiedades de los NTC (Rao, 2001)

#### 3.3.2. Deposición Química de Vapor

En proceso de síntesis de los NTC por este método trata de que el catalizador se deposita sobre el sustrato y luego de la activación del catalizador que se lleva a través de una sustancia química o recocido térmico, se coloca en un reactor tubular para el crecimiento. Se calienta el reactor a una temperatura de 600 a 1200°C (Rao, 2001), e ingresa una mezcla de un gas hidrocarburo (etileno, acetileno, metano, etc) y gas inerte (nitrógeno, hidrogeno, argón). En esta etapa comienza a reaccionar sobre la superficie

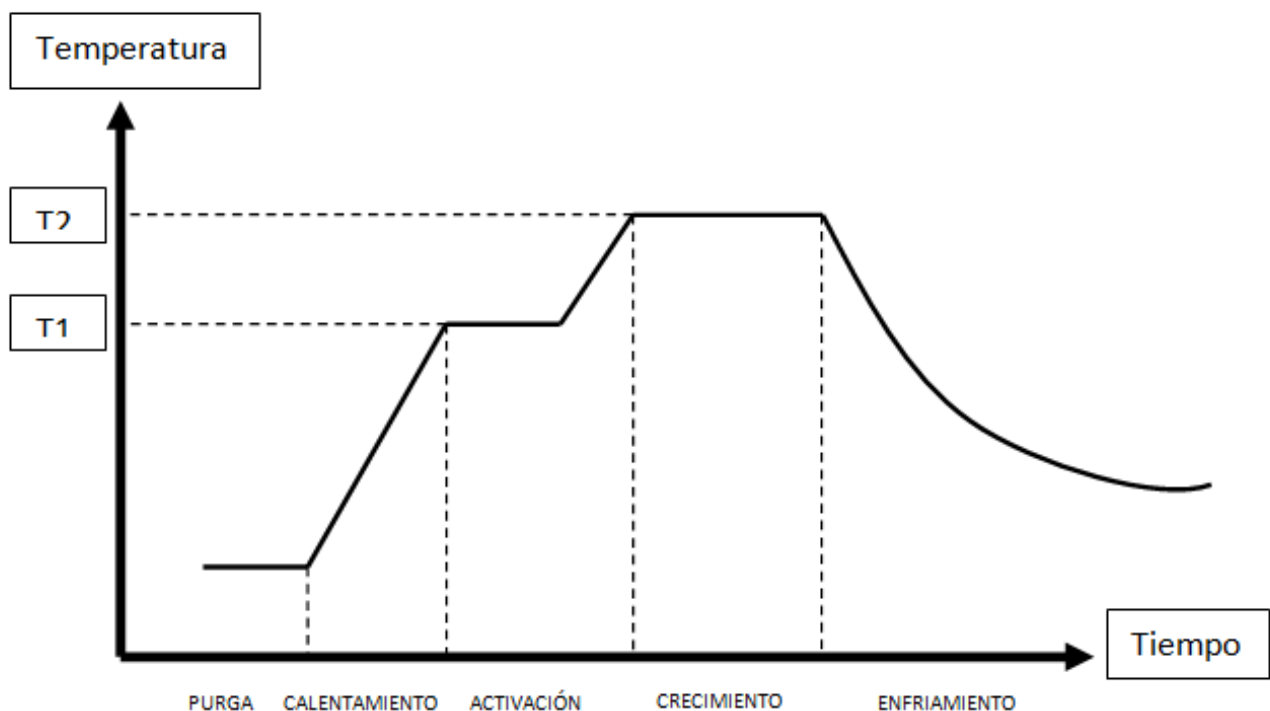
de los catalizadores por un periodo de 15 a 60 min; obteniendo así los NTC y dejando enfriar al sistema a temperatura ambiente.



**Figura 3- 14 Diagrama del proceso CVD**  
Fuente: (Shah KA, 2016)

### 3.3.3. Etapas del método CVD

En este estudio se da a conocer el proceso de síntesis para la obtención de nanotubos de carbono con el método de deposición química en fase vapor. Para ello se da a conocer las diferentes etapas que se realizan como se muestra en la figura 3-15



**Figura 3- 15 Etapas para la síntesis de fibra de carbono.**  
Fuente: Elaboración Propia

### 3.3.4. Etapas del método de Síntesis

1. **Etapa de Purga:** En esta etapa se basa en extraer todas las impurezas presentes en el reactor; consiste en introducir un elevado flujo de nitrógeno a temperatura ambiente por un tiempo aproximado de 5 minutos; se debe tener en cuenta que para empezar este proceso el reactor debe de estar sellado y el catalizador dentro del reactor.
2. **Etapa de Calentamiento:** En esta etapa el catalizador se encuentra en un estado inactivo; se procede al incrementar la temperatura del horno gradualmente y con un flujo de nitrógeno programado para generar un ambiente inerte dentro del reactor.
3. **Etapa de Activación de catalizador:** En esta etapa el catalizador se reduce a su estado elemental esto se da a través de un proceso químico con  $H_2$  y a una temperatura elevada; de esta forma se tiene el catalizador activado que contiene partículas metálicas de forma activa para la producción de NTC.
4. **Etapa de Crecimiento:** Se calienta el reactor a una temperatura de 600 a 1200°C, e ingresa una mezcla de un gas hidrocarburo (etileno, acetileno, metano, etc.) y gas inerte (nitrógeno, hidrógeno, argón). En esta etapa comienza a reaccionar sobre la superficie de los catalizadores por un periodo de 15 a 60 min; obteniendo así los NTC
5. **Etapa de enfriamiento:** En esta etapa se hace enfriar el reactor de manera gradual hasta alcanzar la temperatura ambiente.

### 3.3.5. Parámetros que Influyen en el Proceso de Obtención de Nanotubos de Carbono

#### 3.3.5.1. Temperatura de crecimiento de la fibra de carbono

La temperatura de crecimiento es un parámetro de suma importancia, la temperatura para la obtención de NTC oscila de 500 a 1200°C, a altas temperaturas se puede desactivar el catalizador y generar productos carbonosos que perjudican la producción de NTC. En la tabla 3-7 se hizo un estudio de diferentes artículos de investigación para así generar la temperatura apropiada que se usara en esta investigación.



**Tabla 3- 7 Análisis teórico de Temperatura para la obtención de NTC**

PAPER	REVISTA	Temperatura
(Wenqin Shen, 2007)	Energy and Fuels (2007)	Calentamiento en modo rampa (2°C/min) hasta una temperatura de 700°C 500-650-700°C
(A.S. Al-Fatesh, 2016)	International journal of Saudi Chemical society (2016)	500-800°C
(Kim Yen Trana, 2006)	International journal of hydrogen energy (2006)	700°C
(Mauricio Velasquez, 2016)	International journal of hydrogen energy (2016)	600°C 800-900°C
(Ahmed. Sadeq Al-Fatesh, 2016)	Journal of The Chemical Society Of Pakistan (2016)	500°C 700°C
(J.L. Pinilla, 2011)	International journal of hydrogen energy (2011)	550°C 800°C
(JW Seo, 2006)	Journal of Physics (2006)	680-700-720-740°C
(V.I. Alexiadisa, 2010)	International journal of hydrogen energy (2010)	650°C
(J.-F. Colomer, 2000)	International journal of hydrogen energy (2000)	1000°C
(Morassutto, 2016)	International journal of hydrogen energy (2016)	680-740°C se incrementa la Temperatura en modo rampa a razón de 10°C/min
(Y. Ouyanga, 2007)	International journal of hydrogen energy (2007)	700-750-800-850-900-950°C

Fuente: Elaboración Propia

### 3.3.5.2. Tasa de flujo de los gases de reacción

Para la síntesis de NTC se debe tener en cuenta cuales son los flujos que deben ingresar al reactor en todas las etapas de este proceso; para ello se realizó un resumen de diferentes artículos científicos teniendo en cuenta el diámetro del reactor y las condiciones a operar como se muestra en la tabla 3-8

**Tabla 3- 8 Análisis teórico de Flujo de Gases para la obtención de NTC**

PAPER	REVISTA	Síntesis de NTC		
		Gases	Caudal	Concentración
(Wenqin Shen, 2007)	Energy and Fuels (2007)	H2	50 ml/min	-
		Etano	10 ml/min	-
(A.S. Al-Fatesh, 2016)	International journal of Saudi Chemical society (2016)	H2	40 ml/min	-
		CH4-N2	25 ml/min	1.5:1
(Kim Yen Trana, 2006)	International journal of hydrogen energy (2006)	He	2.23mmol/seg	-
		Etileno/He	C2H4=0.0223 mmol/seg H2=0.521 mmol/seg	-
(Mauricio Velasquez, 2016)	International journal of hydrogen energy (2016)	H2	25ml/min	-
		He	-	-
		Etanol-Glicerol	0.05ml/min	2.:1
(Ahmed. Sadeq Al-Fatesh, 2016)	Journal of The Chemical Society Of Pakistan (2016)	N2	20ml/min	-
		H2	40 ml/min	-
		CH4/N2	20ml/mi	3.:1
(J.L. Pinilla, 2011)	International journal of hydrogen energy (2011)	H2	-	-
		CH4	1.5 dm3/h x 1g de catalizador	-
(R Aghababazadeh, 2006)	Journal of Physics: Conference Series 26 (2006)	N2	Se hace pa purga con N2 para eliminar impurezas	-
		CH4	Con velocidades de 4,6,8 l/min	-
		N2	se continua con un flujo de N2 hasta alcanzar la temperatura ambiente	-
(JW Seo, 2006)	Journal of physics d: applied physics (2006)	C2H2/N2	150mlmin-50ml/min	-
(V.I. Alexiadisa, 2010)	International journal of hydrogen energy (2010)	He	200 SCCM	-
		C2H4-He-H2	-	20-75-5%
(J.-F. Colomer, 2000)	International journal of hydrogen energy (2000)	H2	-	-
		CH4/H2	75ml/min-300ml/min	-
(Morassutto, 2016)	International journal of hydrogen energy (2016)	N2	50-100 ml/min	-
		H2-N2	10ml/min-40ml/min	-
		Etileno	50 ml/min	-
(Y. Ouyanga, 2007)	International journal of hydrogen energy (2007)	Ar	200 ml/min	-
		CH4	60 ml/min	-

Fuente: Elaboración Propia

### 3.3.5.3. Catalizador

En la síntesis de CNT los catalizadores juegan un rol importante, esto se debe a que dependiendo de las características del catalizador mejora el rendimiento y la calidad de los CNT. Las partículas catalizadoras actúan como sitios de nucleación para el crecimiento de los NTC. Hay que tener en cuenta cual debe ser la cantidad de catalizador que se debe utilizar en el proceso, ya que de ello dependerá directamente cuanto de NTC se producirá al final del proceso. Hay que tener en cuenta el tipo de recipiente en que se colocara el catalizador para q no influya en la reacción del proceso, normalmente estos envases son de alúmina. En la Tabla 3-9 se muestra las cantidades de catalizador puestas en diferentes pruebas para la obtención de NTC:

**Tabla 3- 9 Análisis teórico del tipo de catalizador para la obtención de NTC**

PAPER	REVISTA	CATALIZADOR		
		Tipo	Método	Cantidad de Catalizador
(Wenqin Shen, 2007)	Energy and Fuels (2007)	Ni-Fe/Mg(Al)O	Humedad incipiente	1 gramo
(Mauricio Velasquez, 2016)	International journal of hydrogen energy (2016)	Ni-Fe/La2O3	Combustión Propia	50 mg
(Ahmed. Sadeq Al-Fatesh, 2016)	Journal of The Chemical Society Of Pakistan (2016)	Fe/La2O3	Impregnación Húmeda	0.3g
(JW Seo, 2006)	Journal of physics applied physics (2006)	FeCoO4	-	100 mg
(V.I. Alexiadisa, 2010)	International journal of hydrogen energy (2010)	Fe2O3/Al2O3	Combustión explosiva controlada	3mg
(J.-F. Colomer, 2000)	International journal of hydrogen energy (2000)	Fe/MgO	Impregnación	1g
(Y. Ouyanga, 2007)	International journal of hydrogen energy (2007)	Mo-Fe/MgO		100mg

Fuente: Elaboración Propia

### 3.3.6. Definición de los parámetros de síntesis

De acuerdo a la revisión del material bibliográfico, se definen los parámetros a utilizar en este proceso de obtención de los NTC como se muestra en la tabla 3-10

**Tabla 3- 10 Parámetros para la obtención de NTC**

<b>Temperatura de crecimiento</b>	700°C
<b>Presión del reactor (bar)</b>	Atmosférica
<b>Tasa de flujo de gas (metano)</b>	90 ml/min
<b>Catalizador</b>	0.2 gr

Fuente: Elaboración Propia

### 3.3.7. Procedimiento de síntesis de fibra de carbono

En el proceso de síntesis de los NTC se realiza mediante un reactor y tubo de cuarzo de forma horizontal; los controles de temperatura se dan mediante un controlador digital de temperatura y los flujos mediante controladores de flujo digitales. En la tabla 3-11, se definen todas las etapas en este proceso de obtención de los NTC, dando a conocer las temperaturas, los flujos y el tiempo usados en la obtención de NTC. Cada Proceso de obtención de nanotubos de carbono lleva un tiempo aproximado de 11 horas, el cual debe ser monitoreado de manera constante y registrado en los formatos establecidos en la investigación.

**Tabla 3- 11 Procedimiento de Síntesis de NTC**

ETAPAS	GASES	TEMPERATURA	PRESIÓN	CAUDAL	TIEMPO
<b>PURGA</b>	N <sub>2</sub>	20°C	Atmosférica	250 mL/min	5 min
<b>CALENTAMIENTO</b>	N <sub>2</sub>	550°C	Atmosférica	150 mL/min	30 min
<b>ACTIVACIÓN DEL CATALIZADOR</b>	N <sub>2</sub>	550°C	Atmosférica	150 mL/min	120 min
	H <sub>2</sub>	550°C	Atmosférica	100 mL/min	
<b>CRECIMIENTO DE NTC</b>	N <sub>2</sub>	700°C	Atmosférica	67.5 mL/min	180 min
	CH <sub>4</sub>	700°C	Atmosférica	90 mL/min	
<b>ENFRIAMIENTO</b>	N <sub>2</sub>	20°C	Atmosférica	150 mL/min	240 min

Fuente: Elaboración Propia

### 3.3.8. Rediseño de procesos unitarios y sistema integrado a partir de evaluaciones.

Mediante los ensayos realizados se han definido los parámetros óptimos para la síntesis de nanotubos de carbono; los cuales se presentan en la tabla 3-12; también se debe tener en cuenta la programación de temperaturas realizadas en el horno, debido a que el horno presenta 3 zonas de calentamiento, se realizó la síntesis en la zona 2 programando las temperaturas en las diferentes etapas a seguir, para la zona 1 y 3 del horno se trabajó con una diferencia de 50°C para una mejor estabilización de temperatura en la zona 2, como se muestra en la tabla 3-13.

**Tabla 3- 12 Parámetros de Programación de Flujo de Gases para la obtención de NTC**

ETAPA	Temperatura	Presión	CH <sub>4</sub>	N <sub>2</sub>	H <sub>2</sub>	At
	°C	bar	ml/min	ml/min	ml/min	min
<b>Purga</b>	0	0	0	250	0	5
<b>Calentamiento</b>	550	0	0	150	0	30
<b>Homogenización</b>	550	0	0	150	0	10
<b>Activación</b>	550	0	0	150	100	120
<b>Calentamiento</b>	550	0	0	150	0	25
<b>Homogenización</b>	700	0	0	150	0	10
<b>Crecimiento</b>	700	0	90	67.5	0	180
<b>Enfriamiento</b>	300	0	0	150	0	240

Fuente: Elaboración Propia

**Tabla 3- 13 Parámetros de Programación del Horno para la obtención de NTC**

	ZONA 1		ZONA 2		ZONA 3	
	(°C)	( min)	(°C)	( min)	(°C)	(min)
<b>Purga</b>	20	5	20	5	20	5
<b>Calentamiento</b>	500	30	550	30	500	30
<b>Homogenización</b>	500	10	550	10	500	10
<b>Activación</b>	650	120	700	120	650	120
<b>Calentamiento</b>	650	25	700	25	650	25
<b>Homogenización</b>	650	10	700	10	650	10
<b>Crecimiento</b>	650	180	700	180	650	180
<b>Enfriamiento</b>	20	240	20	240	20	240

Fuente: Elaboración Propia

### 3.3.9. Materiales y Reactivos

#### 3.3.9.1. Reactivos

- Metano ( $\text{CH}_4$ )
- Hidrogeno ( $\text{H}_2$ )
- Nitrógeno ( $\text{N}_2$ )
- Catalizador  $\text{Fe}_{50}/\text{Al}_2\text{O}_3$
- Catalizador  $\text{Fe}_{40}\text{Ni}_{10}/\text{Al}_2\text{O}_3$

#### 3.3.9.2. Materiales

- Matraz
- Espátula de acero inoxidable
- Frasco de polipropileno

#### 3.3.9.3. Instrumentos y Maquinaria

- Balanza analítica
- Reactor horizontal
- Termocuplas
- Medidor de temperatura digital
- Flujometro digital (Alicat)

### 3.3.10. Metodología

#### 3.3.10.1. Síntesis de Nanotubo de Carbono

Los NTC se sintetizaron a partir de dos tipos de catalizador uno a base de Fe y otro a base de Fe Y Ni, este último a una menor concentración; para ello se utilizó un reactor horizontal y teniendo como fuente precursora de carbono el metano se siguieron los siguientes pasos en el proceso de síntesis:

1. Se inició el proceso pesando el catalizador ( $\text{Fe}_{50}/\text{Al}_2\text{O}_3$  o  $\text{Fe}_{40}\text{Ni}_{10}/\text{Al}_2\text{O}_3$ ) en una balanza digital, como se informó anteriormente el peso del catalizador para las pruebas será de 0.2g; posteriormente para colocarlo encima del recipiente de alúmina, el cual se insertará dentro del reactor. Se debe tener en cuenta que el catalizador debe ser expandido en toda la superficie del recipiente de una manera homogénea cubriendo casi toda la superficie.

