

# UNIVERSIDAD NACIONAL DE CHIMBORAZO



## FACULTAD DE INGENIERÍA

### CARRERA DE ELECTRÓNICA Y TELECOMUNICACIONES

Proyecto de Investigación previo a la obtención del título de: Ingeniero en Electrónica  
y Telecomunicaciones

#### TRABAJO DE TITULACIÓN

“DISEÑO Y CONSTRUCCIÓN DE UN PROTOTIPO ELECTROMECAÁNICO PARA LA  
PRODUCCIÓN DE NANOMATERIALES DE CARBONO”

#### Autor:

Héctor Geovanni Cajilema Shuilema

#### Tutor:

Dr. Marlon Basantes Valverde, Ph.D

Riobamba – Ecuador

Año 2020

Los miembros del Tribunal de Graduación del proyecto de investigación de título:

**DISEÑO Y CONSTRUCCIÓN DE UN PROTOTIPO ELECTROMECAÁNICO PARA LA PRODUCCIÓN DE NANOMATERIALES DE CARBONO**, presentado por: **Héctor Geovanni Cajilema Shuilema** y dirigida por **Dr. Marlon Basantes Valverde, Ph.D.**

Una vez escuchada la defensa oral y revisado el informe final del proyecto de investigación con fines de graduación escrito en el cual se ha constatado el cumplimiento de las observaciones realizadas, remite la presente para uso y custodia en la biblioteca de la Facultad de Ingeniería de la UNACH.

Para constancia de lo expuesto firman:

Dr. Luis Tello

**Presidente del Tribunal**



**Firma**

MSc. Deysi Inca

**Miembro del Tribunal**



**Firma**

Dr. Leonardo Rentería

**Miembro del Tribunal**




**Firma**

## DECLARACIÓN EXPRESADA DE TUTORÍA

En calidad de tutor del tema de investigación: “**DISEÑO Y CONSTRUCCIÓN DE UN PROTOTIPO ELECTROMECAÁNICO PARA LA PRODUCCIÓN DE NANOMATERIALES DE CARBONO**”. Realizado por el Sr. **Héctor Geovanni Cajilema Shuilema**, para optar por el título de Ingeniero en electrónica y telecomunicaciones, considero que reúnen los requisitos y méritos suficientes para ser sustentada públicamente y evaluada por el jurado examinador que se designe.

Riobamba, Enero 2020



---

Marlon Basantes Valverde, Ph.D  
C.I. 060275643-9  
**TUTOR**

## **AUTORÍA DE LA INVESTIGACIÓN**

Yo **Héctor Geovanni Cajilema Shuilema**, expreso ser responsable de los métodos, y resultados realizados en el proyecto de investigación titulado: **DISEÑO Y CONSTRUCCIÓN DE UN PROTOTIPO ELECTROMECAÁNICO PARA LA PRODUCCIÓN DE NANOMATERIALES DE CARBONO**. Bajo la dirección del **Dr. Marlon Basantes Valverde, Ph.D**, en calidad de tutor y los derechos le corresponden a la Universidad Nacional de Chimborazo.



Héctor Geovanni Cajilema Shuilema

C.I. 060418319-4

## **DEDICATORIA**

*Dedico este trabajo a Papá Dios, que me ha dado la oportunidad de cumplir todos mis objetivos y sobre todo cumplir esta meta que a pesar de las dificultades me dio las fuerzas para no rendirme y poder culminar.*

*Dedico este trabajo a mis padres Josefina y Manuel que han sido el motor para cumplir mis metas y objetivos guiando mi camino en todo momento con mucho esfuerzo y dedicación para llegar a ser una persona conforme a la voluntad de Dios, me enseñaron que con trabajo y dedicación cualquier meta u objetivo se pueden cumplir, a pesar de los malos momentos siempre estuvieron apoyándome y brindándome su amor y apoyo para continuar y culminar con mis estudios.*

*A mis hermanos que me brindaron su apoyo en todo momento de mi carrera universitaria sobre todo a Belén que siempre me ha animado.*

***Héctor Cajilema***

## **AGRADECIMIENTO**

*Agradezco a Papá Dios que ha sido mi fortaleza, mi guía y quien me ha dado ánimos para superar cada obstáculo de mi vida.*

*A mis padres que siempre me han apoyado moralmente y económicamente, han sido el ejemplo a seguir para no darme por vencido.*

*Agradezco a mis Pastores Mauro y Raquel Garbay que han sido como mis segundos padres con sus sabios consejos y sobre todo Oscar y Estefanía han sido el apoyo incondicional.*

*A mis hermanos que me brindaron su apoyo en todo momento de mi carrera universitaria sobre todo a Belén que siempre me ha animado.*

*Al équido de docentes que me han compartido sus conocimientos de la mejor manera sobre todo al Dr. Marlon Basantes que ha sido más que un apoyo.*

***Héctor Cajilema***

## ÍNDICE GENERAL

<b>ÍNDICE DE FIGURAS</b> .....	4
<b>ÍNDICE DE TABLAS</b> .....	7
<b>ÍNDICE DE ECUACIONES</b> .....	8
<b>RESUMEN</b> .....	9
<b>INTRODUCCIÓN</b> .....	11
<b>CAPÍTULO I</b> .....	15
1. OBJETIVOS.....	15
1.1. GENERAL.....	15
1.2. ESPECIFICOS.....	15
<b>CAPÍTULO II</b> .....	16
2. ESTADO DEL ARTE DE LA TEMÁTICA.....	16
2.1. ANTECEDENTES .....	16
2.2. MATERIALES NANOESTRUCTURADOS .....	17
2.2.1. NANOMATERIALES .....	17
2.2.2. CLASIFICACIÓN DE LOS NANOMATERIALES .....	18
2.3. NANOMATERIALES DE CARBONO.....	20
2.3.1. CLASIFICACIÓN DE LOS NANOMATERIALES DE CARBONO .....	21
2.4. MÉTODOS DE SÍNTESIS.....	31
2.4.1. DESCARGA DE ARCO .....	32
2.4.2. VAPORIZACIÓN POR LÁSER (LASER ABLATION).....	35
2.4.3. DEPOSICIÓN QUÍMICA DE VAPOR (CHEMICAL VAPOR DEPOSITION).....	36
2.4.4. RECOCIDO DE NANODIAMANTES (ND).....	37
2.5. APLICACIONES Y POSIBLES APLICACIONES .....	38
2.6. MÓDULO ARDUINO MEGA 2560.....	40
2.6.1. ESPECIFICACIONES TÉCNICAS.....	41
2.7. SERVOMOTOR.....	42
2.7.1. CARACTERÍSTICAS DEL SERVOMOTOR MG995.....	43
2.7.2. CONFIGURACIÓN DE CONEXIÓN DEL SERVO .....	43
2.7.3. FUNCIONAMIENTO DEL SERVO .....	44

2.8.	SENSOR ÓPTICO.....	46
2.8.1.	FUNCIONAMIENTO DEL SENSOR ÓPTICO .....	47
2.9.	DISPLAY LCD.....	48
2.10.	FUENTE TEKNOPRO .....	48
2.10.1.	CARACTERÍSTICAS TÉCNICAS FUENTE TEKNOPRO.....	49
2.10.2.	FUENTE DE ALIMENTACIÓN S-ORT 12V/40.....	49
2.10.3.	CARACTERÍSTICAS TÉCNICAS FUENTE DE ALIMENTACIÓN S-ORT 12V/40 .....	50
2.11.	TALADRO DE COLUMNA MODELO 16174 .....	50
2.11.1.	CARACTERÍSTICAS TALADRO DE COLUMNA MODELO 16174 ...	51
2.12.	DESIONIZACION DEL AGUA .....	51
2.13.	MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE BARRIDO (SEM) VEGA3 TESCAM 53	
2.13.1.	CARACTERÍSTICAS TESCAN VEGA3 .....	53
<b>CAPÍTULO III.....</b>		<b>56</b>
3.	METODOLOGÍA DE LA INVESTIGACIÓN.....	56
3.1.	TIPO DE INVESTIGACIÓN .....	56
3.1.1.	INVESTIGACIÓN EXPERIMENTAL .....	56
3.2.	MÉTODO DE INVESTIGACIÓN.....	<b>¡Error! Marcador no definido.</b>
3.2.1.	MÉTODO INDUCTIVO-DEDUCTIVO. CIENTÍFICO;	<b>¡Error! Marcador no definido.</b>
3.3.	FUENTES DE RECOPIACIÓN DE INFORMACIÓN;	<b>¡Error! Marcador no definido.</b>
3.4.	INSTRUMENTOS DE LA INVESTIGACIÓN...	<b>¡Error! Marcador no definido.</b>
3.5.	OPERALIZACIÓN DE VARIABLES.....	59
3.6.	PROCEDIMIENTO.....	59
3.6.1.	ANÁLISIS TÉCNICA DE SÍNTESIS .....	61
3.6.2.	DISEÑO DEL CIRCUITO PARA LA FUENTE DE ALIMENTACIÓN S-ORT 12V/40A. ....	63
3.6.3.	DISEÑO DEL LA ESTRUCTURA ELECTROMECAÁNICA EN AUTOCAD 75	
3.6.4.	CONSTRUCCIÓN Y ARMADO DE LA ESTRUCTURA ELECTROMECAÁNICA.....	76



3.6.5.	CÁLCULOS Y OBTENCIÓN DE LOS VALORES RPM. ....	77
3.6.6.	PROGRAMACIÓN DE LOS RPM DEL MOTOR, SENSORES ÓPTICOS Y TRANSFERENCIA DEL SOFTWARE AL MÓDULO ARDUINO MEGA 2560.78	
3.6.7.	CALIBRACIÓN DEL SERVOMOTOR CON LA PROGRAMACIÓN Y LECTURA DE LOS SENSORES ÓPTICOS. ....	80
3.6.8.	DISEÑO DE LA ESTRUCTURA DEL EQUIPO DE CONTROL EN EL SOFTWARE AUTOCAD. ....	82
3.6.9.	DISEÑO Y CONSTRUCCIÓN DE LA MAQUINA MOLIENDA. ....	84
3.7.	APARATO EXPERIMENTAL Y SÍNTESIS .....	87
3.7.1.	PROCEDIMIENTO DE SÍNTESIS .....	90
<b>CAPÍTULO IV</b>	.....	<b>95</b>
4.	RESULTADOS Y DISCUSIÓN .....	95
4.1.	RESULTADOS .....	95
4.2.	DISCUSIÓN .....	100
<b>CAPÍTULO V</b>	.....	<b>107</b>
5.	CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES .....	107
5.1.	CONCLUSIONES .....	107
5.2.	RECOMENDACIONES.....	108
<b>CAPÍTULO VI</b>	.....	<b>109</b>
6.	BIBLIOGRAFÍA .....	109
<b>ANEXOS</b>	.....	<b>113</b>

## ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Fulereo: C240.....	12
Figura 2. Grafeno.....	12
Figura 3. Nanotubos de carbono:Singlewall y Multiwall.....	13
Figura 4. Materiales Nanoestructurados.....	17
Figura 5. Clasificación de nanomateriales (a) esferas y agrupaciones 0D; (b) nanofibras 1D, nanocables, y nanorods; (c) nanofilms 2D, nanoplacas y redes; (d) Nanomateriales 3D. ...	19
Figura 6. Estructura de un átomo de carbono y de nanopartículas basadas en carbono; a) Configuración de electrón de un átomo de carbone antes y después de la promoción de un electrón; b) Representación esquemática de una estructura de átomos de carbono con dos orbitales de electrones en el núcleo y seis electrones distribuidos en ellos; c) Estructura de un fullereno C60; d) Estructura de un nanotubo de pared simple; e) Los diferentes tipos de nanotubos de pared simple: sillón , zig-zag y quiral ; f) Estructura de una lámina de grafeno; g) Estructura de un nanotubo de pared simple oxidazado. ....	21
Figura 7. Fulereo: C240.....	23
Figura 8. a) Modelo de nanotubo de carbono. b) Paredes de los nanotubos de carbono.....	23
Figura 9. Estructura hexagonal de los átomos de grafeno. ....	24
Figura 10. Características típicas de los CNOs.....	26
Figura 11. Fullerenos y CNOs de doble capa: a) C320 fullereno esférico, b) C320 fullereno polihédrico, c) C60, C240 CNOs doble capa esférico y d) C80,C320 CNOs doble capa polihédrico. ....	28
Figura 12. Nanocono de carbono.....	29
Figura 13. Nanohorn de carbono. ....	31
Figura 14. Dispositivo base para la síntesis de CNO mediante técnica de descarga en arco. ....	34
Figura 15. Esquema básico para la síntesis de CNOs utilizando vaporización por láser. ....	36
Figura 16. Esquema básico para la síntesis de CNOs por CVD. ....	37
Figura 17. Esquema de transformación de ND a CNOs. ....	38
Figura 18. Arduino Mega 2560. ....	40
Figura 19. Servomotor. ....	42
Figura 20. Servomotor PWM. ....	44
Figura 21. Ejemplos de posicionamiento de un servo. ....	45
Figura 22. Periodos entre pulsos.....	46
Figura 23. Otra posibilidad de pulsos de control.....	46
Figura 24. Sensor óptico.....	47
Figura 25. Funcionamiento del sensor óptico.....	47
Figura 26. LCD 16x2.....	48
Figura 27. Fuente Teknopro. ....	49

Figura 28. Fuente de alimentación S-ORT.....	50
Figura 29. Fuente de alimentación S-ORT.....	51
Figura 30. a) Purificador agua Tipo II Standby. b) Purificador de agua Tipo I Standby .....	52
Figura 31. Microscopio Electrónico De Barrido Vega3 Tescam .....	55
Figura 32. Esquema simplificado del diseño del dispositivo para la síntesis de los nanomateriales de carbono. ....	57
Figura 33. Diagrama de Bloques general del Prototipo electromecánico. ....	61
Figura 34. Aparato experimental de descarga de arco bajo el agua. ....	62
Figura 35. Imágenes HRTEM que representan CNO y CNT. ....	63
Figura 36. Mecanismo de formación de CNOs mediante descarga de arco bajo el agua; (a) dirección del campo eléctrico entre el ánodo y el cátodo en la burbuja de gas en el agua, (b) dirección de la expansión del plasma en la interfaz con el agua, (c) distribución de la densidad de iones y (d) gradiente de temperatura con relación a la zona de formación de los CNTs y CNOs. ....	63
Figura 37. Representación esquemática del aparato experimental utilizado por Lange y Walton en 2003.....	66
Figura 38. (a) Imagen SEM; (b) imagen TEM que representa CNs y CNOs poliédricos; (c) Imagen TEM de un CNO esférico.....	67
Figura 39. Temperatura ( $\circ$ ) y densidad de radicales C2 .....	68
Figura 40. Aparato experimental de descarga de arco intermitente. ....	69
Figura 41. Imágenes TEM que muestran la presencia de CNOs y CNTs. ....	70
Figura 42. Distribución del tamaño de los CNOs.....	70
Figura 43. Dependencia del consumo de masa del electrodo de la energía del arco intermitente.....	71
Figura 44. (a) Imagen TEM con impurezas; (b) imágenes TEM purificadas después del tratamiento (recocido / HNO <sub>3</sub> / microondas).....	72
Figura 45. Análisis de TGA en N-CNOs (línea continua) y A-CNOs (línea de puntos). ....	72
Figura 46. Immagini TEM dei A-CNO dopo trattamento a 400°C per 1h.....	73
Figura 47. Análisis TGA de A-CNO después del tratamiento térmico a 1650°C y 2300°C. ....	73
Figura 48. a) Diagrama esquemático. b) Placa con pistas. ....	75
Figura 49. Diseño de la estructura electromecánica. ....	75
Figura 50. a) Parte inferior de la estructura, Ánodo. b) Estructura electromecánica total. ..	76
Figura 51. Programación de los rpm y sensores ópticos. ....	79
Figura 52. Conexión y programación del módulo Mega 2560.....	80
Figura 53. Calibración del servomotor. ....	80
Figura 54. Ubicación del motor y sensores en la estructura. ....	81
Figura 55. Circuito del Prototipo Electromecánico en Eagle. ....	81
Figura 56. Placa con pistas del Prototipo Electromecánico en Eagle.....	82
Figura 57. Diseño de la estructura del equipo de control. ....	82
Figura 58. a) Construcción de la estructura del equipo de control. b) Conexión de los instrumentos de medición y el modulo. c) Panel de control completamente terminado.....	83

Figura 59. Prototipo electromecánico final terminado. ....	83
Figura 60. Diseño máquina molienda en AutoCAD.....	84
Figura 61. Construcción de la maquina molienda. ....	84
Figura 62. Circuito del temporizador en Eagle.....	85
Figura 63. Placa con pistas del temporizador en Eagle. ....	86
Figura 64. a) Construcción del temporizador. b) Modificación y ubicación del temporizador en el taladro de columna. ....	86
Figura 65. Esquema del aparato experimental utilizado para la síntesis de CNOs, con una imagen digital que muestra la formación del entorno plasmático. ....	87
Figura 66. Componente electromecánico del aparato experimental; la imagen ampliada muestra el ánodo y el cátodo posicionados en los respectivos portaelectrodos. ....	88
Figura 67. Aparato experimental completo utilizado para la síntesis de CNOs; nótese que el marco se inserta en un vaso de precipitación que contiene agua desionizada.....	89
Figura 68. Imagen que muestra el proceso de producción de CNOs.....	91
Figura 69. Aglomerados presentes en la superficie (a); retiros realizados en la parte inferior (b) y muestreo de superficie (c). Estas muestras no tienen ningún tratamiento para la caracterización de las mismas.....	92
Figura 70. Muestra recolectadas de la parte del cátodo (a); Muestras recolectadas del fondo del vaso de precipitación (b).....	93
Figura 71. Pastilla formada en el cátodo siguiendo el proceso de síntesis. ....	94
Figura 72. Depósito catódico obtenido por descarga (30V, 41A) .....	99
Figura 73. Construcción de la placa del prototipo electromecánico.....	113
Figura 74. a) Fuentes de alimentación. b) Vaso de precipitación y agua desionizada. c) Electrodo de grafito diferente tamaño.....	113
Figura 75. Materiales para la producción de nanomateriales de carbono.....	114
Figura 76 maquina desionizadora tipo I .....	114
Figura 77. Medidas de roscas. ....	116
Figura 78. Prototipo electromecánico sumergido en agua desionizada.....	117
Figura 79. a) Muestra desprendida del cátodo. b) Diferentes tipos de muestras almacenadas en recipientes de plástico.....	118
Figura 80. Panel de control.....	118
Figura 81. a) Reunión con los estudiantes de Telecomunicaciones. b) Tutorías con el Dr. Marlon Basantes. ....	119

## ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Especificaciones técnicas Arduino Mega 2560 .....	41
Tabla 2. Características del servomotor MG995. ....	43
Tabla 3. Servomotor Conexión.....	44
Tabla 4. Características técnicas fuente Teknopro. ....	49
Tabla 5. Características técnicas fuente de alimentación S-ORT 12V/40A .....	50
Tabla 6. Características Taladro De Columna Modelo 16174 .....	51
Tabla 7. Operalización de variables.....	59
Tabla 8. Valores de los RPM.....	78
Tabla 9. Características del motor de la maquina molienda. ....	85
Tabla 10. Muestras generadas en el proceso de síntesis donde se describen los parámetros utilizados en el proceso.....	95
Tabla 11. Muestras generadas en el proceso de síntesis donde se describen los parámetros utilizados en el proceso.....	96
Tabla 12. Muestras generadas en el proceso de síntesis donde se describen los parámetros utilizados en el proceso.....	97
Tabla 13. Muestras generadas en el proceso de síntesis donde se describen los parámetros utilizados en el proceso.....	97
Tabla 14 Presupuesto prototipo electromecánico. ....	115

## ÍNDICE DE ECUACIONES

Ecuación 1. Equilibrio térmico .....	64
Ecuación 2. Equilibrio térmico Ley de Fourier .....	65
Ecuación 3. Formula de la resistividad.....	74
Ecuación 4. Revoluciones por minuto RPM.....	77
Ecuación 5. Velocidad Angular.....	77
Ecuación 6. Velocidad lineal.....	77

## RESUMEN

Los nanomateriales de carbono como nano-onions y nanotubos, en sus formas esféricas o poliédricas, o como tubos de una o varias capas, representan una clase importante de materiales nanoestructurados debido a sus propiedades físicas y electroquímicas. Entre los diferentes métodos de síntesis, la descarga de arco entre electrodos de grafito bajo agua desionizada es uno de los más prometedores para obtener nanomateriales de carbono de buena calidad. Este método de descarga de arco es aplicado para optimizar la producción de estos nanomateriales de carbono los que serán estudiados mediante el Microscopio Electrónico de Barrido, que se encuentra en la Universidad Nacional de Chimborazo, aquí se diseñó y construyó un dispositivo electromecánico para sintetizar nanomateriales de carbono los que principalmente se crean como un depósito catódico duro. Este dispositivo puede realizar la síntesis mediante un proceso automatizado para la descarga a pulsos regulares mientras los electrodos de grafito se aproximan, uno al otro, con una rotación constante. Dos dispositivos adicionales fueron construidos para la caracterización de estos nanomateriales de carbono sintetizados.

Este documento se divide en 4 capítulos. El primero trata sobre la importancia de estudiar los métodos de síntesis de la producción de nanomateriales de carbono, además se estudia los nanomateriales actualmente más importantes.

El segundo capítulo desarrolla la metodología de la investigación.

El tercer capítulo describe los diferentes métodos de síntesis para la obtención de nanomateriales de carbono así como el diseño del dispositivo electromecánico. En el cuarto capítulo se analizan los resultados obtenidos y la discusión.

## ABSTRACT

Carbon nanomaterials (CNOs, CNTs), in its spherical or polyhedral forms, or as single or multi-layer tubes, represent an important type of nanostructured materials due to their very special physical and electrochemical properties. Among the different methods of synthesis, the arc discharge between graphite electrodes under deionized water is one of the most promising for obtaining good quality carbon nanomaterials. This arc discharge method is applied to optimize the production of these carbon nanomaterials which will be studied through the SEM found in UNACH. An electromechanical device was designed and constructed to synthesize carbon nanomaterials which are primarily created as a hard cathodic deposit. This device can perform the synthesis by means of an automated process for the discharge to regular pulses while the graphite electrodes approach each other, with a constant rotation. Two additional devices were constructed for the characterization of these synthesized carbon nanomaterials. This document is divided into 4 chapters. The first deals with the importance of studying the methods of synthesis of the production of carbon nanomaterials, and the most important nanomaterials are currently being studied. The second chapter develops the research methodology. The third chapter describes the different synthesis methods for obtaining carbon nanomaterials, design of the electromechanical device, control panel, voltage source and the devices for the characterization of these synthesized carbon nanomaterials. In the fourth chapter, the results obtained and the different types of variables such as current and voltage are analyzed to more optimally produce carbon nanomaterials selectively in the electric discharge process.

**Keywords:** Carbon nanomaterials, physical and electromechanical properties, rotation.



Reviewed by: Valle, Doris



**Professor of the Languages Center**



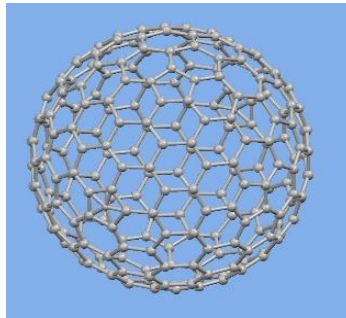
## INTRODUCCIÓN

La nanotecnología es un campo de las ciencias aplicadas dedicado al control y manipulación de la materia en una escala menor que un micrómetro, a nivel de átomos y moléculas (nano materiales). Lo más usual es que tal manipulación se produzca en un rango de entre uno y cien nanómetros, la nanotecnología se caracteriza por ser un campo principalmente multidisciplinario, y cohesionado únicamente por la escala de la materia con la que trabaja.

El progreso nanotecnológico se asocia con la “fabricación molecular”. Esta tendrá un primordial impacto en la economía, la ciencia, los países y la sociedad general en el futuro. Permite la producción de materiales útiles, dispositivos y sistemas mediante el dominio de la materia en nanoescala. La nanotecnología es empleada en la medicina, la biología, el medio ambiente, la construcción, la informática, etc. Los principales progresos prácticos ya se dan en nanotubos, nanopartículas, etc. La nanotecnología es aplicada a: Nuevos materiales y recubrimientos, Espacio, Energía, Agro, Salud, Seguridad y Medio Ambiente (F. Alessandro, 2018).

**Nanomateriales:** Material que tiene al menos una de sus dimensiones externas o estructuras internas en la nanoescala y que probablemente tenga características diferentes a las del mismo material a escala convencional. El carbono es el elemento más estudiado, ya que es de los pocos elementos del cual se pueden conseguir diferentes compuestos, de dichos compuesto a base de carbono, podemos conseguir materiales de gran importancia en nuestra vida cotidiana. De los cuales se originan los nanomateriales más importantes en el área de la industria: el Fullerenos y el Grafeno.

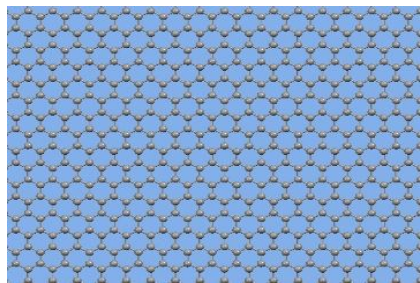
**Fullerenos:** Se les puede mencionar como la tercera forma estructural más estable del carbono después del grafito y el diamante, y es la única forma alotrópica del carbono que puede ser diluida, como se ve en la Figura 1. En 1985 fueron descubiertos por primera vez, los fullerenos han sorprendido a los químicos por su distribución de acuerdo sus formas como esferas, cilindros y elipsoides. Los fullerenos más destacados son los C<sub>20</sub>, C<sub>60</sub>, C<sub>36</sub> y el más importante actualmente: El grafeno (Neto, 2010).



*Figura 1. Fullerenos: C<sub>240</sub>*

*Fuente: Autor*

**Grafeno:** Es una capa bidimensional de átomos de carbono estructurado de manera hexagonal. También es un nanomaterial de un átomo de grosor, que representa una capa de átomos de carbono densamente compactos en una red cristalina bidimensional con forma de hexágonos, como se muestra en la Figura 2.



*Figura 2. Grafeno*

*Fuente: Autor*

**Propiedades y aplicaciones del grafeno para la tecnología moderna:** Es el material más fuerte a la tracción de alta elasticidad y ultra ligero. Una de las propiedades más atractivas es que es mejor conductor de electricidad y calor que el cobre.

**Los nanotubos de carbono:** Son parecidas a pequeñas láminas de grafito envueltas con diámetros nanométricas y longitudes del orden de las micras. Son materiales únicos con propiedades eléctricas, mecánicas, ópticas, químicas y térmicas extraordinarios que los hacen idóneos para mejorar numerosos productos existentes e incluso para producir otros nuevos, Figura 3. Varias son las aplicaciones que pueden obtener beneficios importantes al incorporar nanotubos de carbono. Por ejemplo: Los materiales compuestos con nanotubos, las pantallas planas que emplean los nanotubos como emisores de campo, los sensores biológicos y químicos para localizar sustancias contaminantes, las pilas de combustible o la administración de fármacos. Generalmente, sectores como la electrónica, materiales, sensores, biotecnología, química, mecánica, energía, instrumentación científica y fotónica podrían verse beneficiados por la introducción de nanotubos de carbono en varios de sus productos (Neto, 2010).

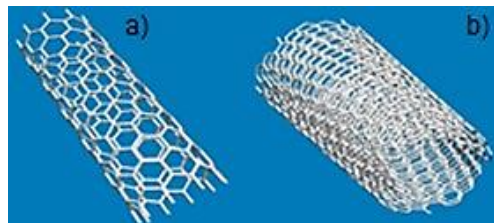


Figura 3. Nanotubos de carbono: a) Pared simple, b) Pared múltiple

*Fuente: Autor*

La nanoelectrónica busca fabricar ordenadores a escalas diminutas y dispositivos electrónicos. Micromecanismo e imagen de ácaro (tamaño 300 micras). La reducción del

tamaño de los dispositivos electrónicos va habitualmente asociada a un aumento de su velocidad de operación, y a una reducción de su coste. El mundo ha sido testigos de cómo los chips de los ordenadores se han ido fabricando cada vez más diminutos. Hoy en día, una disminución mayor de los dispositivos supone su elaboración a escala nanométrica, y a esta escala, su comportamiento deja de ser lo normal. No es, pues, plausible continuar simplemente disminuyendo el tamaño: se obtendría a lo más un dispositivo tan pequeño que no funcionaría. Es preciso buscar otras opciones. Se plantea como una opción el desarrollo de la electrónica molecular, que básicamente consiste en el uso de moléculas individuales o pequeñas agrupaciones de éstas (nanoestructuras moleculares) sea para almacenamiento de información como para computación. La nanobiotecnología enlaza la ingeniería a nanoescala con la biología para manipular sistemas vivos o para manufacturar materiales de inspiración biológica a nivel molecular. El propósito radica en preparar mejores medicinas, mejores materiales para implantes quirúrgicos, sensores de diagnóstico más especializados. Se conciben diminutos instrumentos, nanomáquinas, capaces de viajar disueltos en sangre dentro del cuerpo humano y acceder a las células individuales para diagnosticar su estado y favorecer su tratamiento, o capaces de limpiar y examinar una pieza dental. Nanorobots dirigidos por control remoto podrían limpiar y examinar una pieza dental. Los nanorobots se han dibujado a 1000 aumentos para favorecer su visualización. Respecto al desarrollo de nanomateriales, se trata de contrastar con toda precisión la morfología a dimensiones nanoescalares y favorecer así la fabricación de nuevos materiales con nuevas propiedades o cualidades (Neto, 2010).

## **CAPÍTULO I**

### **1. OBJETIVOS**

#### **1.1. GENERAL**

- Diseñar y construir un prototipo electromecánico para la producción de nanomateriales de carbono a bajo costo.

#### **1.2. ESPECIFICOS**

- Conocer y estudiar los principales métodos para la síntesis de nano-onions de carbono poliédricos.
- Diseñar y construir un prototipo electromecánico para la producción de nano-onions de carbono poliédricos de alta calidad para posibles aplicaciones futuras en diferentes ramas del conocimiento y de la industria.

## **CAPÍTULO II**

### **2. ESTADO DEL ARTE DE LA TEMÁTICA**

#### **2.1. ANTECEDENTES**

La nanotecnología implica una innovación revolucionaria, ya que permite manipular y variar la materia en la escala nanométrica (atómica, molecular y macromolecular). En efecto, podemos mencionar de que la nanotecnología no es una tecnología disciplinaria, peculiarmente si se habla de su relación con la ciencia de materiales, se trata de una tecnología multidisciplinaria, que conlleva el entendimiento de la física, la electrónica, la química, la dinámica de fluidos entre otras ingenierías. Lo anterior viabiliza la operación de la nanotecnología como una tecnología que permite que se pueda usar en cualquiera de los sectores industrial o rama productiva.

Entre sus campos de aplicación se incluyen: medioambiente, exploración espacial, tecnologías de la comunicación e informática, sector energético, textil, construcción y arquitectura, agricultura, ganadería, electrónica, cosmética, industria militar, automovilística, seguridad personal y vial, higiene y salud pública, deportes, espionaje y reducción de la brecha digital, entre otras (S. Giordani 2014).

La nanotecnología promete ser la próxima revolución industrial, de manera que aquellos países que no logren incorporarse podrían quedar fuera de la nueva redistribución industrial resultante de la competencia. Podemos notar que la economía mundial, basada cada vez más en el conocimiento y en la innovación tecnológica, pone en desventaja a aquellos países que no invierten en conocimiento y educación (Neto, 2010).

