

EQUIPO 2  
CARACTERIZACIÓN EXPERIMENTALES DE MATERIALES

# Síntesis y Caracterización de electrodos de nanofibras con nanotubos de carbono

Marcela Carrillo Avendaño  
Andrés López Alatorre  
Theo García Carranco  
Juan Pablo Solíz Ruiz  
Gilberto Rodríguez Padro



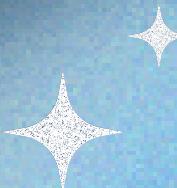
# Introducción

Los supercapacitores son elementos importantes en el desarrollo de tecnologia y en el mercado, por ende es importante desarrollar nuevos materiales para hacerlos más eficientes.

Los nanotubos de carbono son excelentes alternativas por su alta conductividad y area superficial. Para ello se tienen que desarrollar metodos de caracterización de sus propiedades electricas bajo condiciones especificas.

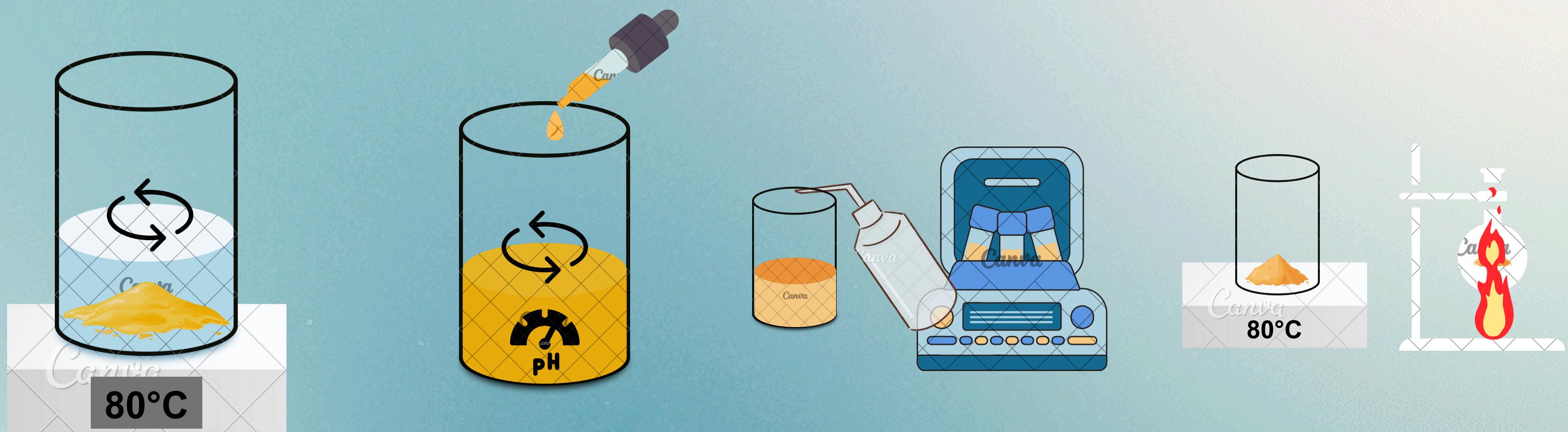
# Objetivos

- Experimental: Sintetizar nanopartículas de hierro y manteles de fibras poliméricas para caracterizar nanotubos de carbono utilizando técnicas avanzadas, con el fin de entender las propiedades estructurales y eléctricas de estos materiales
- Diseño ingenieril: Se busca diseñar una cámara de acero inoxidable con el fin de investigar las propiedades de transporte eléctrico de las muestras ante variaciones en la atmósfera.