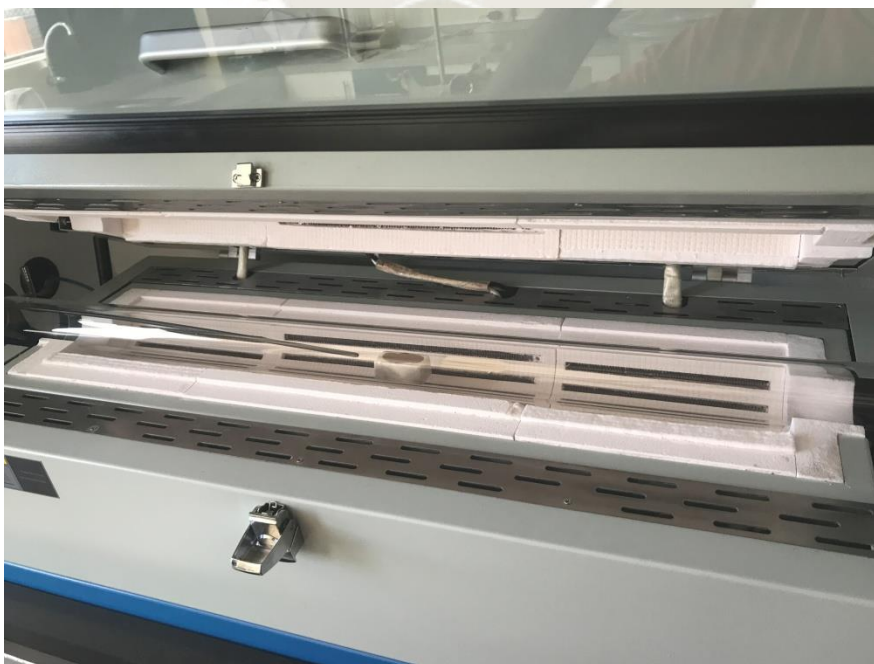
Los catalizadores sintetizados tienen un color rojizo y una superficie fina como se muestra en la imagen 3-16



**Figura 3- 16 Catalizador Fe50/Al2O3**

Fuente: Elaboración Propia

2. Luego de tener a los catalizadores en el recipiente se procede a insértalos dentro del reactor; se debe tener en cuenta que se debe de sellar correctamente el tubo de cuarzo para evitar fugas en el proceso; habiendo finalizado el aislamiento del reactor, se procede a programar el horno teniendo en cuenta todas las etapas del proceso como se detalló en la tabla 3-13



**Figura 3- 17 Colocación de Catalizador dentro del Reactor Horizontal**

Fuente: Elaboración Propia

3. Al culminar la programación del horno se inicia la etapa de purga eliminando así todas las impurezas presentes dentro del tubo de cuarzo para poder empezar con el proceso. En esta etapa se programa el flujometro del N<sub>2</sub> (Alicat) a un flujo de 250 mL/min por un tiempo de 5 minutos; esta etapa se realiza a temperatura ambiente.
4. Terminado la etapa de Purga se procede a la etapa de Calentamiento para la cual se da de forma gradual con una velocidad de calentamiento de 50°C/min hasta alcanzar una temperatura de 550 °C por un tiempo aproximado de 30 minutos. En esta etapa se reduce el flujo del nitrógeno a 150 mL/min.

Se debe tener en cuenta que se deja 10 minutos al mismo flujo y temperatura para permitir la estabilización del sistema.

5. Al término de la etapa de calentamiento se da inicio a la activación del catalizador habiendo alcanzado la temperatura de 550°C, para ello se introduce un flujo de hidrogeno a razón de 100 mL/min y se conserva el flujo de nitrógeno, por un tiempo de 2 horas.
6. Cuando el catalizador se encuentra activado se eleva la temperatura a 700°C, para dar inicio a la etapa de crecimiento de NTC, se corta el flujo del hidrogeno y se mantiene constante el flujo de nitrógeno; esta etapa se da por un tiempo de 25 minutos. En esta etapa se da un tiempo de 10 minutos igualmente para la estabilización del sistema.
7. Posteriormente se inicia la etapa de crecimiento de los NTC a una temperatura de 700°C, se disminuye el flujo de nitrógeno a razón de 67.5 ml/min y se apertura el flujo de metano a razón de 90 mL/min por un tiempo de 3 horas.

Tener en cuenta que en todo el proceso se realiza un monitoreo constante de presión temperatura y flujos anotados en el formato de control del laboratorio de investigación dados en el Anexo 3

8. Al terminar el proceso de crecimiento de los NTC se procede a la etapa de enfriamiento. Cortando el flujo del metano y aumentando el flujo de Nitrogeno a 150 mL/min. En esta etapa se debe dejar enfriar el reactor a temperatura ambiente, este proceso dura un promedio de 4 horas.



9. Culminado todas las etapas se procede a la extracción de NTC; al abrir el reactor se mostró los nanotubos de carbono en una forma de polvo negro bastante voluminosa, y se procedió a su extracción. En todo momento se debe estar con los implementos de seguridad y un ambiente aislado para no contaminar la muestra.



**Figura 3- 18 Obtención de NTC**  
Fuente: Elaboración Propia



**Figura 3- 19 Retiro de los NTC del Reactor**  
Fuente: Elaboración Propia

10. Se procede el pesado de la muestra para su posterior almacenamiento y rotulado



**Figura 3- 20 Pesado de la muestra de NTC**  
Fuente: Elaboración Propia

11. El proceso de síntesis de NTC se realizó de la misma manera para ambos tipos de catalizador siguiendo las mismas etapas.

### 3.3.10.2. Evaluación y validación de la operatividad y desempeño del sistema rediseñado.

Para la evaluación y validación de la operatividad y desempeño del sistema rediseñado se han realizado repeticiones de los ensayos cuyos resultados obtenidos se muestran en la Tabla N° 3-14

**Tabla 3- 14 Condiciones y obtención de NTC por Ensayo**

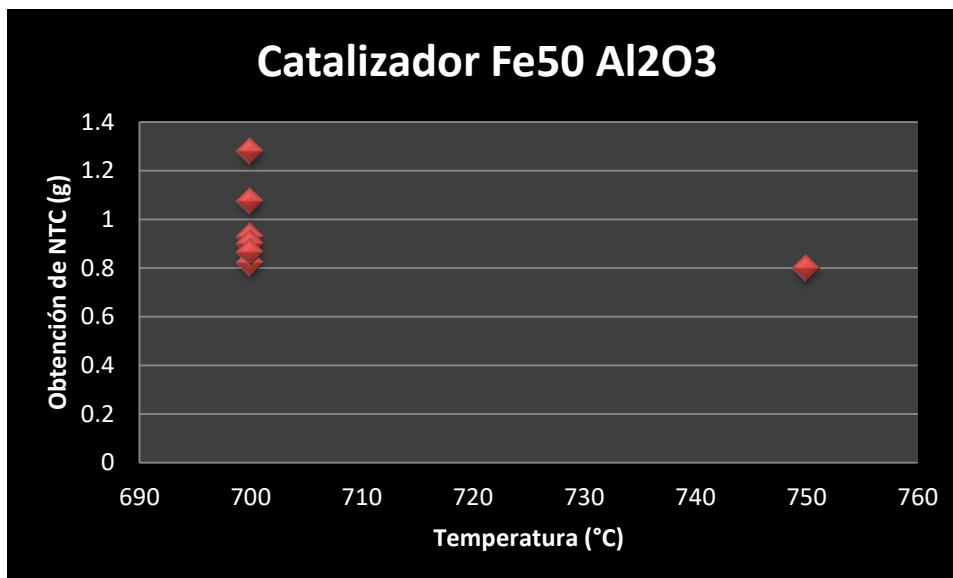
N°	Catalizador	Temperatura (°C)	Presión del Reactor	Cantidad de catalizador (g)	Tiempo de crecimiento (horas)	Obtención de NTC (g)
1	Fe50	750	Atmosférico	0.2	3	0.7995
2	Fe50	700	Atmosférico	0.2	3	1.2821
3	Fe50	700	Atmosférico	0.2	3	1.075
4	Fe50	700	Atmosférico	0.2	3	0.929
5	Fe50	700	Atmosférico	0.2	3	0.901
6	Fe50	700	Atmosférico	0.2	3	0.8232
7	Fe50	700	Atmosférico	0.2	3	0.8664
8	Fe40 Ni10	800	Atmosférico	0.2	3	0.3895
9	Fe40 Ni10	700	Atmosférico	0.2	3	1.7644
10	Fe40 Ni10	700	Atmosférico	0.2	3	1.8759
11	Fe40 Ni10	700	Atmosférico	0.2	3	1.637
12	Fe40 Ni10	700	Atmosférico	0.2	3	1.5646

Fuente: Elaboración Propia

Se realizaron pruebas a diferentes temperaturas llegando a la conclusión que los catalizadores a una temperatura mayor de 750°C perdían su capacidad de síntesis de NTC, por lo que se estimó que la temperatura adecuada para el proceso era de 700°C como se puede ver en la tabla 3-14.

Se realizó la prueba con el catalizador Fe50 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> a 3 horas de crecimiento y a una variación de temperatura de 700°C a 750°C como temperatura de crecimiento y con un peso del catalizador de 0.2 g

En el Figura 3-21 se observa que existe una variación en los pesos de nanotubo de carbono (NTC) obtenidos, siendo la mayor producción NTC a la temperatura de 700 °C.



**Figura 3- 21 Deposición de NTC con el catalizador Fe50 Al2O3**

Fuente: Elaboración Propia

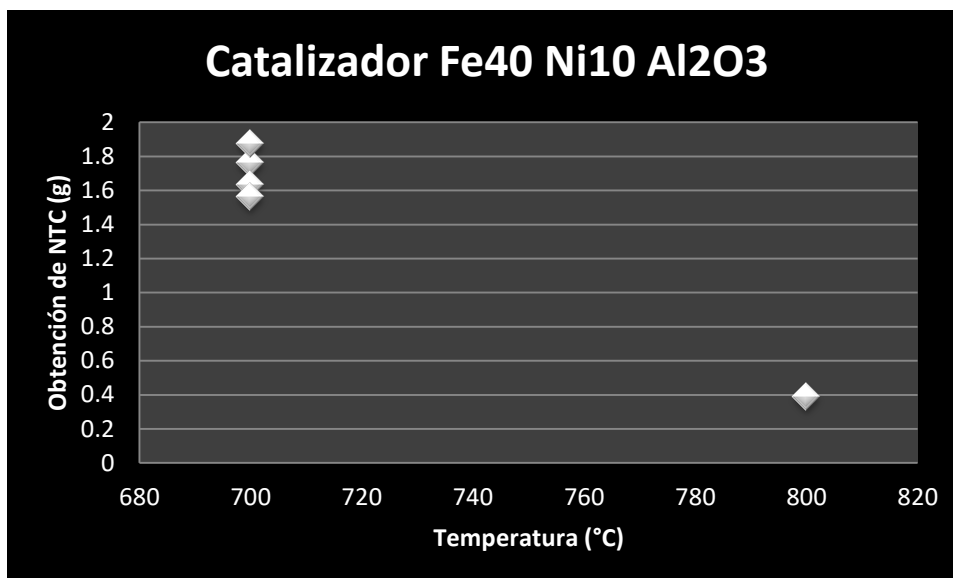


**Figura 3- 22 Muestra de NTC con el catalizador Fe50 Al2O3**

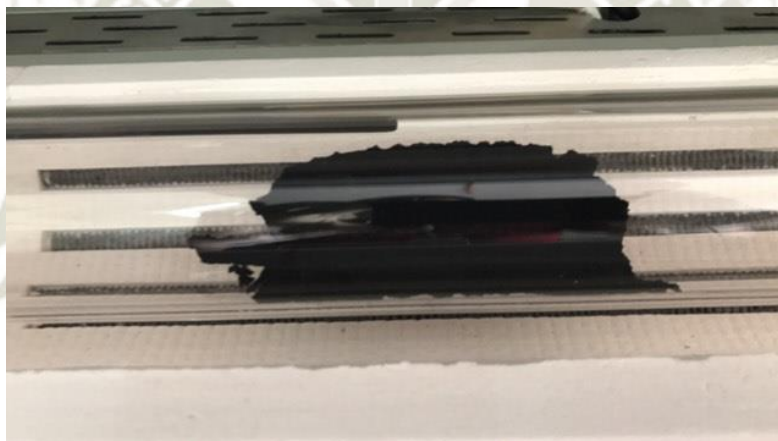
Fuente: Elaboración Propia

Se realizó la prueba con el catalizador Fe40Ni10 Al2O3 a 3 horas de crecimiento y a una variación de temperatura de 700°C a 800°C como temperatura de crecimiento y con un peso del catalizador de 0.2 g

En la figura 3-23 se observa que existe una variación en los pesos de nanotubo de carbono (NTC) obtenidos, siendo la mayor producción NTC a la temperatura de 700 °C.



**Figura 3- 23 Deposición de NTC con el catalizador Fe<sub>40</sub>Ni<sub>10</sub> Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>**  
Fuente: Elaboración Propia

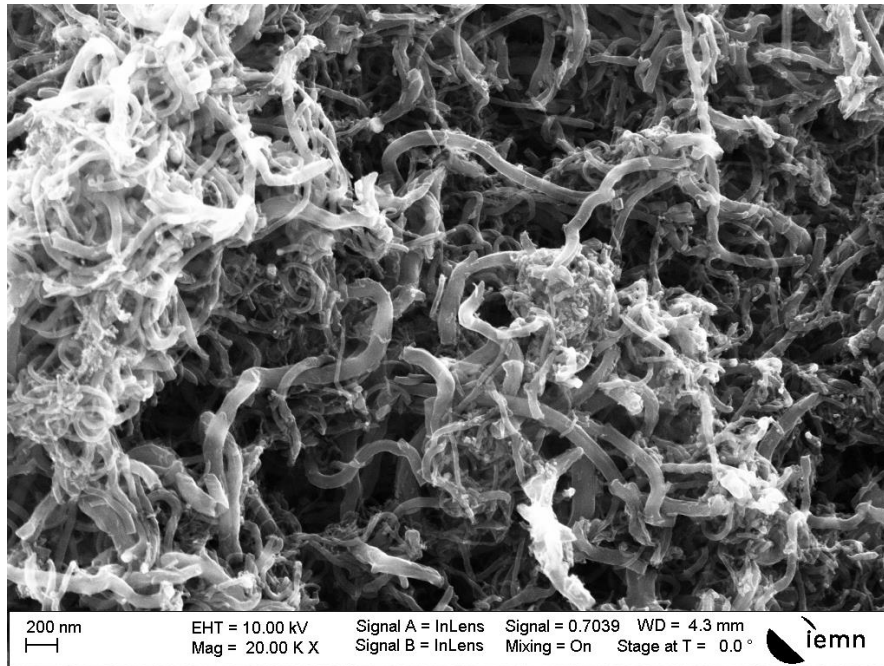


**Figura 3- 24 Muestra de NTC con el catalizador Fe<sub>40</sub>Ni<sub>10</sub> Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>**  
Fuente: Elaboración Propia

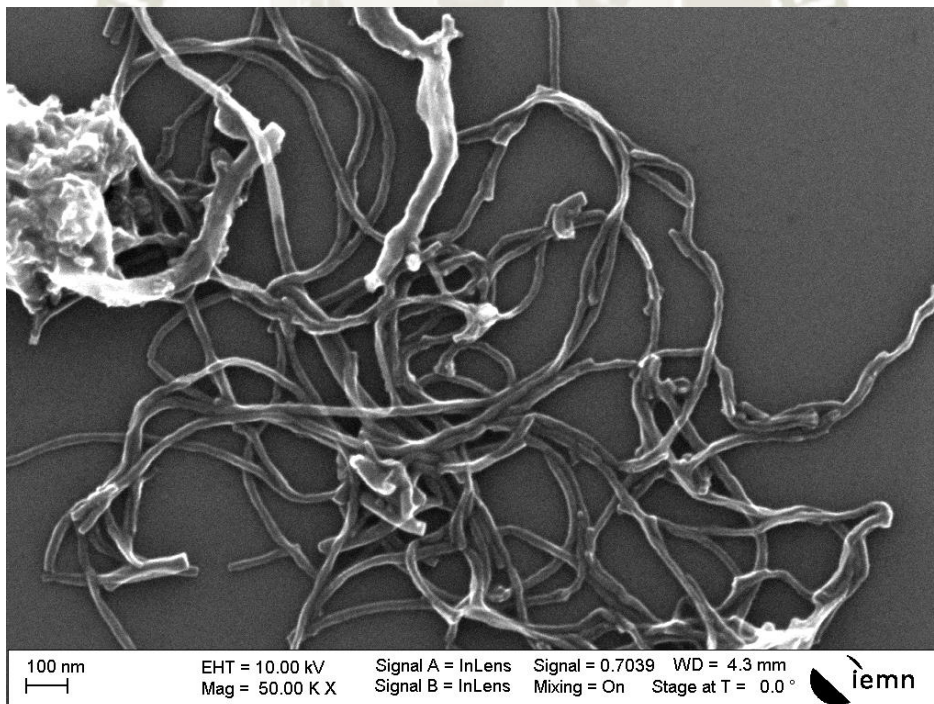
### 3.3.11. Caracterización de los Nanotubos de Carbono

#### 3.3.11.1. Microscopia electrónica de barrido

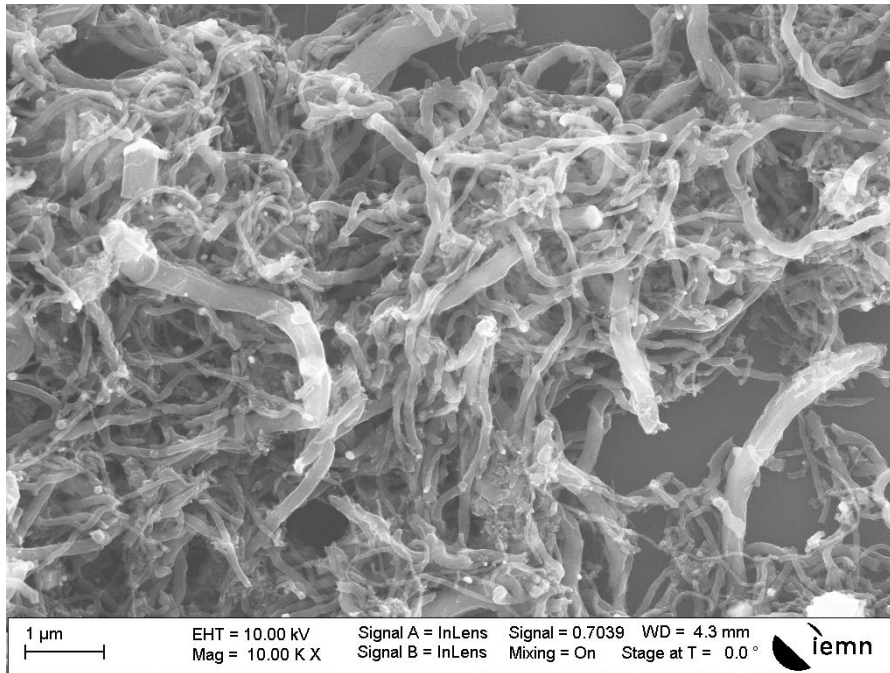
En el análisis mostrado por el SEM nos muestra filamentos de carbono con presencia de metal en su composición. Las siguientes imágenes es el resultado de los NTC obtenidos en el laboratorio de la universidad Católica de Santa María comprobando la obtención de Nanotubos de carbono en este Proyecto.