## 2.2. MATERIALES NANOESTRUCTURADOS

Estos materiales son aquellos con un micro disposición modulada de cero a tres dimensiones y un tamaño de escala menor de 100 nm. Materiales con átomos agrupados ordenadamente en agrupaciones de un tamaño nanométrico, siendo la base para montar estructuras mayores de los mismos. Los materiales nanoestructurados en tres dimensiones son sintetizados mediante la cristalización térmica de un material disforme. Estableciendo un control de la nucleación y del crecimiento durante el recocido de un material disforme, se logra obtener la mayor parte del material con un tamaño de grano inferior a 20nm. Siendo limitado por la estructura del material en forma de cristal metálico tiene una micro estructura amorfa (D. M. Gruen, 2012).

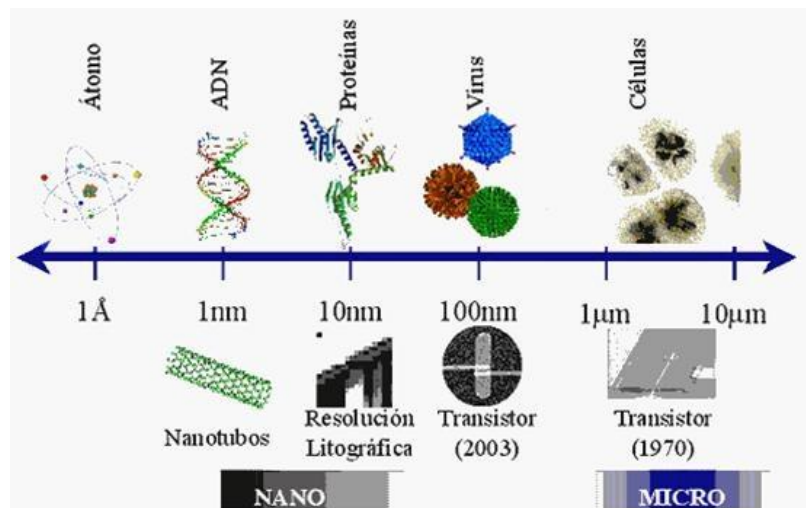


Figura 4. Materiales Nanoestructurados

*Fuente: (D. M. Gruen, 2012)*

### 2.2.1. NANOMATERIALES

Los materiales a nanoescala son el conjunto de sustancias donde mínimo una dimensión, es menor que aproximadamente 100 nanómetros siendo así un nanómetro la millonésima de

milímetro, es decir cerca de 100.000 veces menor que el diámetro de un cabello humano. Los nanomateriales son de suma importancia debido a que de esta escala emergen propiedades ópticas, eléctricas, magnéticas y otras únicas, las cuales tienen el potencial de grandes impactos en campos como la electrónica, la medicina, entre otros (M. Zeiger, 2016).

Pero ¿En dónde se encuentran los nanomateriales? Algunos se crean naturalmente, siendo de particular interés los nanomateriales diseñados para muchos productos comerciales y procesos encontrándose en cosas como protectores solares, cosméticos, artículos deportivos, resistentes a las manchas, neumáticos, ropa, productos electrónicos, en artículos de uso diario, y en medicamentos para diagnóstico, administración de fármacos y diagnóstico por imágenes (M. Zeiger, 2016).

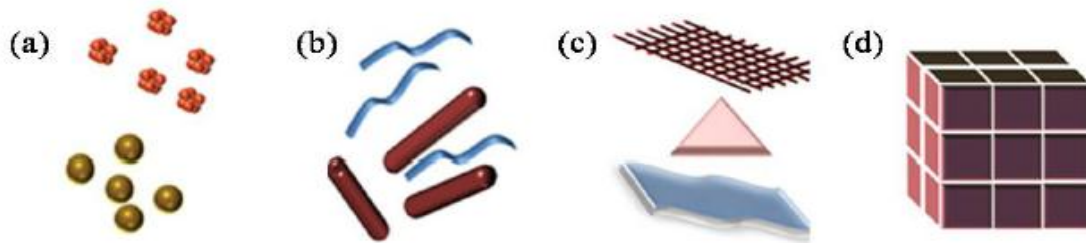
Los nanomateriales diseñados a nivel molecular (nanómetro) tomando ventaja de su tamaño y nuevas propiedades que generalmente no se ven en sus contrapartes comunes, a granel. Las dos razones primordiales por las que los materiales a escala nanométrica pueden tener diferentes propiedades son nuevos efectos cuánticos y el aumento del área de superficie relativa. Los nanomateriales tienen una relación superficie/volumen mucho más grande que sus formas convencionales, esto puede llevar a mayor reactividad química y afectan a su fuerza, también en efectos cuánticos, la nano escala, puede llegar a ser más importante para determinar las propiedades y características de los materiales, llevando a nuevos comportamientos ópticos, magnéticos y eléctricos (M. Zeiger, 2016).

### **2.2.2. CLASIFICACIÓN DE LOS NANOMATERIALES**

Los nanomateriales se clasifican en nanoescala en una dimensión (un ejemplo, películas de superficie), dos dimensiones (ejemplo, fibras o hilos), o tres dimensiones (ejemplo,



partículas). Pueden estar en forma única, fusionada, agregada o formas aglomeradas con formas esféricas, irregulares e tubulares. Tipos usuales de los nanomateriales incluyen nanotubos, dendrímeros, fullerenos y puntos cuánticos. Los nanomateriales tienen aplicaciones en el campo de la nanotecnología, y muestra diferentes productos químicos físicos (es decir, nanotubos de carbono, nano de plata, fullereno, fotocatalizador, sílice, carbono nano). Los materiales nanoestructurados se dividen como nanoestructuras cero dimensional, unidimensionales, bidimensionales y tridimensionales como se puede apreciar en la Figura 5 (Kozarsky, 2014).



*Figura 5.* Clasificación de nanomateriales (a) esferas y agrupaciones 0D; (b) nanofibras 1D, nanocables, y nanorods; (c) nanofilms 2D, nanoplacas y redes; (d) Nanomateriales 3D.

*Fuente:* (Kozarsky, 2014)

Los nanomateriales se caracterizan por un tamaño de grano ultra fino (<50 nm) o por una dimensionalidad limitada a 50 nm. Los nanomateriales pueden crearse con diversas dimensionalidades de modulación, según lo puntualiza Richard W. Siegel: cero (agrupaciones atómicas, conjuntos de agrupaciones y filamentos), una (multicapas), dos (capas enterradas o superposiciones de grano ultra fino), y tres (materiales en nanofase que consisten en granos de dimensión nanométrico equiaxados) como se aprecia en la Figura 5 (Kozarsky, 2014).

### **2.3. NANOMATERIALES DE CARBONO**

Con los primeros informes sobre fullerenos y compuestos en los ochentas empezó la era de los nanomateriales de carbono, y desde aquel tiempo se ha incrementado la investigación en este campo. Nuevas clases de materiales de carbono han aparecido, entre ellos los nanotubos de carbono, los CNOs, los diamantes a nanoescala y los diamondoides. Un punto de modulación importante fue el grafeno como material disponible para investigaciones, promovido por el adelanto de métodos y estrategias de producción confiables abriendo un nuevo universo de aplicaciones para los nanomateriales. (S. Giordani 2014).

La creación confiable de un material, es un requisito para el progreso en el campo de investigación. En este momento, todos los tipos de nanomateriales de carbono y muchos materiales orgánicos ricos en carbono están disponibles para la comunidad científica de calidad y cantidades adecuadas para la investigación de propiedades fundamentales y posibles aplicaciones. Esto ha llevado a la aparición de una nueva comunidad de científicos que trabajan en un área interdisciplinaria que involucra ciencia de los materiales, química orgánica y física.

Las nanopartículas basadas en carbono natural existen solo en cantidades insignificantes, y la mayoría está diseñada artificialmente. Por lo tanto, su disponibilidad no depende de las reservas naturales (como los diamantes) y, su producción se puede realizar en cantidades ilimitadas siempre que existan materias primas. Según las últimas conjeturas, existe la expectativa de un incremento constante de la producción promoviendo el progreso industrial, durante la próxima década, sin embargo, existen preocupaciones sobre una liberación en el medio ambiente y las interacciones de los nanomateriales liberados con

organismos vivos y su integración a cadenas alimenticias con consecuencias desconocidas (D. M. Gruen, 2012).

### 2.3.1. CLASIFICACIÓN DE LOS NANOMATERIALES DE CARBONO

El carbono es uno de los elementos químicos (incluida la silicón) con capacidad de polimerizar a nivel atómico, formando cadenas de carbono bastas. Debido a los cuatro electrones en la capa de electrones externa (Figura 6a y Figura 6b), los átomos de carbono tienen una valencia de cuatro y pueden unirse mediante enlaces covalentes simples, dobles o triples, o también con otros elementos, estas se pueden atribuir a su estructura electrónica especial y a su tamaño el cual es menor en comparación con otros elementos (A. Bianco et al., 2013).

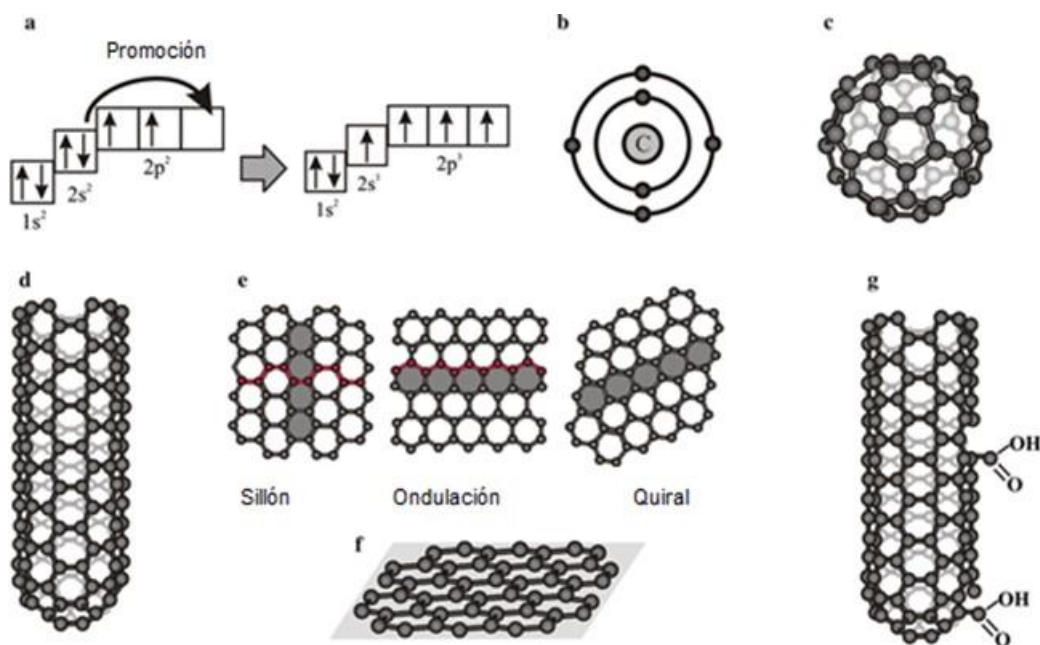


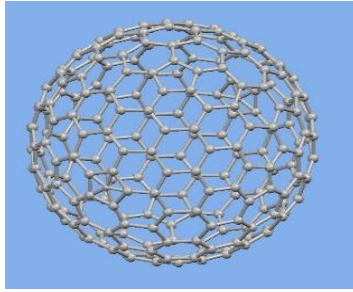
Figura 6. Estructura de un átomo de carbono y de nanopartículas basadas en carbono; a) Configuración de electrón de un átomo de carbón antes y después de la promoción de un electrón; b) Representación esquemática de una estructura de átomos de carbono con dos orbitales de electrones en el núcleo y seis electrones distribuidos en ellos; c) Estructura de un fullereno C60; d) Estructura de un nanotubo de pared simple; e) Los diferentes tipos de nanotubos de pared simple: sillón, zig-zag y quirral; f) Estructura de una lámina de grafeno; g) Estructura de un nanotubo de pared simple oxidado.

Fuente: (Kozarsky, 2014)

El carbono puede existir en un rango de diferentes formas moleculares, compuestas por el mismo tipo de átomos pero debido a estructuras diferentes, que poseen propiedades diferentes. Estas formas se denominan "alótropos" o "modificaciones alotrópicas" de un determinado elemento químico. Hasta hace poco, solo se conocían dos alótropos naturales de carbono: el diamante y el grafito, pero últimamente, se han descrito otras formas inéditas alotrópicas, incluidos los nanomateriales de carbono. La clasificación de los nanomateriales basados en carbono más común es de acuerdo con su estructura geométrica. Las nanoestructuras de carbono incluyen partículas con diversas formas entre ellas: tubo (llamado nanotubos de carbono), asta (perteneciente al grupo de nanohorns), esférica o elipsoidal (perteneciente a fullerenos). Los nanomateriales de carbono tienen numerosas aplicaciones técnicas que incluyen micro y nanoelectrónica, almacenamiento de gas, producción de plásticos conductores, materiales compuestos, pantallas, pinturas antiincrustantes, textiles, baterías con mayor durabilidad, biosensores de gas y otros (A. Bianco et al., 2013).

#### **2.3.1.1. FULLERENOS**

La tercera forma más estable del carbono son los fullerenos y siendo el más conocido el Buckminsterfullereno, es el fullereno más pequeño de C<sub>60</sub>, de una estructura geométrica truncada y con apariencia de un balón de fútbol, que está constituido por 20 hexágonos y 12 pentágonos, con un átomo de carbón en cada una de las esquinas de los hexágonos y un enlace a lo largo de cada arista. Existen más fullerenos como el C<sub>70</sub>, C<sub>84</sub>, C<sub>240</sub>, C<sub>540</sub>, en la Figura 7 se observa el fullereno C<sub>240</sub> (D. Pech, et al., 2010).

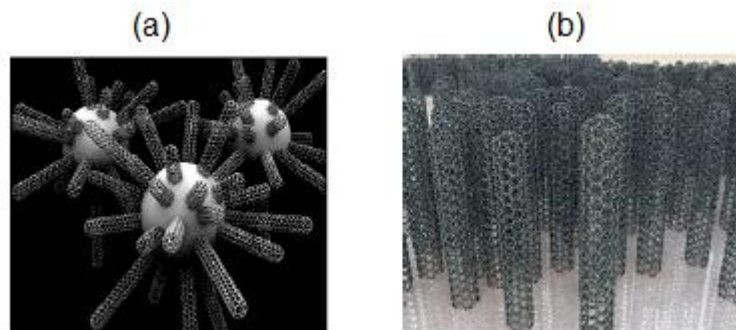


*Figura 7. Fulereo: C240*

*Fuente: Autor*

### **2.3.1.2. NANOTUBOS DE CARBONO (CTN)**

Obteniendo el Nobel en Química en 1996 Robert Curl, Harold Kroto y Richard Smalley descubrieron el C<sub>60</sub> en 1985. En 1990, investigadores de Heidelberg (Alemania) y Tucson (Estados Unidos) descubrieron un método para obtener grandes cantidades del buckminsterfulereno o C<sub>60</sub>. Iijima, pasando corriente eléctrica a través de dos barras de grafito vaporizándolas, obteniendo una forma de carbono donde esperaba encontrar el C<sub>60</sub>, pero no fue así, sino encontró pequeños tubos de carbono huecos, de unos cuantos nanómetros de ancho Figura 8a. con diversas capas, con sus partes finales selladas con tapas cónicas como se encuentra en la Figura 8b, (D. M. Gruen, 2012).



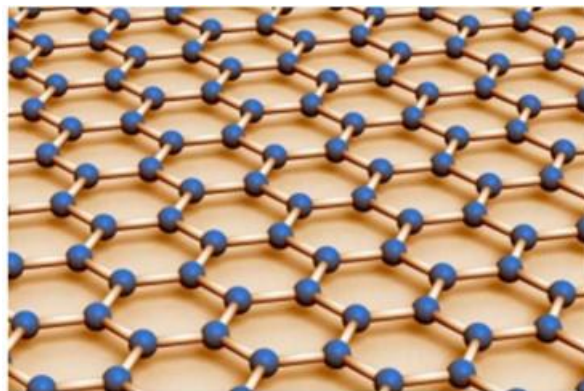
*Figura 8. a) Modelo de nanotubo de carbono. b) Paredes de los nanotubos de carbono.*

*Fuente: (D. M. Gruen, 2012)*

Las nanoestructuras han revolucionado la tecnología del carbono. En las paredes de los nanotubos, los átomos de carbono están arreglados en forma de grafenos (un plano de grafito), lo que les da propiedades de buena conducción eléctrica sugiriendo, la opción de emplearlos como cables de circuitos eléctricos, o modo de tubos que actuarán como combinaciones de conductores y semiconductores funcionando como transistores (D. Pech, et al., 2010).

### 2.3.1.3. GRAFENO

El grafeno es una estructura de carbono 2D constituida por una sola capa de átomos de carbono  $sp^2$  en una red hexagonal, similar al grafito. De hecho, el carbono es uno de los elementos químicos más comunes y conocidos. El carbono tiene numerosas representaciones cristalinas, llamadas alótropos, entre ellas el diamante y el grafito. Los alótropos son formas diferentes del mismo elemento con enlaces entre átomos distintos, resultando estructuras con propiedades químicas y físicas diferentes (García, F. J. B., 2012).



*Figura 9. Estructura hexagonal de los átomos de grafeno.*

**Fuente:** (López-Rodríguez and G.G. Naumis, 2010)

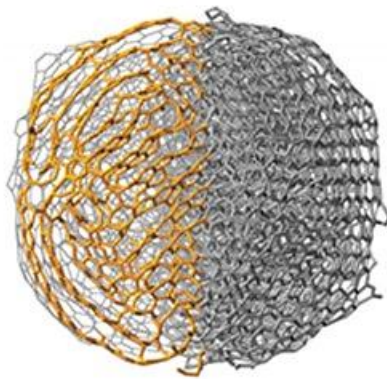
El físico teórico canadiense PR Wallace exploró la teoría del grafeno en 1947, mientras que fueron descritas 57 años más tarde en 2004 por A. Geim (físico holandés-británico) y K. Novoselov (físico ruso-británico), obteniendo un premio nobel en 2010. A pesar de la exhaustiva investigación teórica, el hecho de que el material real se haya obtenido recientemente, indica que, aún se realizan estudios exhaustivos sobre las propiedades del grafeno entre ellas físicas únicas, como una rigidez mecánica extremadamente alta, eléctricas y una alta estabilidad térmica. (García, F. J. B., 2012).

#### **2.3.1.4. CARBON NANO-ONIONS (CNOS)**

La química de los materiales es uno de los campos en desarrollo, implicando la síntesis de nuevos materiales o la modificación de sus superficies para que las nuevas propiedades puedan permitir su aplicación práctica. Las nanopartículas, pueden formar sistemas micro y macromoleculares más grandes. Los materiales de carbono siempre han estado en el punto focal de las aplicaciones de energía, siendo así, con la aparición de nuevas nanoestructuras de carbono, principalmente nanotubos de carbono y grafeno, se ha impulsado a la investigación sobre el almacenamiento y la conversión de energía electroquímica, lo que ha dado lugar a una nueva era del carbono. Entre todos los alotropos de carbono, los CNOs son los más interesantes. Los Onions de carbono (CO), también llamados onion like carbon (OLC), onion like fullerenes (OLF) o carbon nano-onions (CNO), son partículas de carbono nanoscópicas, con una forma casi esférica hecha de múltiples capas cerradas de fullereno de carbono (D. Pech, et al., 2010).

Los CNOs se pueden puntualizar en integridad de su composición en forma de nanopartículas de carbono esféricas o poliédricas, menores de 10 nm, que consisten en varias cáscaras de carbono similares a fullereno encerradas en una muñeca rusa que son defectuosas

y desordenadas a un cierto grado. Iijima observó CNO por primera vez en 1980, a partir de películas de carbono amorfo depositadas al vacío. Presentó micrografías electrónicas de pequeñas partículas esféricas de carbono grafitado, cuyos tamaños variaban entre 30 y 70 Å de diámetro. Luego Smalley y sus colaboradores descubrieron C60. En 1987 Iijima se dio cuenta de que la capa más interna de los CON, tenía un diámetro de 8 Å (Ángstrom) y, por lo tanto, podría ser C60. En 1992, Ugarte obtuvo CNO mediante intensa irradiación de hollín de carbón. La Figura 10 muestra algunas características de CO (M. Zeiger, 2016).



**Características carbon-onions:**

- Múltiples capas de carbono.
- Grado variable de ordenamiento de carbono dentro de la capa.
- Forma que varía de esférica a poliédrica.
- Tamaños típicos que varían entre 5-10 nm.
- Baja cantidad de heteroátomos.
- Posible presencia de carbono no hibridado.
- A veces núcleo hueco.

*Figura 10. Características típicas de los CNOs*

**Fuente:** (M. Zeiger, 2016)

Los CNOs se pueden definir como una añadidura, novedosa a la familia de materiales de carbono, dependiendo de su método de síntesis y los parámetros de síntesis, estos difieren en tamaño, composición química, fase y morfología. Estos fullerenos de caparazón múltiple tienen capas concéntricas esféricas o poliédricas de átomos de carbono, que pueden ser estructuras de doble y triple capa o de varias capas que pueden variar entre 4 y 25 nm. (M. Zeiger, 2016).



No existe actualmente nomenclatura consistente para los CNOs, siendo esta uniforme, especialmente en el caso de estructuras de carbono bastante nuevas. Cuando se consideran estructuras de CNOs, con más de 100 nm y una alta densidad de defectos, la descripción conceptual como fullereno, normalmente aplicada a las moléculas, puede ser discutible. La diferenciación entre arquitecturas por sus paredes no es práctica para los CNOs: casi todos los CNOs califican como estructuras de paredes múltiples (K.D. Sattler, 2016).

Las nanoestructuras de carbono, incluidos los fullerenos, CNT, nanoconos, nanoparapodos, nanotorii y los CNOs, tienen propiedades únicas, entre las cuales alta flexibilidad, alta conductividad térmica y ahora son el material más fuerte. Estas nanoestructuras de carbono hechas de capas gráficas concéntricas, son atractivas para aplicaciones debido a su curvatura, área de superficie específica moderadamente alta de 500 m<sup>2</sup>/g, y conductividad eléctrica de 4S/cm, debido a su carga-descarga capacidades de velocidad (M. Zeiger, 2016).

Los CNOs son capas de grafito de estructura casi esférica y poliédrica uno cerca del otro. El diámetro del nanomaterial CNO depende del protocolo exponiendo una alta relación área-volumen. Siendo la distancia recomendada basada en experimentos entre las capas gráficas es de 0.335 nm hasta 0.336 Å, y es aproximadamente igual a la distancia entre dos planos gráficos (0.334 nm) (K.D. Sattler, 2016). Además, los estados  $\pi$  cerca del gap HOMO-LUMO y los estados  $\sigma$  fuertemente unidos tienen un carácter parecido a los estados del grafito. En 1995, Ugarte describe a los CNO a modo de partículas gráficas de tipo cebolla, con vasta gama de organizaciones, entre estas morfologías poliédricas a casi esféricas. Las capas poligonales de los OLC contienen esferas similares al fullereno con doce pentágonos, que son responsables de la estructura poligonalizada; los CNOs contienen anillos hexagonales y pentagonales con átomos de carbono dispuestos en los vértices creando dos

enlaces simples y un doble enlace con átomos de carbono vecinos con electrones  $\pi$  deslocalizados a través de la molécula. Figura 11 muestra fullerenos esféricos y poliédricos y CNO de doble capa (M. Zeiger, 2016).

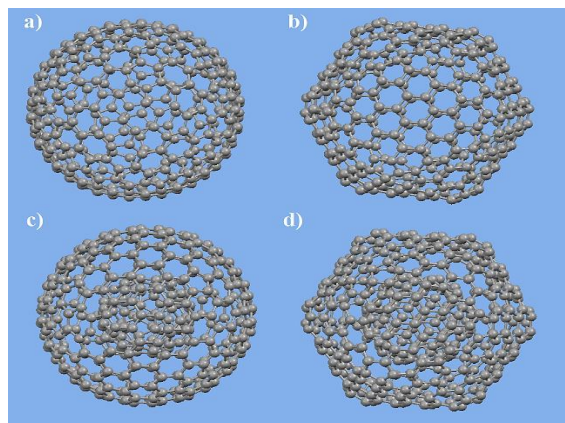


Figura 11. Fullerenos y CNOs de doble capa: a) C320 fullereno esférico, b) C320 fullereno poliédrico, c) C60, C240 CNOs doble capa esférico y d) C80, C320 CNOs doble capa polihédrico.

*Fuente: Autor*

#### **2.3.1.4.1. ESTRUCTURA DE LOS NANO-ONIONS DE CARBONO**

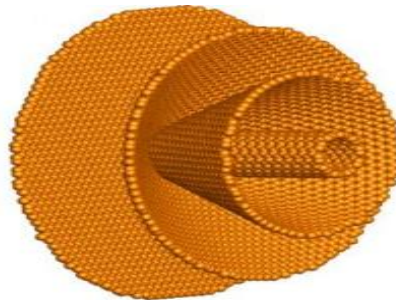
Los CNOs son capas de grafeno con fallas pentagonales y otros con formas de cubierta cerrada. Las propiedades estructurales varían significativamente basadas en las condiciones de síntesis del Carbono Similar a los Onions (OLC), centrándose en el OLC del recocido de nanodiamantes entre 1300 y 1800 ° C, el área de superficie específica (SSE) Brunauer-Emmett-Teller (BET) de la adsorción de gas N<sub>2</sub> varía entre 400 y 600 m<sup>2</sup>/g, como se observa en la Figura 11a (L. Echegoyen, 2010).

No hay una porosidad interna accesible para el OLC, por lo que la SSA depende de la densidad del material y la superficie de las partículas, por otro lado, hay un diamante residual en la muestra que causa un SSA más bajo debido a una mayor densidad de nanodiamante en comparación con las cáscaras de cebolla que forman carbono gráfico

debido a temperaturas de recocido más bajas encontrándose a un máximo a  $1500\text{ }^{\circ}\text{C}$ . La sintetización y la creación de partículas poligonales más grandes a medida que aumenta la temperatura del recocido logra que el diamante se convierta en OLC y la partícula tenga una superficie rugosa (defectuosa), y la subsiguiente disminución en la SSA. La distribución del tamaño de poro del OLC es amplia en el rango mesoporoso, ya que cualquier "poro" está formado realmente por el espacio entre los múltiples onions, y no cambia mucho en las condiciones de síntesis (J. Bartellmes, 2014).

### 2.3.1.5. NANOCOS DE CARBONO

Un troncono hecho de grafeno es la definición para los nanoconos de carbono. Simulaciones a través de la computación han logrado saber que depende del ángulo del vértice del cono su conductividad térmica, es decir la conductividad térmica a  $300\text{ K}$  aumenta de forma progresiva cuando el ángulo del vértice se disminuye de  $113^{\circ}$  a  $19^{\circ}$ , para reducir de manera brusca al bajar de  $19^{\circ}$  a  $0^{\circ}$ . Siendo así, lo sorprendente es que supera la de un disco de grafeno para ángulos entre  $39^{\circ}$  y  $19^{\circ}$  (Figura 12). El disco de grafeno corresponde a un ángulo del vértice de  $180^{\circ}$  y que un nanotubo de carbono se obtiene para un ángulo de  $0^{\circ}$  (L. Echegoyen, 2010).



*Figura 12. Nanocono de carbono.*

**Fuente:** (Neto, 2010)

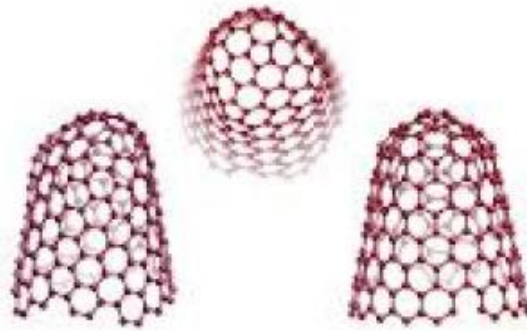
Mediante la pirolisis de hidrocarburos siendo este un proceso de antorcha de plasma obteniendo una fabricación a gran escala de nanoestructuras de carbono cónicas, estos conos de carbono resultantes se producen en cinco formas claramente diferentes, y partículas en forma de disco. Actualmente son muy poco exportadas, estas estructuras y propiedades de los conos y discos de carbono han sido relativamente. Caracterizadas por su estructuras de partículas usando microscopia electrónica de transmisión, rayos X de sincrotrón y difracción de electrones. Se encuentra que los nanoconos de carbono exhiben varias características estructurales interesantes; sus paredes radican en una capa similar a grafito interna relativamente delgada con una envoltura no cristalina, donde la cantidad de este último puede alterarse usando el recocido. Los conos emergen con una faceta precisa a lo largo del borde del cono, manifestando un estricto orden atómico de largo alcance; además presentan ejemplos ocasionales de ruptura de simetría, como dos vértices que aparecen en el mismo nanocono de carbono (Neto, 2010).

#### **2.3.1.6. NANOHORN DE CARBONO**

Los nanohorn con forma de cuerno o trompa en la punta. Llamándose también CNH o SWNH porque sólo pueden ser sintetizados como nanotubos semicerrados de carbono de pared única de manera irregular con un diámetro de 2-5 nm y 40-50 nm de longitud, para darle forma cuasi-esférica de 100nm de diámetro, en el extremo, se encuentran agrupados alrededor de 2.000 átomos de carbono (M. Zeiger, 2016).

Son caracterizados los nanos cuernos de carbono por tener una extensa área de superficie, fácil dispersión y alta conductividad.(A. Bianco et al., 2013).

NEC (Compañía con la patente de nano-cuernos) usa la ablación láser para obtener estos nanomateriales, la cual, irradia sobre un blanco de grafito un láser de alta potencia de dióxido de carbono sobre un blanco de grafito. En comparación con otros métodos de fabricación de nanopartículas de carbono, éste, se caracteriza por la ausencia de un catalizador metálico para la síntesis logrando un producto con 100% de carbono, sin impurezas metálicas siendo su nivel de pureza alrededor de 85-95%, ya que contiene carbon amorfo y grafito. Con el proceso desarrollado por NEC es posible obtener más de 1 kg / día de nanotubos semicerrados de carbono de alta pureza (M. Zeiger, 2016).



*Figura 13. Nanohorn de carbono.*

*Fuente:* (M. Zeiger, 2016)

## **2.4. MÉTODOS DE SÍNTESIS**

Con el descubrimiento de las nanopartículas de carbono (CNO), se ha desarrollado técnicas para producir estos nanomateriales por sus prometedoras propiedades en diversos campos de aplicación. Siendo observadas por primera vez, las primeras partículas esféricas atribuibles a los CNO por Lijima en 1980, luego de la evaporación del negro de humo al vacío (K.D. Sattler, 2016).

### **2.4.1. DESCARGA DE ARCO**

Este método es una descarga que produce un plasma proporcionando su propio mecanismo de emisión de iones hacia el sustrato, existiendo, dos tipos de métodos de arco: pulsado el cual es producido usando un circuito de capacitores o eléctrico, generando energía para obtener plasma u otro circuito eléctrico su duración depende del voltaje suministrado y de la capacitancia en cambio el método continuo, utiliza una fuente de corriente directa para que el arco sea continuo (K.D. Sattler, 2016).

En este proceso, el material se evapora por la acción de un arco eléctrico en un sistema de vacío. Consistiendo el sistema en una cámara de vacío, un cátodo, una fuente de alimentación, un dispositivo de encendido, un ánodo y un sustrato donde se encuentra depositado el material. Los electrodos dependiendo del resultado que se desea lograr, pueden, ser del mismo material o de materiales distintos, a los que se les aplica un voltaje de corriente directa, corriente alterna o radio frecuencia. (S. Krishnamurthy, 2013).