# SÍNTESIS DE LAS MUESTRAS

# Síntesis de las nanopartículas

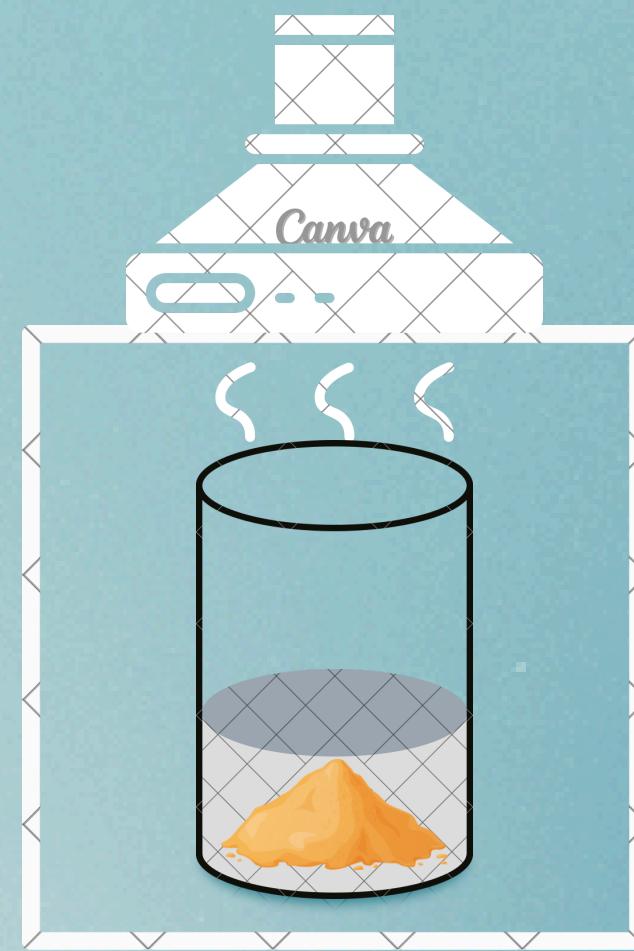


FeCl<sub>3</sub>+Agua  
Destilada  
Mezclado 30  
minutos

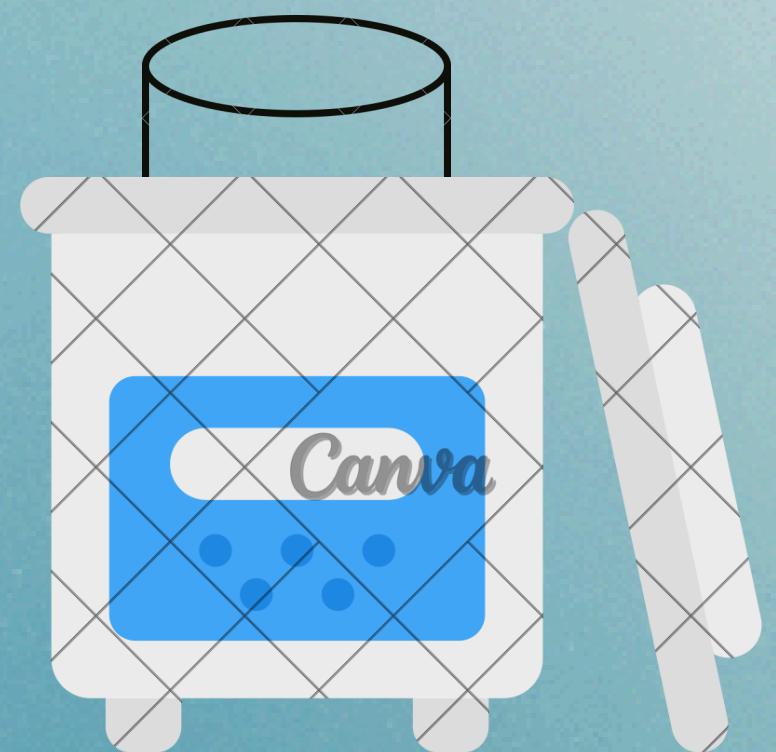
NH<sub>4</sub>OH  
PH=11  
Mezclado 3  
horas

Lavado con C<sub>2</sub>H<sub>6</sub>O y H<sub>2</sub>O  
Centrifugado  
Secado a temperatura  
Calcinado