**Figura 3- 25 Imágenes SEM de los Nanotubos de Carbono con el catalizador Fe50  
Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>**  
Fuente: Elaboración Propia



**Figura 3- 26 Imágenes SEM de los Nanotubos de Carbono con el catalizador Fe50  
Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>**  
Fuente: Elaboración Propia



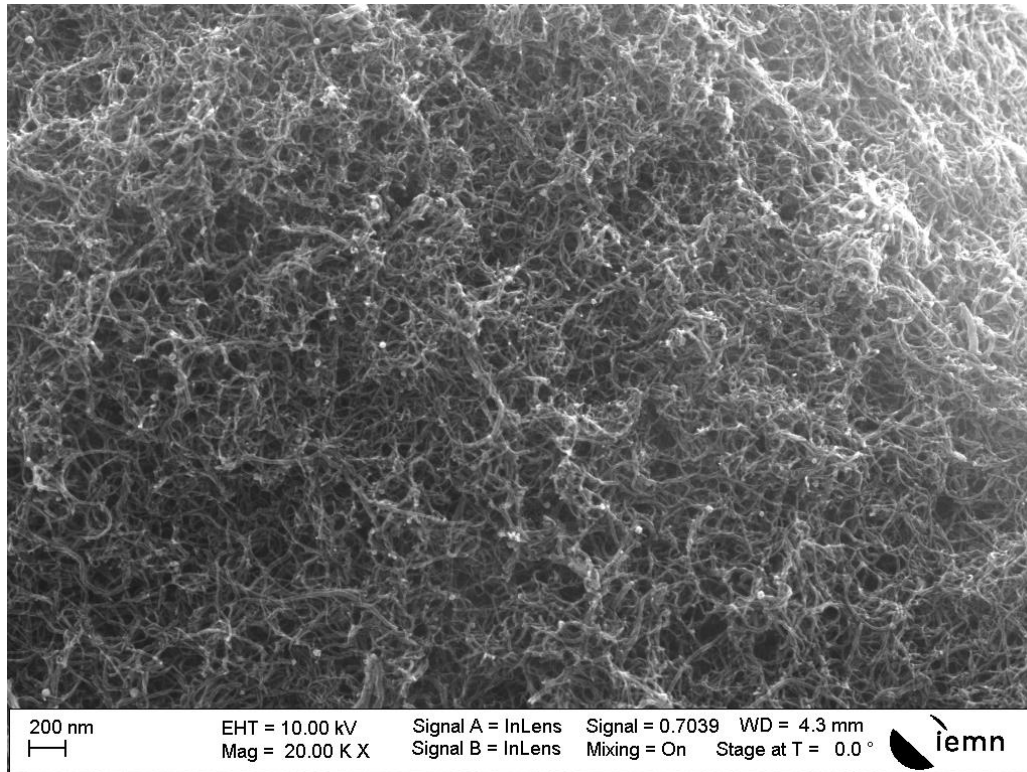
**Figura 3- 27 Imágenes SEM de los Nanotubos de Carbono con el catalizador Fe40Ni10  
Al2O3**

Fuente: Elaboración Propia



**Figura 3- 28 Imágenes SEM de los Nanotubos de Carbono con el catalizador Fe40Ni10  
Al2O3**

Fuente: Elaboración Propia



**Figura 3- 29 Imágenes SEM de los Nanotubos de Carbono**

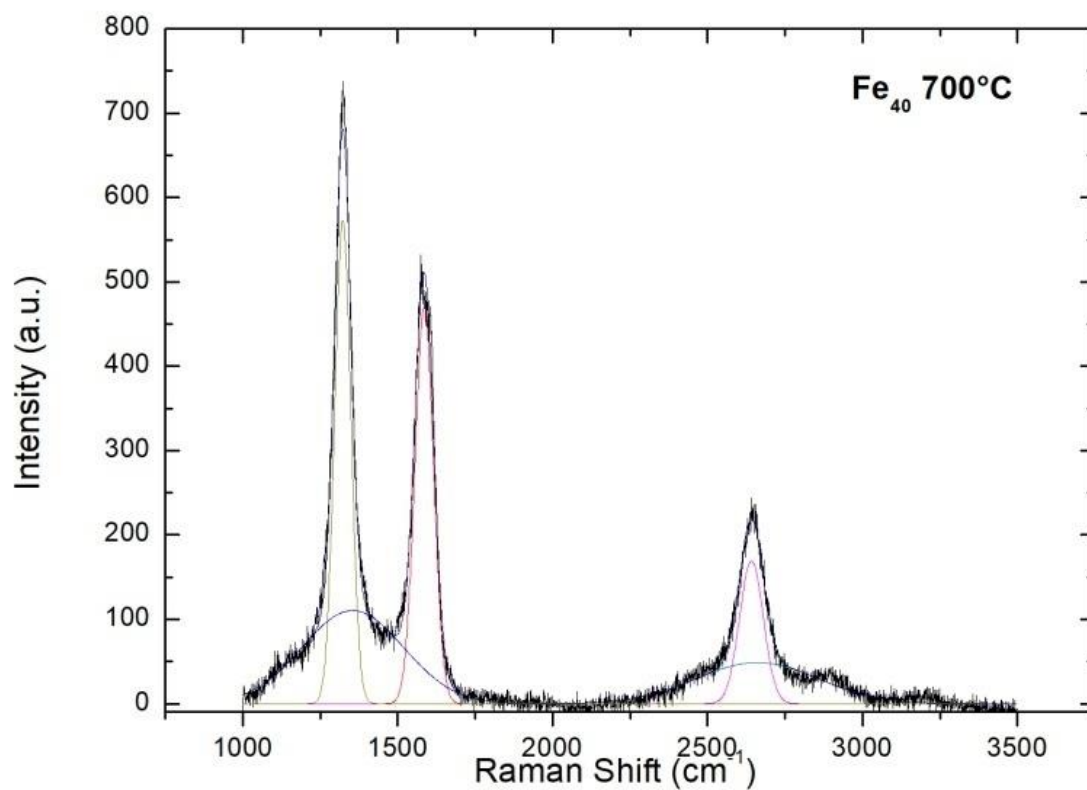
Fuente: Elaboración Propia

### 3.3.11.2. Espectroscopia de Raman

La espectroscopia Raman confirma la presencia de los nanotubos de carbono. Para la deconvolución de las bandas, se utilizaron las curvas de ajustes Lorentziana y Gaussiana.

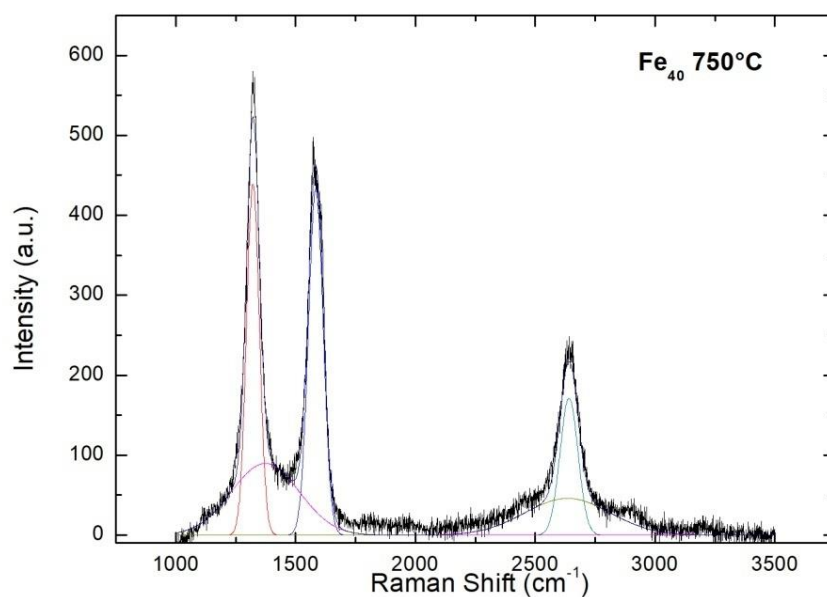


### Catalizador Fe<sub>40</sub>Ni<sub>10</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>



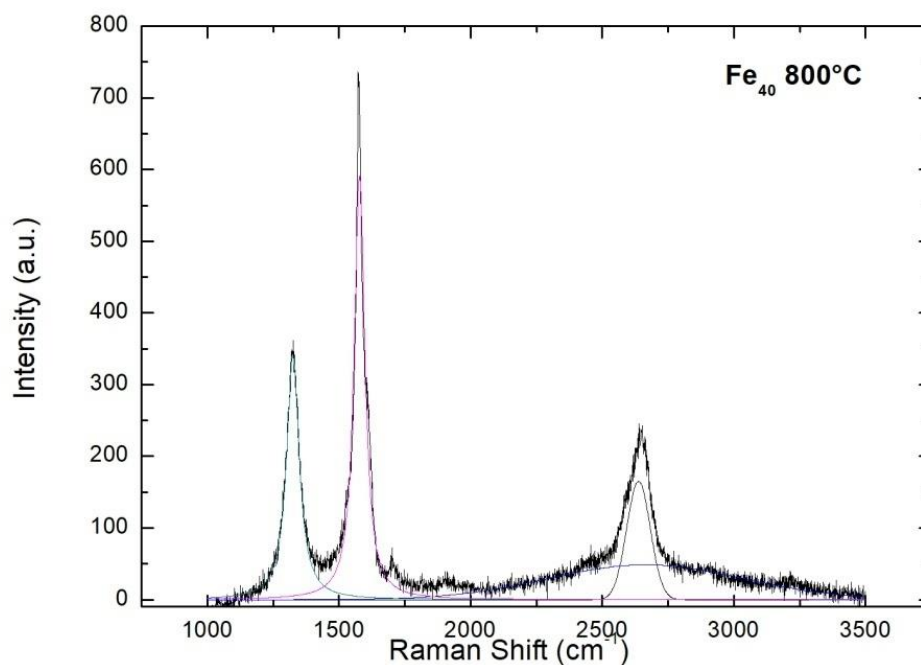
**Figura 3- 30** Ensayo de Espectroscopia de Raman del Catalizador Fe<sub>40</sub>Ni<sub>10</sub> Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> a 700°C

Fuente: Elaboración Propia



**Figura 3- 31** Ensayo de Espectroscopia de Raman del Catalizador Fe<sub>40</sub>Ni<sub>10</sub> Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> a 750°C

Fuente: Elaboración Propia



**Figura 3- 32** Ensayo de Espectroscopia de Raman del Catalizador Fe<sub>40</sub>Ni<sub>10</sub> Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> a 800°C

Fuente: Elaboración Propia

### Catalizador Fe<sub>50</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

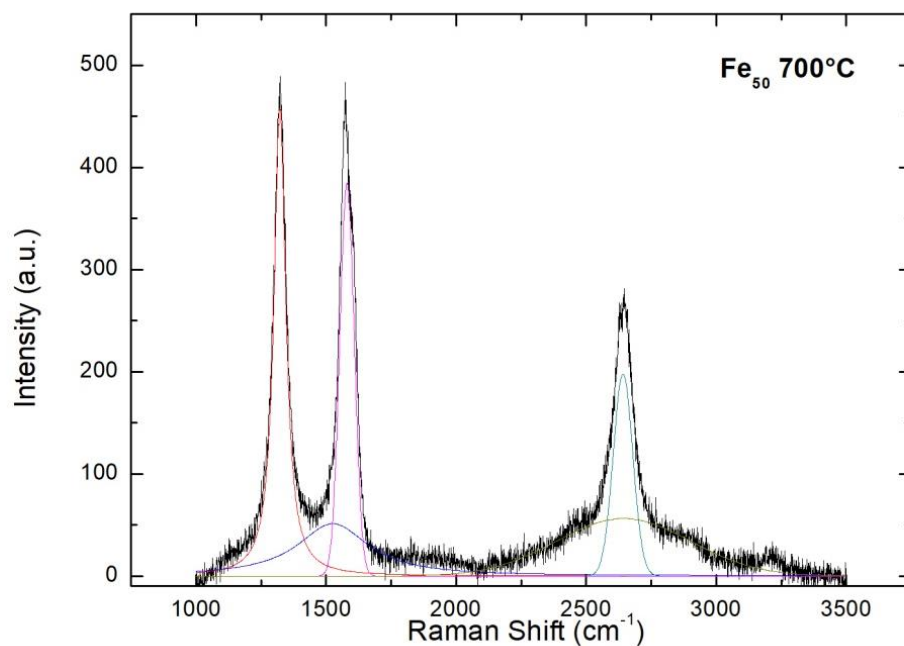


Figura 3- 33 Ensayo de Espectroscopia de Raman del Catalizador Fe<sub>50</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> a 700°C

Fuente: Elaboración Propia

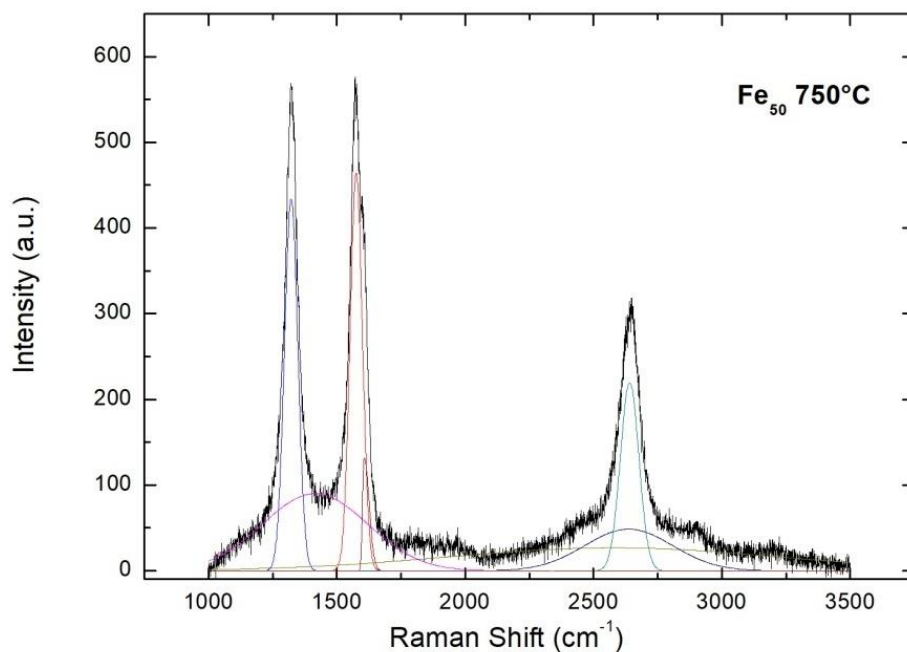


Figura 3- 34 Ensayo de Espectroscopia de Raman del Catalizador Fe<sub>50</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> a 750°C

Fuente: Elaboración Propia

### 3.4. Aplicación de los Nanoestructuras de Carbono como Reforzante

#### 3.4.1. Materiales y Equipos

##### 3.4.1.1. Equipos

- Brabender
- Prensa Brabender
- Balanza analítica
- Equipo de ensayos de tracción
- Equipo de ensayos de charpy
- Equipo de ensayos de dureza
- Vernier electrónico

##### 3.4.1.2. Materiales

- Crisoles
- Pinzas
- Espátula
- Frascos
- Pellets de PP virgen
- Cera
- Alcohol Polivinilico

#### 3.4.2. Procedimiento

Las normas utilizadas para los distintos ensayos mecánicos fueron:

- Ensayo de tracción : Norma ASTM D 63 (Materials, “Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics”, 2003)
- Ensayo de Charpy: Norma ASTM D 256 (Materials, “Standard Test Methods for Determining the Izod Pendulum Impact Resistance of Plastics”, 2005)
- Ensayo de Dureza: Norma ASTM D 2240 (Materials, “Standard Test Method for Rubber Property— Durometer Hardness”, 2010)

Se prepararon 3 tipos de probetas normalizadas para la realización de los tres ensayos mecánicos seleccionados, así poder comparar las diferentes propiedades mecánicas de cada matriz polimérica. Los ensayos seleccionados fueron el ensayo de

dureza, el ensayo de charpy y el ensayo de tracción; dando como resultado unas 28 probetas normalizadas como se muestra en la tabla.

**Tabla 3- 15 Numero de Probetas Normalizadas para los ensayos mecánicos**

Ensayos Mecánicos	Muestra				Total
	PP	PP + NTC (Fe40 Ni10)	PP + NTC (Fe50)	PP + NFC	
	Probetas Normalizadas				
Tracción	3	3	3	3	12
Charpy	3	3	3	3	12
Dureza	1	1	1	1	4
				<b>Total de probetas</b>	<b>28</b>

Fuente: Elaboración Propia

Se realizó la preparación del reforzante de NTC y NFC en una matriz de polipropileno con un porcentaje de 5% en peso. Se definió la metodología para la obtención de probetas normalizadas y posteriormente realizar los ensayos mecánicos de dureza, impacto y tracción.

### 3.4.3. Preparación de las probetas normalizadas:

Para la preparación de las probetas normalizadas, en primer lugar, se pesó las cantidades de muestra de NTC obtenida por los dos catalizadores sintetizados (Fe50/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y Fe40Ni10/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), de NFC y de PP, para cada probeta normalizada.

Se realizaron 17 pruebas para la obtención de las 28 probetas normalizadas; las cuales nos generan una plancha de la mezcla ya establecida, ya sea en caso de Nanotubos con el polipropileno o nanofibras con el polipropileno para ello se realizó el siguiente procedimiento.

#### 3.4.3.1. Procedimiento de obtención de la mezcla

##### Procedimiento de obtención de probetas para ensayo de tracción

En primer lugar, se pesó las diferentes cantidades de muestra para la obtención de las probetas en una balanza electrónica como se muestra en la figura 3-35. La primera con el PP virgen al 100% en peso; en la segunda, tercera y cuarta probeta se

utilizó una mezcla con una proporción de 5% de NTC o NFC y 95% de PP virgen según sea el caso.

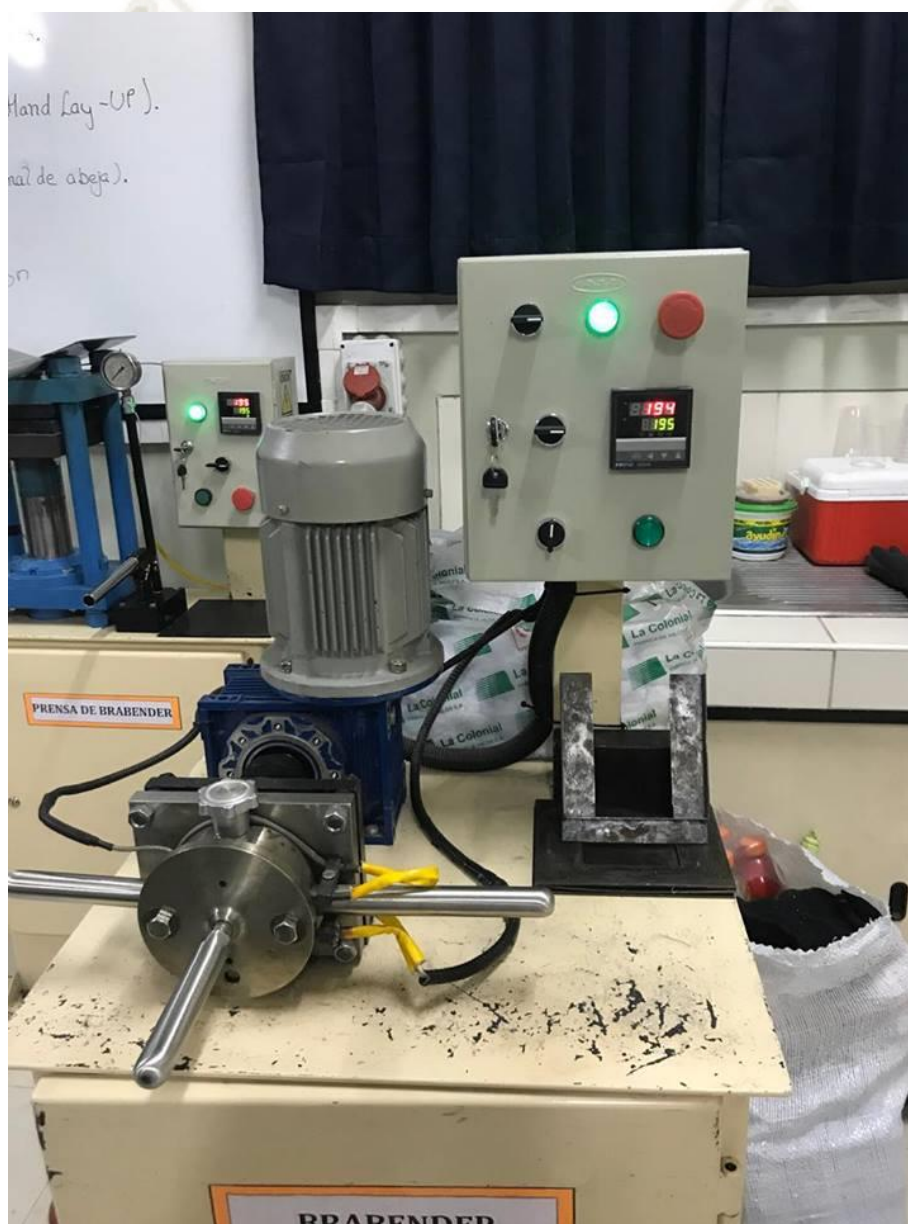


**Figura 3- 35 Pesado de Muestras de NTC- NFC y Pellets PP puro**  
Fuente: Elaboración Propia



**Figura 3- 36 de Muestras de NTC y Pellets PP**  
Fuente: Elaboración Propia

Luego de pesar las cantidades de muestra se pasó al equipo Brabender, este equipo es un mezclador que trabaja a temperaturas programadas como se muestra en la figura 3-37. En el equipo Brabender se colocó las muestras de PP puro, los NTC y lo NFC, según sea la proporción de la mezcla de cada probeta, para poder realizar una mezcla homogénea a una temperatura de  $195^{\circ}\text{C}$  y por un tiempo establecido para cada caso. Se realizó el mismo Procedimiento para las cuatro tipos de probetas obtenidas, una con el PP virgen puro y las otras con los dos tipos de catalizadores sintetizados para NTC y las nanofibras de carbono obtenidas en el laboratorio.