Para la obtención de la pureza que se necesita, el proceso inicia con la evacuación de la cámara mediante la utilización del sistema de extracción de aire para producir; posteriormente, se prosigue, con la inyección de un gas inerte, con la finalidad de disminuir la reacción de los precursores con el ambiente y, a su vez, manejar la presión en el interior de la cámara. El voltaje se aplica a los electrodos, luego de establecer óptimas condiciones aplicado a los electrodos, el proceso de evaporación se ejecuta en conjunto con la fabricación de las nanopartículas. Es recomendable poner un sustrato donde se colocan las nanopartículas, para que estas, no se dispersen por toda la cámara de reacción de donde más adelante se retirarán, con la finalidad de no provocar una dispersión en toda la cámara, lo que reduce la contaminación del material (O. A. Shenderova, 2012).

La superficie de electrodos se calienta gracias a la descarga la cual produce el flujo de corriente, beneficiando el desprendimiento de material, logrando que los átomos de los electrodos se evaporen. Aplicándose con mayor repetición voltajes en el intervalo de 15 a 50 V, esto dependerá del material de los electrodos; en cuanto a corriente, los valores oscilan entre 30 y 400 A (K.D. Sattler, 2016).

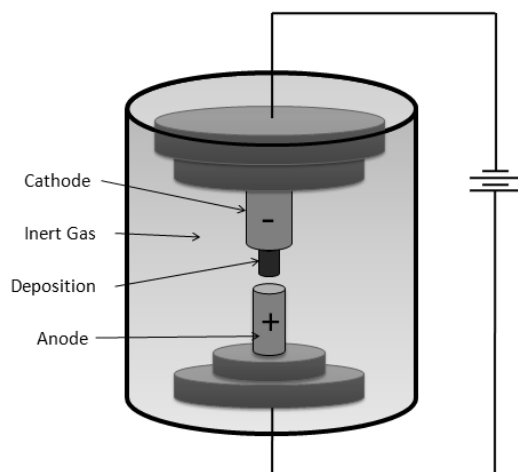
Al hablar de la formación de nanopartículas, el proceso de nucleación podrá ocurrir de dos formas: homogénea y heterogénea. De tal forma, la nucleación heterogénea de una fase vapor se logra producir en los núcleos de las partículas extrañas o polvo, los iones o las superficies, por otro lado, la nucleación homogénea se obtiene en la ausencia de cualquier partícula extraña o iones cuando las moléculas de vapor se condensan para formar los núcleos. Esta teoría fue creada por Volmer, Becker y Döring y modificada por Frenkel y Zeldovich; siendo basada en la suposición que las agrupaciones de átomos o moléculas se pueden referir como gotas líquidas de forma esférica que tienen la densidad del líquido a granel en su interior y por en su exterior tienen la densidad del vapor. La sumatoria contribución positiva de la energía libre superficial y una contribución negativa de la diferencia de energía libre entre la mayor parte del vapor sobresaturado y el líquido logra la energía libre de estos grupos en relación del vapor (O. A. Shenderova, 2012).

La distancia promedio recorrida por una molécula, ion o especie evaporada entre colisiones sucesivas es a lo que se define como camino libre medio. Siendo inversamente proporcional este recorrido a la densidad de estas partículas; es decir a mayor densidad, menor camino libre medio. El camino libre medio sería muy corto en el caso de no existir presiones controladas, las moléculas o iones empezarían a recombinarse y el proceso de nucleación

ocurriría muy rápido, incrementando el tamaño de las nanopartículas obtenidas (M. E. Plonska-Brzezinska, 2017).

Se necesita altas presiones de gas para que ocurra la fabricación de nanopartículas en el proceso de vacío. Siendo así, por medio de las colisiones del gas inerte el átomo o la molécula evaporada pierde energía y pasa por una condensación homogénea obteniendo agregados de átomos (clusters) (O. A. Shenderova, 2012).

Logrando este método como principal ventaja un alto nivel de cristalinidad; de igual manera, la reproducibilidad del experimento es óptima, al contrario, la obtención de una distribución de tamaños ancha es un gran inconveniente debido a que requiere de un método adicional para distanciar las nanopartículas en grupos de tamaños equivalentes (M. E. Plonska-Brzezinska, 2017).



*Figura 14. Dispositivo base para la síntesis de CNO mediante técnica de descarga en arco.*

**Fuente:** (O. A. Shenderova, 2012)



### **2.4.1.1. DESCARGA DE ARCO SUMERGIDO**

Es una técnica utilizada en la actualidad para la producción de nanopartículas. Consistiendo en mantener las mismas condiciones del método de arco eléctrico (a), agregando un medio acuoso que reemplaza al gas inerte (F.J. López-Rodríguez and G.G. Naumis., 2010).

Encontrando de este método como principales ventajas:

- El no requerir de instalaciones de vacío, disminuyendo el riesgo de utilizar gases explosivos o corrosivos.
- Reduce la pérdida de material sintetizado, además minimiza riesgos en la salud gracias a que las nanopartículas obtenidas se concentran en un medio acuoso
- Acceso factible a la cámara de reacción durante la operación para realizar cambios de cualquier dispositivo en el sistema.
- Minimiza la dispersión de tamaños con respecto al arco eléctrico convencional y al tener el medio acuoso los productos metálicos contaminantes no consumidos se dispersan en el agua y no en el medio ambiente.

### **2.4.2. VAPORIZACIÓN POR LÁSER (LASER ABLATION)**

Está basado en la sublimación de una mezcla de grafito y catalizador metálico (normalmente 0,5% de Ni) por medio de un láser pulsado (Nd-YAG:  $\lambda = 532 \mu\text{m}$ ). La cámara de síntesis está conformada por un tubo de cuarzo insertado en un horno a  $1200^\circ \text{C}$  en una atmósfera de helio (He) o argón (Ar) (F.J. López-Rodríguez and G.G. Naumis., 2010).

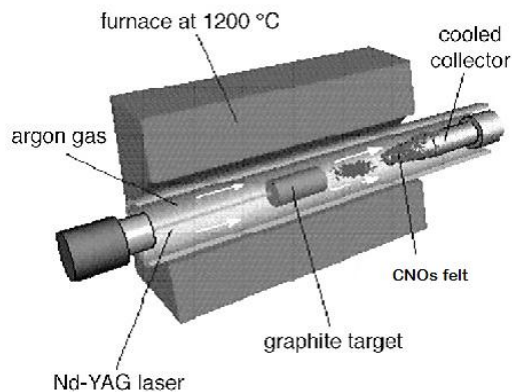


Figura 15. Esquema básico para la síntesis de CNOs utilizando vaporización por láser.

*Fuente:* (O. A. Shenderova, 2012)

El flujo de gas consiente que la deposición de átomos de carbono y catalizador en un colector a una temperatura más baja que la del horno, Figura 15. Esta variación de la velocidad de flujo y la temperatura del colector, consigue controlar el crecimiento de los CNOs (M. Choucair, 2012).

### 2.4.3. DEPOSICIÓN QUÍMICA DE VAPOR (CHEMICAL VAPOR DEPOSITION)

Una de las tecnologías más usadas para la producción de nano cebollas de carbono, debido a que admite un control seguro de los parámetros que controlan el crecimiento de las nanoestructuras (O. A. Shenderova, 2012). Estando entre estos parámetros: la velocidad de flujo, la temperatura del horno, la naturaleza química de los reactivos y la cantidad de catalizadores metálicos. Mediante la variación de estos parámetros, se puede obtener una ayuda al crecimiento de CNO en relación con otras formas alotrópicas, por ejemplo, nanotubos de carbono. La CVD está basada en el uso de un precursor orgánico, principalmente hidrocarburos de bajo peso molecular, entre ellos el metano. El cual es

llevado por una corriente de gas inerte a una superficie encima de la cual se coloca el catalizador metálico (Fe, Co, Ni). Para disminuir el espesor de la película de catalizador, con regularidad, se ponen en práctica técnicas como la evaporación por calor o el uso de la pistola de electrones para su deposición, estas se utilizan a menudo porque admiten la fabricación de películas delgadas de catalizador con un espesor menor de 20 nm (M. Choucair, 2012).

Es viable sintetizar CNO (u otras nanoestructuras), una vez que el sustrato sobre el cual crecen las nanoestructuras de interés, este en el rango de 400 a 1200 ° C, en una atmósfera reductora de hidrógeno y argón (O. A. Shenderova, 2012).

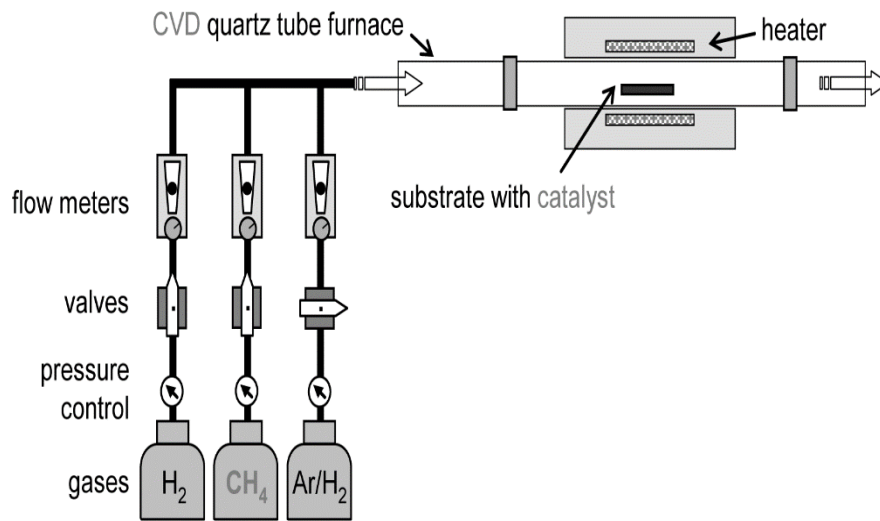


Figura 16. Esquema básico para la síntesis de CNOs por CVD.

Fuente: (M. Choucair, 2012)

#### 2.4.4. RECOCIDO DE NANODIAMANTES (ND)

Técnica basada en el recocido de nanodiamantes con diámetros de unos pocos nanómetros en una atmósfera de helio (He) a altas temperaturas en el rango de 1500-1800 ° C, el cual conduce a la formación de CNO del diámetro del orden de las ND. El procedimiento estándar

propuesto por Kuznetsov y colaboradores, se fundamenta, en el recocido de nanodiamantes ultra dispersos (UDD) con diámetros que oscilan entre 2 y 6 nm a 1650 ° C. Posteriormente del primer recocido en una atmósfera inerte, se realiza un segundo recocido en aire a 450 ° C para desaparecer el carbono amorfo (I. Suarez-Marinez, 2012).

Ellos luego del tratamiento con calor visualizaron la presencia de: (a) CNO casi esféricos; (b) CNO poliédricos, con lo cual informaron un esquema de transformación de ND a CNO (esférica y poliédrica), Figura 17 (O. A. Shenderova, 2012).

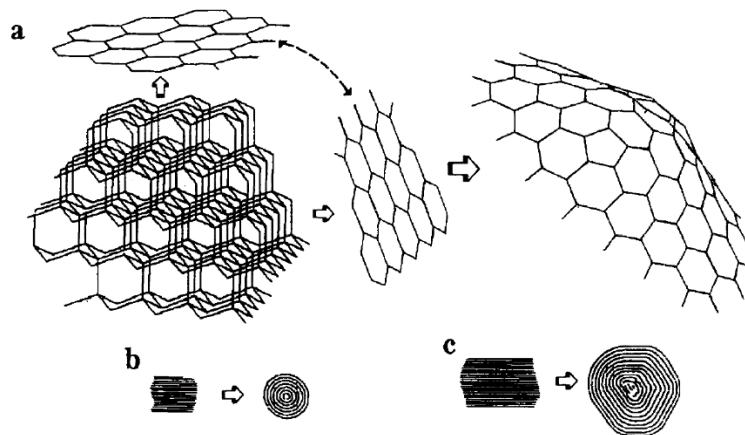


Figura 17. Esquema de transformación de ND a CNOs.

Fuente: (D. Pech, 2010)

## 2.5. APLICACIONES Y POSIBLES APLICACIONES

Las nanoestructuras se utilizan en muchas áreas, debido a sus notables propiedades fisicoquímicas de los CNO principalmente en electrónica, en limitación óptica, en catálisis, en conversión y almacenamiento de energía, en dispositivos de almacenamiento de energía electroquímica de iones de litio, como súper lubricantes, para sensores y para aplicaciones biológicas y medioambientales, entre ellas una de las propiedades físicas más interesantes

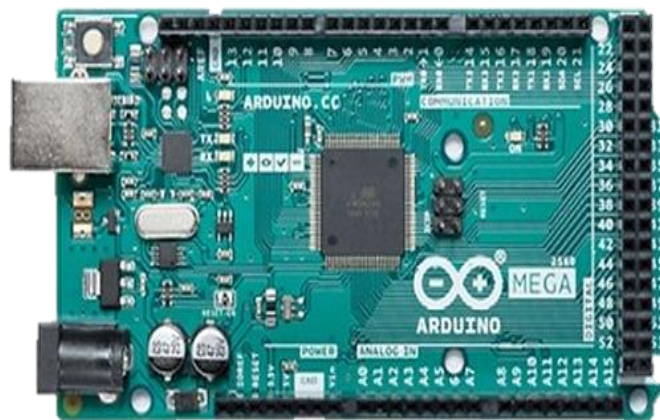
es su conductividad, observándose un mayor rendimiento en su conductividad en los CNO formados a partir de partículas de nanodiamantes a altas temperaturas (1800° C) (D. Pech, 2010).

Las nanopartículas de carbón consecuencia de la relación aspecto-naturaleza química tienen propiedades excelentes entre ellas que son agentes de refuerzo o cargas funcionales en otros materiales. Las nanopartículas de carbono pueden reflejar un descenso de peso del material donde van incluido y en la obtención de materiales con mayor resistencia al impacto, conductividad eléctrica, resistencia, estabilidad térmica, resistencia al fuego, estabilidad dimensional, esto da como resultado que las nanopartículas de carbono y sus composiciones se empleen en una gran variedad de sectores económicos: aeroespacial, transporte, energía, cosmética, electrónica, textil... El sector de construcción, no consta de un empleo masivo causado por su vasta competencia requiriendo un ajuste elevado del precio también los materiales nuevos deben cumplir con estándares de construcción haciendo que estos lleven un prolongado tiempo llegar al mercado. Además el déficit de actualización de los aplicadores de los nuevos materiales también restringe en alto grado su aplicación en obra (Carboninspired, 2012).

Actualmente la investigación de las aplicaciones de nanopartículas de carbono está en auge, encontrándose entre ellas materiales aislantes. Los aerogeles por ejemplo están formados hoy en día principalmente por sílica o carbono con un 96 % de aire. El incluir los CNT en la matriz hace que se tenga una estructura aislante pero con propiedades eléctricas, manteniendo la elasticidad del material. Las nanopartículas asimismo son convenientes para el desarrollo de materiales estructurales, por lo cual se pueden emplear en cemento y hormigón armado. Pese a ello, hasta ahora no se han reportado productos comerciales de

este tipo con nanopartículas pero entre las ventajas del uso de los CNTs podrían encontrarse la reducción o eliminación de propagación de grietas y mejorar sus propiedades mecánicas, además, de resistencia al fuego de los materiales poliméricos en construcción también se ven mejoradas por la inclusión de nanopartículas como CNTs, CNF o grafeno, mediante su desplazamiento hacia la superficie y luego formando una red que mantendría la integridad estructural del polímero, formarían parte de una barrera aislante que protegería el interior del material. También las nanopartículas de carbono pueden tener un gran impacto en el desarrollo de sensores para detectar temperatura, humedad, tensión y deformación, sustancias tóxicas y sistemas domóticos o de iluminación, esperando que en los próximos años continúe su expansión. Además, pese a que la nanotecnología este en un estado emergente, hay la expectativa de un desarrollo importante en los subsiguientes años. (Carboninspired, 2012).

## 2.6. MÓDULO ARDUINO MEGA 2560



*Figura 18. Arduino Mega 2560.*

*Fuente: (Arduino, 2016)*

El Arduino Mega 2560, tablero de microcontrolador basado en el ATmega 2560 el cual contiene 54 pines de entrada / salida digital (de los cuales 15 se pueden usar como salidas

PWM), 16 entradas analógicas, 4 UART (puertos serie de hardware), un oscilador de cristal de 16 MHz, una conexión USB, un conector de alimentación, un cabezal ICSP, y un botón de reinicio, es decir cuenta con todo lo necesario para soportar el microcontrolador; mediante su conexión a una computadora con un cable USB o con un adaptador de CA a CC o una batería para empezar, siendo el tablero Mega 2560 compatible con la mayoría de los escudos diseñados para el Uno y los tableros anteriores Duemilanove o Diecimila (Arduino, 2016).

### 2.6.1. ESPECIFICACIONES TÉCNICAS

<b>ESPECIFICACIONES TÉCNICAS</b>	
MICROCONTROLADOR	ATmega2560
TENSIÓN DE ALIMENTACIÓN	12V
TENSIÓN DE ENTRADA RECOMENDADA	7-12V
LÍMITE DE ENTRADA	6-20V
PINES DIGITALES	54 (14 con PWM)
ENTRADAS ANALÓGICAS	16
CORRIENTE MÁXIMA POR PIN	40 mA
CORRIENTE MÁXIMA PARA EL PIN 3.3V	50 mA
MEMORIA FLASH	256 KB
SRAM	8 KB
EEPROM	4 KB
VELOCIDAD DE RELOJ	16 MHz

*Tabla 1. Especificaciones técnicas Arduino Mega 2560*

*Fuente: Autor.*

## 2.7. SERVOMOTOR



*Figura 19. Servomotor.*

**Fuente:** (Marlon Idrovo, 2010)

Servomotor, dispositivo parecido a un motor de corriente continua con la capacidad de situarse en cualquier posición dentro de su rango de operación, y mantenerse estable en dicha posición. Conformado por un motor, una caja reductora y un circuito de control, siendo usados frecuentemente en sistemas de radio control y en robótica, pero su uso no está restringido a estos, de esta manera es posible transformar un servomotor para obtener un motor de corriente continua que no tendrá la capacidad de control del servo, pero conserva la fuerza, velocidad y baja inercia que caracteriza a estos dispositivos. Un servo normal o Standard tiene 3kg por cm. de torque que es bastante fuerte para su tamaño, además incrementa de manera proporcional para cargas mecánicas, no consumiendo mucha energía. La corriente requerida dependerá del tamaño del servo, el fabricante indicara cual es la corriente que consume pero eso no significara demasiado, si todos los servos van a estar en constante movimiento. La corriente depende principalmente del par, y puede exceder un amperio si el servo está enclavado (Marlon Idrovo, 2010).



### 2.7.1. CARACTERÍSTICAS DEL SERVOMOTOR MG995

Servomotor MG995	
Peso	55g
Par de Torsión	9,4 kg / cm (4,8 v); 12kg / cm (6v)
Dimensión	40,7 × 19,7 × 42,9 mm
Velocidad de operación	0.20sec / 60degree (4.8v); 0.16sec / 60degree (6.0v)
Voltaje de funcionamiento	4.8 ~ 6.6v
Tipo de engranaje	Engranaje de metal
Rango de temperatura	0- 55deg
Extracción de corriente al ralentí	10mA
Extracción de corriente de funcionamiento de carga	170mA
Servo Plug	1200mA

Tabla 2. Características del servomotor MG995.

*Fuente: Autor*

### 2.7.2. CONFIGURACIÓN DE CONEXIÓN DEL SERVO

El servomotor consta de tres cables de configuración cada uno con diferentes características como se describe en la tabla 3.

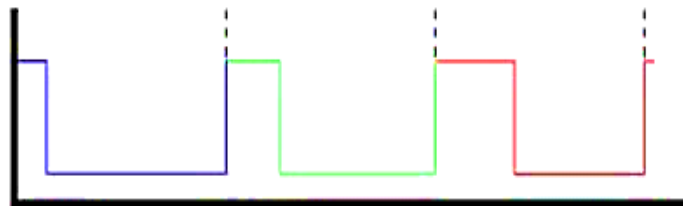
COLOR DEL CABLE	CARACTERÍSTICAS
Rojo	Alimentación
Café	Conexión a Tierra
Tomate	Señal PWM

*Tabla 3. Servomotor Conexión.*

*Fuente: Autor*

### 2.7.3. FUNCIONAMIENTO DEL SERVO

La modulación por anchura de pulso, PWM (Pulse Width Modulation), es un sistema de los más usados para el control de servos, el cual consiste en crear una onda cuadrada en la que se varía el tiempo que el pulso está a nivel alto, conservando el mismo período (normalmente), con la meta de modificar la posición del servo según se requiera o desee.



*Figura 20. Servomotor PWM.*

*Fuente: (Marlon Idrovo, 2010)*

El sistema de control de un servo está limitado a indicar en qué posición se debe situar, mediante una serie de pulsos tal que la duración del pulso enseña el ángulo de giro del motor. Cada servo tiene sus márgenes de operación, que se corresponden con el ancho del pulso máximo y mínimo que el servo concibe, encontrándose entre los valores más comunes pulsos de entre 1 ms y 2 ms de anchura, que dejarían al motor en ambos extremos (0° y 180°). El

valor 1.5 ms indicaría la posición central o neutra (90°), mientras que otros valores del pulso lo dejan en posiciones intermedias, siendo los más recomendados, pero, es posible emplear pulsos menores de 1 ms o mayores de 2 ms, pudiéndose conseguir ángulos mayores de 180°. En caso de sobrepasar los límites de movimiento del servo, el mismo emitirá un zumbido, indicando que se debe modificar la longitud del pulso. El factor limitante es el tope del potenciómetro y los límites mecánicos constructivos (Marlon Idrovo, 2010).

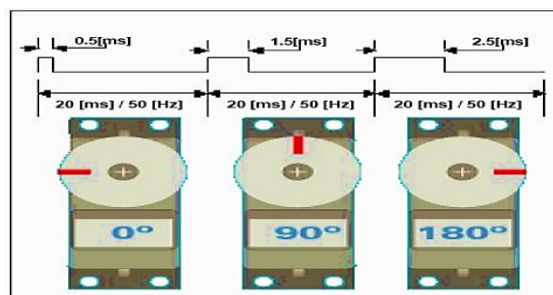


Figura 21. Ejemplos de posicionamiento de un servo.

**Fuente:** (Marlon Idrovo, 2010)

El período entre pulso y pulso (tiempo de OFF) no es crítico, e incluso puede ser distinto entre uno y otro pulso, empleándose valores ~ 20 ms (entre 10 ms y 30 ms). Si el periodo entre pulso y pulso es menor al mínimo, puede causar interferencias con la temporización interna del servo, causando un zumbido, y la vibración del eje de salida. Si es superior que el máximo, entonces el servo pasará a etapa dormido entre pulso, provocando que se mueva con intervalos pequeños (Frank Mecafenix, 2018).

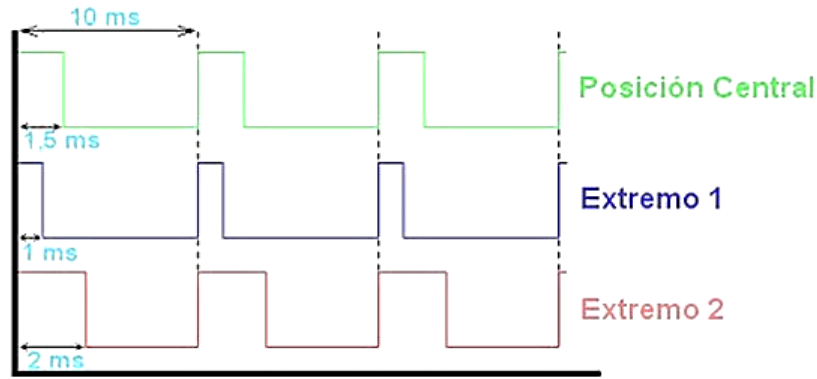


Figura 22. Periodos entre pulsos.

Fuente: (Marlon Idrovo, 2010)

A continuación se observa la posición del eje de un servomotor según la anchura del pulso aplicada:

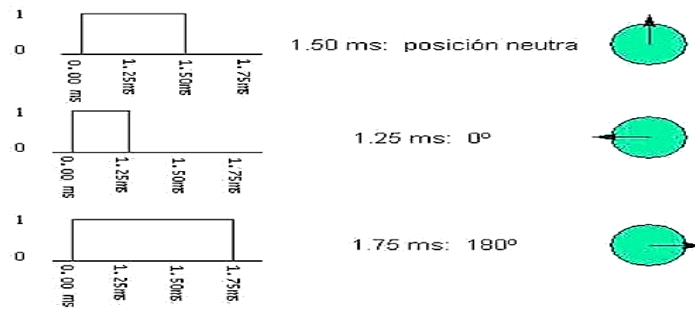


Figura 23. Otra posibilidad de pulsos de control.

Fuente: (Marlon Idrovo, 2010)

## 2.8. SENSOR ÓPTICO

Un sensor óptico o fotoeléctrico es competente de descubrir la presencia o algún objeto a distancia, mediante el cambio de intensidad de luz, causado a que estos dispositivos se basan en la cantidad de luz detectada o reflectividad de los objetos, es viable detectar casi todas

las clases de materiales, como: Vidrio, metal, plástico, madera y líquidos (Frank Mecafenix, 2018).



Figura 24. Sensor óptico.

*Fuente:* (Frank Mecafenix, 2018)

### 2.8.1. FUNCIONAMIENTO DEL SENSOR ÓPTICO

Para estos componentes es necesaria la participación de un emisor el cual envía una señal de luz y un receptor que está encargado de detectar la señal enviada del emisor. Algunos sensores usan como emisor la luz natural y de receptor una foto-resistencia pero, debido a que es fácil alterar su funcionamiento con alguna fuente de luz distinta a la prevista, se utilizan primariamente para activar o desactivar lámparas de alumbrado (Frank Mecafenix, 2018).

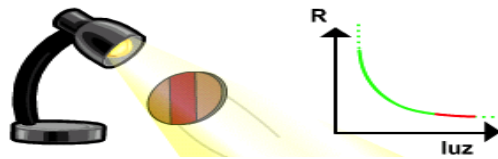


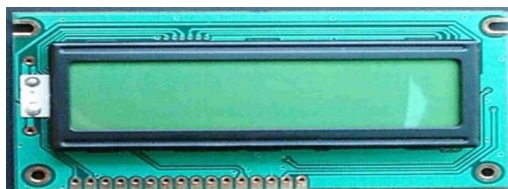
Figura 25. Funcionamiento del sensor óptico.

*Fuente:* (Frank Mecafenix, 2018)

En este caso para solucionar el problema, se emplea un emisor (led infrarrojo) y un receptor (fototransistor) sincronizados a una frecuencia concreta, así el receptor estará seguro que, la señal detectada es la del emisor (Frank Mecafenix, 2018).

## 2.9. DISPLAY LCD

El tipo de pantallas mayormente manejadas anteriormente son los displays de siete segmentos, dispositivos que muestran datos alfanuméricos y algún otro tipo de símbolo o imagen, pero tienen grandes limitaciones en poder, tipo y número de símbolos y caracteres y con un elevado agotamiento de energía y gran tamaño. Gracias al avance científico y tecnológico, este tipo de pantallas han evolucionado llegando actualmente a los dispositivos LCD 16x2 siendo usadas en pantallas de computadoras, tablets, teléfonos celulares y pantallas de televisión, pero sus funciones no son totalmente populares. LCD son las siglas en inglés de Liquid Crystal Display, dispositivo que se emplea para la visualización de contenidos o información de forma gráfica, mediante diferentes caracteres, símbolos o dibujos, por otro lado, 16x2, se refiere a que la pantalla cuenta con dos filas, cada una con la capacidad para mostrar hasta dieciséis caracteres, símbolos o figuras, según su programación (Marlon Idrovo, 2010).



*Figura 26. LCD 16x2.*

*Fuente: (Marlon Idrovo, 2010)*

## 2.10. FUENTE TEKNOPRO

Máquina para soldar con una tarjeta electrónica, la cual transforma la corriente eléctrica alterna en continua, es decir, estas máquinas trabajan con una corriente más constante como se visualiza en la Figura 27 (Codi, 2017).



Figura 27. Fuente Teknopro.

**Fuente:** (Codi, 2017)

### 2.10.1. CARACTERÍSTICAS TÉCNICAS FUENTE TEKNOPRO

<b>MODELO IW BVM 5/160/18200</b>
VOLTAJE 110/220V
POTENCIA 5343W
AMPERAJE 110V 20 - 170 <sup>a</sup>
AMPERAJE 220V 20 - 200 <sup>a</sup>
CICLO DE TRABAJO 110V 1/8" - 80%
CICLO DE TRABAJO 220V 1/8" - 100%
Voltaje Salida 75V
Peso 4.5kg

Tabla 4. Características técnicas fuente Teknopro.

**Fuente:** Autor

### 2.10.2. FUENTE DE ALIMENTACIÓN S-ORT 12V/40

En la Figura 28 tenemos la Fuente Switching 12V 40A de alta eficiencia y estabilidad es regulada y con ventilación por cooler, carcasa de aluminio desplegado con mayor ventilación, para uso continuo y con protección contra sobrevoltaje y sobrecarga (N2M-Electrónica, 2015).



Figura 28. Fuente de alimentación S-ORT.

Fuente: (N2M-Electrónica, 2015)

### 2.10.3. CARACTERÍSTICAS TÉCNICAS FUENTE DE ALIMENTACIÓN S-ORT 12V/40

<b>MODELO S-480-12-1</b>
VOLTAJE DE ENTRADA 110-220VCA SELECCIONABLES
FRECUENCIA 50/60 HZ
VOLTAJE DE SALIDA 12V DC 40 A
VOLTAJE FLOTE DE BATERÍA 13.8V
REPLE Y RUIDO 1%
CICLO DE TRABAJO 1/8" - 100%
POTENCIA: 480 W
PESO 880 G

Tabla 5. Características técnicas fuente de alimentación S-ORT 12V/40A

Fuente: Autor

### 2.11. TALADRO DE COLUMNA MODELO 16174

Taladro fijo con movimiento vertical y mesa para sujetar el objeto a taladrar con absoluta precisión del orificio y el ajuste de la profundidad (Lero-Merlin, 2015).





Figura 29. Fuente de alimentación S-ORT.

*Fuente:* (Lero-Merlin, 2015)

### 2.11.1. CARACTERÍSTICAS TALADRO DE COLUMNA MODELO 16174

ESPECIFICACIONES TALADRO
Modelo 16174
1/3 hp
2.5 Amperio
760 - 3,070 RPM
40 GRADOS
60Hz
120 V
Ciclo de trabajo 40%
Peso 20kg

Tabla 6. Características Taladro De Columna Modelo 16174

*Fuente:* Autor

### 2.12. DESIONIZACION DEL AGUA

El intercambio iónico es un proceso rápido y reversible en el que los iones de impurezas en el agua son desplazados por iones liberados por una resina de intercambio iónico. Estos iones de impureza son absorbidos por la resina, la cual debe restablecerse de forma periódica para restaurarla a la forma iónica original. (Un ion es un átomo o grupo de átomos con una

carga eléctrica. Los iones cargados positivamente se llaman cationes y son metales, iones cargados negativamente se llaman aniones (son no-metales) (Copyright, 2018). En la Figura 30 se observan máquinas para la desionización del agua.

Existen dos técnicas principales de purificación del agua:

1. Desionización (Desmineralización)
2. Destilación.

Purificación del agua tipo I :

- Afinado final del agua hasta una conductividad de  $0.055 \mu\text{S}/\text{cm}$ .
- Se ejecuta con resina de intercambio iónico especial.
- Usada para aplicaciones muy específicas con máximo requisito de pureza.