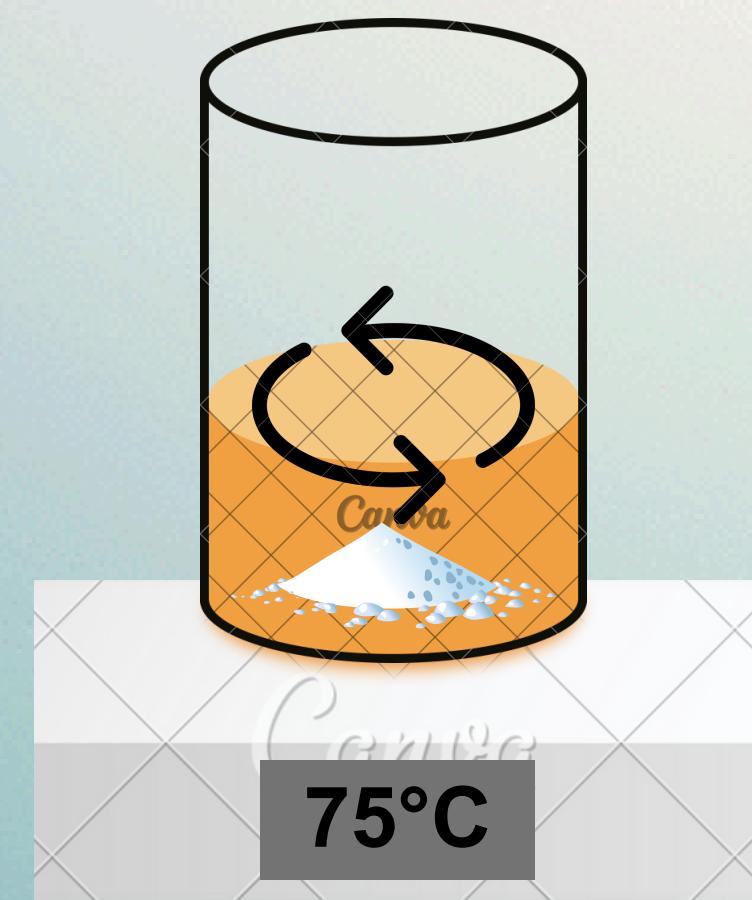
# Preparación de la solución polimérica



4ml DMF  
0.38 g FeNP



20 min



0.38 g PAN  
12 horas spin

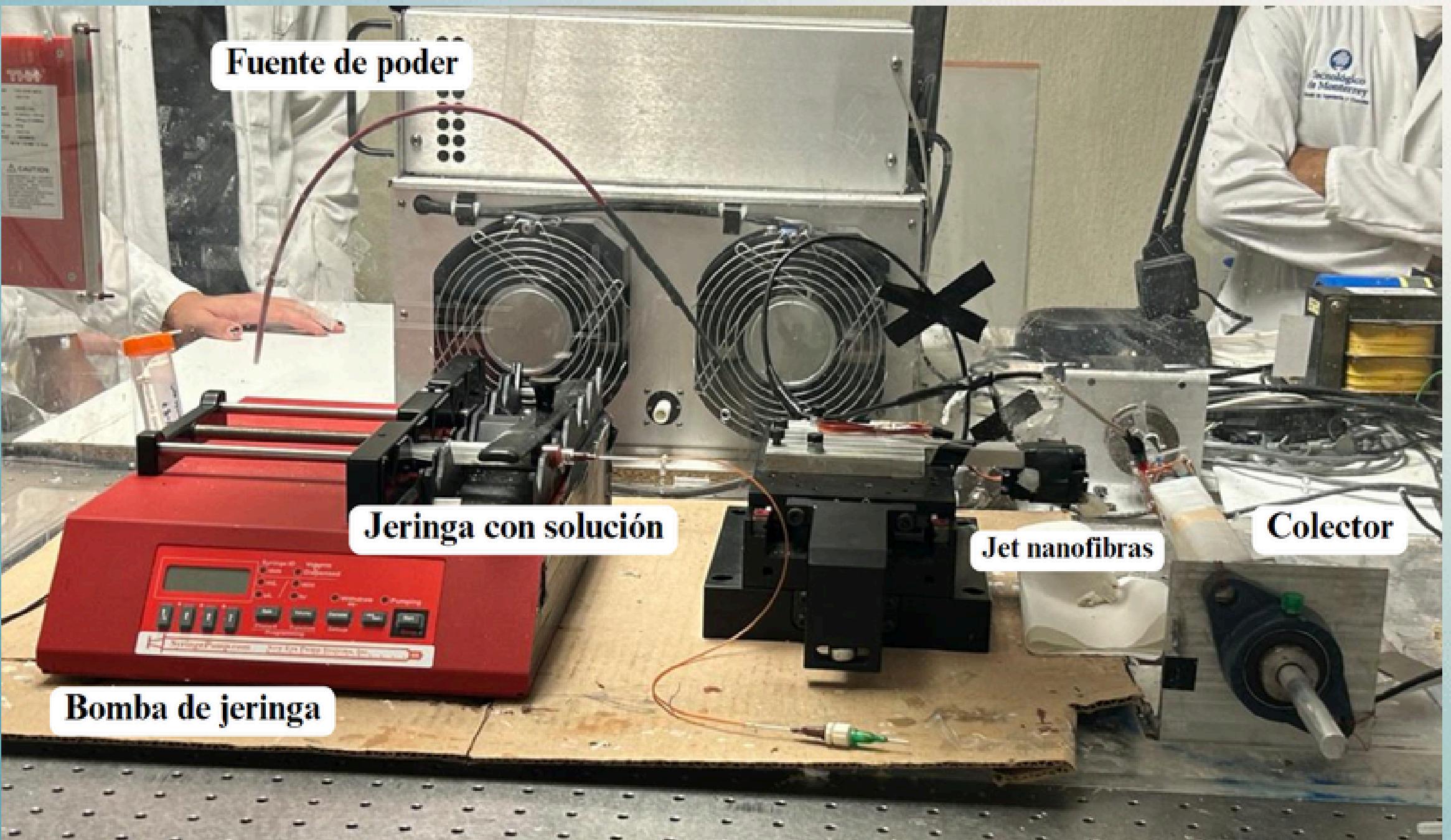
# Electrospinning

Técnica que se basa en interacciones electroestáticas.

Parámetros importantes:

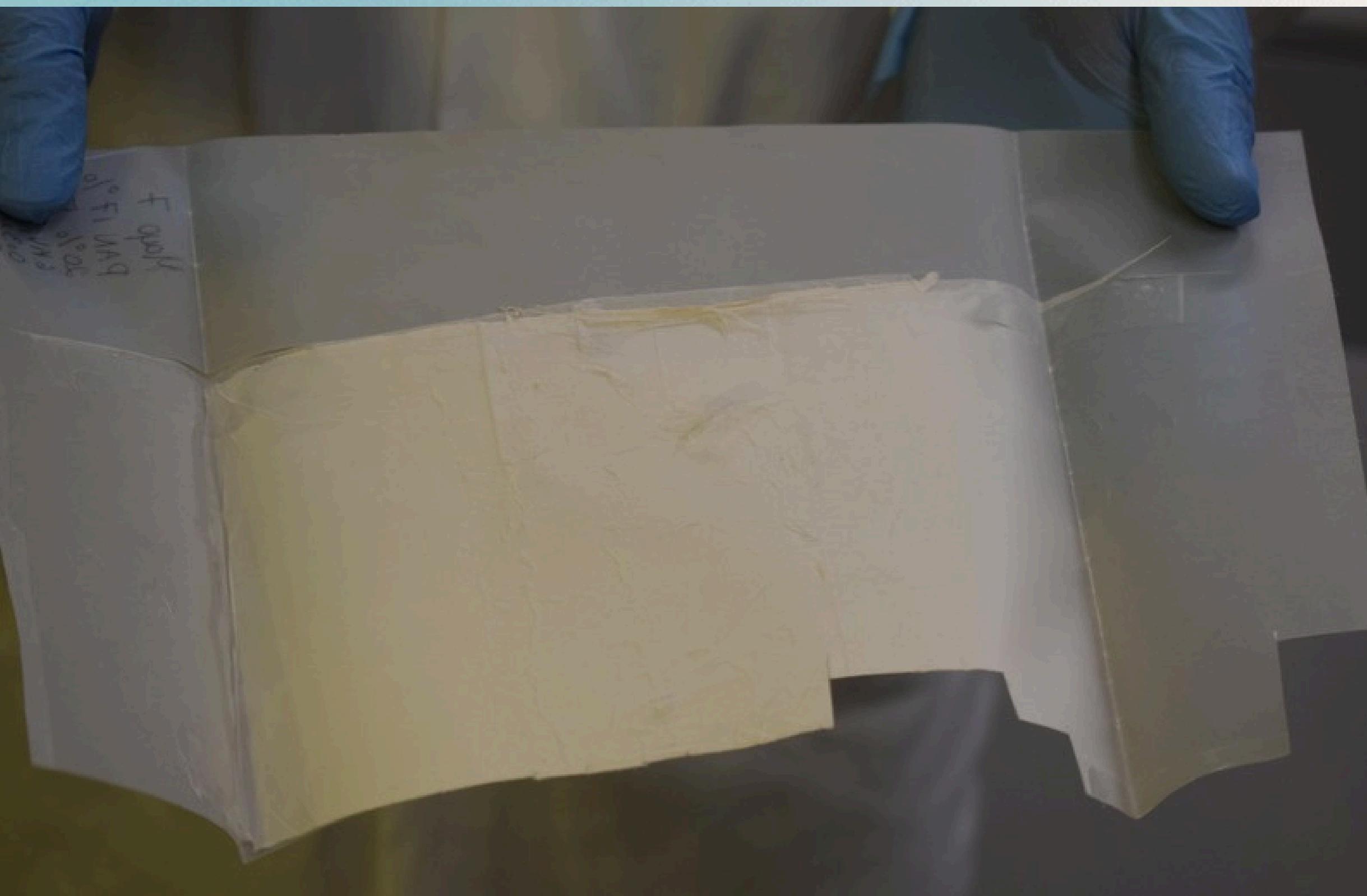
- Flujo constante de 1.9  $\mu\text{L}/\text{min}$ .
- Fuente de alto voltaje 7.2 kV
- Distancia aguja-colector 4 cm
- Colector: 50 rps

Se le induce carga positiva al capilar y el colector se aterriza.



## Arreglo experimental

Se obtiene un mantel de fibras poliméricas con nanopartículas de hierro





# Pirólisis y CVD

- Precursor: Alcanfor ( $C_{10}H_{16}O$ )
- Atmosfera inerte de Nitrogeno
- Catalizador: Nanopartículas de  $Fe_2O_3$
- Sustrato: fibras poliméricas PAN
- 90 mins para llegar a  $900^{\circ}C$
- 60 mins de pirolisis
- 3 horas de enfriamiento

# CARACTERIZACIÓN

# Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)