**Figura 3- 37 Equipo Brabender**  
Fuente: Elaboración Propia



**Figura 3- 38 Mezclado de Muestras de NTC y Pellets de PPpuro en el Equipo Brabender**

Fuente: Elaboración Propia

Al sacar la muestra del equipo brabender se mostró una mezcla homogénea de apariencia pastosa. En el caso de PP puro tenían un color blanco – Transparente, la mezcla de PPpuro y NFC un color negro – trasparente y la mezcla de PPpuro y NTC un color negro intenso como se puede ver en la figura 3-39.



**Figura 3- 39 Mezcla de PPpuro y NTC**

Fuente: Elaboración Propia



Luego se pasa a la etapa de prensado en equipo de Prensa brabender que se muestra en la figura 3-40. Para realizar el prensado se usó dos planchas planas de acero inoxidable las cuales debieron ser preparadas en su superficie con alcohol polivinílico y cera, esto se debe para que la mezcla no se adhiera a la plancha al momento del prensado. El prensado se realizó a una temperatura de  $195^{\circ}\text{C}$  por un tiempo establecido. Se obtuvo una plancha delgada de aproximadamente 3 mm de espesor en cada caso como se muestra en la figura 3-42.



**Figura 3- 40 Prensa Brabender**  
Fuente: Elaboración Propia



**Figura 3- 41 Planchas de acero inoxidable para prensado**  
Fuente: Elaboración Propia



**Figura 3- 42 Prensado de la mezcla PP+NTC(Fe40Ni10)**  
Fuente: Elaboración Propia

### 3.4.3.2. Probeta normalizada para ensayo de Tracción:

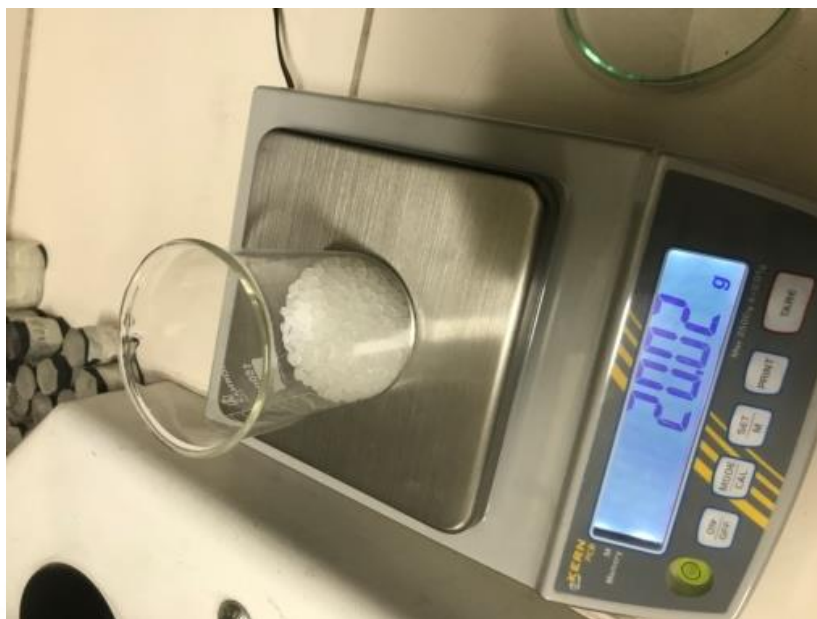
Al obtener la plancha de la mezcla se utilizó una troqueladora con un molde normalizado para ensayos de tracción de plásticos, como se podrá ver en la figura 3-43. Obteniendo así las diferentes probetas para posteriormente realizar el ensayo.



**Figura 3- 43 Probeta para ensayo de Tracción Mecánico**  
Fuente: Elaboración Propia

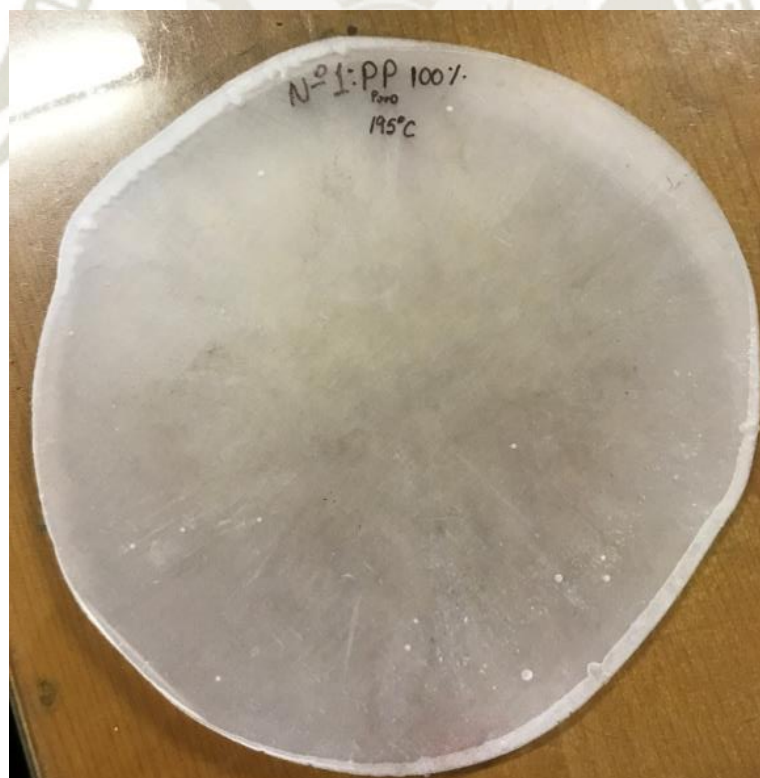
### **Probeta de tracción de PP virgen:**

Para la obtención de esta probeta se trabajó con 20.02g de PP virgen, con una temperatura del brabender de 185°C por un tiempo de 12 minutos para poder obtener una mezcla homogénea, posteriormente prensarla a una presión de 20 PSI y una temperatura de 195°C por un tiempo de 7 minutos; dando como resultado una plancha delgada de color blanquecino, aproximadamente de 3 mm de espesor, en algunas partes de la plancha se podía apreciar presencia de burbujas de aire, como se muestra en la figura 3-45.



**Figura 3- 44 Peso de PP virgen puro**

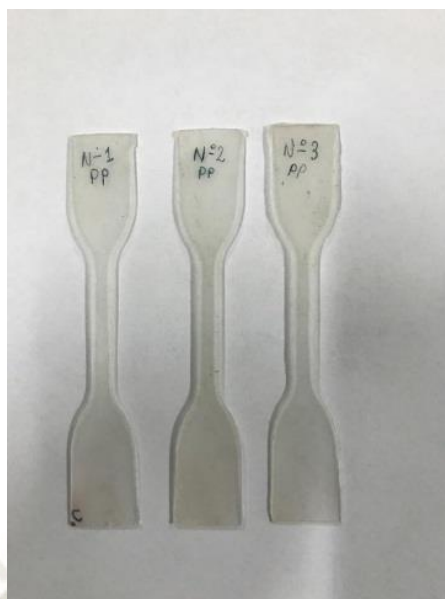
Fuente: Elaboración Propia



**Figura 3- 45 Plancha de PP virgen**

Fuente: Elaboración Propia

Al obtener la plancha delgada de PP virgen se utilizó el molde normalizado en la troqueladora como lo mencionamos anteriormente obteniéndose 3 probetas normalizadas, como se puede apreciar en la figura 3-46.



**Figura 3- 46 Probetas de PP puro para el ensayo de Tracción**

Fuente: Elaboración Propia

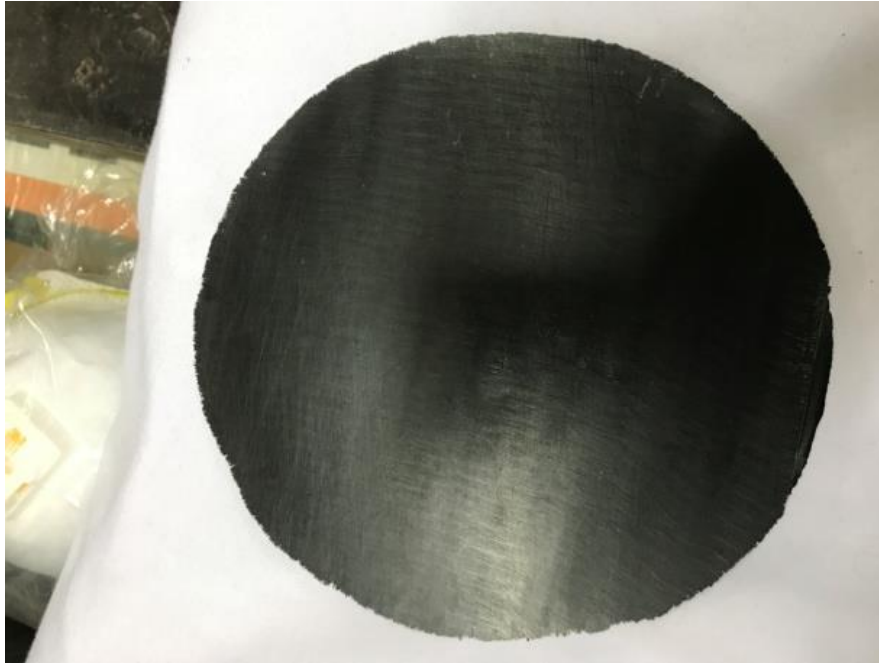
#### **Probeta de tracción de PP + NTC (Fe40 Ni10)**

Para la obtención de esta probeta se trabajó con una proporción de 5 % en peso de la mezcla, lo que se peso fue 19.02g de PP virgen y 1g de NTC (Fe40 Ni10) , con una temperatura del brabender de 195°C por un tiempo de 8 minutos se obtuvo una mezcla homogénea de superficie pastosa de color negro, posteriormente al prensarla a una presión de 20 PSI y una temperatura de 195°C por un tiempo de 7 minutos; dando como resultado una plancha delgada de estructura uniforme de color negro uniforme en su tonalidad, aproximadamente de 3 mm de espesor, como se muestra en la figura 3-48.



**Figura 3- 47 Muestra de PP virgen y NTC (Fe40 Ni10)**

Fuente: Elaboración Propia



**Figura 3- 48 Mezcla de PP virgen y NTC (Fe40 Ni10)**

Fuente: Elaboración Propia

Al obtener la plancha de la Mezcla de PP virgen y NTC (Fe40 Ni10) se utilizó el molde normalizado en la troqueladora, obteniéndose 3 probetas normalizadas, como se puede apreciar en la figura 3-49.



**Figura 3- 49 Probetas de PP virgen y NTC (Fe40 Ni10) para el ensayo de Tracción**

Fuente: Elaboración Propia

#### **Probeta de tracción de PP + NTC (Fe50)**

Para la obtención de esta probeta se trabajó con una proporción de 5 % en peso de la mezcla, lo que se peso fue 18.99g de PP virgen y 1.01g de NTC (Fe50) , con

una temperatura del brabender de 195°C por un tiempo de 8 minutos se obtuvo una mezcla homogénea de superficie pastosa de color negro, posteriormente al prensarla a una presión de 20 PSI y una temperatura de 195°C por un tiempo de 7 minutos; dando como resultado una plancha delgada de estructura uniforme de color negro intenso uniforme en su tonalidad, aproximadamente de 3 mm de espesor, como se muestra en la figura 3-51.



**Figura 3- 50 Muestra de la mezcla de PP virgen y NTC (Fe50) salida del brabender**  
Fuente: Elaboración Propia



**Figura 3- 51 Mezcla de PP virgen y NTC (Fe50)**  
Fuente: Elaboración Propia

Al obtener la plancha de la Mezcla de PP virgen y NTC (Fe50) se utilizó el molde normalizado en la troqueladora, obteniéndose 3 probetas normalizadas, como se puede apreciar en la figura 3-52.



**Figura 3- 52 Probetas de PP virgen y NTC (Fe40 Ni10) para el ensayo de Tracción**  
Fuente: Elaboración Propia

#### **Probeta de tracción de PP + NFC (Ni50)**

Para la obtención de esta probeta se trabajó con una proporción de 5 % en peso de la mezcla, lo que se peso fue 19.01g de PP virgen y 1.01g de NTC (Fe50) , con una temperatura del brabender de 195°C por un tiempo de 8 minutos se obtuvo una mezcla homogénea de superficie pastosa de color negro, posteriormente al prensarla a una presión de 20 PSI y una temperatura de 195°C por un tiempo de 7 minutos; dando como resultado una plancha delgada de superficie lisa de color negro con pequeñas porosidades transparentes de color negro, aproximadamente de 3 mm de espesor, como se muestra en la figura 3-54.



**Figura 3- 53 Muestra de PP virgen y NFC (Ni50)**  
Fuente: Elaboración Propia





**Figura 3- 54 Mezcla de PP virgen y NTC (Ni50)**  
Fuente: Elaboración Propia

Al obtener la plancha de la Mezcla de PP virgen y NTC (Ni50) se utilizó el molde normalizado en la troqueladora, obteniéndose 3 probetas normalizadas, como se puede apreciar en la figura 3-55.

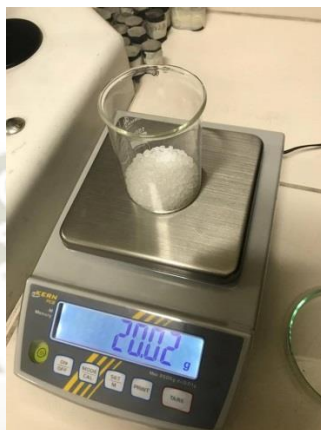


**Figura 3- 55 Probetas de PP virgen y NTC (Ni50) para el ensayo de Tracción**  
Fuente: Elaboración Propia

### 3.4.3.3. Probeta normalizada para ensayo de Charpy:

#### Procedimiento de obtención de probetas para ensayo de Charpy

Al igual que la obtención de las probetas de tracción se empieza pesando los materiales a las diferentes concentraciones de mezcla como ya se mencionó anteriormente.



**Figura 3- 56 Pesado de Muestras de Pellets PP puro**

Fuente: Elaboración Propia

Luego de pesar las cantidades de muestra se pasó al equipo Brabender. En el equipo Brabender se colocó las muestras de PP puro, los NTC y lo NFC, según sea la proporción de la mezcla de cada probeta, para poder realizar una mezcla homogénea a una temperatura de 195°C y por un tiempo establecido para cada caso. El tiempo aproximado de la mezcla es de unos 8 minutos, al ver que la mezcla está completamente homogénea se pasa a retirarla para llevarla al molde para el ensayo de charpy.



**Figura 3- 57 Equipo Brabender**  
Fuente: Elaboración Propia



**Figura 3- 58 Molde para ensayo de Charpy**  
Fuente: Elaboración Propia

Luego se pasa a la etapa de prensado en equipo de Prensa brabender, para ello la mezcla obtenida en el bradender se va acomodando en el molde para posteriormente prensarla y obtener las probetas para el ensayo. Para realizar el prensado se usó dos planchas planas de acero inoxidable las cuales debieron ser preparadas en su superficie con alcohol polivinilico y cera, esto se debe para que la mezcla no se adhiera a la plancha al momento del prensado. El prensado se realizó en a una temperatura de 195°C por un tiempo 8 minutos. Se obtuvo unas probetas solidas de superficie lisa.



**Figura 3- 59 Introducción de la mezcla a la matriz para ensayo de Charpy**

Fuente: Elaboración Propia

**Probeta de Charpy de PP virgen:**

Para la obtención de esta probeta se trabajó con 27g de PP virgen, con una temperatura del brabender de 210°C por un tiempo de 10 minutos para poder obtener una mezcla homogénea, posteriormente prensarla a una presión de 60 PSI y una temperatura de 210°C por un tiempo de 8 minutos; dando como resultado una probeta de color blanco transparente y una superficie lisa; con un peso aproximado por probeta de 14.5g. En esta probeta se puede apreciar una matriz que todos los pellets de PP no fueron completamente fundidos en el proceso como se muestra en la figura 3-60.



**Figura 3- 60 Probetas de Charpy de PP puro**

Fuente: Elaboración Propia

**Probeta de tracción de PP + NTC (Fe40 Ni10)**

Para la obtención de esta probeta se trabajó con una proporción de 5 % en peso de la mezcla, lo que se peso fue 23.76 de PP virgen y 1.25g de NTC (Fe40 Ni10) , con una temperatura del brabender de 195°C por un tiempo de 8 minutos se obtuvo una mezcla homogénea de superficie pastosa de color negro, posteriormente al prensarla a una presión de 60 PSI y una temperatura de 195°C por un tiempo de 8 minutos; dando como resultado una probeta solida con poca presencia de poros y de un color negro intenso.



**Figura 3- 61 Probetas de Charpy de PP + NTC (Fe40 Ni10)**

Fuente: Elaboración Propia

### **Probeta de Charpy de PP + NFC (Ni50)**

Para la obtención de esta probeta se trabajó con una proporción de 5 % en peso de la mezcla, lo que se peso fue 47.5g de PP virgen y 2.5g de NTC (Fe50) , con una temperatura del brabender de 195°C por un tiempo de 8 minutos se obtuvo una mezcla homogénea de color negro, posteriormente al prensarla a una presión de 60 PSI y una temperatura de 195°C por un tiempo de 8 minutos; dando como resultado una probeta de color negro oscuro sin presencia de poros, de una superficie lisa.



**Figura 3- 62 Probetas de Charpy de PP + NFC (Ni50)**

Fuente: Elaboración Propia

### **Probeta de Charpy de PP + NFC (Ni50)**

Para la obtención de esta probeta se trabajó con una proporción de 5 % en peso de la mezcla, lo que se peso fue 47.5g de PP virgen y 2.5g de NTC (Fe50), con una temperatura del brabender de 195°C por un tiempo de 8 minutos, posteriormente al prensarla a una presión de 70 PSI y una temperatura de 195°C por un tiempo de 8 minutos; dando como resultado una probeta de superficie lisa de color negro de baja intensidad, sin porosidades.