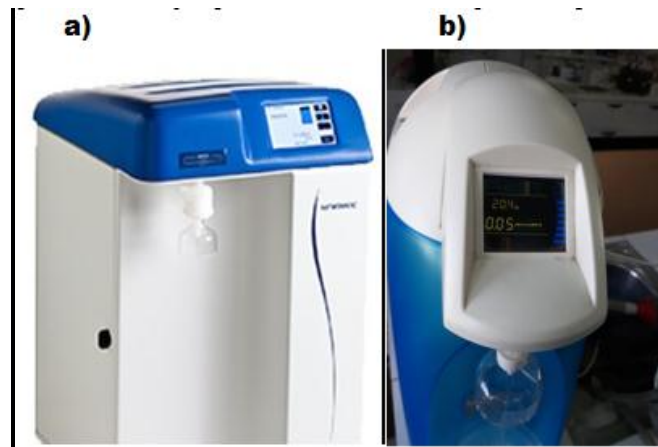


Figura 30. a) Purificador agua Tipo II Standby. b) Purificador de agua Tipo I Standby

*Fuente: Autor*

Purificación del agua tipo II:

- Afinado final del agua hasta una conductividad  $< 1 \mu\text{S}/\text{cm}$
- Se efectúa con resina de intercambio iónico de lecho mixto
- Competente para numerosos usos industriales y de laboratorio.

## **2.13. MICROSCOPIO ELECTRÓNICO DE BARRIDO (SEM) VEGA3**

### **TESCAM**

El TESCAN VEGA3 es un sistema SEM versátil de emisión termiónica de tungsteno destinado a operaciones de alto y bajo vacío. VEGA3 está equipado con óptica electrónica moderna basada en un diseño exclusivo Wide Field Optics de cuatro lentes con una lente intermedia patentada permitiendo una variedad de modos de imágenes con capacidades valiosas (Tescan, 2011).

#### **2.13.1. CARACTERÍSTICAS TESCAN VEGA3**

- Diseño exclusivo de cuatro lentes Wide Field Optics que brinda diversidad de formas de trabajo y visualización que concentran la lente intermedia (IML) patentada de TESCAN para la optimización de la apertura del haz.
- La lente intermedia patentada (IML) que trabaja como un "cambiador de apertura" ayuda a que el intercambio de la apertura final efectiva sea electromagnético.
- In-Flight Beam Tracing en tiempo real para el rendimiento y la optimización del haz integrando el software bien establecido Electron Optical Design.
- La edificación de la columna, sin elemento de centrado mecánico, consiente una configuración y alineación de la columna totalmente automatizada.

- Automatización de elevado rendimiento en áreas extensas, entre ellas, localización y análisis automatizado de partículas.
- Manejo avanzado de muestras empleando una etapa compucéntrica totalmente motorizada.
- Geometría ideal para EDX, WDX, EBSD; patrón EBSD no distorsionado.
- Producción rápida y fácil del vacío de la cámara limpia con la ayuda de una potente bomba de vacío delantera turbo molecular y rotativa.
- Configuración de microscopio automatizada, en tanto a su configuración y alineación de la óptica electrónica.
- Software sofisticado para control SEM, adquisición de imágenes, archivo, procesamiento y análisis; entorno multiusuario localizado en muchos idiomas.
- Las operaciones de red y el acceso / diagnóstico remoto incorporado, todos vienen como el estándar TESCAN.
- Imagen exclusiva estereoscópica en vivo que utiliza la tecnología 3D Beam.



*Figura 31. Microscopio Electrónico De Barrido Vega3 Tescan*

***Fuente: (Tescan, 2011)***

## **CAPÍTULO III**

### **3. METODOLOGÍA DE LA INVESTIGACIÓN**

#### **3.1. TIPO DE INVESTIGACIÓN**

##### **3.1.1. INVESTIGACIÓN EXPERIMENTAL**

En la investigación de enfoque experimental, el investigador emplea una o más variables de estudio, para que pueda controlar el aumento o la disminución de dichas variables y el efecto en las conductas observadas. Dicho de otra forma, el experimento consiste en hacer un cambio en el valor de una variable (variable independiente) para poder ver su efecto en otra variable (variable dependiente). Esto se lleva a cabo en condiciones rigurosamente controladas, con el objetivo de describir el modo de porqué, produce situación en un acontecimiento particular (Santa Palella, 2010).

Esta tesis es de tipo experimental

#### **3.1. MÉTODO DE INVESTIGACIÓN**

##### **3.1.1. MÉTODO INDUCTIVO-DEDUCTIVO. CIENTÍFICO**

1. Diseño del dispositivo para la síntesis de los CNOs y otras nanopartículas de carbono.

Este diseño se basa en el método para la síntesis de los CNOs y otras nanopartículas de carbono: Descarga en Arco en agua desionizada entre electrodos de grafito.

Este diseño es una optimización y mejora del prototipo construido en el laboratorio de nano ciencia de la superficie, departamento de física de la Universidad de Calabria, Italia (UNICAL, 2018).

Este nuevo prototipo optimizará y automatizará algunos de los parámetros principales de la descarga como la corriente, el voltaje, el gap, la temperatura y el acercamiento de los electrodos de grafito.

Un esquema simplificado se muestra en la Figura 32.

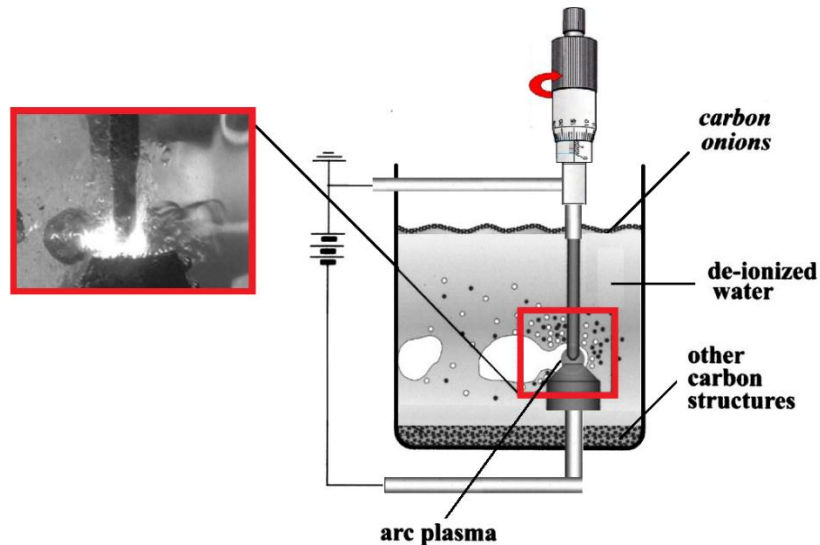


Figura 32. Esquema simplificado del diseño del dispositivo para la síntesis de los nanomateriales de carbono.

Fuente: (UNICAL, 2018)

2. Construcción e implementación del dispositivo para la síntesis o producción de los CNOs y otras nanopartículas de carbono. Con el diseño del nuevo y automatizado prototipo, se procederá a la construcción e implementación de este dispositivo capaz de sintetizar CNOs poliédricos multicapas y otras nanopartículas de carbono (como grafeno, nanotubo de carbono y carbón amorfo). Este dispositivo producirá CNOs poliédricos multicapas y CNTs multicapas, controlando los primordiales parámetros en el proceso de descarga como el voltaje, la corriente y el tiempo de descarga así como la temperatura del medio. Para la

construcción de este nuevo y automatizado prototipo se cuenta con muchos de los elementos necesarios en el laboratorio de Física de la Facultad de Ingeniería de la UNACH.

### **3.2. FUENTES DE RECOPIACIÓN DE INFORMACIÓN**

El trabajo de investigación va a lograr la información de fuentes secundarias que contienen información confiable, como ejemplo de este tipo de fuentes tenemos: textos, revistas científicas, documentos y artículos publicados, tesis, web. Contamos además con el medio tecnológico que es una herramienta que tiene avances diarios que nos ayuda a acceder a un mayor número de noticias e información de valiosa utilidad para el análisis metodológico y científico. Toda la información recolectada de este tipo de fuentes va a obtener su respectiva referencia y citación para nuestro estudio de investigación.

### **3.3. INSTRUMENTOS DE LA INVESTIGACIÓN**

En los instrumentos de la investigación tenemos: la comprobación bibliográfica y artículos científicos publicados, el diseño de un dispositivo automatizado, y los diversos procedimientos experimentales para la edificación del dispositivo.



### 3.4. OPERALIZACIÓN DE VARIABLES

VARIABLE	CONCEPTO	INDICADORES	INSTRUMENTOS TÉCNICOS
<b>Variable Dependiente</b>  Permitirá obtener nanomateriales de carbono a bajo costo.	Evaluar cualitativamente el resultado obtenido; es decir, los nanomateriales de carbono.	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Material dispersado.</li> <li>▪ Material depositado.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Vasos de precipitación.</li> <li>▪ Recipientes de recolección.</li> </ul>
<b>Variable Independiente</b>  El diseño y construcción del dispositivo electromecánico.	Verificar experimentalmente que el funcionamiento del dispositivo electromecánico cumple las especificaciones del diseño y construcción.	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Planos del diseño del dispositivo.</li> <li>▪ Dispositivo armado.</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Software AutoCAD</li> <li>▪ Dispositivo electromecánico automatizado y funcional.</li> </ul>

*Tabla 7. Operalización de variables.*

**Fuente:** (Autor)

### 3.5. PROCEDIMIENTO

El diseño del dispositivo para síntesis de nano-materiales de carbono, basado en el método de descarga en arco está conformado por los siguientes componentes: instrumentos de medición, sensor óptico, motor en DC, Módulo Arduino Mega 2560, electrodos de grafito, componentes electrónicos, para esto se requiere seguir algunos procesos que se detallan a continuación:

- Análisis técnica de síntesis.
- Diseño del circuito para la fuente de alimentación s-ort 12v/40a
- Diseño de la estructura electromecánica en el software AutoCAD.
- Construcción y armado de la estructura electromecánica.
- Cálculos y obtención de los valores RPM.
- Programación de los rpm del motor, sensores ópticos y transferencia del software al módulo arduino mega 2560.
- Calibración del servomotor con la programación y lectura de los sensores ópticos.
- Diseño de la estructura del equipo de control en el software AutoCAD.
- Construcción y armado de la estructura del equipo de control.

## ESQUEMA GENERAL DEL PROTOTIPO ELECTROMECAÁNICO.

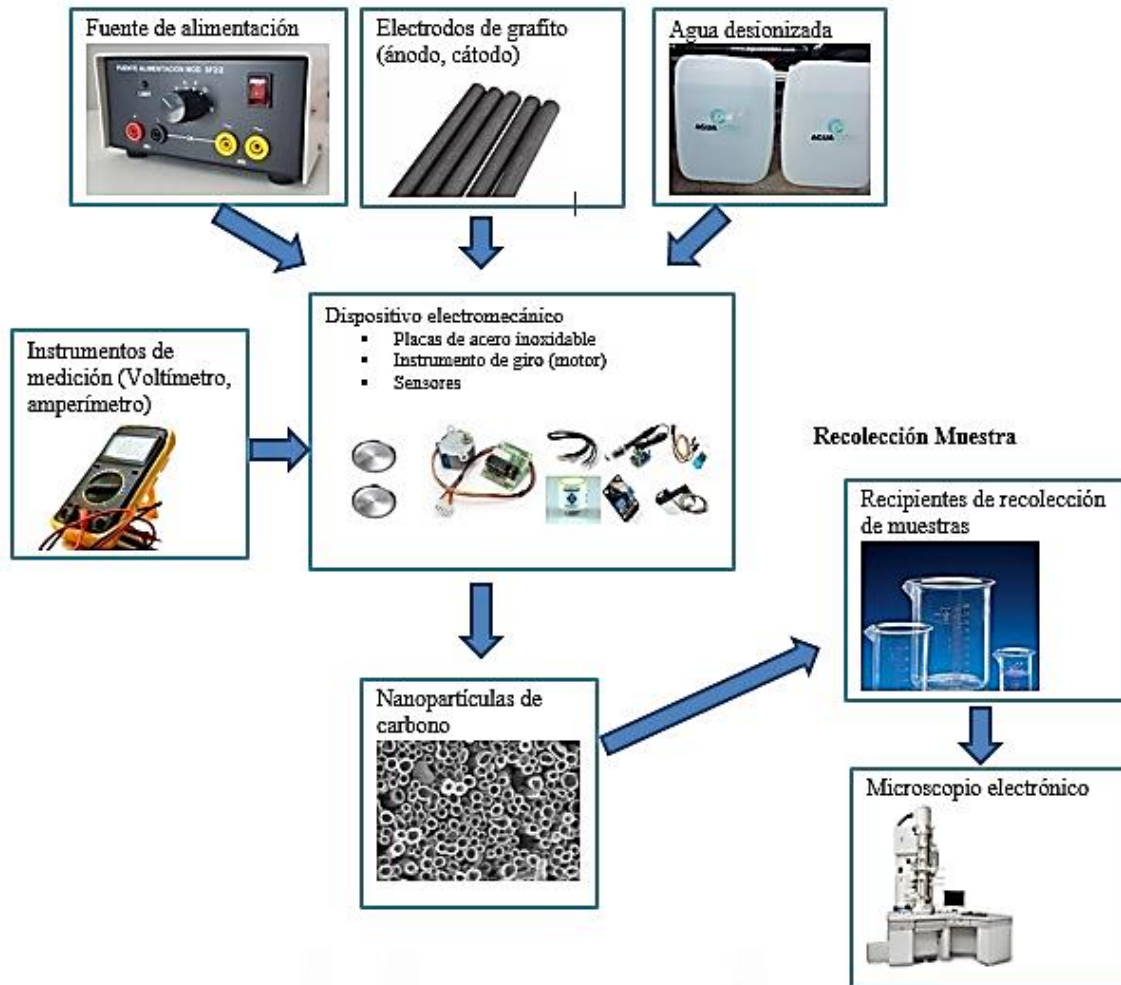


Figura 33. Diagrama de Bloques general del Prototipo electromecánico.

*Fuente: Autor*

### 3.5.1. ANÁLISIS TÉCNICA DE SÍNTESIS

Con el descubrimiento de los nano-onions de carbono (CNOs), diversas técnicas están en desarrollo para la producción de estos nano nanomateriales, esto se debe a sus satisfactorias y prometedoras características en diferentes campos de aplicación. Lijima en 1980, fue quien

observo las primeras partículas esféricas atribuibles a los CNOs (L. Megaridis, 2014), más adelante de la evaporación del carbón negro al vacío.

### 3.5.1.1. DESCARGA DE ARCO EN AGUA.

La producción de nanomateriales de carbono necesita un sistema de vacío costoso y un sistema de válvulas de inyección de gas inerte en una cámara de reacción. Sano, en 2001 planteó un procedimiento para la producción CNOs, en extensas cantidades sin la utilización de sistemas y equipos de vacío (K.D. Sattler, 2016). Mediante el uso de una descarga de arco entre dos electrodos de grafito puro al 99,99% en agua Figura.34.

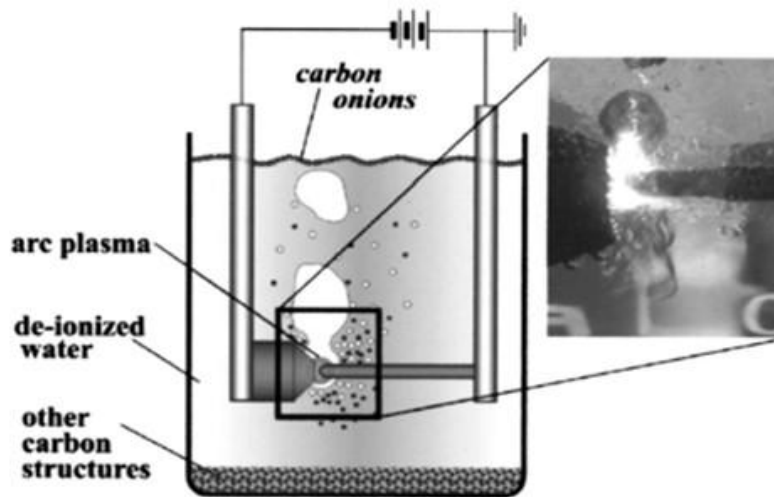


Figura 34. Aparato experimental de descarga de arco bajo el agua.

Fuente: (K.D. Sattler, 2016)

Al concluir el proceso, los autores pudieron observar que el material tomado de la superficie contenía CNOs y CNTs como se ve en la Figura 35.

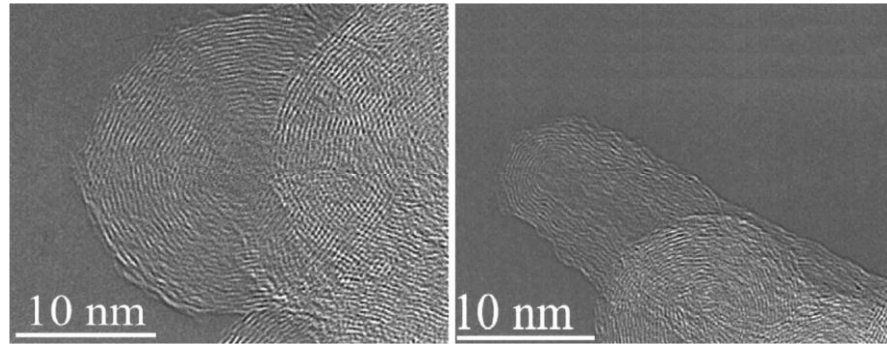


Figura 35. Imágenes HRTEM que representan CNO y CNT.

Fuente: (K.D. Sattler, 2016)

Sano y sus contribuyentes en 2002, presentaron su segundo trabajo el cual trataba sobre la síntesis de CNOs mediante de la descarga de arco bajo agua (N. Sano, H. Wang, I. Alexandrou, M. Chhowalla, 2002). En el cual, plantean un modelo para hablar sobre el mecanismo de síntesis de las dos nanoestructuras observadas, siendo estudiado el ambiente de reacción generado con este método de producción en el departamento de ingeniería de la Universidad de Cambridge en 2002.

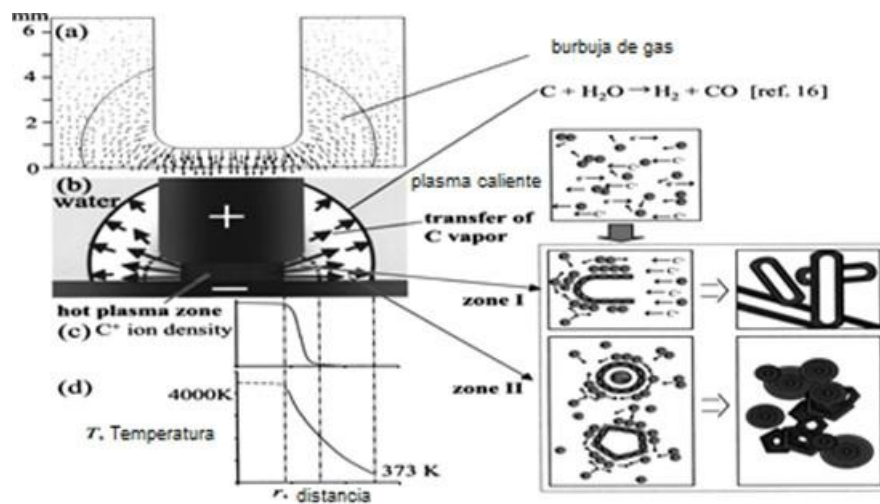
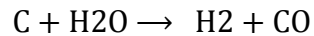


Figura 36. Mecanismo de formación de CNOs mediante descarga de arco bajo el agua; (a) dirección del campo eléctrico entre el ánodo y el cátodo en la burbuja de gas en el agua, (b) dirección de la expansión del plasma en la interfaz con el agua, (c) distribución de la densidad de iones y (d) gradiente de temperatura con relación a la zona de formación de los CNTs y CNOs.

Fuente: (N. Sano, H. Wang, I. Alexandrou, M. Chhowalla, 2002)

La Figura 36 narra sobre este modelo en detalle. Se puede ver que el entorno de plasma alrededor de los electrodos está rodeado por una burbuja de gas debido a la vaporización del agua circundante, ya que la temperatura del arco es de aproximadamente 4000 °K, el punto de fusión del grafito es  $T_f = 3823$  °K. La burbuja de gas es considerada como una cámara de enfriamiento que consiente una vertiginosa extinción de la descarga del arco. Siendo así, los componentes primordiales del gas CO y H<sub>2</sub> producidos en la interfaz gas-líquido por la reacción entre el carbón atómico y el agua:



Comenzando en el interior de la burbuja de vapor en la que está el plasma caliente, hasta la interfaz gas-líquido formándose un gradiente significativo de temperatura. Pasando de la temperatura del plasma apreciada en aproximadamente 4000 °K a la temperatura en la interfaz gas-líquido que es la misma temperatura de ebullición del agua 373 °K. En este modelo, este gradiente de temperatura induce la solidificación del carbono vaporizado con la formación de las estructuras de nanocarbono. Una estimación del gradiente de temperatura, se puede realizar, mediante una conjetura, en la cual, la transferencia de calor se da, en una dirección radial desde el centro del plasma, así, el equilibrio térmico se podrá expresar a través de la siguiente ecuación:

$$-\frac{d}{dr}(4\pi r^2 q_k) - \frac{d}{dr}(4\pi r^2 q_c) + 4\pi r^2 QR = 4\pi r^2 \rho C_p \frac{dT}{dt}$$

*Ecuación 1. Equilibrio térmico*

**Fuente:** (N. Sano, H. Wang, I. Alexandrou, M. Chhowalla, 2002)

Donde:

- $r$  : distancia desde el centro del arco.
- $q_k$  : tasa de transferencia térmica por conductividad térmica.
- $q_c$  : tasa de transferencia térmica por convección.
- $QR$  : calor de la reacción.
- $p$  : densidad del gas.
- $C_p$  : calor específico del gas.
- $\frac{dT}{dt}$  : variación de la temperatura en el tiempo.

Ahora, para simplificar los cálculos, suponen que  $q_c$ ,  $QR$  y  $\frac{dT}{dt}$  son iguales a cero.

Expresando  $q_k$  a través de la ley de Fourier para la conductividad térmica como:

$$q_k = K \frac{dT}{dt}$$

*Ecuación 2. Equilibrio térmico Ley de Fourier*

*Fuente: (N. Sano, H. Wang, I. Alexandrou, M. Chhowalla, 2002)*

Con  $K$  la constante de proporcionalidad, y utilizando como condiciones de contorno  $T = 4000^\circ\text{K}$  para  $r = 2\text{mm}$  y  $T = 373^\circ\text{K}$  para  $r = 5\text{mm}$  el gradiente de temperatura promedio de la burbuja de gas se estima en  $1209^\circ\text{K/mm}$ . Teniendo en cuenta, que este cálculo, ayuda solamente a dar una estimación aproximada del gradiente de temperatura, los parámetros  $q_c$ ,  $QR$  y  $\frac{dT}{dt}$  que se desechan, en el sistema real hacen una significativa contribución. Asimismo, es posible una estimación aproximada de la tasa de expansión del gas desde el área en la que el plasma caliente presente en la región más fría, es decir, todo el ánodo de grafito se vaporizó durante la descarga y se convirtió en vapor de carbono. El caudal volumétrico del vapor de carbono generado a  $4000^\circ\text{K}$ , asumiendo condiciones ideales del gas con una presión de 1 atm, es de  $5.30 \times 10^{-5} \text{ m}^3/\text{s}$ . Considerando el entorno de plasma

obtenido de los dos electrodos como un cilindro del diámetro de 2mm, se calcula la tasa de expansión mediante la división de la tasa de expansión volumétrica para la superficie cilíndrica del plasma, logrando un valor de 4.2 m/s. Esta tasa de expansión admite que el vapor de carbono pase rápidamente al área más fría de la burbuja. Ellos para exponer la formación de las dos nanoestructuras observadas, CNOs y CNTs, imaginaron dividir la zona fría en dos partes: (1) en la zona más interna, adyacente a la zona de plasma caliente, el enfriamiento del vapor de carbono a través de una corriente iónica, la cual favorece la formación epitaxial de estructuras alargadas, como los CNTs; (2) en la zona más externa, la que bordea la interfaz gas-líquido, no hay corriente iónica, esta carencia, beneficia el crecimiento isotrópico de las estructuras esféricas, como los CNOs. Para el presente trabajo es oportuno informar sobre el artículo de 2003 de Lange y Walton (H. Lange, D.R.M. Walton, 2003), en el cual las nanopartículas de carbono son producidas por la técnica de descarga de arco en agua, este a diferencia de los otros trabajos citados anteriormente en los que el cátodo tiene un diámetro mayor que el ánodo, en este caso, los dos electrodos son iguales (6mm).

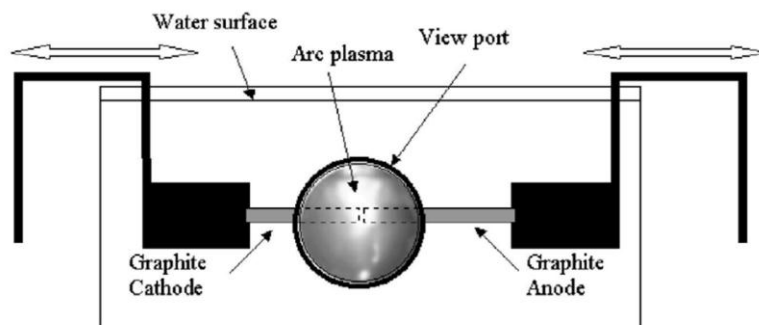


Figura 37. Representación esquemática del aparato experimental utilizado por Lange y Walton en 2003.

**Fuente:** (H. Lange, D.R.M. Walton, 2003)



También utilizando electrodos del mismo diámetro, a partir de la muestra tomada en la superficie, se observaron CNTs y CNOs como se muestra en Figura 38.

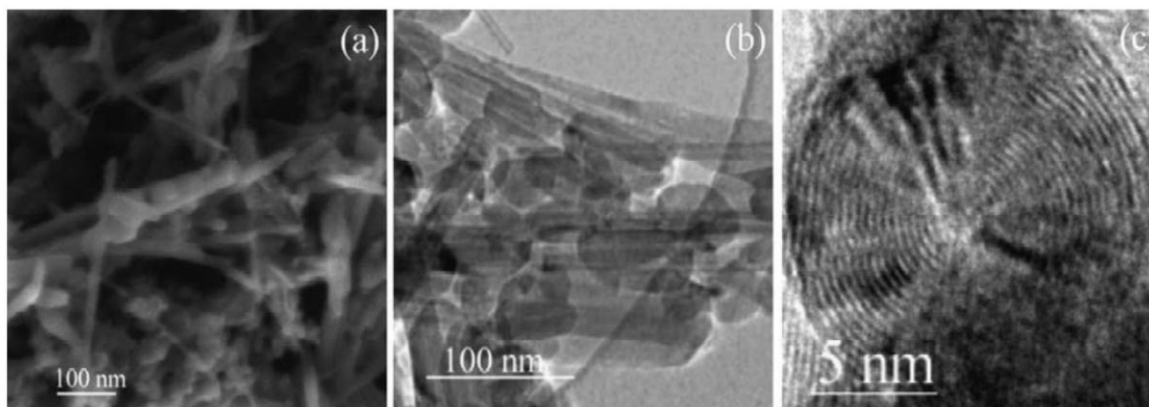


Figura 38. (a) Imagen SEM; (b) imagen TEM que representa CNs y CNOs poliédricos; (c) Imagen TEM de un CNO esférico.

*Fuente:* (H. Lange, D.R.M. Walton, 2003)

En este artículo, Lange y Walton, sobre el área de plasma, en el cual ellos realizaron un trabajo comparativo de la descarga de arco en una atmósfera de helio y la descarga de arco en agua desionizada, debido a que el entorno de reacción plasmática conduce de manera óptima a un enfriamiento de los reactivos y a una intensificación de los procesos de coalescencia, ellos determinaron la distribución de temperatura espectroscópicamente e identificaron especies intermedias presentes en el plasma. Además, instituyeron la selectividad, de este, en la generación de nanomateriales, es decir, los tipos de nanoestructuras que se producen de manera simultánea, durante la producción de CNOs. Revelando la presencia de carbono atómico y de radicales, en ambos procesos.  $C_2$  y de iones  $C^+$ , sin embargo, en la descarga de arco en el agua existe hidrógeno atómico y oxígeno, completamente ausente en la descarga del arco en una atmósfera de helio. Las bandas que no fueron observadas son OH y CH, también, la emisión de monóxido de carbono (CO), el

cual es medido en presencia de carbono y oxígeno. Mediciones relacionadas con la temperatura y la densidad de radicales. C2 son reportadas en la Figura 39.

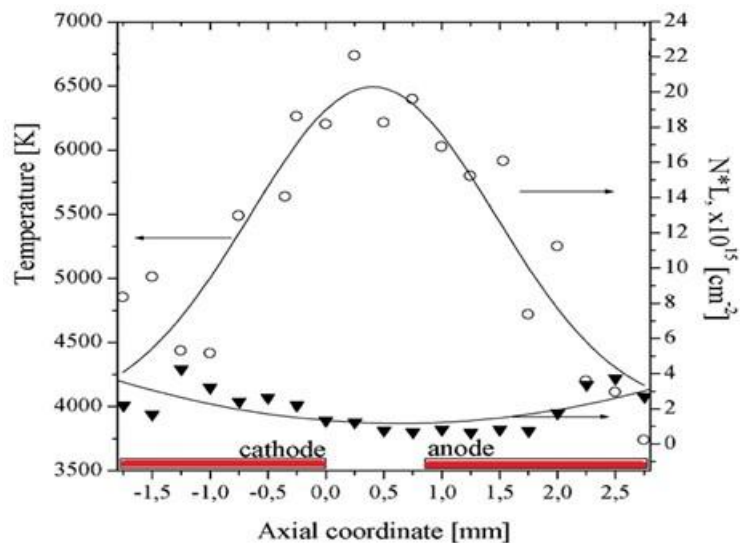


Figura 39. Temperatura (○) y densidad de radicales C2

*Fuente:* (H. Lange, D.R.M. Walton, 2003)

La temperatura promedio dentro de la burbuja de plasma en agua desionizada es elevada, con cantidades que fluctúan de 4000 a 6500 K. En cambio, en el caso de la descarga del arco en He, en similares condiciones experimentales, se observó, la temperatura era de alrededor de 1500 K más bajo que el de descarga de arco en agua. Los autores mencionan que la temperatura superior del plasma en el agua a la presencia de burbujas, las cuales al ser más pequeñas en volumen y en número, conducen a una alta densidad de energía. A presión atmosférica, el grado de disociación del agua, en oxígeno atómico e hidrógeno, es superior al 99%, esto a una temperatura de 5000 K. la temperatura media del plasma en el agua es mayor que en la atmósfera de helio. (He). Igualmente, la densidad de radicales C2, producido en agua desionizada en una corriente relativamente baja, es superior que en la atmósfera de helio. Un contenido similar de radicales C2, en He, se observó solo a corrientes de arco mucho más altas (Huczko A, Lange H, Sogabe T, 2000). Existiendo dos vitales

razones que influyen en la densidad de los radicales, la velocidad de erosión del ánodo y el proceso de difusión. El plasma al estar rodeado de agua, la difusión está limitada en el interior del volumen de las burbujas y las *especies* de carbono permanecen atrapadas dentro de ellas, obteniendo que, la presión del vapor de carbono en las burbujas de plasma sea superior que la del plasma en la atmósfera de helio, donde las *especies* de carbono pueden expandirse libremente. Imasaka en 2006, exhibe un trabajo en el cual usa una descarga de arco intermitente en el agua, para la producción de CNOs y CNTs (K. Imasaka, 2006).