# Fibras de PAN con FeNPs sin pirolizar en SEM:

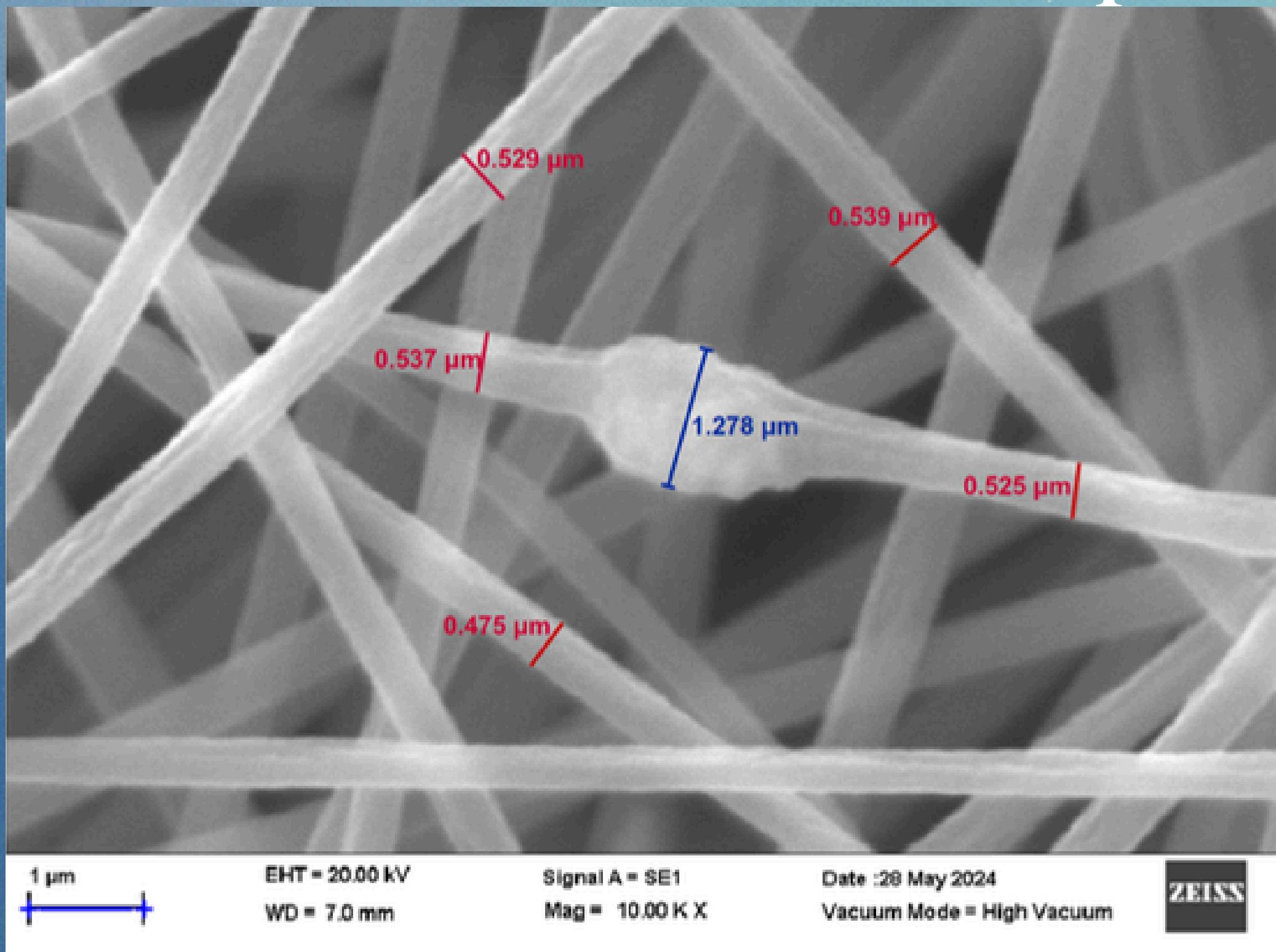
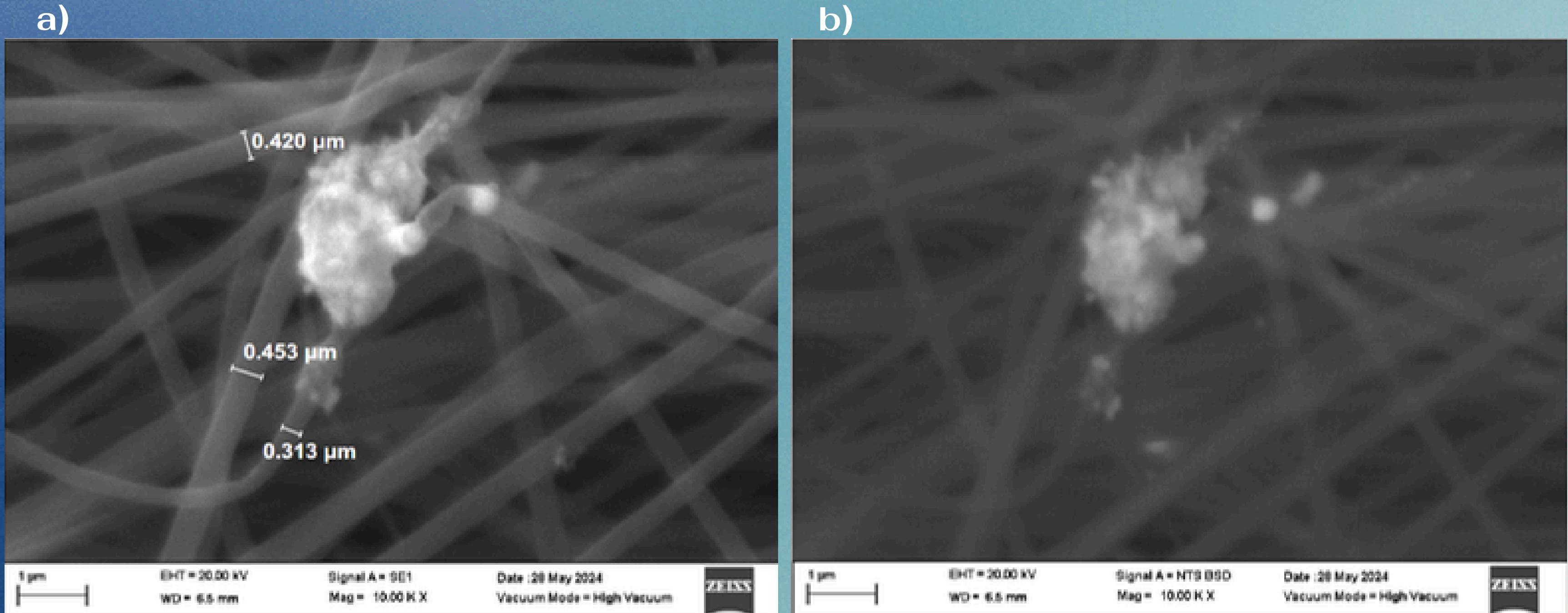


Imagen obtenida con la señal de electrones secundarios. EHT = 20.00kV, WD = 7.00 mm,  
Mag = x10.00K