#### **3.4.3.4. Probeta normalizada para ensayo de Dureza:**

##### **Procedimiento de obtención de probetas para ensayo de Dureza**

Se aplica en mismo procedimiento realizado ara las probetas de charpy y tracción; se inicia en preceso pesando las cantidades de la mezcla, como lo mencionamos anteriormente PP puro, y las mezclas al 5 % en peso de PP con nanotubos o nanofibras de carbono.

Luego de pesar las cantidades de muestra se pasó al equipo Brabender. En el equipo Brabender se colocó las muestras de PP puro, los NTC y lo NFC, según sea la proporción de la mezcla de cada probeta, para poder realizar una mezcla homogénea a una temperatura de  $195^{\circ}\text{C}$  y por un tiempo establecido para cada caso. El tiempo aproximado de la mezcla es de unos 8 minutos, al ver que la mezcla está completamente homogénea se pasa a retirarla para llevarla al molde de ensayo de Dureza

Luego se pasa a la etapa de prensado en equipo de Prensa brabender, para ello la mezcla obtenida en el bradender se va acomodando en el molde para posteriormente prensarla y obtener las probetas para el ensayo. Para realizar el prensado se usó dos planchas planas de acero inoxidable las cuales debieron ser preparadas en su superficie con alcohol polivinilico y cera, esto se debe para que la mezcla no se adhiera a la plancha al momento del prensado. El prensado se realizó en a una temperatura de  $195^{\circ}\text{C}$  por un tiempo 8 minutos. Se obtuvo unas probetas solidas de superficie lisa.



**Figura 3- 63 Molde para ensayo de Dureza**

Fuente: Elaboración Propia

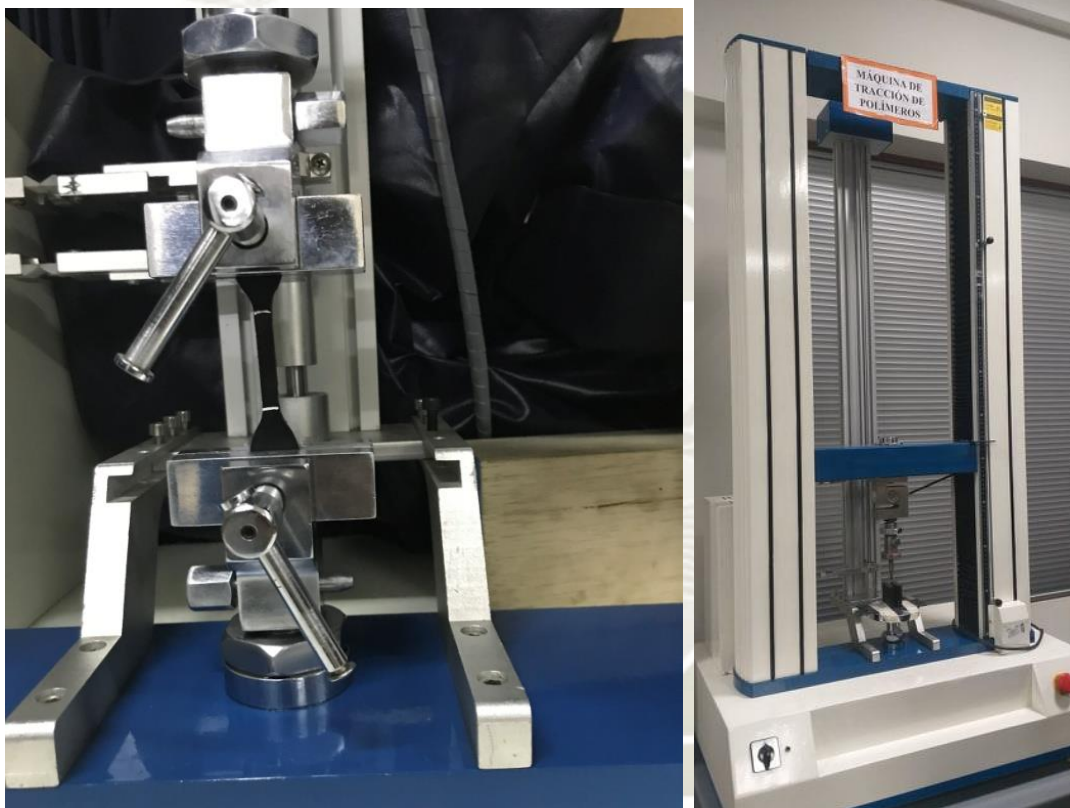
El prensado se realizo con una presion de 60 psi, subiendo la presion de manera graduada para poder eliminar la mayor cantidad de burbujas de aire que se presentan en el proceso.

En este proceso se obtuvo las distintas probetas para los ensayos mecanicos. Se obtuvo en total 9 probetas para el ensayo de tracción, 3 de cada mezcla reforzante

(NTC-Fe50/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> y NTC-Fe40Ni10/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) y 3 de PP puro; igualmente 9 probetas para el ensayo de charpy y 3 probetas para el ensayo de dureza.

Las probetas se ensayaron en el laboratorio de Materiales de la universidad Católica de Santa María, los equipos utilizados se muestran en las siguientes figuras 3-64,3-65 y 3-66.

Se realizó 9 ensayos de tracción, 9 ensayos de Charpy y 9 ensayos de dureza



**Figura 3- 64 Equipo para ensayos de Tracción**  
Fuente: Elaboración Propia





**Figura 3- 65 Equipo de ensayo de Charpy**  
Fuente: Elaboración Propia



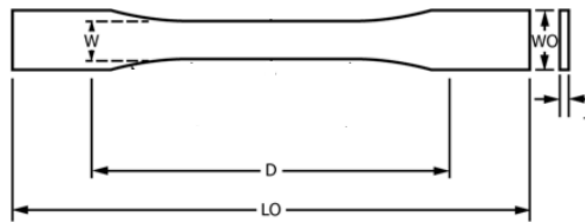
**Figura 3- 66 Equipo para ensayo de Dureza**  
Fuente: Elaboración Propia

### 3.4.4. Resultados de los Ensayos

#### 3.4.4.1. Ensayo de Tracción:

Para el ensayo de tracción se usó el equipo mostrado en la figura 3-64, en el cual se ensayaron tres probetas por cada material reforzante y puro, obteniendo un promedio para obtener la resistencia a la tracción de los reforzantes.

ASTM D638 - 14



**Figura 3- 67 Longitudes de la probeta según Norma ASTM D 63**

Fuente: (Materials, “Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics”, 2003)

**Tabla 3- 16 Medidas de probetas de ensayo de Tracción**

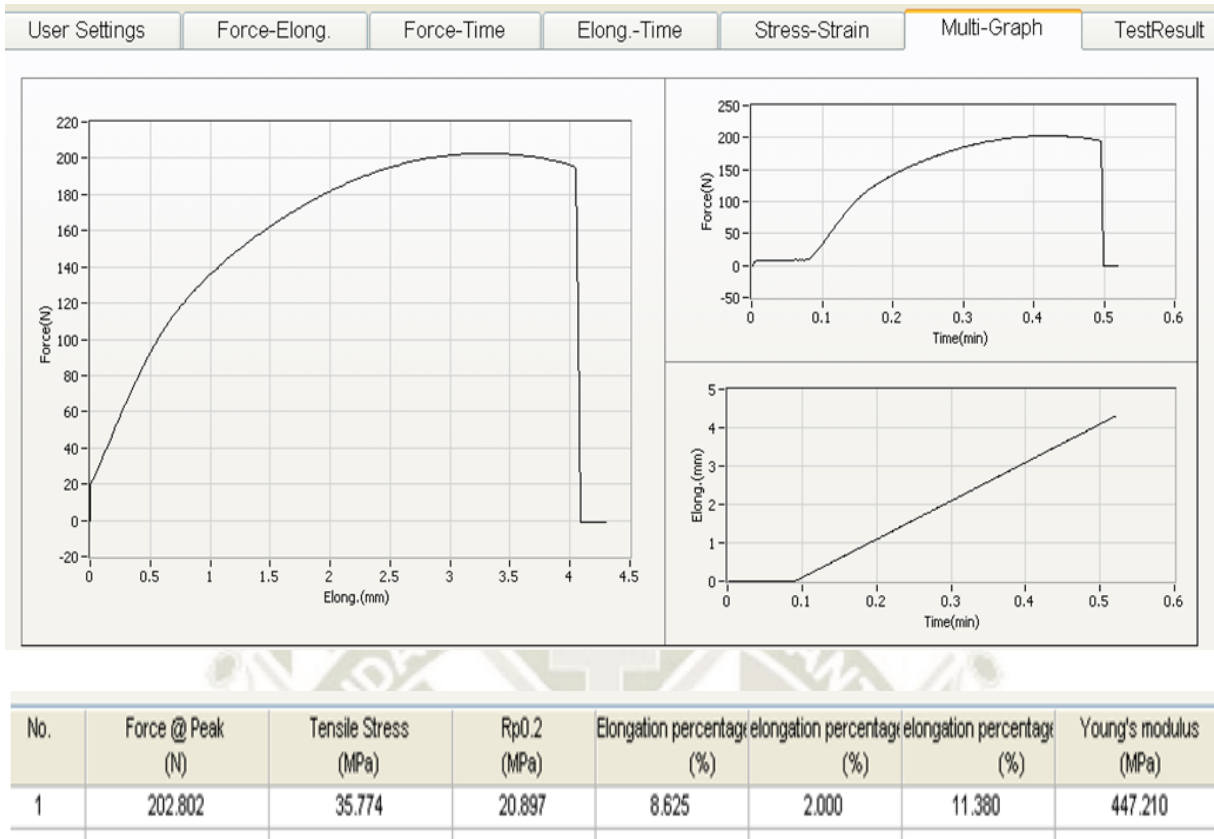
Ensayo de Tracción (Medida de Probetas)						
Material		Lo	D	W	T	Unidad
PP Puro	Probeta 1	117.73	37.75	6.37	0.89	mm
	Probeta 2	118.4	37.14	6.37	0.89	mm
	Probeta 3	118.2	39.24	6.57	0.83	mm
PP+ NTC(Cat Fe 50 Al2O3)	Probeta 1	117.73	39.68	6.31	0.74	mm
	Probeta 2	117.94	37.8	6.49	0.89	mm
	Probeta 3	116.79	36.49	6.37	0.76	mm
PP+ NTC( Cat Fe 40 Ni10 Al2O3)	Probeta 1	118.42	38.38	6.46	0.93	mm
	Probeta 2	118.05	38.29	6.51	0.86	mm
	Probeta 3	117.51	37.14	0.95	6.57	mm
PP+ NFC	Probeta 1	117.87	36.56	6.57	0.97	mm
	Probeta 2	108.63	35.91	6.57	1.22	mm
	Probeta 3	117.75	36.53	6.65	0.9	mm

Fuente: Elaboración Propia

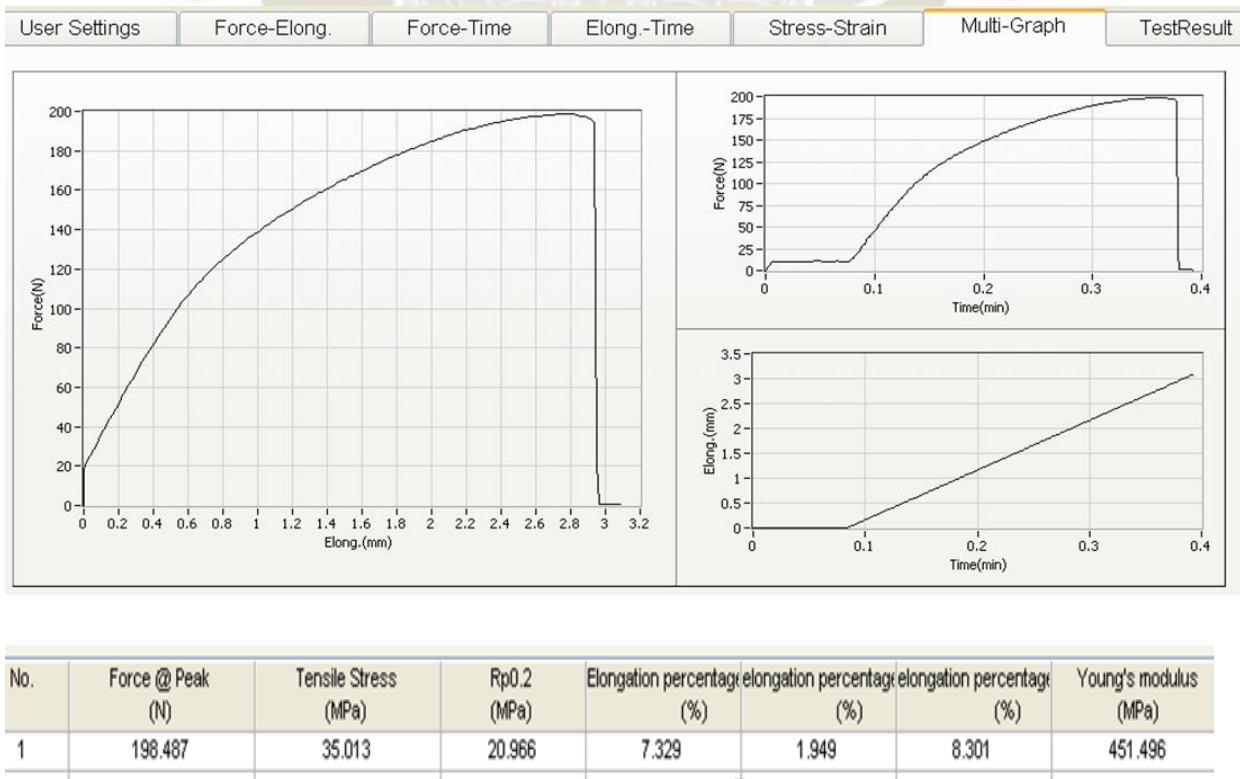
**Tabla 3- 17 Resultados de ensayo de Tracción**

Ensayo de Tracción (MPA)					
Material	Probeta 1	Probeta 2	Probeta 3	Promedio	UNIDAD
PP Puro	35.77	35.01	33.88	34.88	Mpa
PP+ NTC(Cat Fe 50 Al2O3)	32.55	34.56	35.49	34.2	Mpa
PP+ NTC( Cat Fe 40 Ni10 Al2O3)	24.75	30.06	23.82	26.21	Mpa
PP+ NFC	21.9	26.7	15.7	21.43	Mpa

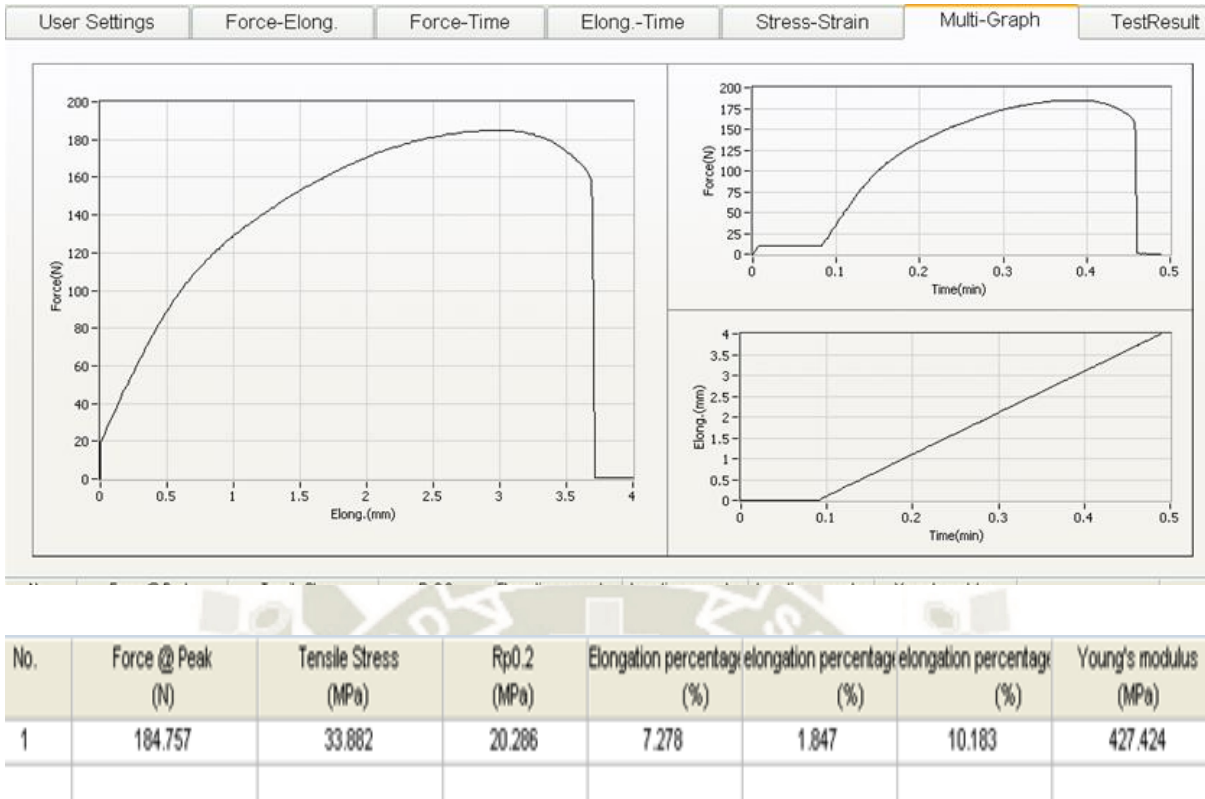
Fuente: Elaboración Propia



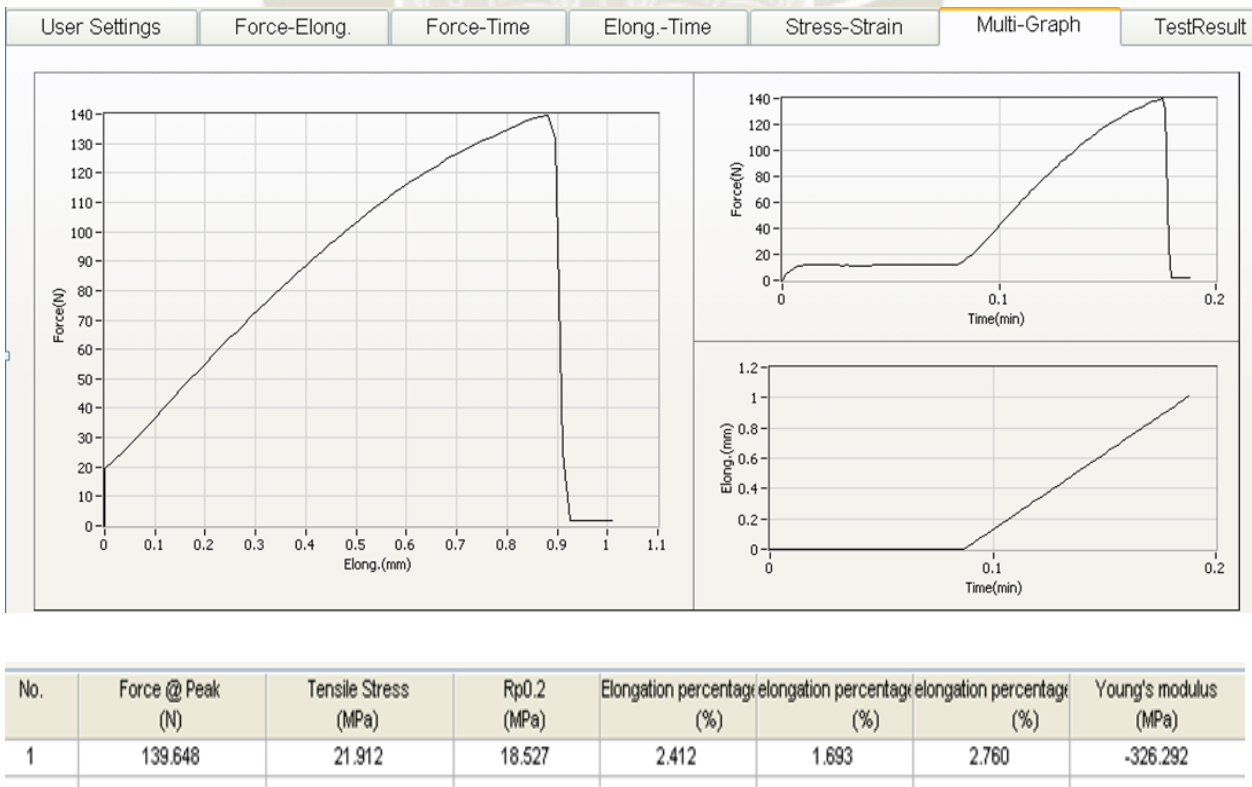
**Figura 3- 68 Diagrama Esfuerzo- Deformación ensayo de Tracción Probeta 1 – PP Puro**  
Fuente: Elaboración Propia