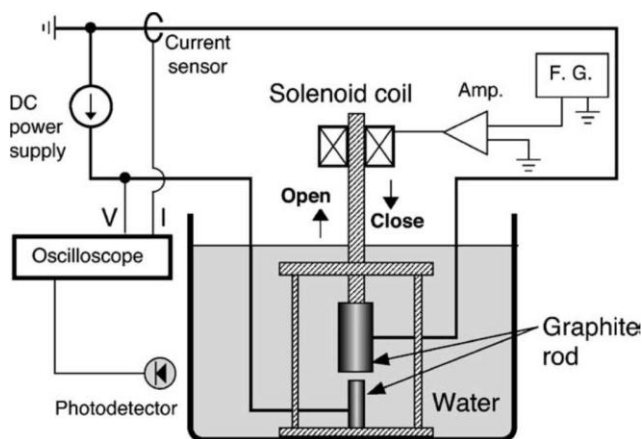


Figura 40. Aparato experimental de descarga de arco intermitente.

**Fuente:** (Huczko A, Lange H, Sogabe T, 2000)

En la Figura 40, los electrodos están alineados verticalmente. En este caso, el ánodo (6 mm de diámetro) se conserva estático, mientras que el cátodo (10 mm de diámetro) se mueve hacia arriba y hacia abajo. La descarga intermitente se logra mecánicamente haciendo que el cátodo toque el ánodo fijo y luego se aparte. Este movimiento vertical mediante la fuerza electromagnética producida por una bobina solenoide se mantiene, siendo, su velocidad de reproducción del movimiento de 15-20 pps (pulsos por segundo), en este caso, las muestras

tomadas en la superficie del agua dentro de la cámara de reacción se observó la presencia de CNOs y CNTs, Figura 41.

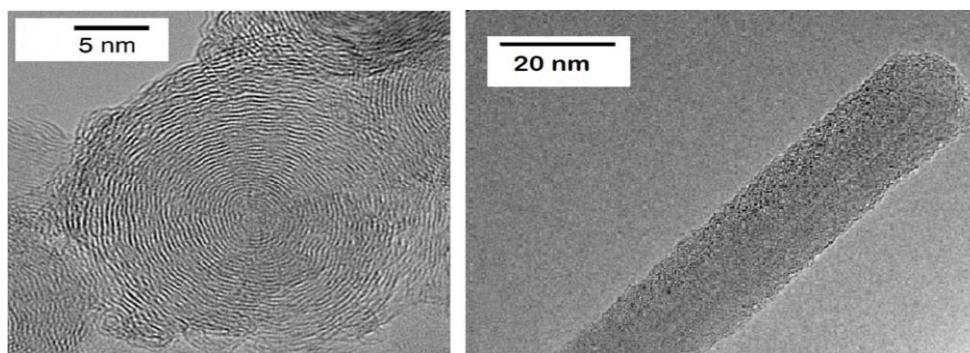


Figura 41. Imágenes TEM que muestran la presencia de CNOs y CNTs.

*Fuente:* (Huczko A, Lange H, Sogabe T, 2000)

En la Figura 42 se puede observar que la mayoría de los nano-onions obtenidos tienen un diámetro entre 15-20 nm.

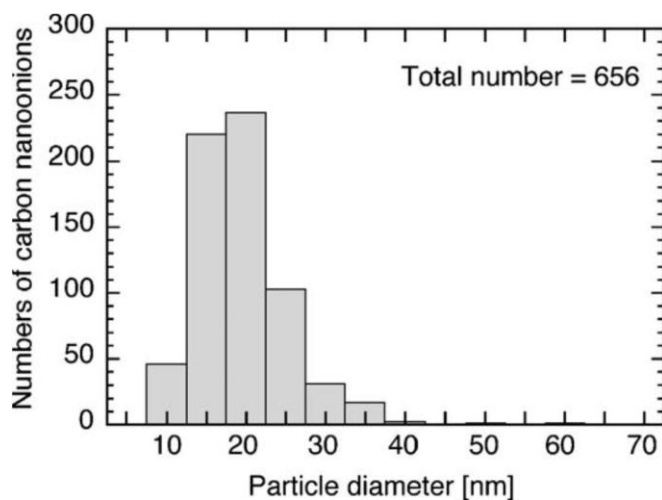


Figura 42. Distribución del tamaño de los CNOs.

*Fuente:* (Arno S. Rettenbacher, Chemistry, 2006)

En el proceso de descarga, los electrodos de grafito progresivamente se evaporan y se corroen. La Figura 40 muestra la relación de la masa de los electrodos que se consume en la descarga en función de la energía total del arco intermitente, así, ambos electrodos se desgastan en la descarga.

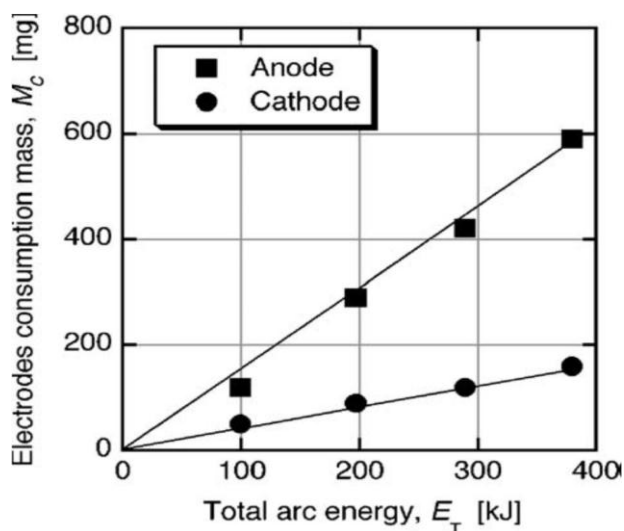


Figura 43. Dependencia del consumo de masa del electrodo de la energía del arco intermitente.

*Fuente:* (Arno S. Rettenbacher, Chemistry, 2006)

En 2006, Rettenbacher y colaboradores publicaron un documento que trataban la síntesis y purificación de CNOs (Arno S. Rettenbacher, Chemistry, 2006). Sometiendo a análisis termogravimétricos las muestras tomadas, en las que se observan, que el recocido óptimo para excluir el carbono amorfo es de 400 ° C, obteniendo una purificación adicional mediante el tratamiento de la muestra con ácido nítrico. (HNO<sub>3</sub>) 3–11 M seguido de tratamiento térmico o calentamiento por microondas. Bajo tratamiento térmico, calentando la muestra que contenía los CNOs por 48h en HNO<sub>3</sub> diluido (3M). En el caso de calentamiento por microondas en HNO<sub>3</sub>, el 70% de HNO<sub>3</sub> produjo CNOs puros en 30 minutos. La Figura 44 muestra las imágenes TEM representativas de los CNOs antes y después del procedimiento de purificación. (Annealing/HNO<sub>3</sub>/microonde).

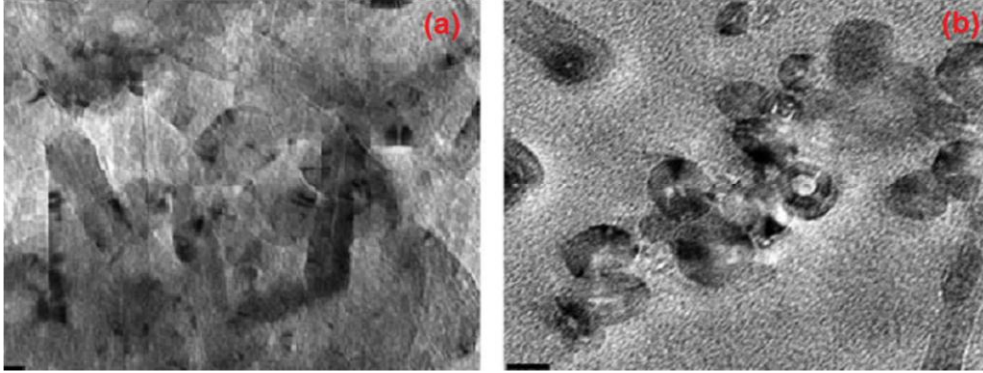


Figura 44. (a) Imagen TEM con impurezas; (b) imágenes TEM purificadas después del tratamiento (recocido / HNO<sub>3</sub> / microondas).

**Fuente:** (Arno S. Rettenbacher, Chemistry, 2006)

En 2007, Palkar realizó una comparación entre los CNOs obtenidos con el recocido de nanodiamantes (ND) y la descarga de arco en el agua (Amit Palkar, Chem. Asian J., 2007). Observándose que los nano-onions obtenidos por recocido de NDs (N-CNO) tienen superior estabilidad térmica que los derivados desde la descarga de arco en el agua. (A-CNO) Figura 45.

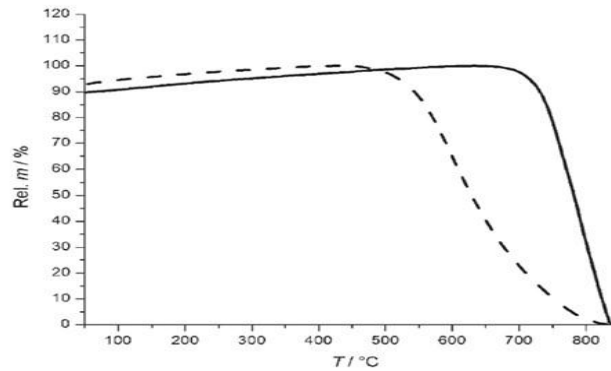


Figura 45. Análisis de TGA en N-CNOs (línea continua) y A-CNOs (línea de puntos).

**Fuente:** (Amit Palkar, Chem. Asian J., 2007)

Para ello las muestras obtenidas por descarga de arco fueron sometidas a tratamiento térmico (400 °C) por 1 hora para borrar el carbono amorfo. Los CNOs en su mayoría, exponen un núcleo más alto que el fullereno C<sub>60</sub> (1nm) como se observa en la Figura 46.

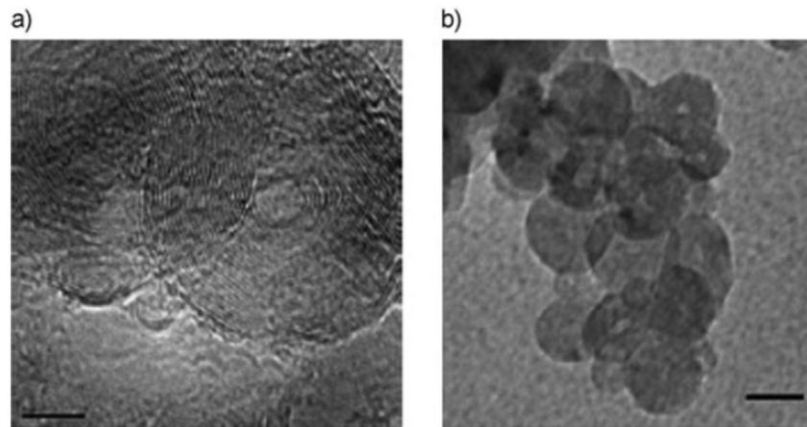


Figura 46. Imágenes TEM de A-CNO después de tratamiento a 400°C por 1 h.

**Fuente:** (Amit Palkar, Chem. Asian J., 2007)

Un recocido posterior de los A-CNOs en una atmósfera de helio a 1650 °C (temperatura de recocido de los nanodiamantes) enseña un incremento en la estabilidad, mientras que un recocido a 2300 °C indica una estabilidad similar a la de los N-CNOs Figura 47.

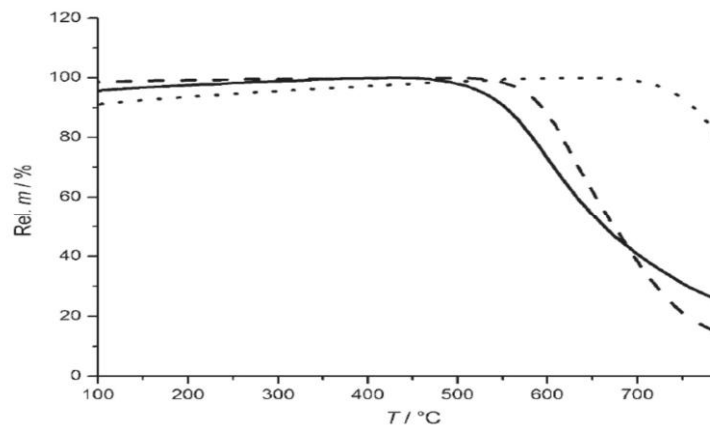


Figura 47. Análisis TGA de A-CNO después del tratamiento térmico a 1650°C y 2300°C.

**Fuente:** (Amit Palkar, Chem. Asian J., 2007)

### **3.5.2. DISEÑO DEL CIRCUITO PARA LA FUENTE DE ALIMENTACIÓN S-ORT 12V/40A.**

Se ha diseñado un circuito para poder variar el amperaje a escalas de 10A en la fuente de alimentación s-ort 12V/40A.

#### **3.5.2.1. REALIZACIÓN DE LOS CÁLCULOS DE LA FUENTE DE ALIMENTACIÓN S-ORT 12V/40.**

Se ha procedido a realizar los cálculos para el diseño del circuito de la fuente.

$$R = \frac{V}{A}$$

*Ecuación 3. Formula de la resistividad*

*Fuente: Autor*

$$R1 = \frac{12V}{30A}$$

$$R1 = 0.4\Omega$$

$$R2 = \frac{12V}{20A}$$

$$R2 = 0.6\Omega$$

$$R3 = \frac{12V}{10A}$$

$$R3 = 1.2\Omega$$

#### **3.5.2.2. DISEÑO DE LA PLACA**

Para el diseño de la placa se utilizó el software Eagle ya que contiene un editor de diagramas electrónicos y los componentes pueden ser colocados con un solo clic en el diagrama y fácilmente enrutables con otros componentes como se ve en la Figura 48.



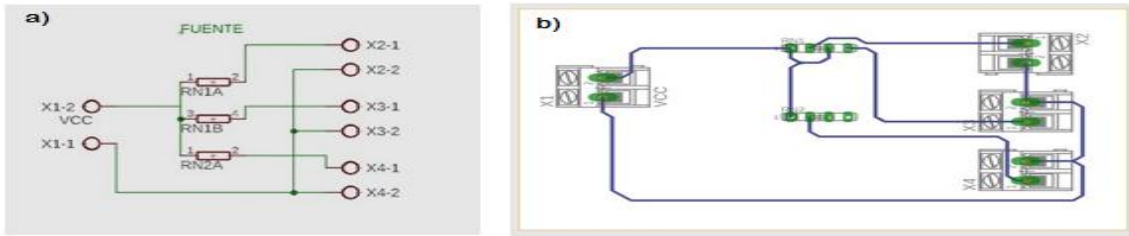


Figura 48. a) Diagrama esquemático. b) Placa con pistas.

*Fuente: Autor*

### 3.5.3. DISEÑO DE LA ESTRUCTURA ELECTROMECÁNICA EN AUTOCAD

En la Figura 49 se muestra el diseño de la estructura electromecánica se realizó en el software AutoCAD de tipo CAD, este software permite crear bocetos en 2D y 3D, ya sean planos o cualquier tipo de dibujo industrial o mecánico, mediante el software podemos modelar nuestra estructura electromecánica muy detalladamente, permitiéndonos ver y diseñar con exactitud la estructura, el diseño de la estructura nos permite tener un mejor movimiento angular del motor DC y una mejor alineación del cátodo hacia el ánodo.



Figura 49. Diseño de la estructura electromecánica.

*Fuente: Autor*

### 3.5.4. CONSTRUCCIÓN Y ARMADO DE LA ESTRUCTURA ELECTROMECAÁNICA

Una vez realizado el diseño en el software AutoCAD se procedió a la construcción y armado de la estructura electromecánica para la fabricación de CNOS, la estructura se realizó con las mismas características y medidas del software AutoCAD, Figura 50.

La estructura electromecánica está basada en el método de Descarga en Arco, ya que este método es de bajo costo y muy eficiente para la fabricación de CNOS. Este prototipo básicamente está constituido por de tres discos de nylon y un disco metálico unidos por cuatro barrillas de acero inoxidable formando así un chasis.

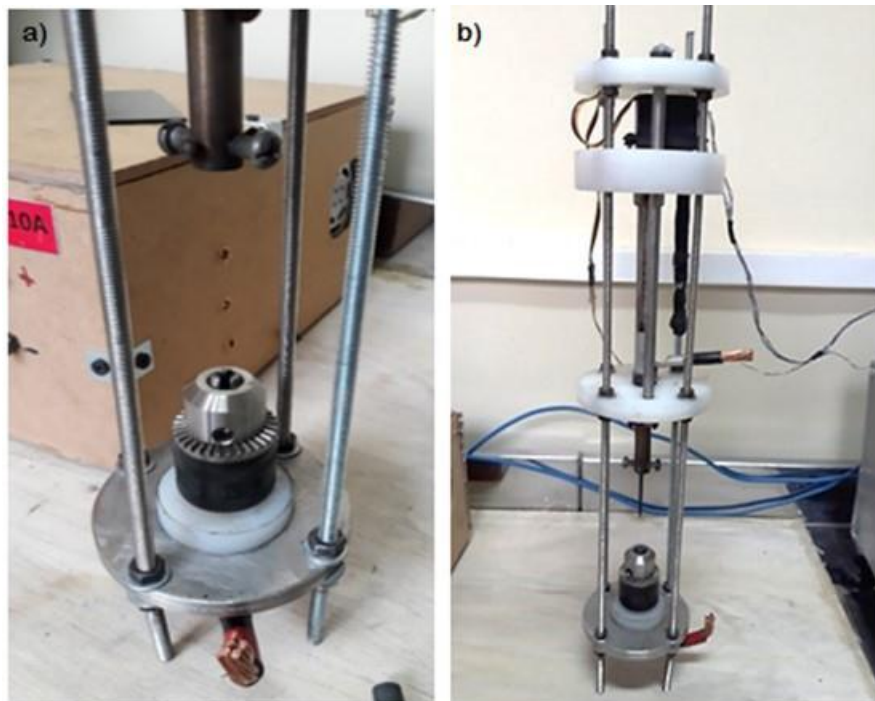


Figura 50. a) Parte inferior de la estructura, Ánodo. b) Estructura electromecánica total.

Fuente: Autor

### 3.5.5. CÁLCULOS Y OBTENCIÓN DE LOS VALORES RPM.

Una vez armada la estructura electromecánica se procedió a realizar los cálculos de los RPM (revoluciones por minuto) del servomotor MG995 con los datos de la Tabla 1., para realizar la respectiva programación.

$$rpm = \frac{t}{top * 2\pi}$$

*Ecuación 4. Revoluciones por minuto RPM.*

**Fuente:** (Wilson J, 2007)

$$rpm = \frac{60seg}{0.2seg * 2\pi}$$

$$rpm = 50$$

$$w = \frac{\theta}{top}$$

*Ecuación 5. Velocidad Angular.*

**Fuente:** (Wilson J, 2007)

$$w = \frac{60^0}{0.2s}$$

$$w = 300^0 ; \frac{5}{3}\pi \text{ rad/s}$$

$$360^0 \rightarrow 1 \text{ vuelta}$$

$$300^0 \rightarrow 0.83 \text{ vueltas}$$

*Ecuación 6. Velocidad lineal.*

**Fuente:** (Wilson J, 2007)

$$V = w * r$$

$$V = \frac{5}{3}\pi * 0.003m$$

$$V = 0.0157m/s$$

Donde

w= velocidad angular

top= tiempo de operación del motor

r= radio

### 3.5.5.1. TABLA DE VALORES RPM OBTENIDOS

Aplicando los cálculos podemos obtener los valores de los RPM, como se muestra en la Tabla

8. Para realizar la programación en el software Arduino.

Frecuencia(Hz)	RPM
1453	5
1440	10
1428	15
1415	20
1402	25
1385	30
1369	35
1346	40
1323	45
1000	50

*Tabla 8. Valores de los RPM.*

*Fuente: Autor*

### 3.5.6. PROGRAMACIÓN DE LOS RPM DEL MOTOR, SENSORES ÓPTICOS Y TRANSFERENCIA DEL SOFTWARE AL MÓDULO ARDUINO MEGA 2560.

Una vez obtenido los valores de la Tabla 8, se procedió a realizar la respectiva programación

de los rpm y sensores ópticos en el software Arduino, en la programación se ha configurado



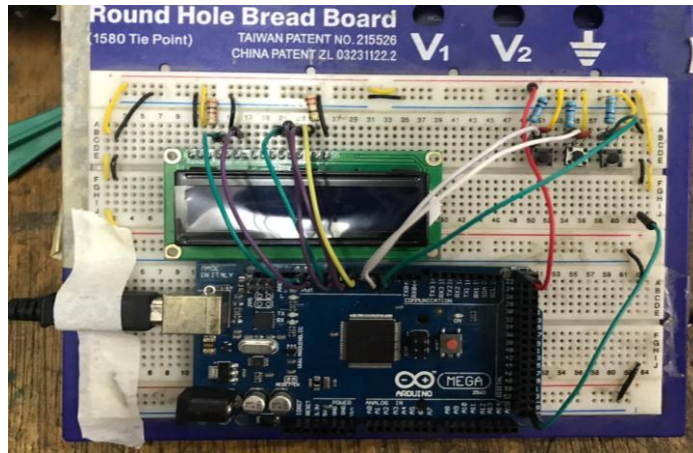


Figura 52. Conexión y programación del módulo Mega 2560.

Fuente: (Autor)

### 3.5.7. CALIBRACIÓN DEL SERVOMOTOR CON LA PROGRAMACIÓN Y LECTURA DE LOS SENSORES ÓPTICOS.

Procedimos a calibrar y ubicar el servo en la estructura electromecánica también ubicamos los sensores como se ve en la Figura 53, y en la Figura 54 se ve la ubicación del motor en la estructura.

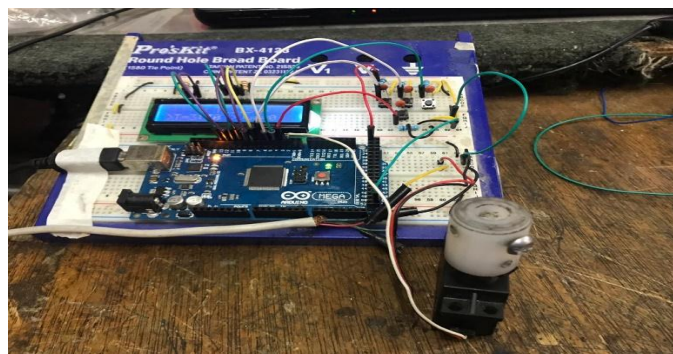


Figura 53. Calibración del servomotor.

Fuente: (Autor)

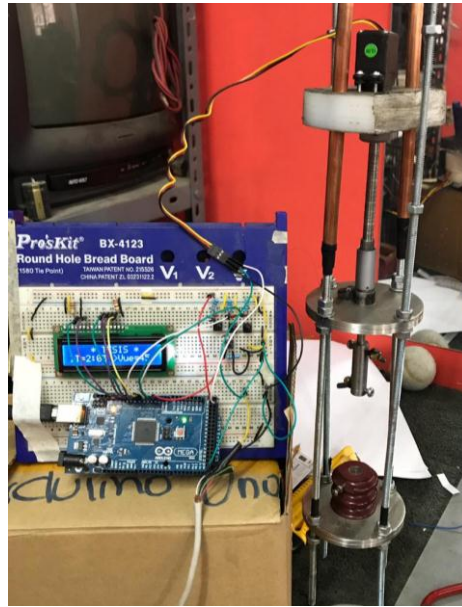


Figura 54. Ubicación del motor y sensores en la estructura.

Fuente: (Autor)

### 3.5.7.1. DISEÑO DE LA PLACA DEL PROTOTIPO ELECTROMECAÁNICO.

En la Figura 55, 56 se ve el diseño de la placa para el control del prototipo electromecánico que se ha realizado en la el software EAGLE, la placa básicamente funciona.

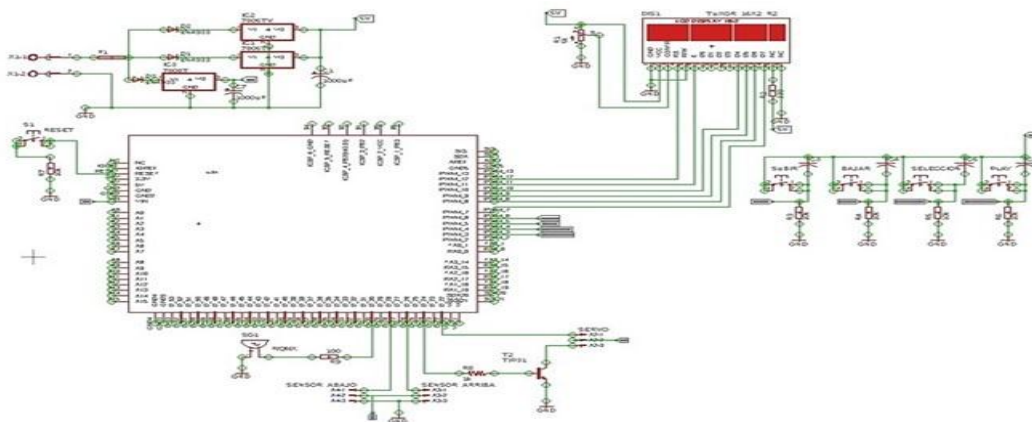


Figura 55. Circuito del Prototipo Electromecánico en Eagle.

Fuente: Autor

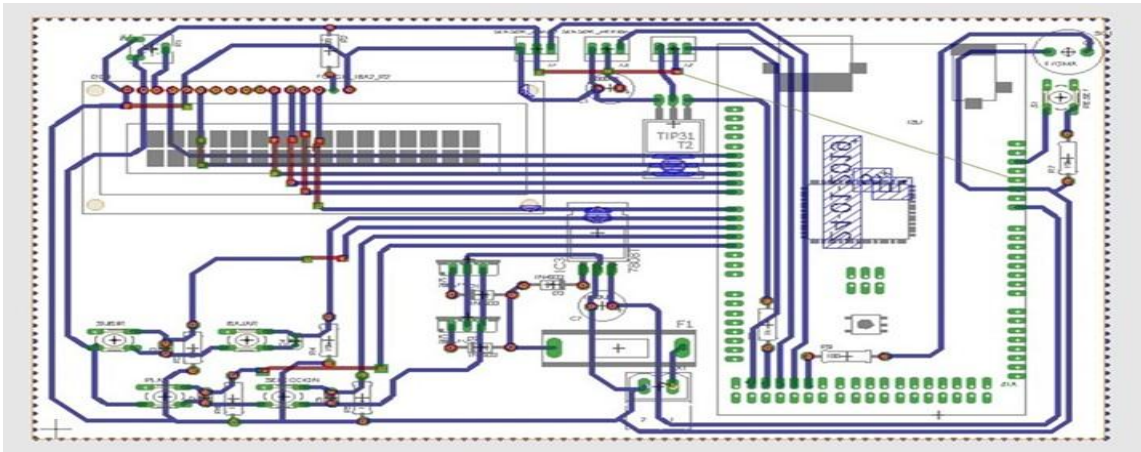


Figura 56. Placa con pistas del Prototipo Electromecánico en Eagle.

*Fuente: Autor*

### 3.5.8. DISEÑO DE LA ESTRUCTURA DEL EQUIPO DE CONTROL EN EL SOFTWARE AUTOCAD.

A continuación podemos ver el diseño del equipo de control en AutoCAD Figura 57, esta estructura funcionara conjuntamente con el prototipo electromecánico, permitiendo medir de mejor manera la corriente y el voltaje de consumo así como también facilitando el manejo del dispositivo.

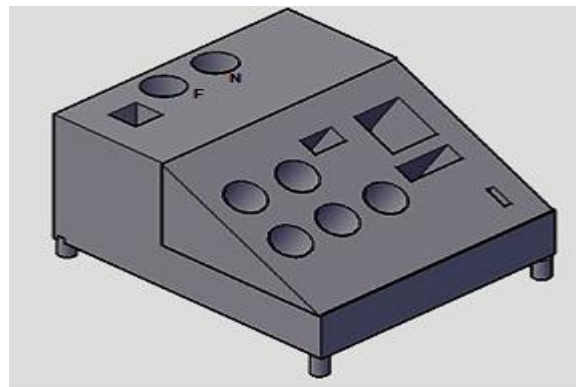


Figura 57. Diseño de la estructura del equipo de control.

*Fuente: Autor*



### 3.5.8.1. CONSTRUCCIÓN Y ARMADO DE LA ESTRUCTURA DEL EQUIPO DE CONTROL.

Una vez construida la estructura del equipo de control, se procedió a realizar todas las conexiones con el módulo 2560 con los instrumentos de medición tanto del voltaje como de la corriente Figura 58 (b).

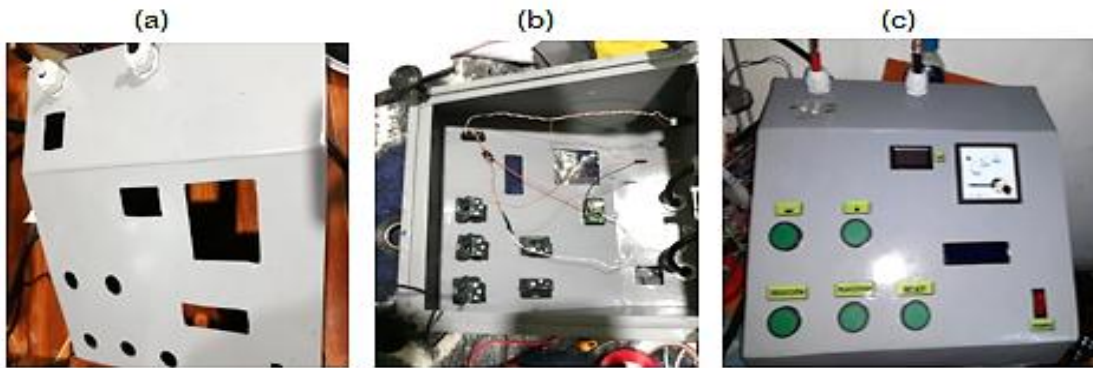


Figura 58. a) Construcción de la estructura del equipo de control. b) Conexión de los instrumentos de medición y el modulo. c) Panel de control completamente terminado.

*Fuente: Autor*

A continuación podemos ver nuestro Prototipo Electromecánico con el panel de control finalmente terminado y en perfecto funcionamiento como se ve en la Figura 59.



Figura 59. Prototipo electromecánico final terminado.

*Fuente: Autor*

### 3.5.9. DISEÑO Y CONSTRUCCIÓN DE LA MAQUINA MOLIENDA.

Procedimos a construir una maquia molienda que nos ayudara mucho en el proceso de caracterización de los nanomateriales de carbono. En la Figura 60 podemos ver el diseño en AutoCAD.

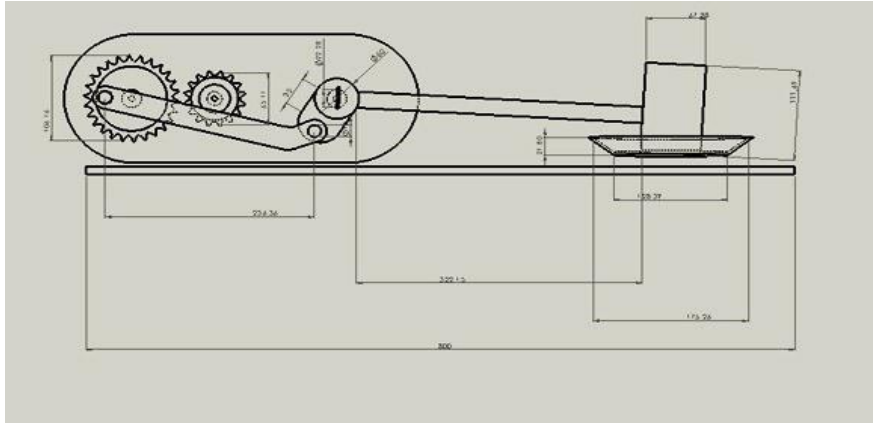


Figura 60. Diseño máquina molienda en AutoCAD.