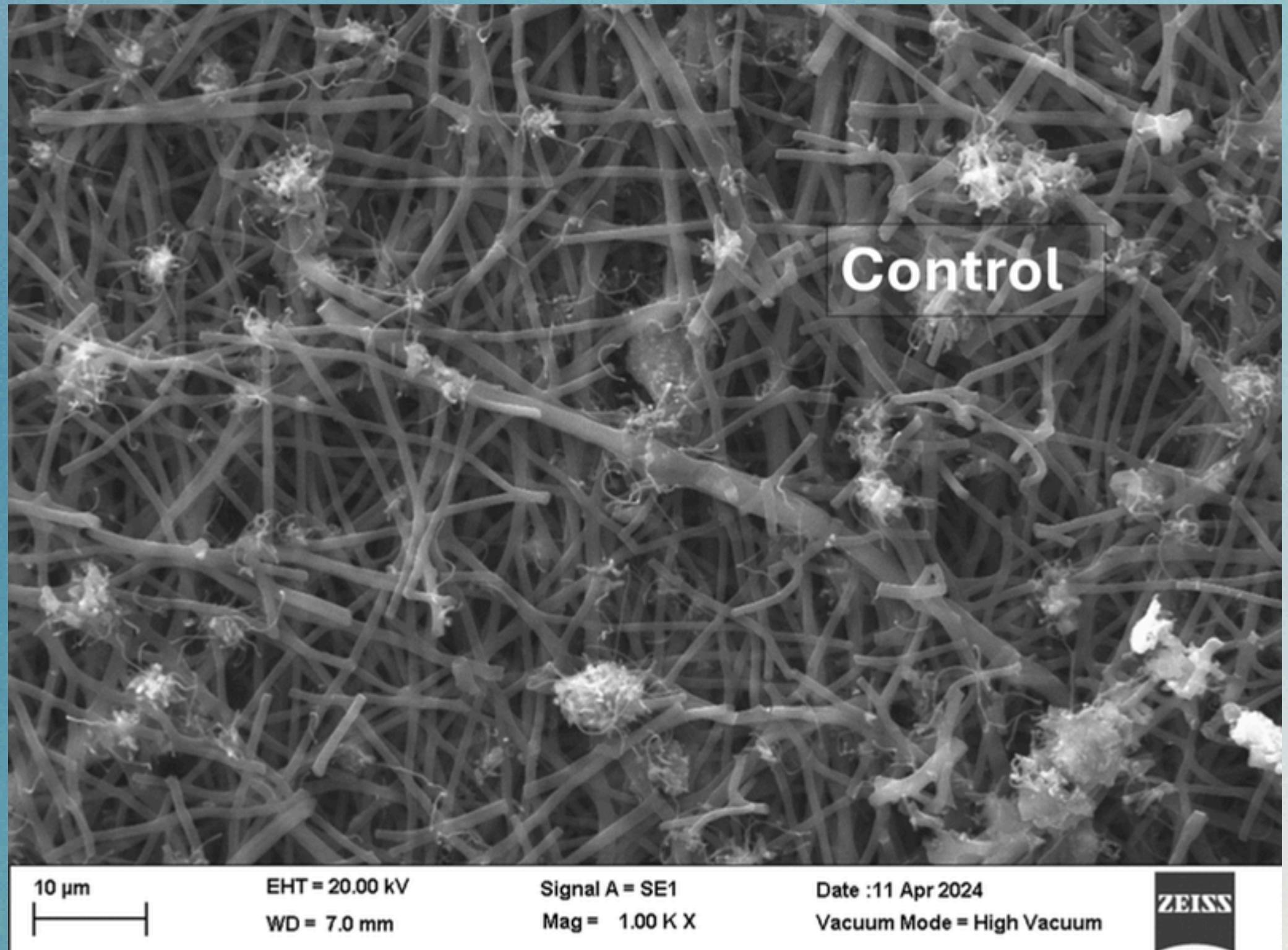
# Fibras de PAN con FeNPs después de pirolizar en SEM:



a) Señal de electrones secundarios. b) Señal de electrones retrodispersados.