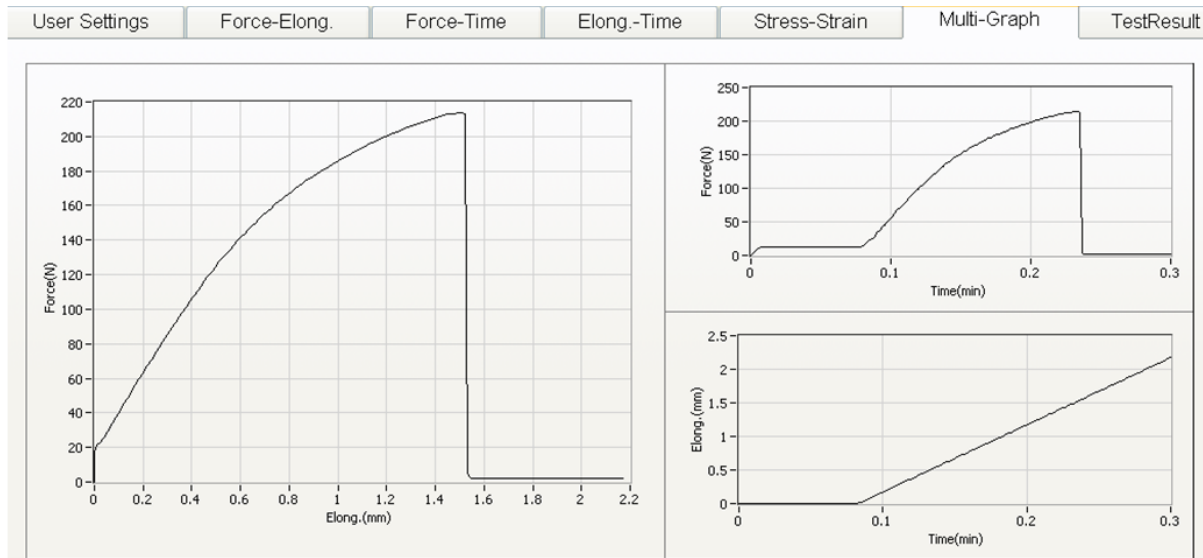
**Figura 3- 69 Diagrama Esfuerzo- Deformación ensayo de Tracción Probeta 2– PP Puro**  
Fuente: Elaboración Propia



**Figura 3- 70 Diagrama Esfuerzo- Deformación ensayo de Tracción Probeta 3– PP Puro**  
Fuente: Elaboración Propia

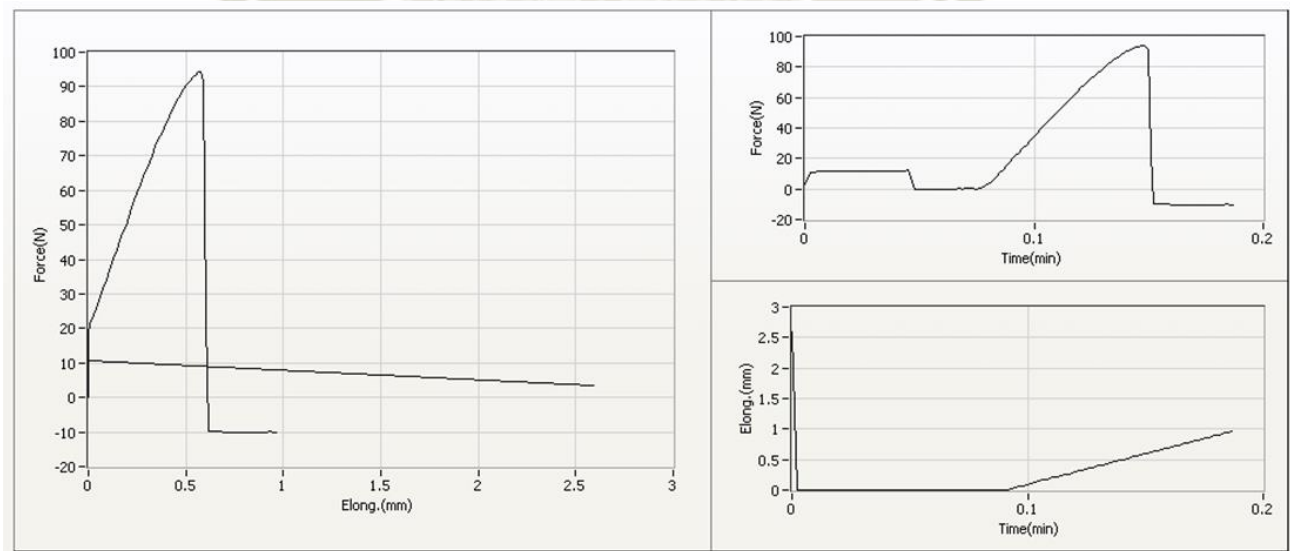


**Figura 3- 71 Diagrama Esfuerzo- Deformación ensayo de Tracción Probeta 1– NFC**  
Fuente: Elaboración Propia



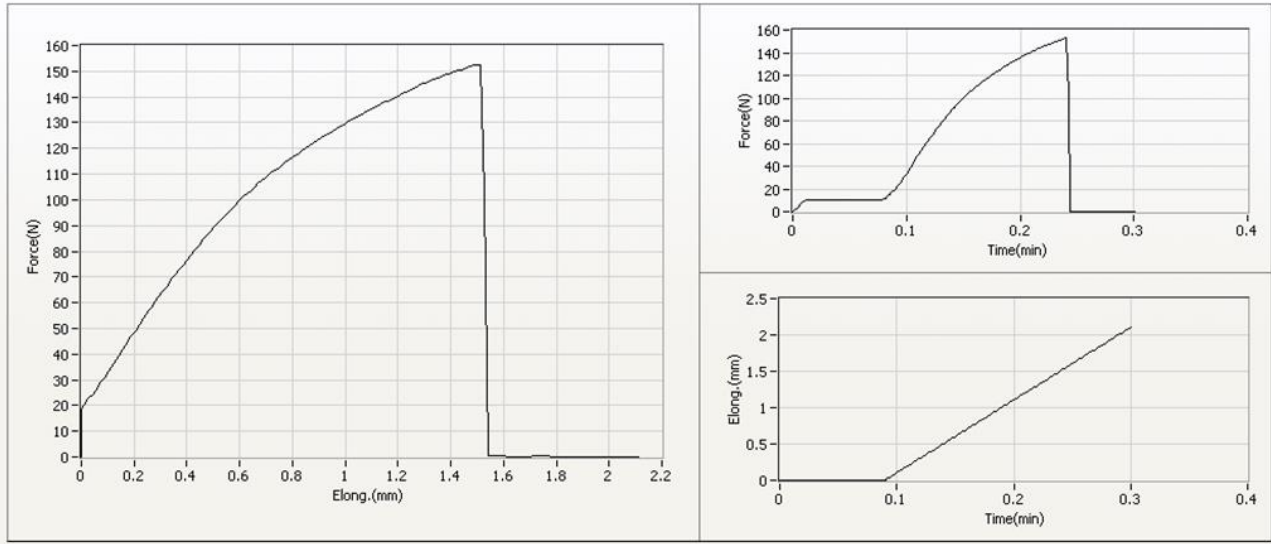
No.	Force @ Peak (N)	Tensile Stress (MPa)	Rp0.2 (MPa)	Elongation percentage (%)	elongation percentage (%)	elongation percentage (%)	Young's modulus (MPa)
1	213.785	26.673	18.745	4.152	1.843	6.043	-304.531

**Figura 3- 72 Diagrama Esfuerzo- Deformación ensayo de Tracción Probeta 2– NFC**  
Fuente: Elaboración Propia



No.	Force @ Peak (N)	Tensile Stress (MPa)	Rp0.2 (MPa)	Elongation percentage (%)	elongation percentage (%)	elongation percentage (%)	Young's modulus (MPa)
1	94.144	15.730	13.633	1.541	1.133	2.641	-16.619

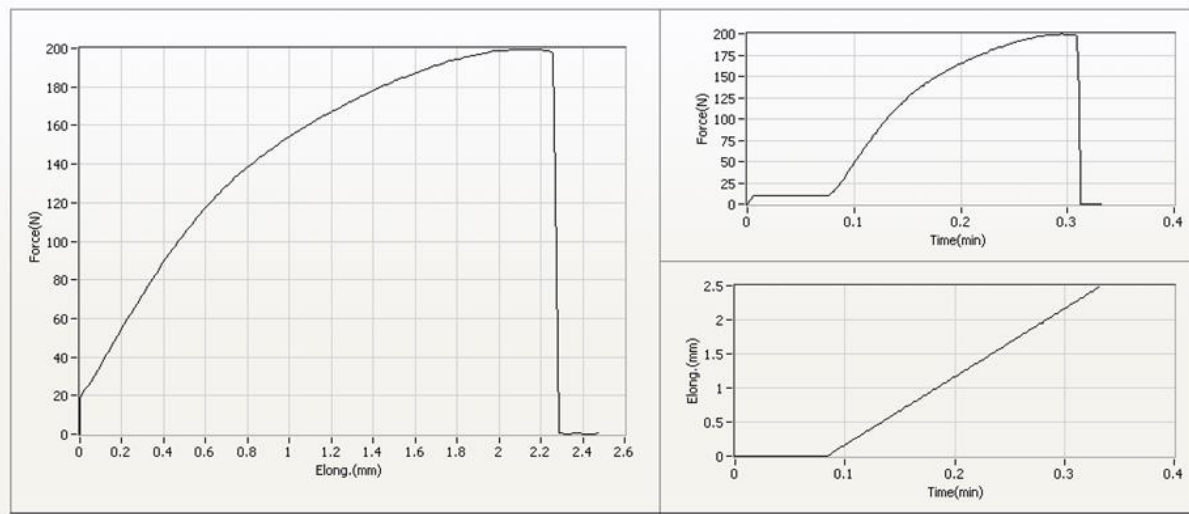
**Figura 3- 73 Diagrama Esfuerzo- Deformación ensayo de Tracción Probeta 3– NFC**  
Fuente: Elaboración Propia



No.	Force @ Peak (N)	Tensile Stress (MPa)	Rp0.2 (MPa)	Elongation percentage (%)	elongation percentage (%)	elongation percentage (%)	Young's modulus (MPa)
1	152.592	32.550	22.676	3.780	1.689	5.325	-407.148

**Figura 3- 74 Diagrama Esfuerzo- Deformación ensayo de Tracción Probeta 1– NTC(Cat Fe 50 Al2O3)**

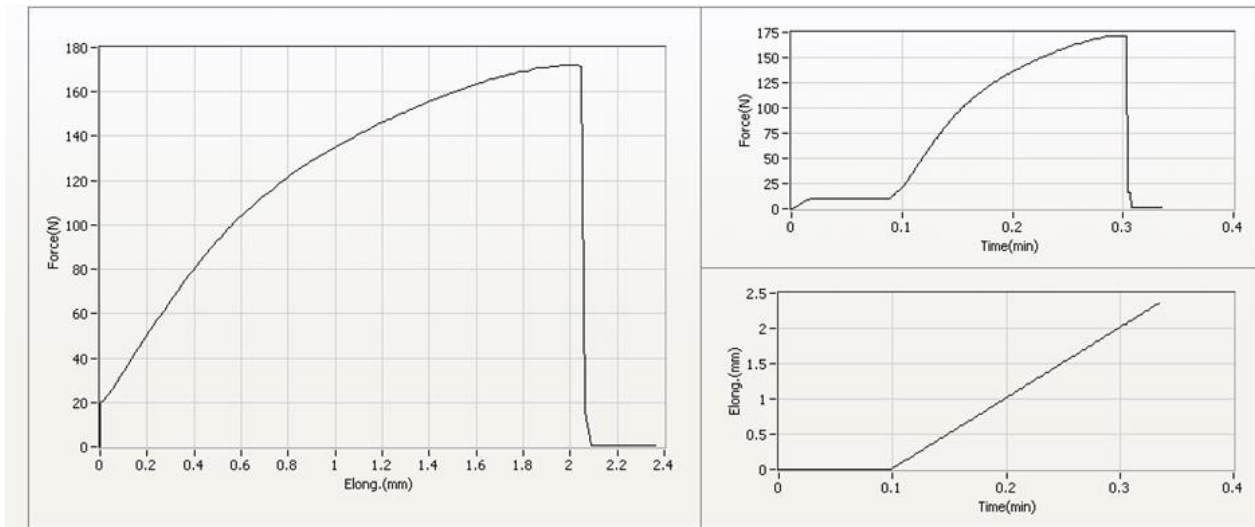
Fuente: Elaboración Propia



No.	Force @ Peak (N)	Tensile Stress (MPa)	Rp0.2 (MPa)	Elongation percentage (%)	elongation percentage (%)	elongation percentage (%)	Young's modulus (MPa)
1	199.664	34.568	22.208	5.582	1.833	6.547	480.728

**Figura 3- 75 Diagrama Esfuerzo- Deformación ensayo de Tracción Probeta 2– NTC(Cat Fe 50 Al2O3)**

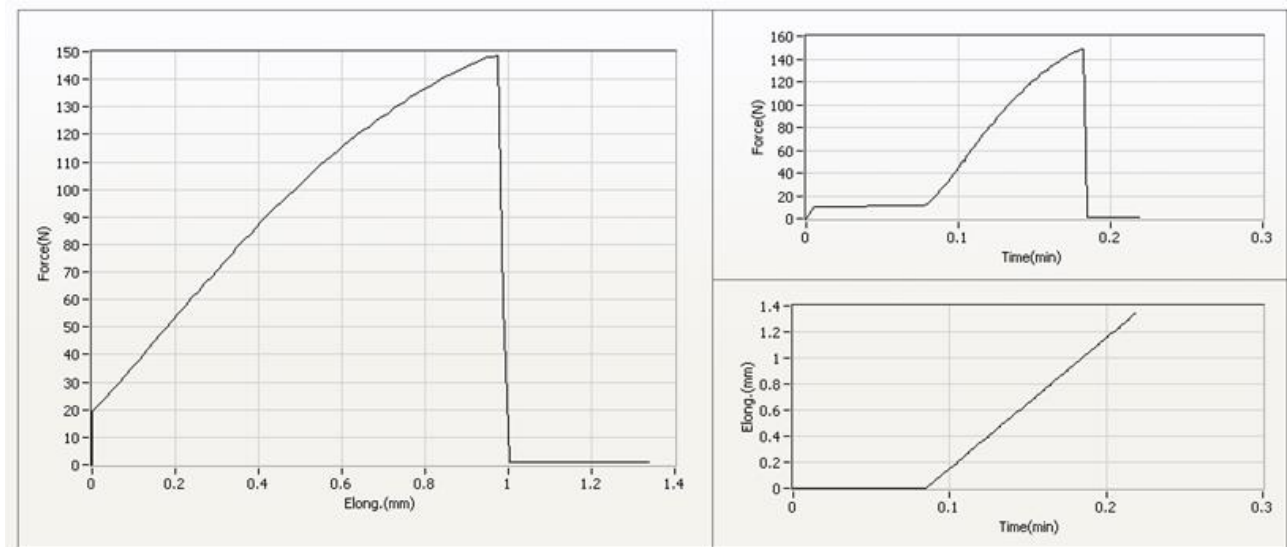
Fuente: Elaboración Propia



No.	Force @ Peak (N)	Tensile Stress (MPa)	Rp0.2 (MPa)	Elongation percentage (%)	elongation percentage (%)	elongation percentage (%)	Young's modulus (MPa)
1	171.813	35.491	22.770	5.374	1.819	6.470	486.763

**Figura 3- 76 Diagrama Esfuerzo- Deformación ensayo de Tracción Probeta 3- NTC(Cat Fe 50 Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)**

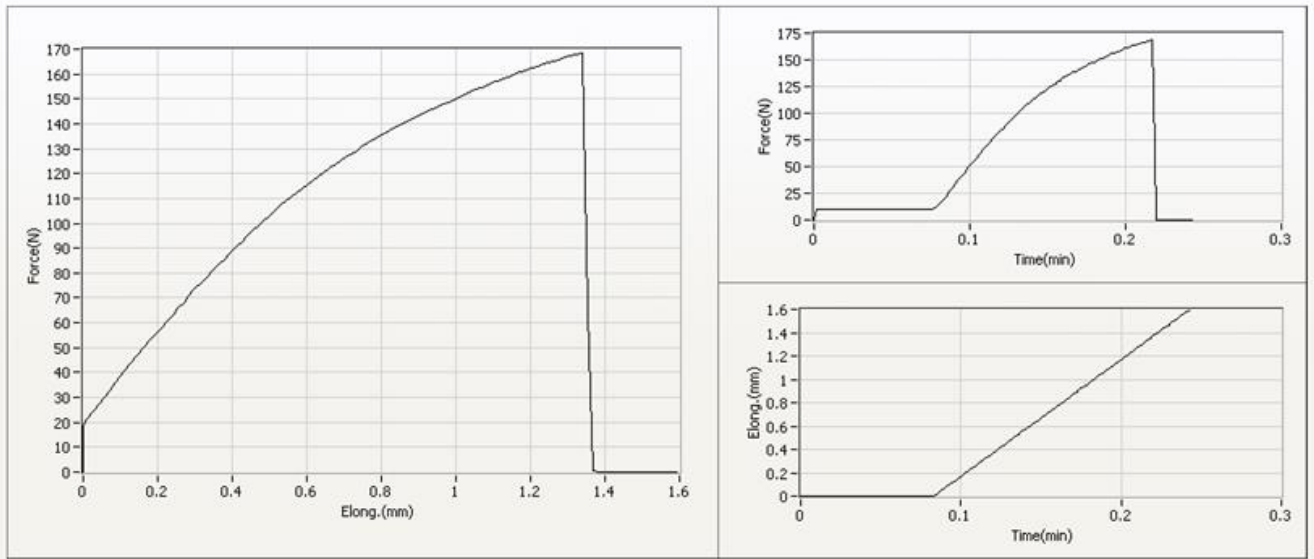
Fuente: Elaboración Propia



No.	Force @ Peak (N)	Tensile Stress (MPa)	Rp0.2 (MPa)	Elongation percentage (%)	elongation percentage (%)	elongation percentage (%)	Young's modulus (MPa)
1	148.670	24.745	21.220	2.538	1.845	3.486	-351.854