*Fuente: Autor*

#### 3.5.9.1. CONSTRUCCIÓN DE LA MAQUINA MOLIENDA.

Una vez realizado el diseño de la maquina molienda procedimos a construirla Figura 61. La máquina molienda funciona con un motor de AC, en la Tabla 9 podemos ver sus características.



Figura 61. Construcción de la maquina molienda.

*Fuente: Autor*

Características del motor de la maquina molienda Tabla 9.

<b>ESPECIFICACIONES TECNICAS MOTOR</b>
Modelo C68PXGKR-4585
3/4 hp
9.8/9 Amperio
1725 RPM, Reducido a 90RPM
40 GRADOS
60Hz
120 V
Ciclo de trabajo 80%

Tabla 9. Características del motor de la maquina molienda.

*Fuente: Autor*

### 3.5.9.2. DISEÑO Y CONSTRUCCIÓN DEL TEMPORIZADOR.

Procedimos a diseñar y construir un temporizador para poder adaptarlo a un taladro de columna. En la Figura 62 y Figura 63 podemos ver el diseño del circuito.

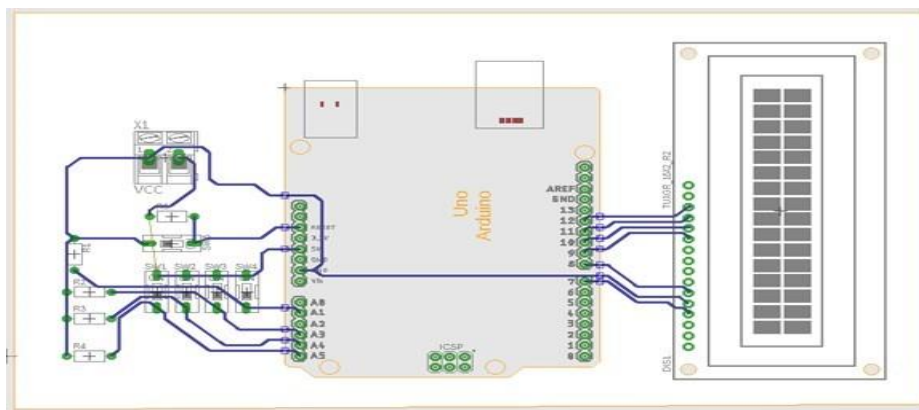


Figura 62. Circuito del temporizador en Eagle.

*Fuente: Autor*

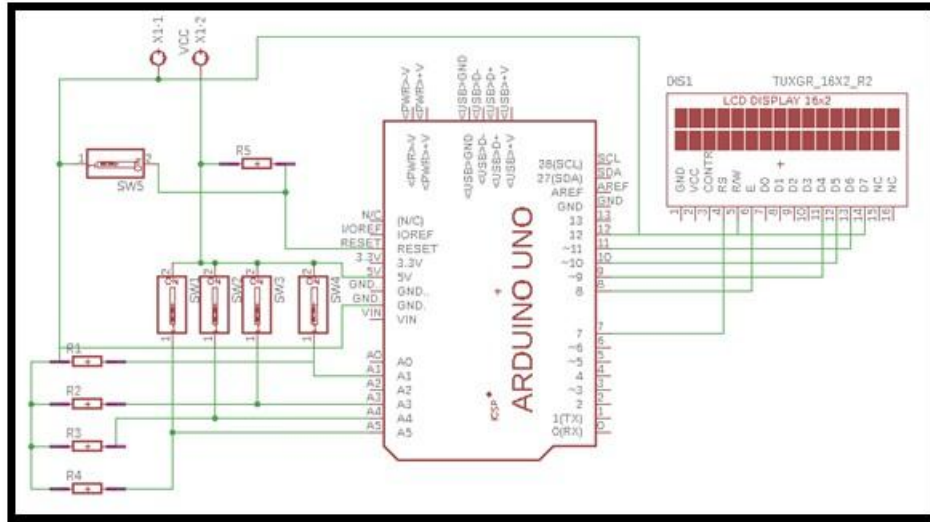


Figura 63. Placa con pistas del temporizador en Eagle.

Fuente: Autor

### 3.5.9.3. CONSTRUCCIÓN DEL TEMPORIZADOR

Una vez realizado el diseño del temporizador procedió a su construcción y modificación en el taladro de columna Figura 64b.

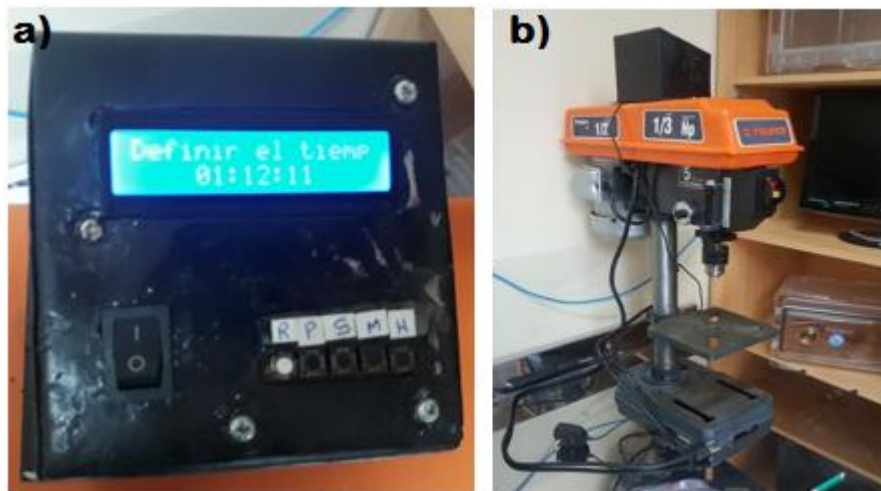


Figura 64. a) Construcción del temporizador. b) Modificación y ubicación del temporizador en el taladro de columna.

Fuente: Autor

### 3.6. APARATO EXPERIMENTAL Y SÍNTESIS

En este trabajo de tesis, la técnica utilizada para la producción de CNOs es la de descarga de arco en agua desionizada (Underwater Arc Discharge). Esta técnica ha permitido simplificar considerablemente el proceso de síntesis, eliminando el uso de sistemas de vacío y catalizadores, que luego se eliminaron mediante un proceso de purificación, alargando así los tiempos y costos de producción. En Figura 65, se muestra esquemáticamente el aparato experimental utilizado en este trabajo de tesis para la producción de CNO.

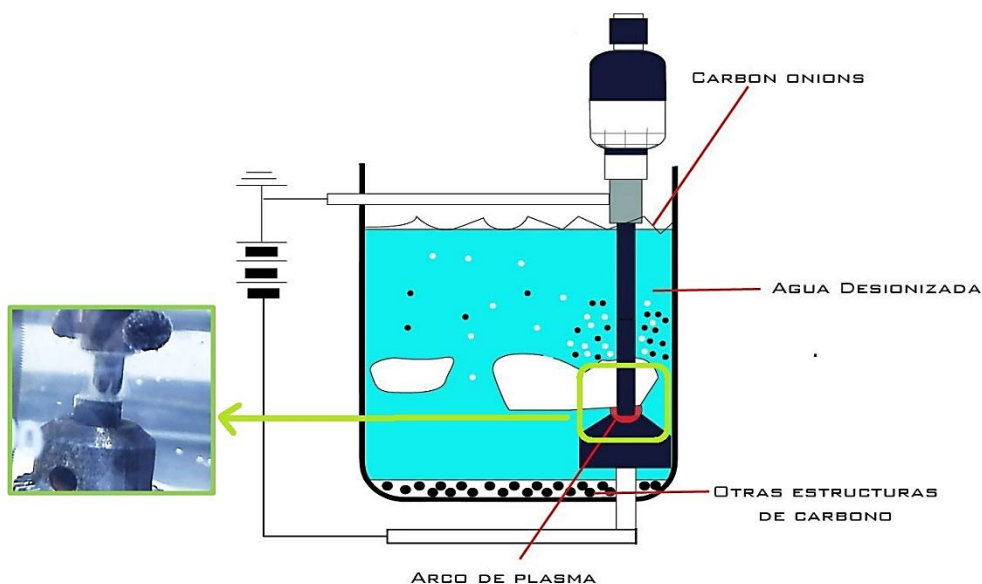


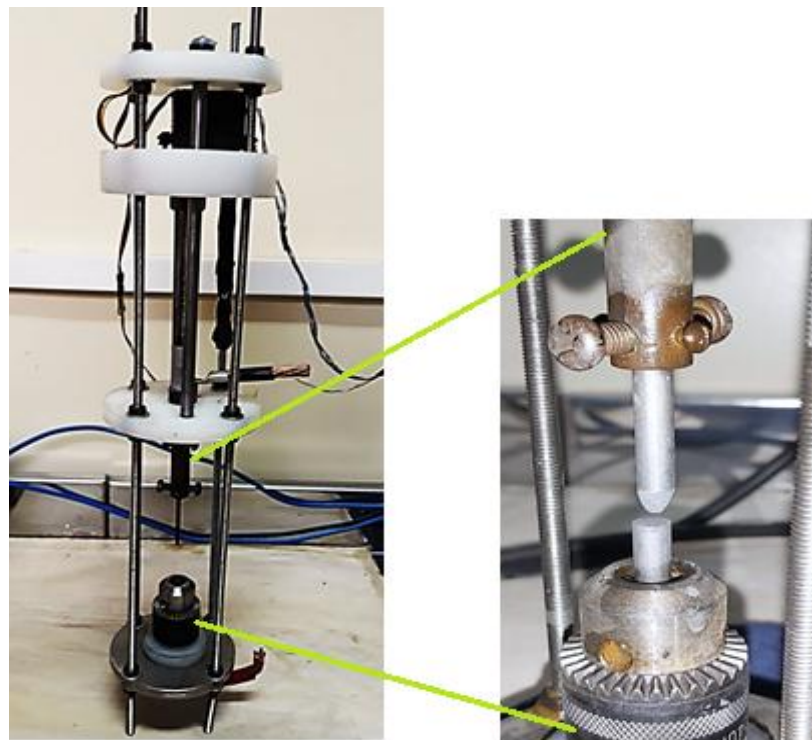
Figura 65. Esquema del aparato experimental utilizado para la síntesis de CNOs, con una imagen digital que muestra la formación del entorno plasmático.

Fuente: (Autor)

En el proceso de síntesis por descarga de arco bajo el agua, la burbuja generada por el plasma actúa como una cámara de reacción en la que los átomos de carbono se evaporaron de la superficie del ánodo cerca de la superficie del agua, formando así nanoestructuras de carbono. Los parámetros del plasma determinan el tipo de estructura que se forma y la cantidad de defectos. Uno de los parámetros más importantes en este proceso de síntesis es

la estabilidad y el valor de la corriente de arco. En la literatura, el valor óptimo de la corriente del arco está entre 30-40A para los nano-onions de carbono poliédricos. El aparato experimental utilizado en este trabajo de tesis para la síntesis de CNOs se ha diseñado y construido completamente en el laboratorio de nanomateriales (Bloque B 2do piso Oficina del Dr. Marlon Basantes y del Dr. Arquímedes Haro). Dicho aparato se basa en un prototipo experimental construido en el Laboratorio de Nanociencia de Superficie de la Facultad de Física de la Universidad de Calabria bajo la supervisión inicial del Prof. Lorenzo Caputi (carta de apoyo adjunta ver Anexo 8).

En Figura 66 se muestra el componente electromecánico del instrumento que nos permite sintetizar estos nanomateriales.



*Figura 66. Componente electromecánico del aparato experimental; la imagen ampliada muestra el ánodo y el cátodo posicionados en los respectivos portaelectrodos.*

***Fuente: Autor***

Los componentes más importantes son:

- **Porta cátodo:** compuesto por un Mandril de fijación con llave, pequeño cilindro de acero, fijado con dos discos de Nylon de 4cm de diámetro sobre un disco metálico de 9cm de diámetro, aislada eléctricamente del resto del marco. En la parte inferior del mandril se rosca un tubo de acero inoxidable de 8cm de largo el cual sirvió como base para insertar un cable flexible número 4 de 6 cm de largo ajustado con una rodela y rosca de 3/8 donde se conectara la alimentación negativa del panel de control.
- **Porta ánodo:** compuesto por un pequeño cilindro de acero de 5cm de largo el cual consta de 4 tornillos en la parte inferior permitiendo mantener el ánodo en su lugar y 4 tornillos en la parte superior conectan a un tubo de acero de 20cm de largo conectándose con el motor.
- **Un motor dc:** que se inserta en el soporte del ánodo y se bloquea con cuatro tornillos sobre una base de Nylon de 9cm de diámetro. El motor nos permite, al atornillar la perilla, para mantener constante la distancia entre el ánodo y el cátodo durante la descarga mediante rotaciones periódicas y para generar pulsos cada 8 segundos.



*Figura 67. Aparato experimental completo utilizado para la síntesis de CNOs; nótese que el marco se inserta en un vaso de precipitación que contiene agua desionizada.*

**Fuente:** (Autor)

El componente eléctrico está compuesto por dos fuentes: una fuente de alimentación eléctrica de 480W de potencia que nos permite alcanzar una corriente de hasta 40A escalada cada 10A y una diferencia de potencial en el rango de 12V; y una fuente de alimentación eléctrica de 4224W de potencia que nos permite alcanzar una corriente de hasta 200A y una diferencia de potencial en el rango de 30-75V. A la salida de la fuente de alimentación de 480W tenemos dos cables eléctricos flexibles (Fase y Neutro) número 8 para conectar a las entradas del equipo de control y sus salidas se conectarán al ánodo y al cátodo con dos lagartos de 50cm de largo contruidos con un cable número 4. Mediante el uso de un voltímetro y una pinza amperimétrica comprobamos la diferencia de potencial así como la corriente que mide el equipo de control durante la descarga. Estos dos instrumentos son de fundamental importancia para mantener el arco constante durante la descarga. Además, mediante el uso de un termómetro en la cámara de síntesis, podemos verificar la temperatura del agua durante la descarga.

### **3.6.1. PROCEDIMIENTO DE SÍNTESIS**

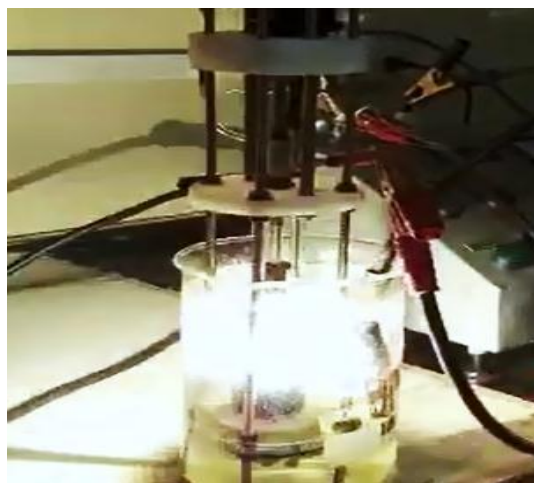
Para el procedimiento de síntesis utilizamos electrodos de grafito al 99% con diámetros: 3 mm, 5mm, 6mm, y 10 mm y de longitud 100 mm.

El primer paso es cortar los electrodos de grafito a medida (5cm) para el ánodo y para el cátodo 3cm; después de lo cual se toma un electrodo (diámetro menor) y se inserta en el soporte del ánodo, mientras que el cátodo (que tiene un diámetro mayor) se inserta en el soporte del cátodo. El marco se inserta así en el vaso de precipitados en el que se vierte agua desionizada 2000 ml con una resistividad de 18.2M $\Omega$ cm. Después de varias pruebas, se



evidenció que la temperatura del agua desionizada no superaba los 80 grados por lo que el proceso se volvió seguro. Manteniendo los electrodos separados, se fijan los valores predeterminados de voltaje y corriente de la fuente. Fijamos además el número de revoluciones por minuto a un valor constante lo que produce pulsos regulares en la descarga. Al acercarse suficientemente los dos electrodos se activa la descarga de arco si la distancia entre los dos electrodos es aproximadamente inferior a 1mm. Se debe tener mucha precaución a esta maniobra porque al superar esta distancia corremos el riesgo de interrumpir la descarga (por contacto permanente entre los electrodos) y, en consecuencia obtener un corto o eventualmente comenzar de todo desde el principio.

Después de calibrar la descarga entre los dos electrodos, manipulando el motor para fijar un número de revoluciones por minuto, se intenta mantener la corriente constante durante todo el proceso leyendo el valor del amperímetro y voltímetro del panel de control; es decir, hasta el consumo del ánodo. En el proceso de síntesis, en función de los parámetros utilizados, el proceso de síntesis tiene lugar en el rango de 60-180 segundos, en la Figura 68 se ve la descarga con las características mencionadas.



*Figura 68. Imagen que muestra el proceso de producción de CNOs.*

***Fuente: Autor***

Una vez que se completa el proceso de síntesis, se obtienen aglomerados de carbono presentes tanto en la superficie como en el fondo del vaso de precipitación (partículas suspendidas y precipitadas) como se ve en la Figura 69. Los estudios realizados en la Universidad de Cambridge explican que la razón de la flotabilidad de estos aglomerados se debe a la superficie hidrofóbica de estos materiales nanoestructurados (Kroto, H. W.; Heath, 1985).



*Figura 69. Aglomerados presentes en la superficie (a); retiros realizados en la parte inferior (b) y muestreo de superficie (c). Estas muestras no tienen ningún tratamiento para la caracterización de las mismas.*

***Fuente: Autor***

Después de esperar que el agua de la cámara se enfriara, usando una pipeta pasteur, se tomaron dos muestras de la superficie y del fondo. Estas muestras se sometieron a un tratamiento ultrasónico durante unos 30-40 minutos para favorecer la dispersión de los aglomerados dentro del agua de reacción. Finalmente, se utilizó una estufa eléctrica para

evaporar el agua de los dos vasos de precipitación, obteniendo así dos muestras de polvo negro.

Cuando se retiró el aparato del interior del vaso de precipitación, se observó una pasta en forma de pequeña piedra en la superficie del cátodo. Esto significa que durante el proceso de síntesis tuvo lugar una deposición gradual de material. Por lo tanto, se decidió tomar esta muestra y guardarla en recipientes plásticos para su posterior caracterización (Figura 70a), la que posteriormente se someterá a molienda mecánica y tratamiento con ultrasonido en agua desionizada durante 30 minutos, obteniendo así un líquido negro intenso (Figura 70b). Este líquido negro al igual que antes, se evapora a través de la estufa para obtener una tercera muestra de polvo, en la Figura 71 se ve la pastilla formada en el cátodo siguiendo el proceso de síntesis.



Figura 70. Muestra recolectadas de la parte del cátodo (a); Muestras recolectadas del fondo del vaso de precipitación (b).

*Fuente: Autor*



*Figura 71. Pastilla formada en el cátodo siguiendo el proceso de síntesis.*

***Fuente: Autor***

## CAPÍTULO IV

### 4. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

#### 4.1. RESULTADOS

Se realizaron descargas eléctricas entre electrodos de grafito de diferentes diámetros en agua desionizada. Los electrodos tenían forma cilíndrica, con un diámetro de 3-6 mm (ánodo) y 5-10 mm (cátodo), y se realizaron varias pruebas a diferentes voltajes y corrientes, en los rangos de 20-40V y 20-90A respectivamente. Estos resultados se expresan en la Tabla 10 a Tabla 13.

Muestras tomados en la mañana como se puede apreciar en la Tabla 10.

REGISTRO DESCARGA EN ARCO								
HORA	MUESTRA	AMPERAJE	VOLTAJE	RPM	TEMPERATURA INICIO (°C)	TEMPERATURA FINAL (°C)	GRAFITO SUPERIOR	GRAFITO INFERIOR
9:30	1	24	29	5	20°	23°	3mm	10mm
9:45	2	28	26	10	20°	23°	3mm	10mm
10:00	3	41	30	25	21°	35°	3mm	10mm
10:15	4	45	5	5	24°	29°	5mm	10mm
10:30	5	48	26	5	25°	37°	5mm	10mm
10:45	6	52	34	5	25°	41°	5mm	10mm
11:00	7	57	27	10	30°	45°	5mm	10mm
11:15	8	58	26	7	31°	46°	5mm	10mm

Tabla 10. Muestras generadas en el proceso de síntesis donde se describen los parámetros utilizados en el proceso

*Fuente: Autor*

Muestras tomados en la tarde como se puede apreciar en la Tabla 11.

REGISTRO DESCARGA EN ARCO								
HORA	MUESTRA	AMPERAJE	VOLTAJE	RPM	TEMPERATURA INICIO (°C)	TEMPERATURA FINAL (°C)	GRAFITO SUPERIOR	GRAFITO INFERIOR
16:54	9	41.2	31.9	20	23°	27°	3mm	10mm
17:00	10	43.1	36	30	25°	28°	3mm	10mm
18:10	11	46.7	36.3	40	26°	32°	3mm	10mm
18:45	12	52.5	33.5	10	28°	33°	5mm	10mm
19:00	13	64.3	34.8	15	29°	36°	5mm	10mm
19:11	14	66.1	31.5	20	32°	37°	5mm	10mm
19:24	15	70.1	28.3	25	35°	38°	5mm	10mm
19:35	16	70.6	33.7	30	34°	42°	6mm	10mm
19:52	17	82.7	32.6	10	36°	40°	6mm	10mm
20:06	18	80.7	37.3	25	36°	40°	6mm	10mm
20:18	19	82.0	34.5	30	36°	41°	6mm	10mm
16:54	20	41.2	31.9	20	23°	27°	3mm	10mm

Tabla 11. Muestras generadas en el proceso de síntesis donde se describen los parámetros utilizados en el proceso.

*Fuente:* Autor

Muestras tomados en la tarde, variación del ánodo 3mm como se puede apreciar en la Tabla 12.

REGISTRO DESCARGA EN ARCO								
HORA	MUESTRA	AMPERAJE	VOLTAJE	RPM	TEMPERATURA INICIO (°C)	TEMPERATURA FINAL (°C)	GRAFITO SUPERIOR	GRAFITO INFERIOR
17:40	21	40.35	29.4	20	22°	27°	3mm	5mm
18:18	22	44.60	32.3	30	24°	26°	3mm	5mm
18:30	23	45.30	37.4	40	25°	28°	3mm	5mm
19:10	24	45.61	33.7	20	26°	30°	3mm	5mm
19:20	25	51.66	34.02	30	27°	31°	3mm	5mm
19:40	26	52.30	38.02	40	27°	32°	3mm	5mm

Tabla 12. Muestras generadas en el proceso de síntesis donde se describen los parámetros utilizados en el proceso.

*Fuente: Autor*

Muestras tomados en la tarde, variación del ánodo 5mm como se puede apreciar en la Tabla 13.

REGISTRO DESCARGA EN ARCO								
HORA	MUESTRA	AMPERAJE	VOLTAJE	RPM	TEMPERATURA INICIO (°C)	TEMPERATURA FINAL (°C)	GRAFITO SUPERIOR	GRAFITO INFERIOR
17:30	27	52.4	31.5	20	21°	23°	5mm	10mm
17:50	28	72.2	33.5	30	23°	24°	5mm	10mm
18:00	29	86.2	34.4	40	24°	28°	5mm	10mm
18:24	30	47.01	35.7	20	25°	27°	5mm	5mm
18:46	31	67.70	33.6	30	26°	37°	5mm	5mm
18:53	32	82.5	48.5	40	34°	36°	5mm	5mm

Tabla 13. Muestras generadas en el proceso de síntesis donde se describen los parámetros utilizados en el proceso.

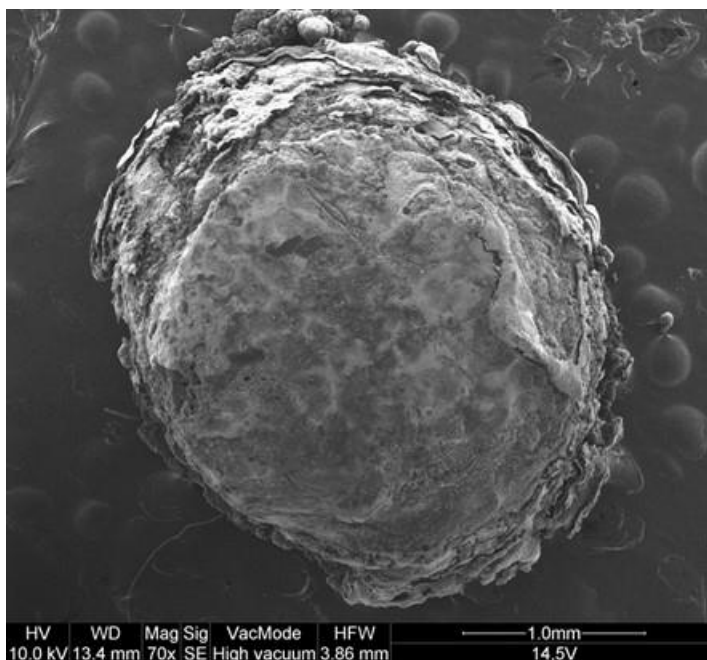
*Fuente: Autor*

Las descargas se llevaron a cabo acercando el ánodo al cátodo con un movimiento de traslación y rotación alrededor de su propio eje de simetría obteniendo un gap constante mediante pulsos a intervalos de 8 segundos. La velocidad de traslación se ajustó para obtener una descarga continua y pulsos regulares, y la velocidad de rotación fue de 30 revoluciones por minuto. Durante la descarga, se liberó gas en forma de burbujas formadas en la región de descarga, y no se observó una disminución notable en el volumen de agua desionizada. Después de cada descarga, la formación de materiales se encontró en forma de un depósito en la superficie del cátodo, y de partículas suspendidas en agua, en su mayoría flotantes o tendidas en el fondo del vaso. Luego se procedió a tomar estas muestras (que llamamos Dep: depósito y S: suspensión) las que serán estudiadas usando SEM y TGA. Tanto las muestras Dep como las S están conformadas de material nanoestructurado, con la presencia de nanopartículas de carbono las que serán categorizadas de acuerdo al proceso de caracterización. La adherencia del depósito a la superficie del cátodo fue muy débil en todos los casos, una fuerza tangencial pequeña fue suficiente para desprender esta muestra del cátodo. Después de tomar el depósito, la superficie del cátodo resultó ser perfectamente plana. Los parámetros de la descarga fueron optimizados para obtener la cantidad máxima de nanomateriales de carbono en el depósito presente en el cátodo. Se encontró que la variación en los parámetros de síntesis permitió obtener muestras de diferentes tamaños y formas, mientras que en la suspensión no se detectaron cambios sustanciales en las cantidades relativas de los diferentes tipos de nanomateriales.

La Figura 72 muestra una imagen SEM de un depósito obtenido con voltaje y corriente igual a 30V, 41A respectivamente (Microscopio Electrónico de Barrido UNACH).



El proceso de descarga tuvo una duración de 1 minuto. Algunos depósitos se formaron en la región de descarga y tienen una forma aproximadamente cilíndrica, con un espesor de unos 3 mm.



*Figura 72. Depósito catódico obtenido por descarga (30V, 41A)*

***Fuente: Autor***

En la Figura 72 hay una superficie plana y no hay variaciones macroscópicas notables en el área periférica.

Las muestras Dep y S se examinarán mediante análisis termogravimétrico (TGA) para verificar su estabilidad en función de la temperatura, en el flujo de aire. Se tomarán como rango de temperatura 25-850 ° C.

Con el fin de purificar la posible presencia de carbono amorfo, las dos muestras se someterán a calentamiento en aire a 400 °C durante 1-1.5 horas. Posteriormente, se molerán durante unas 3-4 horas usando una máquina de molienda planetaria diseñada y construida

en el laboratorio, y luego se sonicarán en agua destilada durante 30-40 minutos (maquina adaptada en el laboratorio). Las muestras así obtenidas se depositaran nuevamente en portaobjetos para su análisis en pantallas especiales para microscopía TEM más detalladas.

Se espera evidenciar que la muestra estará compuesta casi por completo por CNOs poliédricos, con la presencia de algunos nanotubos y alguna región plana (probablemente grafeno multicapa) y obviamente carbón amorfo. El tamaño de los CNOs no será posible determinar pues sería necesario un TEM (Transmission Electron Microscopy) mismo que no existe en la UNACH y no está considerado dentro del proyecto no valorado “Síntesis y Caracterización de nanomateriales de carbono” en ejecución y del cual es parte esta trabajo de investigación experimental como tesis.

## **4.2. DISCUSIÓN**

Los resultados obtenidos en esta tesis muestran que es posible producir nanomateriales de carbono selectivamente en el proceso de descarga eléctrica entre electrodos de grafito en agua desionizada, y servirá para aclarar algunos puntos controvertidos en la literatura sobre el tema.

Al optimizar los parámetros de descarga, las cantidades de muestras adquiridas evidencian que se obtiene un depósito en el cátodo que contiene eventualmente CNO poliédricos, mientras que el material flotante o que se encuentra en el fondo consiste en nanomateriales de diversos tipos (CNOs poliédricos, nanotubos, grafeno y carbono amorfo), (F. Alessandro, A. Scarcello, M. D. Basantes, 2018). Estos resultados serán confirmados por el análisis termogravimétrico: la muestra depositada en el cátodo será ultrasonificada, o molida para ser

calentada en una estufa en la que se estudiará la curva TGA para así ver si existen variaciones de pendiente que puedan sugerir la combustión de otras especies presentes en el depósito. Esto no necesariamente será igual para las muestras en suspensión o depositadas en el fondo del recipiente que podría tener carbón amorfo y grafito. Un análisis de espectros Raman concluiría la calidad de los nanomateriales sintetizados. Desgraciadamente este análisis es imposible hacerlo en la UNACH por no disponer de los equipos adecuados (el proyecto valorado, del cual es parte esta tesis, no toma en cuenta este análisis) Los espectros Raman obtenidos en los dos tipos de muestras reflejan lo que se observó con SEM, TEM y TGA. Uno de los factores más importantes en el proceso de síntesis es la pureza de los electrodos de grafito pues esto garantizará la hibridación para producción de nanomateriales de carbono ( $sp^2$  a  $sp^3$ ). Sin embargo, podrían aparecer algunos efectos de borde en la muestra depositada.

Los nano-onions (y nanomateriales de carbono) producidos en el presente trabajo sobre la superficie del depósito tienen una apariencia que es significativamente diferente del grafito ideal. El calentamiento, la posterior molienda y sonicación inducirán solo pequeñas variaciones en esta apariencia desde el punto de vista de los materiales nanoestructurados. Esto sería una clara indicación de la dureza de los nanomateriales de carbono, en particular los CNOs poliédricos y CNTs, que no pueden ser dañados por la molienda.

El posterior estudio de caracterización de los CNOs nos permitirá evidenciar tamaños de alrededor de 50-100 nm (que es el promedio adquirido utilizando este método de descarga) (N. Sano, 2001).

Los nano-onions poliédricos están formados por capas de dimensiones nanométricas, en las que las áreas planas están conectadas entre sí por zonas curvas, en las que muy a menudo la

curvatura aparece en un ángulo agudo. Esto explica los pocos efectos de borde en la muestra. Se espera obtener con la síntesis mediante pulsaciones que los nanomateriales de carbono (en especial los CNOs) presentes en el depósito estén constituidos de planos de grafeno con un alto grado de orden estructural en dicho plano. Los resultados experimentales obtenidos en el presente trabajo nos permiten concluir cualitativamente que los nanomateriales de carbono presentes en el depósito catódico son de dimensiones del orden de decenas de nanómetros, son muy estables en temperatura, tienen alta dureza, están compuestos de capas de grafeno con alto orden, superpuesto de manera desordenada.