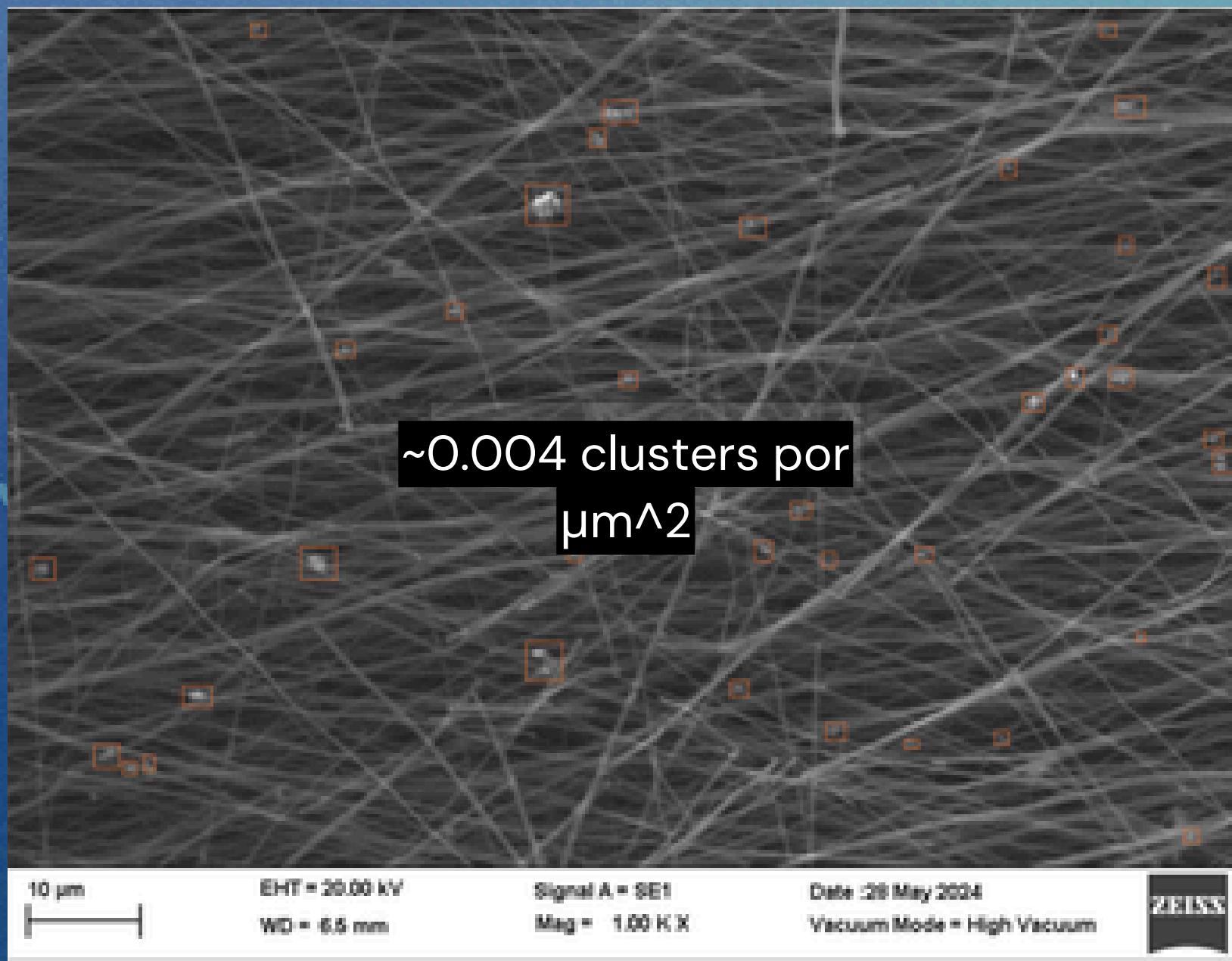
# ¿Por qué no hubo crecimiento de nanotubos?

- Distribución de FeNPs en la matriz polimérica y tamaño de clusters
- Condiciones de pirólisis
- Distribución de la matriz polimérica
  - Contaminantes