**Figura 3- 77 Diagrama Esfuerzo- Deformación ensayo de Tracción Probeta 1- NTC ( Cat Fe 40 Ni<sub>10</sub> Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>)**

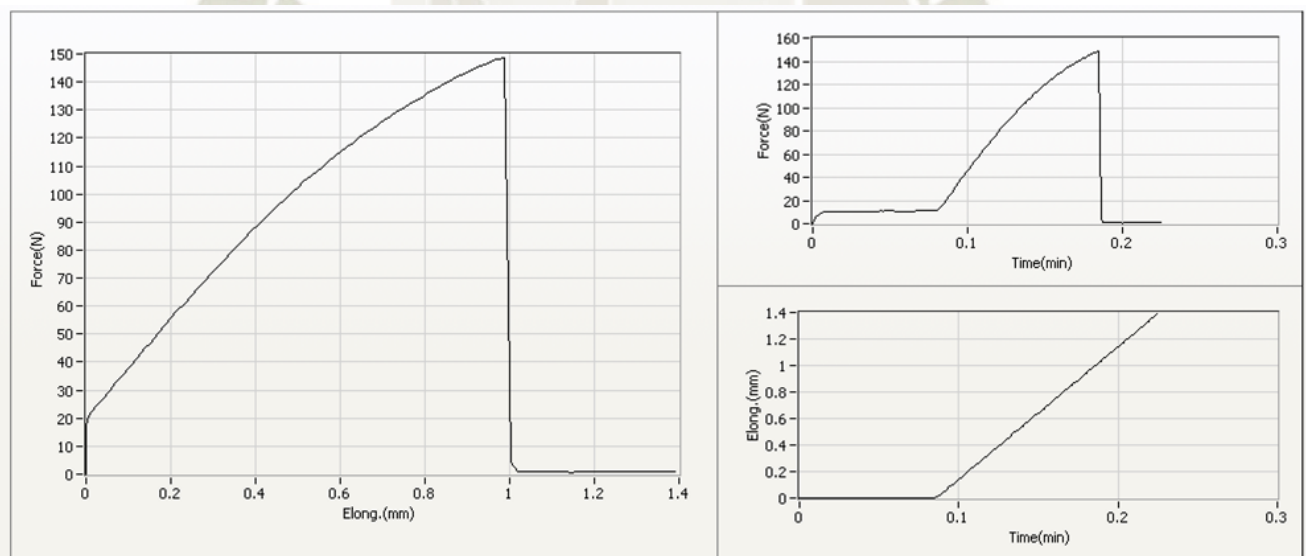
Fuente: Elaboración Propia



No.	Force @ Peak (N)	Tensile Stress (MPa)	Rp0.2 (MPa)	Elongation percentagi (%)	elongation percentagi (%)	elongation percentagi (%)	Young's modulus (MPa)
1	168.282	30.056	21.158	3.497	1.643	4.157	-384.837

**Figura 3- 78 Diagrama Esfuerzo- Deformación ensayo de Tracción Probeta 2– NTC( Cat Fe 40 Ni10 Al2O3)**

Fuente: Elaboración Propia



No.	Force @ Peak (N)	Tensile Stress (MPa)	Rp0.2 (MPa)	Elongation percentagi (%)	elongation percentagi (%)	elongation percentagi (%)	Young's modulus (MPa)
1	148.669	23.818	19.230	2.658	1.731	3.743	-336.044

**Figura 3- 79 Diagrama Esfuerzo- Deformación ensayo de Tracción Probeta 3– NTC( Cat Fe 40 Ni10 Al2O3)**

Fuente: Elaboración Propia



### 3.4.4.2. Ensayo de charpy

Para el ensayo de Charpy se usó el equipo mostrado en la figura 3-65, en el cual se ensayaron tres probetas por cada material reforzante y puro, obteniendo un promedio para obtener la resistencia a la tracción de los reforzantes

**Tabla 3- 18 Resultados de ensayo de Charpy**

Ensayo de Charpy					
Material	Probeta1	Probeta 2	Probeta 3	Promedio	UNIDAD
PP Puro	227.66	187.46	160.16	191.76	J/m
PP+ NTC(Cat Fe 50 Al2O3)	235.15	203.23	161.61	200	J/m
PP+ NTC( Cat Fe 40 Ni10 Al2O3)	186.67	177.47	210.56	191.57	J/m
PP+ NFC	191.7	180.55	183.91	185.39	J/m

Fuente: Elaboración Propia

### 3.4.5. Ensayo de Dureza

Para el ensayo de Dureza se uso el equipo mostrado en la figura 3-66, en el cual se ensayaron tres probetas por cada material reforzante y puro, obteniendo un promedio para obtener la resistencia a la tracción de los reforzantes

**Tabla 3- 19 Resultados de ensayo de Dureza**

Ensayo de Dureza					
Material	Probeta1	Probeta 2	Probeta 3	Promedio	UNIDAD
PP Puro	74	76.8	75	75.27	SHORE D
PP+ NTC(Cat Fe 50 Al2O3)	90.4	87.8	86	88.07	SHORE D
PP+ NTC( Cat Fe 40 Ni10 Al2O3)	81	80.5	79	80.17	SHORE D
PP+ NFC	80	79.5	80	79.83	SHORE D

Fuente: Elaboración Propia

## CONCLUSIONES

- Se obtuvo dos tipos de catalizadores mediante el método de impregnación, el primer catalizador con una concentración de 50% de Fe en una matriz de alúmina, y el segundo catalizador compuesto de 40% de Fe, 10% de Ni en una matriz de alúmina; logrando obtener 9 gramos de cada catalizador.
- Se obtuvo nanotubos de Carbono mediante los dos tipos de catalizadores sintetizados, por el método de deposición química en fase vapor, usando como gas precursor el metano y a una temperatura de 700°C, prueba de ello son los resultados entregados a través del microscopio electrónico de barrido y el ensayo de espectroscopia de Raman de la figura 3-25 a la figura 3-34.
- Se demostró que, a mayor temperatura de crecimiento de los nanotubos, el catalizador se desactiva dando lugar a una poca producción de los NTC en el proceso de obtención, según la tabla 3-14
- La concentración de NTC y NFC en la matriz reforzante fue de 2% en peso, obteniendo así las probetas normalizadas mediante un proceso de fusión; para las cuales las normas usadas fueron: ASTM D63 (Ensayo de Tracción), ASTM D256 (Ensayo de Charpy) y ASTM D2240 (Ensayo de dureza).
- Las Propiedades Mecánicas en la mezcla de la matriz de PP + nanocompuestos de carbono no aumentaron significativamente; debido a la aparición de burbujas de aire dentro de las probetas a ensayar, por lo que se genera una concentración de esfuerzos, lo que perjudicaba drásticamente las propiedades de la matriz polimérica
- Se demostró que los Nanotubos obtenidos por el catalizador Fe50/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> presentan mejores propiedades mecánicas en la matriz polimérica ante las nanofibras de carbono y los nanotubos obtenidos por el catalizador Fe40Ni10/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, según las tablas 3-17, 3-18 y 3-19.

## RECOMENDACIONES

- Se recomienda que después de la obtención de los catalizadores preservarlos en un balón de vidrio al vacío, debido a que ellos son hidros copios y absorben rápidamente la humedad del ambiente; caso contrario realizar un proceso de secado a los catalizadores antes de realizar una prueba para la obtención de nanotubos de carbono.
- Se recomienda utilizar un método de fusión al vacío u otro método en la mezcla de los nanotubos con la matriz polimérica debido a que, en la fusión convencional, se presenta la aparición de burbujas de aire dentro de las probetas a ensayar, por lo que se genera una concentración de esfuerzos, lo que perjudicaba drásticamente las propiedades de la matriz polimérica.
- Se recomienda hacer una purificación de los NTC antes usarlos como reforzantes de una matriz; para prevenir una inadecuada mezcla entre el polímero y los Nanotubos de Carbono.
- Se recomienda aplicar un método de mezcla que permita una buena homogenización de la mezcla y que evite la formación de burbujas de aire.

## BIBLIOGRAFÍA

- A. Rossoll, C. B. (1999). Mechanical aspects of the Charpy Impact Test. Nuclear Engineering and Desing.
- A.S. Al-Fatesh, A. F. (2016). Decomposition of methane over alumina supported Fe and Ni-Fe bimetallic catalyst: effect of preparatiom procedure and calcination temperature. International journal of Saudi Chemical society.
- Ahmad Aqel, K. M.-W. (2010). Carbon nanotubes, science and technology part (I) structure,.
- Ahmed. Sadeq Al-Fatesh, J. A.-D. (2016). Coproduction of Hydrogen and Carbon Filaments from Methane Decomposition over Fe/La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Catalysts. Journal of The Chemical Society Of Pakistan.
- Caicedo Carolina, C. R. (2017). Propiedades Termo- mecánicas del Polipropileno Efectos durante el reprocesamiento. Ingeniería Investigación Y Tecnología.
- Chesnokov, V. V. (s.f.).
- Chichkan, V. V. (2009). Production of hydrogen by methane catalytic decomposition over Ni-Cu-Fe/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. International journal of hydrogen energy .
- Farias Carrillo, R. (2010). Hierrp comercial como sustrato y catalizador en la síntesis de nanotubos de carbono. UNIVERSIDAD NACIONAL AUTÓNOMA DE MÉXICO.
- Gaowei Wang, Y. J. (2013). Production of Hydrogen and Nanocarbon from Catalytic . Energy and Fuels.
- Ibrahim, K. S. (2013). Carbon nanotubes–properties and applications.
- Ignacio Martin Gullon, J. V. (2005). Differences between carbon nanofibers produced using Fe and Ni catalysts in a floating catalyst reactor. International journal of hydrogen energy.
- Inpil Kang, Y. Y. (2006). Introduction to carbon nanotube and nanofiber smart materials.

- J.-F. Colomer, C. S. (2000). Large-scale synthesis of single-wall carbon nanotubes by catalytic chemical vapor deposition CCVD/ method. International journal of hydrogen energy.
- J.L. Pinilla, R. U. (2011). Ni- and Fe-based catalysts for hydrogen and carbon nanofilament production by catalytic decomposition of methane in a rotary bed reactor. J.L. Pinilla , R. Utrilla, M.J. Lázaro , R. Moliner, I. Suelves , A.B. García.
- Jones, M. F.-D. (2008). Materiales para Ingeniería 1. REVERTE.
- JW Seo, A. M. (2006). Catalytically grown carbon nanotubes:from synthesis to toxicity. JOURNAL OF PHYSICS D: APPLIED PHYSICS.
- Kim Yen Tran, B. H.-P. (2006). Carbon nanotubes synthesis by the ethylene chemical catalytic vapour deposition (CCVD) process on Fe, Co, and Fe–Co/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sol–gel catalysts.
- Kim Yen Trana, B. H.-F.-P. (2006). Carbon nanotubes synthesis by the ethylene chemical catalytic vapour deposition (CCVD) process on Fe, Co, and Fe–Co/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sol–gel catalysts. International journal of hydrogen energy.
- López, C. E. (2006). Viabilidad para la producción de nanotubos de carbono en el estado de Cohaguila Zaragoza para uso como carga en matrices poliméricas.
- Materials, A. S. (2003). “Standard Test Method for Tensile Properties of Plastics”. ASTM D 638- 03.
- Materials, A. S. (2005). “Standard Test Methods for Determining the Izod Pendulum Impact Resistance of Plastics”. ASTM D 256-05.
- Materials, A. S. (2010). “Standard Test Method for Rubber Property— Durometer Hardness”. ASTM D2240 – 05.
- Mauricio Velasquez, C. B.-D. (2016). Synthesis of carbon nano-chains from glycerol-ethanol decomposition over Ni-Fe alloy catalys. International journal of hydrogen energy .
- Mohammad Hadi Dehghani, S. K. (2018). High-performance removal of diazinon pesticide from water using multi-walled carbon nanotubes.

- Morales, G. (2008). Procesado y Caracterización de materiales compuestos de matriz polimerica reforzados con nanofibras de carbono para aplicaciones tecnologicas. Madrid: Universidad Complutense de Madrid.
- Morassutto, R. T. (2016). Vertically aligned carbon nanotube field emitter arrays with Ohmicbase contact to silicon by Fe-catalyzed chemical vapor deposition. International journal of hydrogen energy.
- Morelo, A. H. (2015). Cuatificación de propiedades mecanicas y quimicas del polipropileno usando espectroscopia de resonancia magnetica nuclear protonica. Cartagena: Universidad de Cartagena .
- N. Bayat, M. R. (2015). Methane Descomposition over NiFe/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> catalysts for production of CO<sub>x</sub>-free hydrogen and carbon. Hydrogen Energy.
- Nima Bayat, M. R. (2015). Methane decomposition over NieFe/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> catalysts for production of CO<sub>x</sub>-free hydrogen and carbon. International journal of hydrogen energy .
- Ortega, Y. (2006). Prueba de Impacto: Ensayo Charpy. Revista Mexicana de Fisica, 51-57.
- R Aghababazadeh, A. R. (2006). Synthesis of carbon nanotubes on alumina-based supports with different gas flow rates by CCVD method. Journal of Physics: Conference Series 26 .
- Rao, S. A. (2001). Nanotubes.
- Shah KA, T. B. (2016). Synthesis of carbon nanotubes by catalytic chemical vapour deposition: A review on carbon sources, catalysts and substrates. Materials Science in Semiconductor Processing.
- V.I. Alexiadisa, b. N. (2010). Influence of the composition of Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> catalysts on the rate of production. International journal of hydrogen energy.
- Vladimir V. Chesnokov, A. S. (2009). Production of hydrogen by methane calytic decomposition over Ni-Cu-Fe/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>. International journal of hydrogen energy 34 .

- Wenqin Shen, Y. W. (2007). Catalytic Nonoxidative Dehydrogenation of Ethane over Fe–Ni and Ni Catalysts Supported on Mg(Al)O to Produce Hydrogen and Easily Purified Carbon Nanotubes. *Energy and Fuels*.
- Wenqin Shen, Y. W. (2007). Catalytic Nonoxidative Dehydrogenation of Ethane over Fe–Ni and Ni Catalysts Supported on Mg(Al)O to Produce Hydrogen and Easily Purified Carbon Nanotubes. *Energy and Fuels*.
- Y. Ouyanga, L. C. (2007). A temperature window for the synthesis of single-walled carbon nanotubes by catalytic chemical vapor deposition of CH<sub>4</sub> over Mo-Fe/MgO catalyst. *International journal of hydrogen energy* .
- Dresselhaus , Dresselhaus G, Avouris P. *Carbon Nanotubes: Synthesis, Structure, Properties and Applications* Berlin Heidelberg: Ed. Springer-Verlag; 2001.
- Méndez A, Freitas MMA, Figueiredo JL. Synthesis of carbon filaments and nanotubes on a graphitic substrate: optimization studies. Elsevier. 2006 Septiembre.
- Shah KA, Tali BA. Synthesis of carbon nanotubes by catalytic chemical vapour deposition: A review on carbon sources, catalysts and substrates. *Materials Science in Semiconductor Processing*. 2016.
- hah KA, Tali BA. Synthesis of carbon nanotubes by catalytic chemical vapour deposition: A review on carbon sources, catalysts and substrates. *Materials Science in Semiconductor Processing*. 2016.
- Ignacio Martin-Gullon, Jose Vera Differences between carbon nanofibers produced using Fe and Ni catalysts in a floating catalyst reactor ;2005
- Jimenez Cotillas V. Síntesis, activación química y aplicaciones de nanoestructuras de carbono. 2011 Noviembre.
- Kumar M, Ando Y. Controlling the diameter distribution of carbon nanotubes. *Carbon*. 2005; 43: p. 533-540.
- Lopez D. AI,PI. Temperature effect on the synthesis of carbon nanotubes and core–shell Ni nanoparticle by thermal CVD. *Diam. Relat. Mater*. 2015;(52)

- Tanioku K, Maruyama T, Naritsuka S. Low temperature growth of carbon nanotubes on Si substrates in high vacuum. *Diamond Rel Mat.* 2008;: p. 589-593.
- Geohegan DB, Poretzk AA, Jackson JJ, Rouleau CM, Eres G, More KL. Flux-dependent growth kinetics and diameter selectivity in single-wall carbon nanotube arrays. *ACS Nano.* 2011
- Saito T, Ohshima S, Okazaki T, Ohmori S, Yumura M, Iijima S. Selective diameter control of single-walled carbon nanotubes in the gas-phase synthesis. *J Nanosci Nanotechnol.* 2008
- Picher M, Anglaret E, Arenal R, Jourdain V. Processes controlling the diameter distribution of single-walled carbon nanotubes during catalytic chemical vapor deposition. *ACS Nano.* 2011
- Chee T, Aziz M, Ismail A. J. *Tekno.* 2008
- W.H. Chiang RMS. Microplasma synthesis of metal nanoparticles for gas-phase studies of catalyzed carbon nanotube growth. *Appl. Phys. Lett.* 2007
- Duan X, Ji J, Qian G, Zhou X, Chen D. Recent advances in synthesis of reshaped Fe and Ni particles at the tips of carbon nanofibers and their catalytic applications. *Catal. Today.* 2015
- Wenqin Shen, Yuguo Wang Catalytic Nonoxidative Dehydrogenation of Ethane over Fe–Ni and Ni Catalysts Supported on Mg(Al)O to Produce Hydrogen and Easily Purified Carbon Nanotubes 2007
- A.S. Al-Fatesh, A.F. Fakeeha Decomposition of methane over alumina supported Fe and Ni-Fe bimetallic catalyst: effect of preparation procedure and calcination temperature, 2016
- Kim Yen Trana, Benoit Heinrichs Carbon nanotubes synthesis by the ethylene chemical catalytic vapour deposition (CCVD) process on Fe, Co, and Fe–Co/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> sol–gel catalysts, 2006
- Mauricio Velasquez , Catherine Batiot-Dupeyrat Synthesis of carbon nano-chains from glycerol-ethanol decomposition over Ni-Fe alloy catalyst, 2016



- Ahmed. Sadeq Al-Fatesh Coproduction of Hydrogen and Carbon Filaments from Methane Decomposition over Fe/La<sub>2</sub>O<sub>3</sub> Catalysts, 2016
- J.L. Pinilla , R. Utrilla, M.J. Lázaro Ni- and Fe-based catalysts for hydrogen and carbon nanofilament production by catalytic decomposition of methane in a rotary bed reactor, 2006
- R Aghababazadeh , A R Mirhabibi, Synthesis of carbon nanotubes on alumina-based supports with different gas flow rates by CCVD method, 2006
- W Seo, A Magrez, M Milas Catalytically grown carbon nanotubes:from synthesis to toxicity 2006
- V.I. Alexiadisa,b, N. Boukosc Influence of the composition of Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub>/Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> catalysts on the rate of production and quality of carbon nanotubes, 2010
- J.-F. Colomer , C. Stephan , S. Lefrant Large-scale synthesis of single-wall carbon nanotubes by catalytic chemical vapor deposition CCVD/ method, 200
- Morassuttoa, R.M. Tiggelaara Vertically aligned carbon nanotube field emitter arrays with Ohmicbase contact to silicon by Fe-catalyzed chemical vapor deposition Methane, 2016
- Y. Ouyanga,\* , L. Chena A temperature window for the synthesis of single-walled carbon nanotubes by catalytic chemical vapor deposition of CH<sub>4</sub> over Mo-Fe/MgO catalyst,2007.