Debido al proceso de descarga, se espera que los nanomateriales depositados en el cátodo posean menos defectos que los en suspensión esto debido a la presencia de la bola de plasma que se forma con la descarga lo que produce un enorme gradiente de temperatura.

El descubrimiento de la posibilidad de adquirir CNO por el método de descarga de agua entre electrodos de grafito se atribuye generalmente a Sano et al. (N. Sano et al., 2001), según el cual se descubrieron los CNO en el material flotante después de la descarga. En ese trabajo, no se nombra ningún depósito en el cátodo. Posteriormente, el mismo grupo de investigación publicó varios trabajos, en los que se mostraron resultados ligeramente distintos, y se hipotetizó un modelo para la cristalización de CNO y nanotubos (N. Sano, H. Wang, I. Alexandrou, M. Chhowalla, 2002). Este prototipo todavía se cita ampliamente en la literatura propia del tema, por ejemplo, en un trabajo de 2014, en el que se indican los resultados de experimentos en varias descargas de agua con diferencias de potencia disipadas (Borghain et al., 2014). El modelo prevé la formación, a causa de la alta temperatura (aproximadamente 4000 K) en la zona de descarga, de una burbuja de gas que ya que funciona como una cámara de reacción, y permite la cristalización el rápido

enfriamiento de los vapores de carbono es el resultado de la Evaporación del ánodo. Según el modelo, debido al gradiente de temperatura la cristalización da lugar en la burbuja, y en el área adyacente a la descarga, la anisotropía debido al flujo direccional de iones ayuda a la formación de nanotubos, mientras que en el área de la burbuja más alejada de la descarga, donde el movimiento es menos anisotrópico, se ayuda a la cristalización de los CNO. Los autores suponen que el contenido de la burbuja consiste en monóxido de carbono e hidrógeno molecular, como consecuencia de la reacción entre el carbono atómico y las moléculas de agua. Esta composición, también hipotetizada por otros descubridores, se origina de una patente de W.H. Richardson Jr., cuyo título se mostró en la revista *Infinite Energy* en 1996, esta se basa en la producción de hidrógeno por descarga en el agua con fines energéticos.

En un artículo de 2003 se midió la temperatura y la composición del plasma que se forma en la descarga entre dos electrodos de grafito (H. Lange, 2003). La temperatura toma valores en el rango de 4000-6500 K, y el plasma está compuesto por radicales C<sub>2</sub>, átomos e iones de carbono, oxígeno e hidrógeno atómico, y la presencia de CO no ha sido evidente. Es claro, por lo tanto, que el hidrógeno molecular y el monóxido de carbono emitido por la superficie del agua deben ser el producto de reacciones que tienen lugar en el camino de las burbujas desde el área del plasma a la superficie.

En 2003, el grupo de Sano publicó otro trabajo sobre el tema, en el que la descarga se desarrollaba variando la presión en la superficie del agua, de 400 a 760 Torr (Sano et al., 2003). En este trabajo, al contrario de lo que se hizo en 2002, los experimentadores recogieron las muestras del fondo del recipiente, también en forma de aglomerados discoides, que pueden haberse formado en la superficie del cátodo.

En 2004, el mismo grupo estudió nuevamente las muestras obtenidas por descarga en el agua, y descubrió en algunos fragmentos un predominio de CNO, lo que atribuye a la tendencia de los CNO a dispersarse naturalmente de los CNT (Alexandrou et al., 2004). Está claro que, dentro del mismo grupo de investigación, se obtuvieron resultados contradictorios y que el mecanismo propuesto en 2002 también debería revisarse a la luz de los resultados logrados por el mismo grupo que lo propuso. A los efectos de una correcta interpretación de los resultados logrados en este trabajo, y de una probable solución a las inconsistencias en la literatura, es esencial nombrar el hecho de que, si bien la presencia del depósito catódico plantea los problemas antes nombrados en la literatura que se refieren a la producción de CNO a través de la descarga en agua, la presencia de tales depósitos es bien distinguida en la literatura en los trabajos que se refieren a la obtención de nanotubos de carbono por descarga entre electrodos de grafito en una atmósfera de helio.

Ebbesen, plantea la hipótesis de que los átomos de carbono en movimiento aleatorio dan lugar a la creación de nanopartículas, entretanto que los átomos de carbono en movimiento direccional se cristalizan formando nanotubos (Gamaly et al., 1995). En nuestro caso, la orientación horizontal de la superficie del cátodo y, sobre todo, el movimiento de rotación del ánodo, concedió obtener una descarga constante con pulsos regulares evitando la creación de zonas de inhomogeneidad, lo que además concedió obtener el depósito catódico en todos los experimentos realizados. Para la producción de CNTs se ha determinado que la corriente debe superar los 120 A.

Lange, señala que la temperatura del plasma pero en helio, con parámetros de descarga idénticos, es cercanamente 1500 K menor que la del plasma en agua (H. Lange, 2003). La temperatura más alta posiblemente se deba al hecho de que en el agua hay formación de

burbujas, en las cuales los vapores de carbono continúan atrapados, con la consiguiente alta densidad de energía, a diferencia de la descarga de helio, en la que pueden propagarse libremente.

La comparación de nuestros resultados con lo que se informa en la literatura nos concede decir que en esta investigación existe la formación de un depósito que, en condiciones óptimas de descarga, consiste en nanomateriales de carbono y se forma exactamente en el área del plasma, en la superficie del cátodo.

Además, durante la descarga, el cátodo no emite en lo visible. No es sencillo evaluar la magnitud del gradiente cerca de la superficie del cátodo, pero estimando una distancia entre el ánodo y el cátodo de 1 mm, su valor mínimo es del orden de 30,000 K / cm (D. Ugarte, 1992). Una vez que se forman las primeras capas de nanopartículas, el crecimiento sigue en estas capas debido al gradiente de temperatura que existirá en la región continuamente cercana a las capas mismas, y así continúa el crecimiento del depósito. El hecho de que en la región a temperaturas más altas ayude a la formación de CNOs en comparación con la de los nanotubos, puede estar vinculado con los experimentos de bombardeo de nanopartículas de carbono por electrones de alta energía (D. Ugarte, 1992), en los que se descubrió que a medida que aumenta la energía suministrada, las partículas alargadas (nanotubos) tienden a transformarse en nanopartículas de tipo CNOs.

Es muy difícil plantear la hipótesis de cuáles son las dimensiones de las burbujas que se forman en el área del plasma, es posible que llenen el espacio entre el ánodo y el cátodo, favoreciendo la transferencia de átomos e iones de carbono en la superficie del cátodo. Por lo tanto, se puede plantear la hipótesis de que, además del mecanismo de cristalización en la

superficie del cátodo, existen otros mecanismos que generan nanotubos y CNOs en suspensión. Estos mecanismos, que probablemente ocurren en las burbujas que se forman cerca del plasma, se deben seguramente a los fuertes gradientes de temperatura presentes, considerando el hecho de que las burbujas de carbono están presentes dentro de las burbujas y que la superficie de las burbujas tiene una temperatura máxima que es la del agua hirviendo.

Se ha determinado que posiblemente existen dos mecanismos diferentes de síntesis de CNOs, uno de los cuales da lugar en la zona de plasma y, por lo tanto, a altas temperaturas que ayudan a una alta calidad cristalina, mientras que el otro, responsable de la formación de los CNOs que se localizan en suspensión, ocurre en condiciones de gradientes de temperatura más altos, que evaden la cristalización perfecta (Alexandro, Scarcello, Basantes, 2018).



## CAPÍTULO V

### 5. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

#### 5.1. CONCLUSIONES

- Se diseñó y construyó un prototipo electromecánico para la fabricación de nanomateriales de carbono de bajo costo, con un diseño sencillo y fácil de manejar.
- La calidad de los CNOs y el hecho de que estén asociados en un depósito de tamaño milimétrico dan lugar, en primer lugar, tomarlas con extrema sencillez con respecto al proceso de toma de muestras suspendidas. Además, un tratamiento térmico y tratamientos mecánicos sencillos posteriores (molienda y sonicación con instrumentos diseñados y contruidos como parte de este trabajo de investigación) permiten y permitirán obtener dispersiones de partículas de alta pureza y estabilidad, evitando los complejos procedimientos de purificación necesarios para obtener CNOs de materiales suspendidos en agua. Por lo tanto, los CNOs obtenidos del depósito catódico, de dimensiones del orden de decenas de nanómetros, pueden utilizarse en las diversas áreas en las que los CNOs han demostrado recientemente un gran potencial.

## **5.2. RECOMENDACIONES**

- Se recomienda manejar cuidadosamente el prototipo electromecánico al momento de realizar las descargas ya que se manejan corrientes muy elevadas y pueden ocasionar accidentes.
- Se recomienda usar todos los materiales de cuidado necesarios al momento de manipular el prototipo electromecánico.
- Una vez obtenido los nanomateriales de carbono se recomienda proceder a la caracterización ya que sus aplicaciones son enormes.

## CAPÍTULO VI

### 6. BIBLIOGRAFÍA

- A. H. C. Neto (2010). The carbon new age. *Mater. Today* 13, 12-17
- L. Echegoyen, A. L. Ortiz, M. N. Chaur, A. J. Palkar (2010) Carbon Nano Onions. In *Chemistry of Nanocarbons*. T. Akasaka, F. Wudl, S. Nagase (eds). John Willey & Sons. Chichester, U. K.
- J. Bartellmes, S. Giordani (2014). Carbon Nano-Onions (Multi-layer Fullerenes): Chemistry and Applications. *Belstein J. Nanotechnol.* 5, 1980-1998
- I. Suarez-Marinez, N. Grobert, C. P. Ewels (2012). Nomenclature of sp<sup>2</sup> carbon nanoforms. *Carbon* 50, 741-747
- M. Zeiger, N. Jäckel, V. N. Mochalin, V. Presser (2016). Review: carbon onions for electrochemical energy storage. *J. Mater. Chem. A* 4, 3172-3196
- A. Bianco et al. (2013). All in the graphene family a recommended nomenclature for two-dimensional carbon materials. *Carbon* 65, 1-6
- O. A. Shenderova, D. M. Gruen (2012). *Ultrananocrystalline diamond: synthesis, properties and applications*. William Andrew.
- D. Pech, et al. (2010). Ultrahigh-power micrometer-sized supercapacitors based on onion like-carbon. *Nat. Nanotechnol.* 5, 651-654
- K.D. Sattler (Ed.) (2016). *Carbon nanomaterials sourcebook*. Graphene, fullerenes, nanotubes, and nanodiamonds, Taylor & Francis Group, Boca Raton.
- S. Krishnamurthy, et al. (2013). In situ formation of onion-like carbon from the evaporation of ultra-dispersed nanodiamonds. *Carbon* 52, 145-149
- O. Mykhailiv, H. Zubyk, M. E. Plonska-Brzezinska (2017). Carbon nano-onions: Unique carbon nanostructures with fascinating properties and their potential applications. Elsevier 0020-1693
- M. Choucair, J. A. Stride (2012). The gram-scale synthesis of carbon onions. *Carbon*, 50, 1109-1115

- F. Alessandro, A. Scarcello, M. D. Basantes, et al (2018). Selective synthesis of turbostratic polyhedral carbon nano-onions by arc discharge in water. *Nanotechnology*, 29, 32.
- F.J. López-Rodríguez and G.G. Naumis. (2010). Graphene under perpendicular incidence of electromagnetic waves: Gaps and band structure. Obtenido de <http://www.tandfonline.com/doi/abs/10.1080/14786431003757794>.
- Arduino. (2016). Aprendiendo Arduino. Obtenido de <https://aprendiendoarduino.wordpress.com/tag/arduino-mega/>
- Carboninspired. (2012). Carboninspired 2.0. Obtenido de <http://carboninspired2.com/blog/?p=566>
- Marlon Idrovo. (2010). EcuRed. Obtenido de <https://www.ecured.cu/Servomotor>
- Frank Mecafenix. (2018). Ingeniería mecafenix. Obtenido de <http://www.ingmecafenix.com/automatizacion/sensor-optico/>
- Tescan (2011). Tecnología Tescan. Obtenido de <https://www.tescan.com/en-us/technology/sem/vega3>
- Codi. (2017). Construcción y diseño. Obtenido de <http://codi.com.ec/ventajas-soldadora-inverter/>
- N2M-Electrónica (2015). Electronica para todos. Obtenido de <https://www.n2melectronica.com/fuente-12v-40a-switching-metalica-regulada-tira-led-cctv-1006169914xJM>
- Hetpro. (2009). hetpro-store. Obtenido de <https://hetpro-store.com/lcd-16x2-blog/>
- Lero-Merlin. (2015). Comunidad Lero Merlin. Obtenido de <https://comunidad.leroyerlin.es/t5/Bricopedia-Bricolaje/Qu%C3%A9-tipos-de-taladros-hay/ta-p/16820>
- Copyright (2018). Equipos y laboratorio. Obtenido de [https://www.equiposylaboratorio.com/sitio/contenidos\\_mo.php?it=5571](https://www.equiposylaboratorio.com/sitio/contenidos_mo.php?it=5571)
- J. Bartellmes, S. Giordani (2014). Carbon Nano-Onions (Multi-layer Fullerenes): Chemistry and Applications. *Belstein J. Nanotechnol.* 5, 1980-1998
- Novoselov, K. S.; Geim, A. K.; Morozov, S. V.; Jiang, D.; Zhang, Y.; Grigorieva, I. V.; Firsov, A. (2004). *A. Science*, 306, 666–669.
- McDonough and Gogotsi. (2013). The Electrochemical Society Interface, Fall.

Bogdanov K; Fedorov A. Osipov V; Enoki T; Takai K; Hayashi T; Ermakov V; Moshkalev S. (2014). *Baranov A. carbon* 73, 78-86.

Han F; Yao B; Bai Y. (2011). [dx.doi.org/10.1021/jp2007599](https://doi.org/10.1021/jp2007599) *J. Phys. Chem. C*, 115,8923-8927.

Han, F.-D.; Yao, B.; Bai, Y.-J. *J. Phys. Chem. C* 2011, 115, 8923–8927.

Ghosh, M.; Sonkar, S. K.; Saxena, M.; Sarkar, S. *Small* 2011, 7, 3170 3177.

Olena Mykhailiv et al. *ChemPhysChem* 2015, 16, 2182 – 2191.

Luszczyn, J.; Plonska-Brzezinska, M. E.; Palkar, A.; Dubis, A. T.; Simionescu, A.; Simionescu, D. T.; KalskaSzostko, B.; Winkler, K.; Echegoyen, L. *Chem. – Eur. J.* 2010, 16, 4870–4880.

A. Jorio, (2012). *ISRN Nanotechnology* 12, 234216.

Giordani, S.; Bartelmess, J.; Frascioni, M.; Biondi, I.; Cheung, S.; Grossi, M.; Wu, D.; Echegoyen, L.; O’Shea, D. F. *J. Mater. Chem. B* 2014, 2, 7459–7463.

O’Neill et al., (2011). *J. Phys. Chem. C* 115, 5422.

Eckmann et al., (2012). *Nano Lett.* 12, 3925.

Breczko, J.; Winkler, K.; Plonska-Brzezinska, M. E.; Villalta-Cerdas, A.; Echegoyen, L. J. *Mater. Chem.* 2010, 20, 7761–7768.

D. Codorniu Pujals et al., *Appl. Phys. A* 120, 1339 (2015).

Plonska-Brzezinska, et al., *Chem. – Eur. J.* 2012, 18, 2600–2608.

Plonska-Brzezinska et al., (2013) *.ChemPhysChem*, 14, 116–124.

Borgohain et al., (2014). *Carbon* 66, 272

Sonkar, S. K.; Ghosh, M.; Roy, M.; Begum, A.; Sarkar, S. *Mater. Express* 2012, 2, 105–114.

Seymour, M. B.; Su, C.; Gao, Y.; Lu, Y.; Li, Y. J. *Nanopart. Res.* 2012, 14, 1087.

Pech, D.; Brunet, M.; Durou, H.; Huang, P.; Mochalin, V.; Gogotsi, Y.; Taberna, T.-L.; Simon, P. *Nat. Nanotechnol.* 2010, 5, 651–654.

McDonough, J. K.; Frolov, A. I.; Presser, V.; Niu, J.; Miller, C. H.; Ubieta, T.; Fedorov, M. V.; Gogotsi, Y. *Carbon* 2012, 50, 3298–3309.

Borgohain, R.; Li, J.; Selegue, J. P.; Cheng, Y.-T. *J. Phys. Chem. C* 2012, 116, 15068–15075.

- Gao, Y.; Zhou, Y. S.; Qian, M.; He, X. N.; Redepenning, J.; Goodman, P.; Li, H. M.; Jiang, L.; Lu, Y. F. *Carbon* 2013, 51, 52–58.
- Wang, Y.; Yu, S. F.; Sun, C. Y.; Zhu, T. J.; Yang, H. Y. *J. Mater. Chem.* 2012, 22, 17584–17588.
- Wang, Y.; Yan, F.; Liu, S. W.; Tan, A. Y. S.; Song, H.; Sun, X. W.; Yang, H. Y. *J. Mater. Chem. A* 2013, 1, 5212–5216.
- Wang, Y.; Han, Z. J.; Yu, S. F.; Song, R. R.; Song, H. H.; Ostrikov, K.; Yang, H. Y. *Carbon* 2013, 64, 230–236.
- Liu, L.; Das, A.; Megaridis, (2014). *C. M. Carbon*, 69, 1–16.
- Joly-Pottuz, L.; Bucholz, E. W.; Matsumoto, N.; Phillpot, S. R.; Sinnott, S. B.; Ohmae, N.; Martin, (2010). *J. M. Tribol. Lett.*, 37, 75–81.
- Sek, S.; Breczko, J.; Plonska-Brzezinska, M. E.; Wilczewska, A. Z.; (2013). *Echegoyen, L. ChemPhysChem*, 14, 96–100.

## ANEXOS

### ANEXO 1

Diseño e Implementación de un prototipo electromecánico

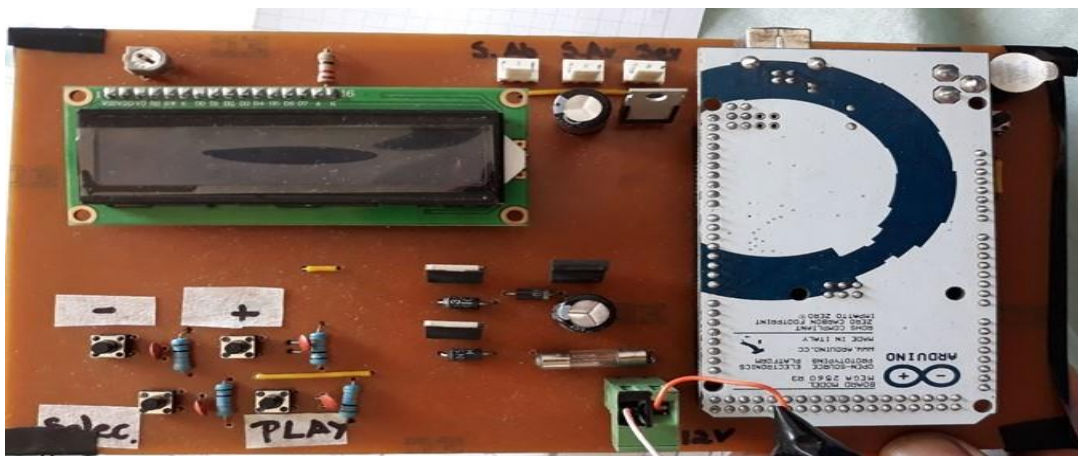


Figura 73. Construcción de la placa del prototipo electromecánico

Fuente: Autor

### ANEXO 2

Materiales utilizados en las pruebas de descarga en arco.

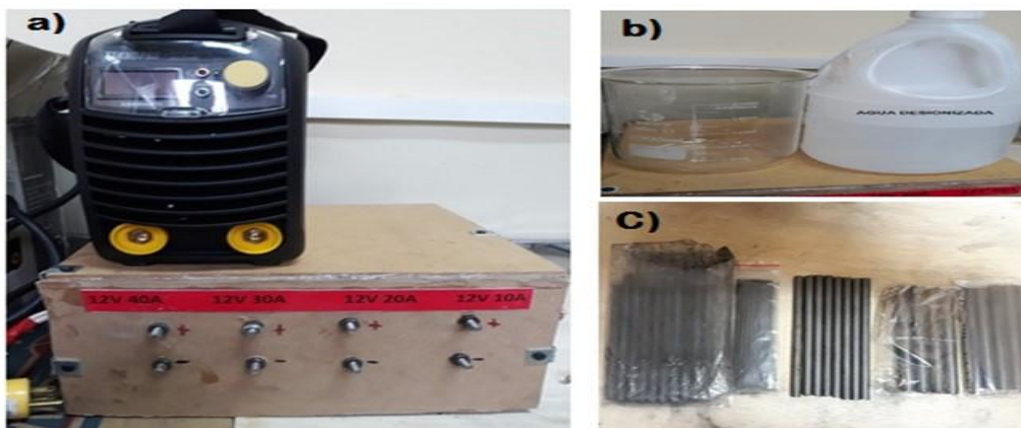


Figura 74. a) Fuentes de alimentación. b) Vaso de precipitación y agua desionizada. c) Electrodo de grafito diferente tamaño.

Fuente: Autor



*Figura 75. Materiales para la producción de nanomateriales de carbono.*

*Fuente: Autor*

### **ANEXO 3**

Desionizacion del agua resistividad 0.05uS/cm, 20.4°C, Figura 76.



*Figura 76 maquina desionizadora tipo I*

*Fuente: Autor*



## ANEXO 4

En la Tabla 14 podemos ver el presupuesto prototipo electromecánico.

PRESUPUESTO PROTOTIPO ELECTROMECAÁNICO				
#	Detalle	Cantidad	P. Unitario	P. Total
1	Arduino Mega 2560	1	65.00	65.00
2	Pantalla LCD 16x2	1	12.00	15.00
3	Componentes electrónicos	1	85.00	85.00
4	Estructura panel de control	1	70.00	70.00
5	Servo Motor	1	65.00	65.00
6	Placa Circuito Electrónico	1	50.00	45.00
7	Estructura Metálica	1	155.00	155.00
8	Cables de Conexión	1	20.00	20.00
9	Circuito temporizador	2	120.00	120.00
10	Taladro	1	175.00	175.00
11	Motor AC	1	75.00	75.00
12	Cremallera	1	40.00	40.00
13	Estructura martillo automático	1	80.00	80.00
			Total	1010.00
PRESUPUESTO PROTOTIPO ELECTROMECAÁNICO Materiales disponible en el laboratorio de electrónica UNACH				
#	Detalle	Cantidad	P. Unitario	P. Total
1	MULTÍMETRO PINZA DIGITAL / FLUKE 902 FC	1	300.00	300.00
2	Fuente de voltaje	1	70.00	70.00
3	Software Proteus	1	250.00	250.00
4	Software Autocad	1	600.00	600.00
5	Agua des-ionizada	1	80.00	80.00
6	Electrodos de grafito	8	40.00	40.00
7	Recipientes para recolección de muestras.	2	24.00	24.00
8	Aisladores	10	10.00	10.00
			Total	1374.00

Tabla 14 Presupuesto prototipo electromecánico.

*Fuente: Autor*

## ANEXO 5

Materiales utilizados en las pruebas de descarga en arco.

### MEDIDAS ROSCAS (mm)

#### ROSCA MACHO BSP

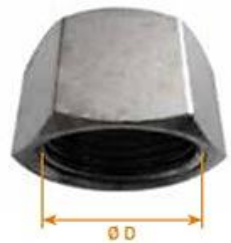


ROSCA BSP CÓNICA		
ROSCA	ACCESFLUID	Ø D
1/8"	01	9,7
1/4"	02	13,2
3/8"	03	16,7
1/2"	04	21,0
3/4"	05	26,4
1"	06	33,2
1 1/4"	07	42,0
1 1/2"	08	47,8
1 3/4"	-	53,7
2"	09	59,6
2 1/2"	10	75,2
3"	11	87,9
4"	12	113,0

ROSCA NPT	
ROSCA	Ø D
1/8"	9,5
1/4"	12,5
3/8"	15,9
1/2"	19,8
3/4"	25,1
1"	31,5
1 1/4"	40,2
1 1/2"	46,3

ROSCA MÉTRICA	
ROSCA	Ø D
M6X1,0	6,0
M8X1,0	8,0
M10X1,0	10,0
M12X1,0	12,0
M12X1,5	12,0
M14X1,0	14,0
M14X1,5	14,0
M16X1,0	16,0
M16X1,5	16,0
M18X1,0	18,0
M18X1,5	18,0
M20X1,5	20,0
M22X1,5	22,0

#### ROSCA HEMBRA BSP



ROSCA	ACCESFLUID	Ø D
1/8"	01	8,6
1/4"	02	11,4
3/8"	03	15,0
1/2"	04	18,6
3/4"	05	24,1
1"	06	30,3
1 1/4"	07	39,0
1 1/2"	08	44,8
1 3/4"	-----	50,8
2"	09	56,7
2 1/2"	10	72,2
3"	11	84,9
4"	12	110,1

ROSCA	Ø D
1/8"	9,1
1/4"	11,9
3/8"	15,3
1/2"	18,9
3/4"	24,2
1"	30,4
1 1/4"	39,1
1 1/2"	45,1

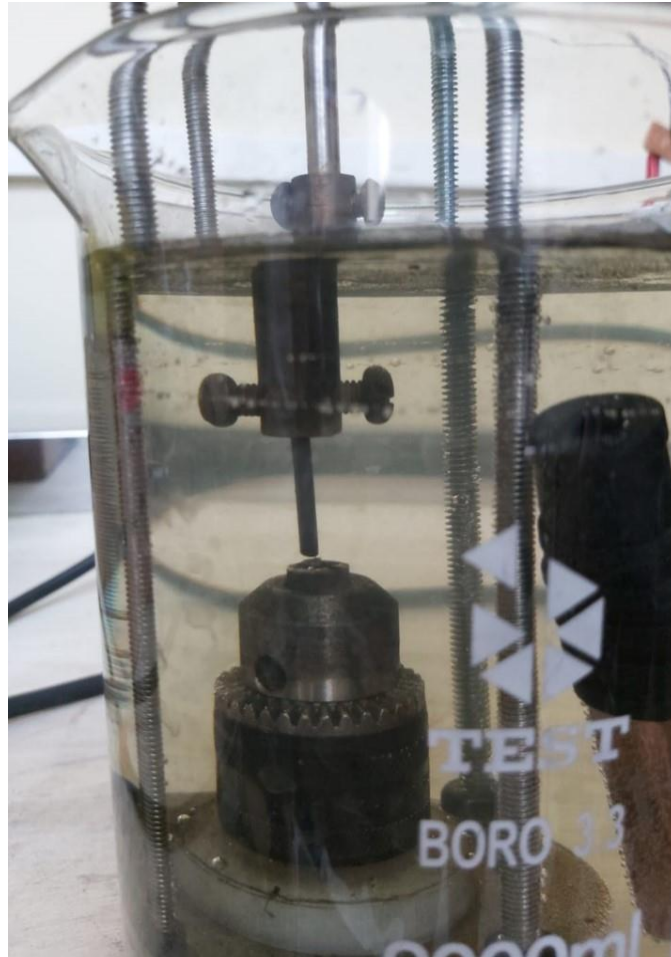
ROSCA	Ø D
M6X1,0	5,2
M8X1,0	6,9
M10X1,0	8,9
M12X1,0	10,9
M12X1,5	10,4
M14X1,0	12,9
M14X1,5	12,4
M16X1,0	14,9
M16X1,5	14,4
M18X1,0	16,9
M18X1,5	16,4
M20X1,5	18,4
M22X1,5	20,4

Figura 77. Medidas de roscas.

Fuente: (Codi, (2017)

## ANEXO 6

Podemos ver la inserción del prototipo electromecánico en el agua desionizada, en el ánodo tenemos un grafito de 3mm diámetro y en el cátodo un grafito de 10mm de diámetro.



*Figura 78. Prototipo electromecánico sumergido en agua desionizada.*

*Fuente: Autor*

## ANEXO 7

Diferentes tipos de muestras obtenidos después de realizar la descarga en Arco.



Figura 79. a) Muestra desprendida del cátodo. b) Diferentes tipos de muestras almacenadas en recipientes de plástico.

*Fuente: Autor*

## ANEXO 8

Parte trasera del panel de control



Figura 80. Panel de control.

*Fuente: Autor*

## ANEXO 9

Reunión en el laboratorio de Nanotecnología.



*Figura 81. a) Reunión con los estudiantes de Telecomunicaciones. b) Tutorías con el Dr. Marlon Basantes.*

*Fuente: Autor*

## ANEXO 10

Carta de apoyo Prof. Lorenzo Caputi

UNIVERSITÀ DELLA CALABRIA



A la Universidad Nacional de Chimborazo (UNACH) en Riobamba Ecuador.

Yo, **Prof. Lorenzo Caputi**, profesor de Física y director del Grupo de Investigación en "Nanoscienza di Superficie della Università della Calabria (UNICAL)" por medio de la presente certifico haber sido informado del proyecto "Síntesis y Cracterización de Nanomateriales de Carbono" a ser presentado en la UNACH.

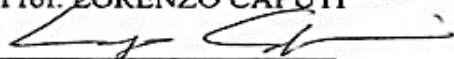
Debo decir además que es para nosotros (el Grupo de Investigación y mi persona) un placer colaborar con nuestra experiencia en este proyecto presentado por el Dr. Marlon Basantes Valverde quien es además miembro externo de nuestro grupo de investigación.

Espero que el proyecto presentado por el Dr. Basantes se desarrolle sin inconvenientes y que sus resultados sean de interés mutuo para ustedes y nosotros.

Cordialmente,

Ch.mo Prof. LORENZO CAPUTI

Firma



Nanoscienza di Superficie  
Dipartimento di Fisica  
UNICAL

## ANEXO 11

### Código del arduino de prototipo electromecánico

```
CODIGO DEL SERVOMOTOR
//LCD////////////////////////////////////
#include <LiquidCrystal.h>
LiquidCrystal lcd(12, 11, 10, 9, 8 , 7);//LCD
////////////////////////////////////SERVO////////////////////////////////////
#include <Servo.h>
Servo servo1;
int mi = 0;
int s = 0;
int mi2 = 0;
int v = 0;
int pmas = 6;
int pmenos = 5;
int select = 3;
int play = 4;
int c = 4;
int p = 0;
int auxmi = 0;
int auxs = 0;
int rangovueltas = 5;// aumento y disminucion vueltas
int buz = 30;
int sarriba = 26;
int sabajo = 28;
int activarservo = 24;
////////////////////////////////reloj
unsigned long previousMillis = 0;
const long interval = 913;
////////////////////////////////////
void setup() {

  pinMode(pmas,INPUT);
  pinMode(pmenos,INPUT);
  pinMode(select,INPUT);
  pinMode(play,INPUT);
  pinMode(buz,OUTPUT);
  pinMode(activarservo,OUTPUT);
  pinMode(sarriba,INPUT);
  pinMode(sabajo,INPUT);
  lcd.begin(16, 2);
  lcd.setCursor(0,0);
  lcd.write("PROTOTIPO ELECTRO");
  lcd.setCursor(1,1);
  lcd.write("T=");
  lcd.setCursor(3,1);
  lcd.write(" ");
  lcd.setCursor(3,1);
  lcd.print(mi);
  lcd.write(":");
  lcd.print(s);
  lcd.write("0");
```

```

lcd.setCursor(9,1);
lcd.write("Vue=");
lcd.print(v);
lcd.write(" ");
servo1.attach(22);
servo1.writeMicroseconds(1475);// servo apagado

}

void loop() {
////////////////////RELOJ////////////////
unsigned long currentMillis = millis();

if(currentMillis - previousMillis >= interval) {
// save the last time you blinked the LED
previousMillis = currentMillis;

s--;
}

////////////////////
if((digitalRead(sarriba)==HIGH)&& c==4)
{
digitalWrite(activarservo,HIGH);
servo1.writeMicroseconds(2000);
}
if(c==4 && (digitalRead(sarriba)==LOW))
{
digitalWrite(activarservo,LOW);
servo1.writeMicroseconds(1475);////////////////////Servo parar
digitalWrite(buz,HIGH);
delay(500);
digitalWrite(buz,LOW);
delay(500);
digitalWrite(buz,HIGH);
delay(500);
digitalWrite(buz,LOW);
delay(500);
digitalWrite(buz,HIGH);
delay(500);
digitalWrite(buz,LOW);
delay(500);
p=0;
c=0;
}
////////////////////SETEO////////////////

if ( c == 0 && p==0)
{
lcd.setCursor(0,1);
lcd.write("*");
lcd.setCursor(8,1);
lcd.write(" ");

if(digitalRead(pmenos) == HIGH && c == 0 && p==0)
{

```



```

s=0;
mi = mi - 1;
  if (mi < 0)
  {
    mi = 0;
  }
lcd.setCursor(3,1);
lcd.write(" ");
lcd.setCursor(3,1);
lcd.print(mi);
lcd.write(":");
lcd.print(s);
lcd.write("0");
lcd.setCursor(13,1);
lcd.write(" ");
lcd.setCursor(13,1);
lcd.print(v);

if (mi<10)
{
lcd.setCursor(7,1);
lcd.write(" ");
}
delay(300);
}
if(digitalRead(pmas) == HIGH && c == 0 && p==0)
{
mi = mi + 1;
s=0;
if (mi >= 6)
{
mi = 6;
}
//////////////////////////////////exclusion//////////////////////////////////
if (mi==1 && v<5)
{
v=5;
}
if (mi==2 && v<10)
{
v=10;
}
if (mi==3 && v<15)
{
v=15;
}
if (mi==4 && v<20)
{
v=20;
}
if (mi==5 && v<25)
{
v=25;
}
if (mi==6 && v<30)

```

```

{
  v=30;
}
////////////////////////////////////
lcd.setCursor(3,1);
lcd.write(" ");
lcd.setCursor(3,1);
lcd.print(mi);
lcd.write(":");
lcd.print(s);
lcd.write("0");
lcd.setCursor(13,1);
lcd.write(" ");
lcd.setCursor(13,1);
lcd.print(v);

if (mi<10)
{
  lcd.setCursor(7,1);
  lcd.write(" ");
}
delay(300);
}
if ( digitalRead(select) == HIGH && c == 0 && p==0)
{
  c = 1;
  delay(300);
}
}
//////////////////////////////////SETEO VUELTAS//////////////////////////////////
if ( c == 1 && p==0)
{
  lcd.setCursor(0,1);
  lcd.write(" ");
  lcd.setCursor(8,1);
  lcd.write("*");
  if(digitalRead(pmenos) == HIGH && c == 1 && p==0)
  {
    v = v - rangovueeltas;
    s=0;
    ////////////////////////////////////Exclusion//////////////////////////////////
    if (mi==1 && v<5)
    {
      v = 5;
    }
    if (mi==2 && v<10)
    {
      v = 10;
    }
    if (mi==3 && v<15)
    {
      v = 15;
    }
    if (mi==4 && v<20)
    {
      v = 20;
    }
  }
}

```

```

}
if (mi==5 && v<25)
{
v = 25;
}
if (mi==6 && v<30)
{
v = 30;
}
////////////////////////////////////

if (v < 0)
{
v = 0;
}
if (v>100)
{
v = 100;
}
lcd.setCursor(13,1);
lcd.write(" ");
lcd.setCursor(13,1);
lcd.print(v);
delay(300);
}
}
if(digitalRead(pmas) == HIGH && c == 1 && p==0)
{
v = v + rangovueltas;
s=0;
if(v > 900)
{
v = 900;
}
////////////////////////////////////Exclusion////////////////////////////////////
if (mi==1 && v<5)
{
v = 5;
}
if (mi==2 && v<10)
{
v = 10;
}
if (mi==3 && v<15)
{
v = 15;
}
if (mi==4 && v<20)
{
v = 20;
}
if (mi==5 && v<25)
{
v = 25;
}
if (mi==6 && v<30)

```

```

{
  v = 30;
}
////////////////////////////////////
  if (v>100)
  {
    v = 100;
  }
  lcd.setCursor(13,1);
  lcd.write(" ");
  lcd.setCursor(13,1);
  lcd.print(v);
  delay(300);
}
if ( digitalRead(select) == HIGH && c == 1 && p==0)
{
  c = 0;
  delay(300);
}
////////////////////////////////////
if (digitalRead(play)== HIGH && mi == 0 && p==0)
{
  c=0;
}
////////////////////////////////////BOTON PLAY////////////////////////////////////
if (digitalRead(play)== HIGH && mi > 0 && p==0)
{
  c = 2;
  mi2=mi;
  digitalWrite(buz,HIGH);
  delay(200);
  digitalWrite(buz,LOW);
  lcd.setCursor(0,1);
  lcd.write(">");
  lcd.setCursor(8,1);
  lcd.write(">");
}

if (c==2 && p==0)
{
  delay(1000);
  mi= mi - 1;
  s = 59;
  c=3;
}
////////////////////////////////////START////////////////////////////////////
if (c==3 && p==0){
  if(mi>0 && s==0)
  {
    s = 59;
    mi=mi-1;
  }
  if(mi>=0 && s > 0)
  {
    lcd.setCursor(3,1);
    lcd.write(" ");
  }
}

```

```

lcd.setCursor(3,1);
lcd.print(mi);
lcd.write(":");
if (s<10 && mi<10)
{
lcd.setCursor(5,1);
lcd.write("0");
lcd.print(s);
}
if (s>=10 && mi<10)
{
lcd.setCursor(5,1);
lcd.print(s);
}
if (s<10 && mi>=10)
{
lcd.setCursor(6,1);
lcd.write("0");
lcd.print(s);
}
if (s>=10 && mi>=10)
{
lcd.setCursor(6,1);
lcd.print(s);
}
digitalWrite(activarservo,HIGH);

////////////////////////////////////MOTOR////////////////////////////////////
////
if ((mi2==1 && v==5)|| (mi2==2 && v==10)|| (mi2==3 && v==15)|| (mi2==4 && v==20)|| (mi2==5 && v==25)||
(mi2==6 && v==30))
{
servo1.writeMicroseconds(1453);////////////////////////////////////SERVO INICIO 1453 = 5
vueltas/// 1475/paro
}
if ((mi2==1 && v==10)|| (mi2==2 && v==20)|| (mi2==3 && v==30)|| (mi2==4 && v==40)|| (mi2==5 && v==50)||
(mi2==6 && v==60))
{
servo1.writeMicroseconds(1440);//////////////////////////////////// 1440 = 10 vueltas//
}
if ((mi2==1 && v==15)|| (mi2==2 && v==30)|| (mi2==3 && v==45)|| (mi2==4 && v==60)|| (mi2==5 && v==75)||
(mi2==6 && v==90))
{
servo1.writeMicroseconds(1428);//////////////////////////////////// 1428 = 15 vueltas//
}
if ((mi2==1 && v==20)|| (mi2==2 && v==40)|| (mi2==3 && v==60)|| (mi2==4 && v==80)|| (mi2==5 && v==100))
{
servo1.writeMicroseconds(1415);//////////////////////////////////// 1415 = 20 vueltas//
}
if ((mi2==1 && v==25)|| (mi2==2 && v==50)|| (mi2==3 && v==75)|| (mi2==4 && v==100))
{
servo1.writeMicroseconds(1402);//////////////////////////////////// 1402 = 25 vueltas//
}
if ((mi2==1 && v==30)|| (mi2==2 && v==60)|| (mi2==3 && v==90))
{
servo1.writeMicroseconds(1385);//////////////////////////////////// 1385 = 30 vueltas//
}

```

```

}
  if ((mi2==1 && v==35)|| (mi2==2 && v==70))
  {
servo1.writeMicroseconds(1369);//////////////////////////////////// 1369 = 35 vueltas//
  }
  if ((mi2==1 && v==40)|| (mi2==2 && v==80))
  {
servo1.writeMicroseconds(1346);//////////////////////////////////// 1386 = 40 vueltas//
  }
  if ((mi2==1 && v==45)|| (mi2==2 && v==90))
  {
servo1.writeMicroseconds(1323);//////////////////////////////////// 1374 = 45 vueltas//
  }
  if ((mi2==1 && v==50)|| (mi2==2 && v==100))
  {
servo1.writeMicroseconds(1000);//////////////////////////////////// 1356 = 50 vueltas//
  }
  if ((mi2==1 && v==55)|| (mi2==1 && v==60)|| (mi2==1 && v==65)|| (mi2==1 && v==70)|| (mi2==1 && v==75)||
(mi2==1 && v==80)|| (mi2==1 && v==85)|| (mi2==1 && v==90)|| (mi2==1 && v==95)|| (mi2==1 && v==100))
  {
servo1.writeMicroseconds(1304);//////////////////////////////////// 1356 = 50 vueltas//
  }
  if ((mi2==2 && v==15)|| (mi2==4 && v==30)|| (mi2==6 && v==45))
  {
servo1.writeMicroseconds(1447);////////////////////////////////DISMINUIR           si           quiero           mas
rapido////////////////////////////////          1445           =           15           vueltas//m2           AQUÍ           ME
QUEDE.....
  }
  if ((mi2==2 && v==25)|| (mi2==4 && v==50)|| (mi2==6 && v==75))
  {
servo1.writeMicroseconds(1434);//////////////////////////////////// 1433 = 25 vueltas//m2
  }
  if ((mi2==2 && v==35)|| (mi2==4 && v==70))
  {
servo1.writeMicroseconds(1423);//////////////////////////////////// 1421 = 35 vueltas//m2
  }
  if ((mi2==2 && v==45)|| (mi2==4 && v==90))
  {
servo1.writeMicroseconds(1410);//////////////////////////////////// 1405 = 45 vueltas//m2
  }
  if ((mi2==2 && v==55))
  {
servo1.writeMicroseconds(1397);//////////////////////////////////// 1390 = 55 vueltas//m2
  }
  if ((mi2==2 && v==65))
  {
servo1.writeMicroseconds(1380);//////////////////////////////////// 1367 = 65 vueltas//m2
  }
  if ((mi2==2 && v==75))
  {
servo1.writeMicroseconds(1362);//////////////////////////////////// 1347 = 75 vueltas//m2
  }
  if ((mi2==2 && v==85))
  {
servo1.writeMicroseconds(1338);//////////////////////////////////// 1308 = 85 vueltas//m2
  }
}

```

```

if((mi2==2 && v==95))
{
servo1.writeMicroseconds(1200);//////////////////////////////////// 1200 = 95 vueltas/m2
...solo 91 v
}
if ((mi2==3 && v==20)||(mi2==3 && v==25)|| (mi2==6 && v==35)|| (mi2==6 && v==40)|| (mi2==6 && v==45)||
(mi2==6 && v==50)||(mi2==4 && v==25)|| (mi2==4 && v==30)|| (mi2==6 && v==35)|| (mi2==5 &&
v==30)||(mi2==5 && v==35)|| (mi2==5 && v==40)|| (mi2==6 && v==45))
{
servo1.writeMicroseconds(1448);//////////////////////////////////// 1454 = 20 vueltas/m3
}
if ((mi2==3 && v==35)||(mi2==3 && v==40)|| (mi2==6 && v==55)|| (mi2==6 && v==65)|| (mi2==6 && v==70)||
(mi2==6 && v==75)|| (mi2==6 && v==80)||(mi2==4 && v==45)|| (mi2==4 && v==50)|| (mi2==6 && v==55)||
(mi2==5 && v==55)||(mi2==5 && v==60)|| (mi2==5 && v==65)|| (mi2==5 && v==70))
{
servo1.writeMicroseconds(1436);//////////////////////////////////// 1446 = 35vueltas/m3
}
if ((mi2==3 && v==50)||(mi2==3 && v==55)|| (mi2==6 && v==85)|| (mi2==6 && v==95)|| (mi2==6 &&
v==100)||(mi2==4 && v==65)|| (mi2==4 && v==70)|| (mi2==6 && v==75)|| (mi2==5 && v==80)||(mi2==5 &&
v==85)|| (mi2==5 && v==90)|| (mi2==5 && v==95))
{
servo1.writeMicroseconds(1424);//////////////////////////////////// 1436 = 50 vueltas/m3
}
if ((mi2==3 && v==65)||(mi2==3 && v==70)|| (mi2==4 && v==85)|| (mi2==4 && v==90)|| (mi2==6 && v==95))
{
servo1.writeMicroseconds(1410);//////////////////////////////////// 1426 = 65 vueltas/m3
}
if ((mi2==3 && v==80)||(mi2==3 && v==85))
{
servo1.writeMicroseconds(1400);//////////////////////////////////// 1415 = 80 vueltas/m3
}
if ((mi2==3 && v==95)||(mi2==3 && v==100))
{
servo1.writeMicroseconds(1380);//////////////////////////////////// 1455 =95 vueltas/m3
}
////////////////////////////////////
auxmi=mi;
auxs=s;
delay(300);
}
////////////////////////////////////paro////////////////////////////////////
if(mi==0 && s == 0)
{
lcd.setCursor(3,1);
lcd.write(" FIN ");
digitalWrite(activarservo,LOW);
servo1.writeMicroseconds(1475);//////////////////////////////////// servo pausa
digitalWrite(buz,HIGH);
delay(500);
digitalWrite(buz,LOW);
delay(500);
digitalWrite(buz,HIGH);
delay(500);
digitalWrite(buz,LOW);
delay(500);
digitalWrite(buz,HIGH);
}

```

```

delay(500);
digitalWrite(buz,LOW);
delay(500);
delay(2000);
lcd.setCursor(3,1);
lcd.write("0:00 ");
c=0;
p=0;
}
}
//////////pausa//////////
if (digitalRead(play) == HIGH && c == 3 && p==0)
{
digitalWrite(activarservo,LOW);
servo1.writeMicroseconds(1475);////////// servo pausa
p=1;
c=0;
lcd.setCursor(3,1);
lcd.print(auxmi);
lcd.write(":");
lcd.print(auxs);
digitalWrite(buz,HIGH);
delay(200);
digitalWrite(buz,LOW);
delay(1000);
}
if (digitalRead(sabajo) == LOW && c == 3 && p==0)
{
digitalWrite(activarservo,LOW);
servo1.writeMicroseconds(1475);////////// servo pausa
p=0;
c=4;
lcd.setCursor(3,1);
lcd.write(" FIN ");
digitalWrite(buz,HIGH);
delay(500);
digitalWrite(buz,LOW);
delay(500);
digitalWrite(buz,HIGH);
delay(500);
digitalWrite(buz,LOW);
delay(500);
digitalWrite(buz,HIGH);
delay(500);
digitalWrite(buz,LOW);
delay(500);
delay(2000);
lcd.setCursor(3,1);
lcd.write("0:00 ");
}
//////////PAUSA//////////2
if (c == 0 && p==1)
{
lcd.setCursor(0,1);
lcd.write("-");
lcd.setCursor(8,1);

```



```

lcd.write("-");
//////////
//////////START//////////
if (digitalRead(play) == HIGH && p==1)
{
c = 2;
digitalWrite(buz,HIGH);
delay(200);
digitalWrite(buz,LOW);
lcd.setCursor(0,1);
lcd.write(">");
lcd.setCursor(8,1);
lcd.write(">");
}
}
if (c == 2 && p==1)
{
delay(1000);
//////////SERVO
INICIO2//////////
digitalWrite(activarservo,HIGH);

//////////MOTOR//////////
////
if ((mi2==1 && v==5)|| (mi2==2 && v==10)|| (mi2==3 && v==15)|| (mi2==4 && v==20)|| (mi2==5 && v==25)||
(mi2==6 && v==30))
{
servo1.writeMicroseconds(1453);////////// SERVO INICIO 1458
= 5 vueltas/// 1475/paro
}
if ((mi2==1 && v==10)|| (mi2==2 && v==20)|| (mi2==3 && v==30)|| (mi2==4 && v==40)|| (mi2==5 && v==50)||
(mi2==6 && v==60))
{
servo1.writeMicroseconds(1440);////////// 1450 = 10 vueltas//
}
if ((mi2==1 && v==15)|| (mi2==2 && v==30)|| (mi2==3 && v==45)|| (mi2==4 && v==60)|| (mi2==5 && v==75)||
(mi2==6 && v==90))
{
servo1.writeMicroseconds(1428);////////// 1441 = 15 vueltas//
}
if ((mi2==1 && v==20)|| (mi2==2 && v==40)|| (mi2==3 && v==60)|| (mi2==4 && v==80)|| (mi2==5 && v==100))
{
servo1.writeMicroseconds(1415);////////// 1431 = 20 vueltas//
}
if ((mi2==1 && v==25)|| (mi2==2 && v==50)|| (mi2==3 && v==75)|| (mi2==4 && v==100))
{
servo1.writeMicroseconds(1402);////////// 1420 = 25 vueltas//
}
if ((mi2==1 && v==30)|| (mi2==2 && v==60)|| (mi2==3 && v==90))
{
servo1.writeMicroseconds(1385);////////// 1410 = 30 vueltas//
}
if ((mi2==1 && v==35)|| (mi2==2 && v==70))
{
servo1.writeMicroseconds(1369);////////// 1398 = 35 vueltas//
}
}

```

```

if ((mi2==1 && v==40)|| (mi2==2 && v==80))
{
servo1.writeMicroseconds(1346);//////////////////////////////////// 1386 = 40 vueltas//
}
if ((mi2==1 && v==45)|| (mi2==2 && v==90))
{
servo1.writeMicroseconds(1323);//////////////////////////////////// 1374 = 45 vueltas//
}
if ((mi2==1 && v==50)|| (mi2==2 && v==100))
{
servo1.writeMicroseconds(1000);//////////////////////////////////// 1356 = 50 vueltas//
}
if ((mi2==1 && v==55)|| (mi2==1 && v==60)|| (mi2==1 && v==65)|| (mi2==1 && v==70)|| (mi2==1 && v==75)||
(mi2==1 && v==80)|| (mi2==1 && v==85)|| (mi2==1 && v==90)|| (mi2==1 && v==95)|| (mi2==1 && v==100))
{
servo1.writeMicroseconds(1304);//////////////////////////////////// 1356 = 50 vueltas//
}
if ((mi2==2 && v==15)|| (mi2==4 && v==30)|| (mi2==6 && v==45))
{
servo1.writeMicroseconds(1447);//////////////////////////////////// 1454 = 15 vueltas/m2
}
if ((mi2==2 && v==25)|| (mi2==4 && v==50)|| (mi2==6 && v==75))
{
servo1.writeMicroseconds(1434);//////////////////////////////////// 1446 = 25 vueltas/m2
}
if ((mi2==2 && v==35)|| (mi2==4 && v==70))
{
servo1.writeMicroseconds(1423);//////////////////////////////////// 1436 = 35 vueltas/m2
}
if ((mi2==2 && v==45)|| (mi2==4 && v==90))
{
servo1.writeMicroseconds(1410);//////////////////////////////////// 1425 = 45 vueltas/m2
}
if ((mi2==2 && v==55))
{
servo1.writeMicroseconds(1397);//////////////////////////////////// 1415 = 55 vueltas/m2
}
if ((mi2==2 && v==65))
{
servo1.writeMicroseconds(1380);//////////////////////////////////// 1415 = 65 vueltas/m2
}
if ((mi2==2 && v==75))
{
servo1.writeMicroseconds(1362);//////////////////////////////////// 1392 = 75 vueltas/m2
}
if ((mi2==2 && v==85))
{
servo1.writeMicroseconds(1338);//////////////////////////////////// 1380 = 85 vueltas/m2
}
if ((mi2==2 && v==95))
{
servo1.writeMicroseconds(1200);//////////////////////////////////// 1365 = 95 vueltas/m2
}
if ((mi2==3 && v==20)|| (mi2==3 && v==25)|| (mi2==6 && v==35)|| (mi2==6 && v==40)|| (mi2==6 && v==45)||
(mi2==6 && v==50)|| (mi2==4 && v==25)|| (mi2==4 && v==30)|| (mi2==6 && v==35)|| (mi2==5 &&
v==30)|| (mi2==5 && v==35)|| (mi2==5 && v==40)|| (mi2==6 && v==45))

```

```

{
servo1.writeMicroseconds(1448);//////////////////////////////////// 1454 = vueltas//m3
}
if ((mi2==3 && v==35)||(mi2==3 && v==40)|| (mi2==6 && v==55)|| (mi2==6 && v==65)|| (mi2==6 && v==70)||
(mi2==6 && v==75)|| (mi2==6 && v==80)||(mi2==4 && v==45)|| (mi2==4 && v==50)|| (mi2==6 && v==55)||
(mi2==5 && v==55)||(mi2==5 && v==60)|| (mi2==5 && v==65)|| (mi2==5 && v==70))
{
servo1.writeMicroseconds(1436);//////////////////////////////////// 1446 = vueltas//m3
}
if ((mi2==3 && v==50)||(mi2==3 && v==55)|| (mi2==6 && v==85)|| (mi2==6 && v==95)|| (mi2==6 &&
v==100)||(mi2==4 && v==65)|| (mi2==4 && v==70)|| (mi2==6 && v==75)|| (mi2==5 && v==80)||(mi2==5 &&
v==85)|| (mi2==5 && v==90)|| (mi2==5 && v==95))
{
servo1.writeMicroseconds(1424);//////////////////////////////////// 1436 = vueltas//m3
}
if ((mi2==3 && v==65)||(mi2==3 && v==70)||(mi2==4 && v==85)|| (mi2==4 && v==90)|| (mi2==6 && v==95))
{
servo1.writeMicroseconds(1410);//////////////////////////////////// 1426 = vueltas//m3
}
if ((mi2==3 && v==80)||(mi2==3 && v==85))
{
servo1.writeMicroseconds(1400);//////////////////////////////////// 1415 = vueltas//m3
}
if ((mi2==3 && v==95)||(mi2==3 && v==100))
{
servo1.writeMicroseconds(1380);//////////////////////////////////// 1455 = vueltas//m3
}
////////////////////////////////////
s = auxs;
c=3;
}
////////////////////////////////////

if (c==3 && p==1){
mi=auxmi;
if(mi>0 && s==0)
{
s = 59;
mi=mi-1;
}
if(mi>=0 && s > 0)
{
lcd.setCursor(3,1);
lcd.write(" ");
lcd.setCursor(3,1);
lcd.print(mi);
lcd.write(":");
if (s<10 && mi<10)
{
lcd.setCursor(5,1);
lcd.write("0");
lcd.print(s);
}
}
if (s>=10 && mi<10)
{
lcd.setCursor(5,1);

```

```

lcd.print(s);
}
if (s<10 && mi>=10)
{
lcd.setCursor(6,1);
lcd.write("0");
lcd.print(s);
}
if (s>=10 && mi>=10)
{
lcd.setCursor(6,1);
lcd.print(s);
}

auxmi=mi;
auxs=s;
delay(300);
}
if(mi==0 && s == 0)
{
lcd.setCursor(3,1);
lcd.write(" FIN ");
digitalWrite(activarservo,LOW);
servo1.writeMicroseconds(1475);////////////////////////////////////////servo FIN
digitalWrite(buz,HIGH);
delay(500);
digitalWrite(buz,LOW);
delay(500);
digitalWrite(buz,HIGH);
delay(500);
digitalWrite(buz,LOW);
delay(500);
digitalWrite(buz,HIGH);
delay(500);
digitalWrite(buz,LOW);
delay(500);
delay(2000);
lcd.setCursor(3,1);
lcd.write("0:00 ");
c=0;
p=0;
}
}
if (digitalRead(play) == HIGH && c == 3 && p==1)
{
c=0;
p=1;
digitalWrite(activarservo,LOW);
servo1.writeMicroseconds(1475);////////////////////////////////////////servo parar
digitalWrite(buz,HIGH);
delay(200);
digitalWrite(buz,LOW);
lcd.setCursor(3,1);
lcd.print(auxmi);
lcd.write(":");
lcd.print(auxs);
}

```

```

    delay(500);
  }
  if (digitalRead(sabajo) == LOW && c == 3 && p==1)
  {
    digitalWrite(activarservo,LOW);
    servo1.writeMicroseconds(1475);//////////////////////////////////////// servo pausa
    p=0;
    c=4;
    lcd.setCursor(3,1);
    lcd.write(" FIN ");
    digitalWrite(buz,HIGH);
    delay(500);
    digitalWrite(buz,LOW);
    delay(500);
    digitalWrite(buz,HIGH);
    delay(500);
    digitalWrite(buz,LOW);
    delay(500);
    digitalWrite(buz,HIGH);
    delay(500);
    digitalWrite(buz,LOW);
    delay(500);
    delay(2000);
    lcd.setCursor(3,1);
    lcd.write("0:00 ");
  }
  //////////////////////////////////////////
}

```

## ANEXO 12

### Código Arduino Del Temporizador

```

CÓDIGO TEMPORIZADOR
#include <LiquidCrystal.h> //Libreria del display LCD
#define TONO_ERROR 600
#define TIME_INTERVAL 3000
const int ledPIN = 3;
LiquidCrystal lcd(7, 8, 9, 10, 11, 12); //Inicializamos la libreria con el numero de los pines a utilizar
int buzzer = 5; //Alarma

int horas = 0; //Variable a mostrar por LCD de las horas

int aminutos = 0; //Variable a mostrar por LCD de los minutos

int asegundos = 0; //Variable a mostrar por LCD de los segundos

int segundostotal = 0; //Tiempo total
int msg= 0; //Barrera para el mensaje de bienvenida
int start = A1; //Pulsador de arranque
int empieza = 1024; // Variable para almacenaje del pulsador de arranque

```

```

int buth = A5;      //Pulsador de Horas

int butm = A4;      //Pulsador de Minutos
int buts = A3;      //Pulsador de segundos
int varbuth = 0;    //Variable para almacenar el valor del pulsador de horas

int varbutm = 0;    //Variable para almacenar el valor del pulsador de minutos

int varbuts = 0;    //Variable para almacenar el valor del pulsador de segundos

void setup()
{
  lcd.begin(16, 2);  // Configuramos el numero de columnas y filas del LCD.

  pinMode(ledPIN , OUTPUT);

  pinMode(buzzer, OUTPUT); //Pin de alarma --> Salida

  pinMode(buth, INPUT);   //Pin de pulsador de horas --> Entrada

  pinMode(butm, INPUT);   //Pin de pulsador de minutos --> Entrada

  pinMode(buts, INPUT);   //Pin de pulsador de segundos --> Entrada

  pinMode(start, INPUT);  //Pin de pulsador de arranque --> Entrada

  msg = 0;                //Barrera del mensaje de bienvenida
  empieza = 1024;         //Barrera de arranque
  varbuth = 1;            //Barrera de horas

  varbutm = 1;            //Barrera de minutos

  varbuts = 1;            //Barrera de segundos

  Serial.begin(9600);

}
void loop()
{
  if(msg==0)              //Mostramos el mensaje de bienvenida solo una vez

  {
    lcd.setCursor(0,0);

    lcd.print("Temporizador de");

    lcd.setCursor(1,1);

    lcd.print("Encendido/Apagado");

    delay(2500);

    msg = 1;
  }
}

```

```

    lcd.clear();
}

//-----
// LECTURA DE LOS BOTONES Y ELECCIÓN DEL TIEMPO, NO SALE DEL BUCLE HASTA PULSAR

// EL BOTON DE ARRANQUE
//-----
do
{
    varbuth = analogRead(buth); //Leemos boton de horas

    varbutm = analogRead(butm); //Leemos boton de minutos

    varbuts = analogRead(buts); //Leemos boton de segundos

    if(varbuth > 0)        //Si el boton ha sido pulsado, aumentamos las horas en una unidad
    {

        horas = horas + 1 ;

        delay(250);
    }
    if(varbutm > 0)        //Si el boton ha sido pulsado, aumentamos los minutos en una unidad

    {
        aminutos = aminutos + 1;

        if(aminutos == 60) aminutos = 0;

        delay(250);
    }

    if(varbuts > 0)        //Si el boton ha sido pulsado, aumentamos los segundos en una unidad

    {
        asegundos = asegundos + 1;

        if(asegundos == 60) asegundos = 0;

        delay(250);
    }

    lcd.setCursor(0,0);

    lcd.print("Definir el tiempo"); //Muestra mensaje y las HH:MM:SS que vayamos aumentando

    lcd.setCursor(4,1);

    if (ahoras < 10) lcd.print("0"); // Si las horas son menor que 10, pone un "0" delante.

    lcd.print(ahoras);        // Sin este codigo, se muestra asi: H:M:S (1:M:S)

```

```

lcd.print(":");

if (aminutos < 10) lcd.print("0"); // Si los minutos son menor que 10, pone un "0" delante.

lcd.print(aminutos);      // Sin este codigo, se muestra asi: H:M:S (H:1:S)

lcd.print(":");

if (asegundos < 10) lcd.print("0"); // Si los segundos son menor que 10, pone un "0" delante.

lcd.print(asegundos);     // Sin este codigo, se muestra asi: H:M:S (H:M:1)

} while(analogRead(start) == 0); // Se repite el menu de elegir tiempo hasta que pulsemos el boton de arranque.

segundostotal = segundos + (aminutos * 60) + (ahoras * 60 * 60); //Convierte el tiempo elegido en segundos!!

//-----

// UNA VEZ PULSADO EL BOTON DE ARRANQUE Y ACUMULADO EL TIEMPO, ENTRA EN EL
SIGUIENTE WHILE

// Y NO FINALIZA HASTA TERMINAR LA CUENTA.

//-----
while (segundostotal > 0)

{

delay (1000);      //Descontamos en periodos de 1 segundo

segundostotal--;

ahoras = ((segundostotal / 60) / 60); //Convertimos los segundos totales en horas

aminutos = (segundostotal / 60) % 60; //Convertimos los segundos totales en minutos

asegundos = segundostotal % 60;     //Convertimos los segundos totales en periodos de 60 segundos

lcd.setCursor(0,0);

lcd.print("Tiempo restante");      //Mostramos mensaje de tiempo restante

lcd.setCursor(4,1);

if (ahoras < 10) lcd.print("0"); // Si las horas son menor que 10, pone un "0" delante.

lcd.print(ahoras);      // Sin este codigo, se muestra asi: H:M:S (1:M:S)

lcd.print(":");

```



```

if (aminutos < 10) lcd.print("0"); // Si los minutos son menor que 10, pone un "0" delante.

lcd.print(aminutos);           // Sin este codigo, se muestra asi: H:M:S (H:1:S)
lcd.print(":");

if (asegundos < 10) lcd.print("0"); // si el valor de segundo esta por debajo de 9 (unidad) antepone un cero

lcd.print(asegundos);         // Sin este codigo, se muestra asi: H:M:S (H:M:1)

if (segundostotal == 0)       //Si finaliza el tiempo

{

    while(1)                  //Bucle infinito mostrando mensaje y haciendo parpadear un led

    {

        lcd.clear();

        lcd.setCursor(5,0);

        lcd.print("Tiempo");

        lcd.setCursor(3,1);

        lcd.print("Finalizado");

        sonarTono(TONO_ERROR,TIME_INTERVAL);

        exit(0);

    }

}

}

//-----

// SONAR TONO

//-----

void sonarTono(int tono, int duracion)
{
    digitalWrite(ledPIN , HIGH);
    tone(buzzer,tono,duracion);

    delay(duracion);
}

```