## ANEXOS

**ANEXO 01:** FICHA TECNICA DE HORNO ELECTRICO Y REACTOR

**ANEXO 02:** FICHA TECNICA DE REGULADORES DE FLUJO Y DE PRESIÓN

**ANEXO 03:** FICHA TECNICA DE VALVULAS REGULADORAS DE PRESIÓN

**ANEXO 04:** FICHA TECNICA DE SISTEMA DE EXTRACCIÓN DE GASES

**ANEXO 05:** FICHA TECNICA DE GASES

**ANEXO 06:** FORMATOS DE LABORATORIO



## ANEXO 01

HORNO ELECTRICO			
<b>Marca</b>	Nan Yang Xinyu Furnaces Co LTD	<b>Modelo</b>	SK2C-5-12TPB
<b>Dimensiones</b>		<b>Serie</b>	-
		<b>Votaje/Frecuencia</b>	220v/60 Hz
<b>Alto</b>	92 cm	<b>Potencia</b>	7 KW
<b>Largo</b>	44 cm	<b>Temperatura Máxima</b>	1200°C
<b>Ancho</b>	41cm	<b>Amperaje</b>	80 A

Reactor			
Reactor de Quarzo		Reactor de Acero Inoxidable	
<b>Presión máxima</b>	48 Mpa	<b>Presión máxima</b>	10 atm
<b>Presión minima</b>	<0.02 Mpa	<b>Presión minima</b>	1E0-6 torr @ 800°C
<b>Dimensiones</b>		<b>Dimensiones</b>	
<b>Diametro</b>	60 mm	<b>Diametro</b>	60 mm
<b>Largo</b>	1200 mm	<b>Largo</b>	1200 mm

ANEXO 02

REGULADORES O CONTROLADORES DE FLUJO					
Regulador de flujo Metano		Regulador de flujo Hidrogeno		Regulador de flujo Nitrogeno	
<b>Marca</b>	Alicat	<b>Marca</b>	Alicat	<b>Marca</b>	Alicat
<b>Modelo</b>	MC-100SCCM-D-PCV03	<b>Modelo</b>	MC-200SCCM-D-PCV03	<b>Modelo</b>	MC-500SCCM-D-PCV03
<b>Serie</b>	131448	<b>Serie</b>	131449	<b>Serie</b>	131450
<b>Voltaje</b>	12 V - 30 V	<b>Voltaje</b>	12 V - 30 V	<b>Voltaje</b>	12 V - 30 V
<b>Amperaje</b>	250 mA	<b>Amperaje</b>	250 mA	<b>Amperaje</b>	250 mA
<b>Flujo máximo</b>	100 SmLPM	<b>Flujo máximo</b>	200 SmLPM	<b>Flujo máximo</b>	500 SmLPM
<b>Flujo minimo</b>	0 SmLPM	<b>Flujo minimo</b>	0 SmLPM	<b>Flujo minimo</b>	0 SmLPM
<b>Presión máxima</b>	160 psig	<b>Presión máxima</b>	160 psig	<b>Presión máxima</b>	160 psig
<b>Presión minima</b>	0 psig	<b>Presión minima</b>	0 psig	<b>Presión minima</b>	0 psig
<b>Temperatura máxima</b>	50 °C	<b>Temperatura máxima</b>	50 °C	<b>Temperatura máxima</b>	50 °C
<b>Temperatura minima</b>	(-) 10 °C	<b>Temperatura minima</b>	(-) 10 °C	<b>Temperatura minima</b>	(-) 10 °C

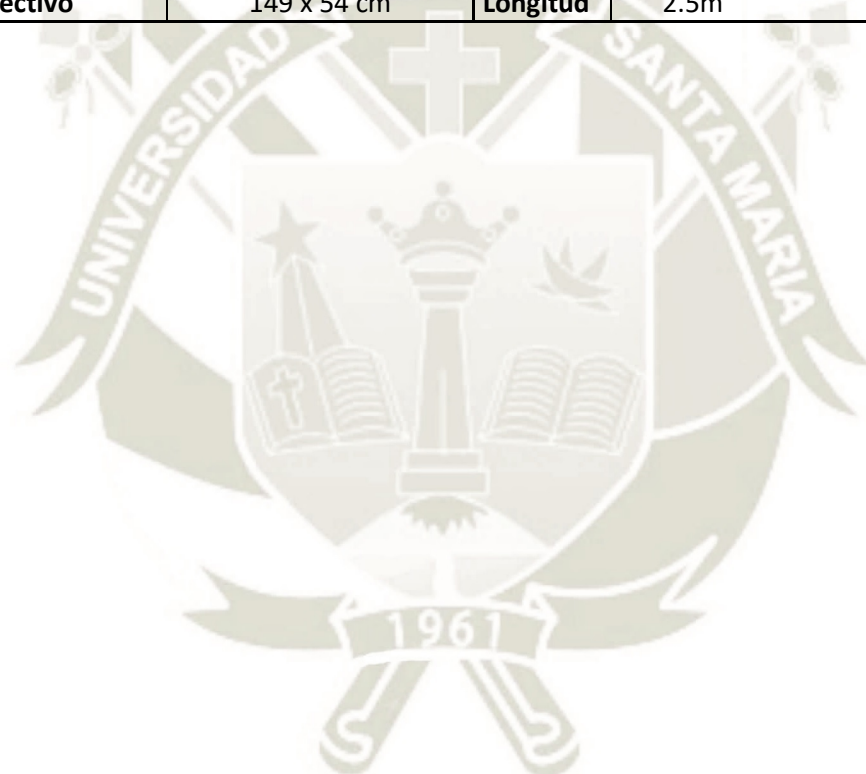
REGULADORES O CONTROLADORES DE PRESIÓN	
<b>Marca</b>	Alicat
<b>Modelo</b>	PC-100PSIG-D
<b>Serie</b>	131451
<b>Voltaje</b>	12 V - 30 V
<b>Amperaje</b>	250 mA
<b>Presión máxima</b>	150 psig
<b>Presión minima</b>	0 Bar
<b>Temperatura máxima</b>	60 °C
<b>Temperatura minima</b>	(-) 10 °C


ANEXO 03

VÁLVULAS REGULADORAS DE PRESIÓN					
Metano Estación 1 (en laboratorio)		Hidrogeno Estación 1 (en laboratorio)		Nitrogeno Estación 1 (en laboratorio)	
<b>Marca</b>	Argenflow	<b>Marca</b>	Argenflow	<b>Marca</b>	Argenflow
<b>Codigo</b>	AP602-3-A	<b>Codigo</b>	AP602-3-A	<b>Codigo</b>	AP602-3-A
<b>Presión de Entrada Máxima</b>	10 bar	<b>Presión de Entrada Máxima</b>	10 bar	<b>Presión de Entrada Máxima</b>	10 bar
<b>Presion de salida Máxima</b>	6 bar	<b>Presion de salida Máxima</b>	6 bar	<b>Presion de salida Máxima</b>	6 bar
<b>Presión de Entrada</b>	3 bar	<b>Presión de Entrada</b>	7.8 bar	<b>Presión de Entrada</b>	8.4 bar
<b>Presión de salida</b>	2.2 bar	<b>Presión de salida</b>	1.9 bar	<b>Presión de salida</b>	2.2 bar
Metano Estación 2 (de balon en la caseta)		Hidrogeno Estación 2 (de balon en la caseta)		Nitrogeno Estación 2 (de balon en la caseta)	
<b>Marca</b>	Argenflow	<b>Marca</b>	Argenflow	<b>Marca</b>	Argenflow
<b>Codigo</b>	AP703-5-L-6-CGA350	<b>Codigo</b>	AP703-5-H-6-CGA350	<b>Codigo</b>	AP703-5-F-6-CGA350
<b>Presión de Entrada Máxima</b>	300 bar	<b>Presión de Entrada Máxima</b>	300 bar	<b>Presión de Entrada Máxima</b>	300 bar
<b>Presion de salida Máxima</b>	6 bar	<b>Presion de salida Máxima</b>	6 bar	<b>Presion de salida Máxima</b>	6 bar
<b>Presión de Entrada</b>	68 bar	<b>Presión de Entrada</b>	109 bar	<b>Presión de Entrada</b>	50 bar
<b>Presion de salida</b>	3 bar	<b>Presion de salida</b>	7.8 bar	<b>Presion de salida</b>	8.4 bar
Tuberia de Acero Inoxidable		Accesorios de acero inoxidable para tuberia de acero inoxidable			
<b>Diametro</b>	1/4"	<b>Codos</b>		<b>Uniones</b>	
<b>Presión Máxima</b>	5100 PSIG	<b>Presión Máxima</b>	6600 PSIG	<b>Presión Máxima</b>	6600 PSIG

ANEXO 04

SISTEMA DE EXTRACCIÓN DE GASES			
<b>Marca</b>	HNG	Mecanismo de Extraccion de Gases	
<b>Modelo</b>	-	Motor	
<b>Serie</b>	A6	<b>Marca</b>	Raftamann
<b>Tipo</b>	Acidos	<b>Voltaje</b>	220 V
<b>Dimensiones</b>		<b>Amperaje</b>	10A
<b>Largo</b>	170 cm	<b>Potencia</b>	1 HP
<b>Alto</b>	240 cm	Tuberia de Extracción de gases	
<b>Ancho</b>	80 cm	<b>Diametro</b>	8"
<b>Espacio efectivo</b>	149 x 54 cm	<b>Longitud</b>	2.5m



	<b>Formato de Control</b>	<b>FORM-LIM-002</b>
	<b>Registro de control para la preparación de los catalizadores por el metodo de impregnacion</b>	<b>Versión 2</b>
		<b>Página 1 de 2</b>

<b>Fecha</b>	<b>Responsable</b>	
<b>Código de identificación</b>		
<b>Relacion Molar:</b>	<b>Tipo de catalizador</b>	

**A.- Preparación de las sales**

ETAPA	Fecha	DESCRIPCION	CONTROLES	Valor/ Si o No	OBSERVACIONES / POR QUÉ
<b>SALES DE COBRE</b>					
Pesar sal precursoras		Pesar $Cu(NO_3)_2 \cdot 3H_2O$ ver tabla 02 de DOC.LIM01	1	Peso del recipiente (gr)	
			2	Masa de la sal(gr)	
Disolver		Añadir agua destilada para disolver la sal.	1	Volumen de agua (mL)	
Reservar		Reservar la solución hasta su utilización	1	Tiempo de reserva (Hr,min)	
<b>SALES DE NIQUEL</b>					
Pesar sal precursoras		Pesar $Ni(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ ver tabla 02 de DOC.LIM01	1	Peso del recipiente (gr)	
			2	Masa de la sal(gr)	
Disolver		Añadir agua destilada para disolver la sal.	1	Volumen de agua (mL)	
Reservar		Reservar la solución hasta su utilización	1	Tiempo de reserva (Hr,min)	

**B.- Preparación del catalizador**

ETAPA	Fecha	DESCRIPCION	CONTROLES	Valor/ Si o No	OBSERVACIONES / POR QUÉ
Pesar alúmina seca		Pesar (Valor gr $\pm 0.01$ gr) de alúmina seca y fría en una capsula de porcelana ver tabla 2.	1	Peso recipiente (gr)	
			2	Masa de sal (gr)	
Traslado		Trasvasar la alúmina a un matraz de fondo redondo	1	¿Hubo pérdidas en el traslado?	
Mezclar en el agitador magnético		Mezclar en el agitador magnético a 70°C durante tres horas a velocidad 2.	1	Hora de inicio	
			2	Hora de fin	
			3	¿Hubo pérdidas?	
Verter la mezcla a un crisol y Secar		Evaporar el agua de la mezcla a 105 °C $\pm 5^\circ$ C por 5 horas.	1	Peso recipiente (gr)	
			2	Hora de inicio	
			3	Hora de fin	
			4	Peso final (gr)	
Moler		Moler la mezcla hasta tamaño homogéneo.	1	Tiempo de molienda	
			2	Aspecto del molturado	
			3	Color de la mezcla	
			4	Peso (gr)	





	<b>Formato de Control</b>	<b>FORM-LICMA-003</b>
	<b>Registro de control para programación de Temperatura flujos y presión del reactor CVD</b>	<b>Versión 2 Página 1 de 1</b>

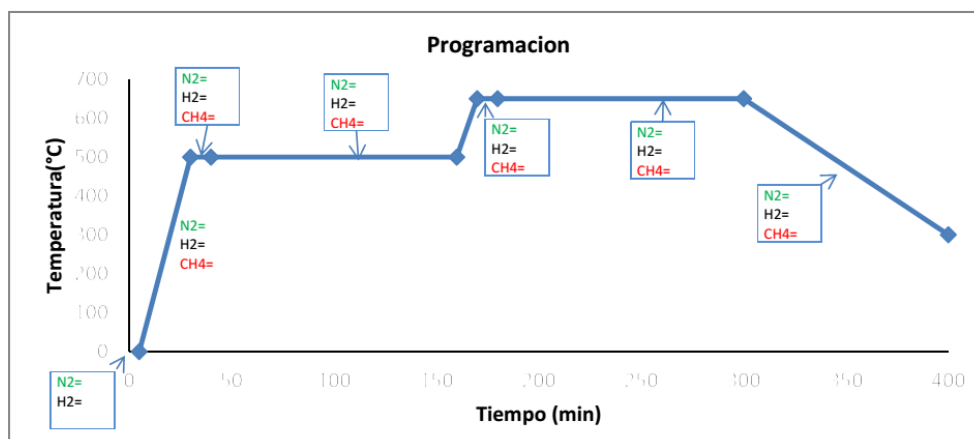
Fecha	Código:	Responsables:
-------	---------	---------------

A.- PROGRAMACIÓN DEL HORNO

ZONA 1			ZONA 2			ZONA 3		
T(°C)	Tiempo		T(°C)	Tiempo		T(°C)	Tiempo	
t1	C1		t1	C1		t1	C1	
t2	C2		t2	C2		t2	C2	
t3	C3		t3	C3		t3	C3	
t4	C4		t4	C4		t4	C4	
t5	C5		t5	C5		t5	C5	
t6	C6		t6	C6		t6	C6	
t7	C7		t7	C7		t7	C7	
t8	C8		t8	C8		t8	C8	
t9	C9		t9	C9		t9	C9	

B.- PROGRAMACION DE FLUJOS

Duración		T	P	CH4	N2	H2	Δt
celular	Horno	min	°C	bar	ml/min	ml/min	min



OBSERVACIONES:

COPIA CONTROLADA-PROYECTO CARBONO



	<b>Formato de Control</b>	<b>FORM-LICMA-005</b>
	<b>Registro de pesos de catalizador</b>	<b>Versión 2 Página 1 de 1</b>

Fecha		Código		Responsables	
-------	--	--------	--	--------------	--

A.- Pesos iniciales (Antes del Ensayo)

N° Crisol	MASA DE LOS CRISOLES				MASA CRISOL CON CAT				mcat	m NiO	m CuO	m Al2O3
	1	2	3	Prom	1	2	3	Prom				

B.- Pesos Finales (Después del Ensayo)

N° Crisol	MASA FINAL CRISOL CON CAT			PESO TEÓRICO REDUCCIÓN				VARIACIÓN DE MASA				
	1	2	3	mNi	mCu	mteo cat		Prom	FIBRAef	g/gcat		

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---

---


---

---

---

OBSERVACIONES:

COPIA CONTROLADA-PROYECTO CARBONO


	<b>Formato de Control</b>	<b>FORM-LICMA-007</b>
	<b>Registro de inspección semanal de la presión de los cilindros de gases</b>	<b>Versión 1 Página 1 de 1</b>

Presion marcada en el manometro					Presion marcada en el manometro						
N°	Fecha	REGULADORES DE LOS CILINDROS			Responsable	N°	Fecha	REGULADORES DE LOS CILINDROS			Responsable
		Hidrógeno	Nitrógeno	Metano				Hidrógeno	Nitrógeno	Metano	
1											
2						47					
3						48					
4						49					
5						50					
6						51					
7						52					
8						53					
9						54					
10						55					
11						56					
12						57					
13						58					
14						59					
15						60					
16						61					
17						62					
18						63					
19						64					
20						65					
21						66					
22						67					
23						68					
24						69					
25						70					
26						71					
27						72					
28						73					
29						74					
30						75					
31						76					
32						77					
33						78					
34						79					
35						80					
36						81					
37						82					
38						83					
39						84					
40						85					
41						86					
42						87					
43						88					
44						89					
45						90					
46						91					
						92					

**OBSERVACIONES:**  
\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_

**OBSERVACIONES:**  
\_\_\_\_\_  
\_\_\_\_\_

COPIA CONTROLADA-PROYECTO CARBONO

	<b>Formato de Control</b>	<b>FORM-LICMA-006</b>
	<b>Registro de monitoreo de cilindros y reguladores de presión de los gases</b>	<b>Versión 1 Página 1 de 1</b>

<b>FECHA DE INSPECCIÓN</b>	<b>RESPONSABLE DE INSPECCION</b>	<b>FIRMA</b>

ITEM INSPECCIONADO	GASES EN USO									GASES ALMACENADOS									
	HIDRÓGENO			NITRÓGENO			METANO			HIDRÓGENO			NITRÓGENO			METANO			
	SI	NO	CR*	SI	NO	CR*	SI	NO	CR*	SI	NO	CR*	SI	NO	CR*	SI	NO	CR*	
<b>1. CILINDRO</b>																			
Cortes																			
Abolladuras																			
Exceso de corrosión externa																			
otras sustancias combustibles.																			
cilindro (etiqueta) y color de acuerdo con protección?																			
de trabajo?																			
¿El cilindro está protegido del calor excesivo? gorro cuando el cilindro no se usa?																			
<b>REGULADORES DE PRESION</b>	REGULADORES DE LOS CILINDROS									REGULADORES DEL LABORATORIO									
	HIDRÓGENO			NITRÓGENO			METANO			HIDRÓGENO			NITRÓGENO			METANO			
	SI	NO	CR*	SI	NO	CR*	SI	NO	CR*	SI	NO	CR*	SI	NO	CR*	SI	NO	CR*	
	¿El regulador es apropiado para el tipo de gas y su capacidad de presión y flujo?																		
	¿Están limpias, sin polvo ni partículas extrañas las conexiones del regulador?																		
	¿Las conexiones del regulador y del cilindro están en buen estado y ajustan correctamente?																		
	¿Las uniones, adaptadores y anillos de asiento en el regulador están en buen estado?																		
	¿Están quebrados o dañados los vidrios de los manómetros o medidores?																		
	¿Están limpias las esferas de los manómetros y sus números son legibles?																		
	¿Hay escapes o fugas de gas?																		
¿El tornillo o mariposa de ajuste de presión del regulador gira libremente?																			
¿La presión de salida es estable, sin filtración ni aumento de presión al cerrarlo?																			
Presion marcada en el manometro																			

CR\*: 1: CRITICO, 2: ALTAMENTE CRITICO, 3: SUPERCRITICO

**OBSERVACIONES:**

---



---



---

COPIA CONTROLADA-PROYECTO CARBONO