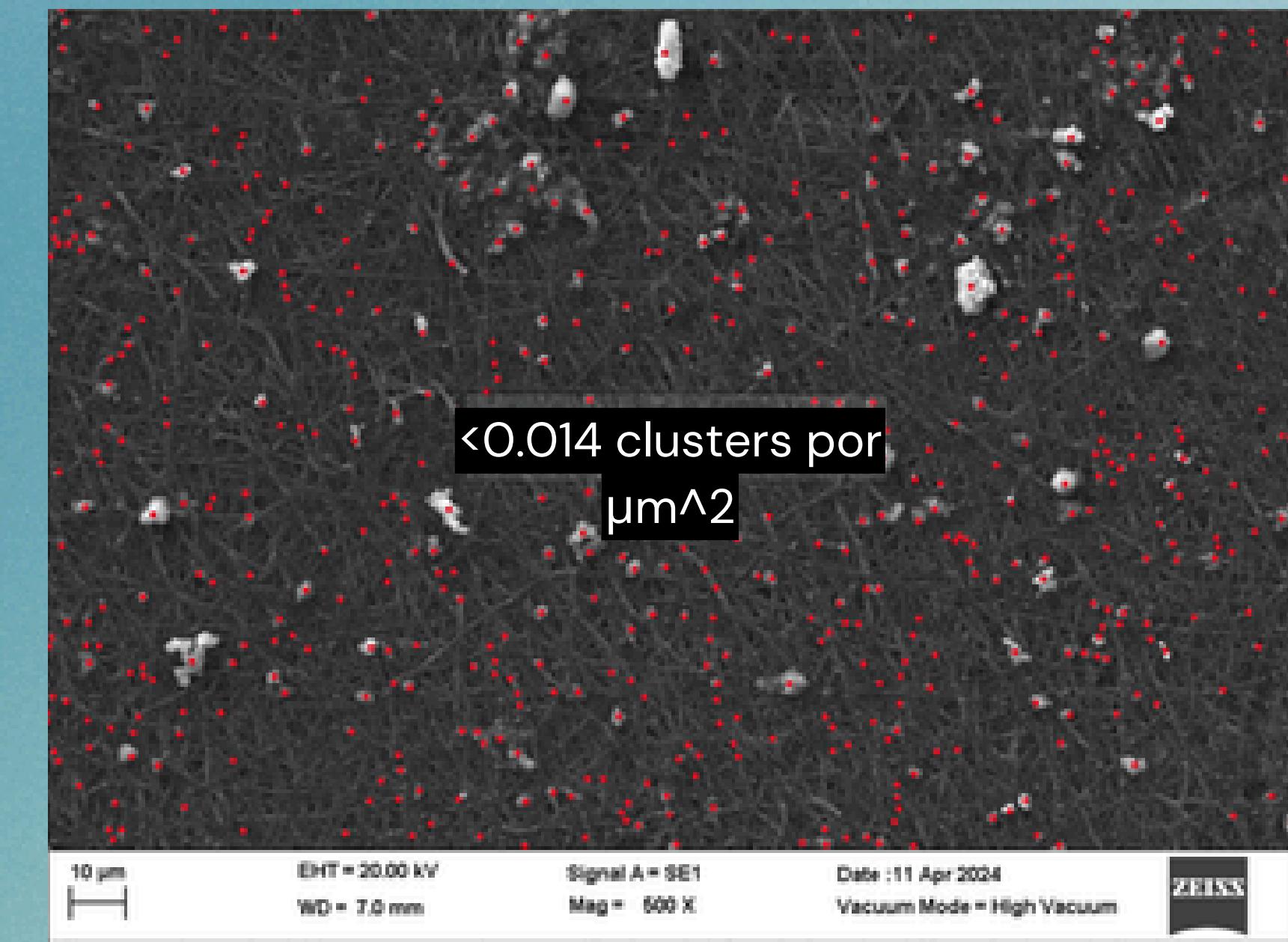


Muestra de control: PAN con pirólisis y crecimiento de nanotubos de carbono

# Distribución de FeNPs en la matriz polimérica y tamaño de clusters



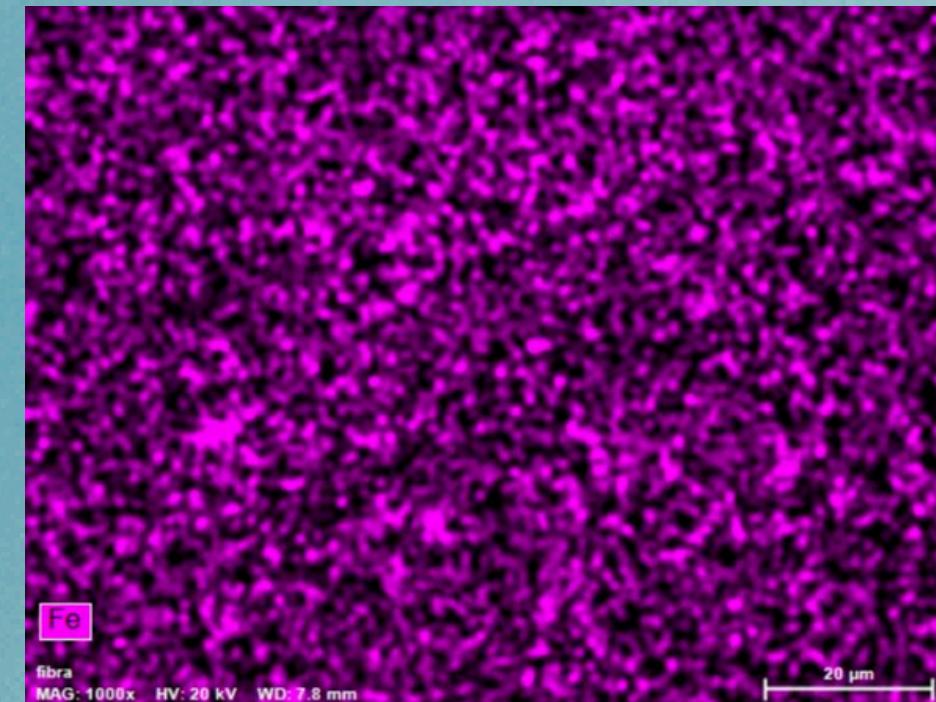
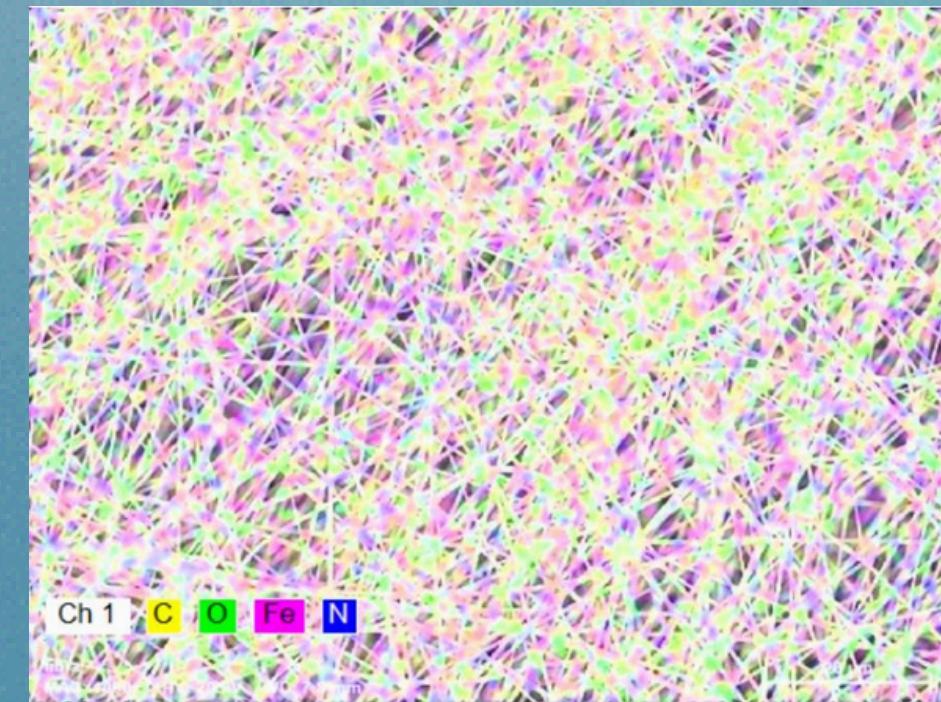
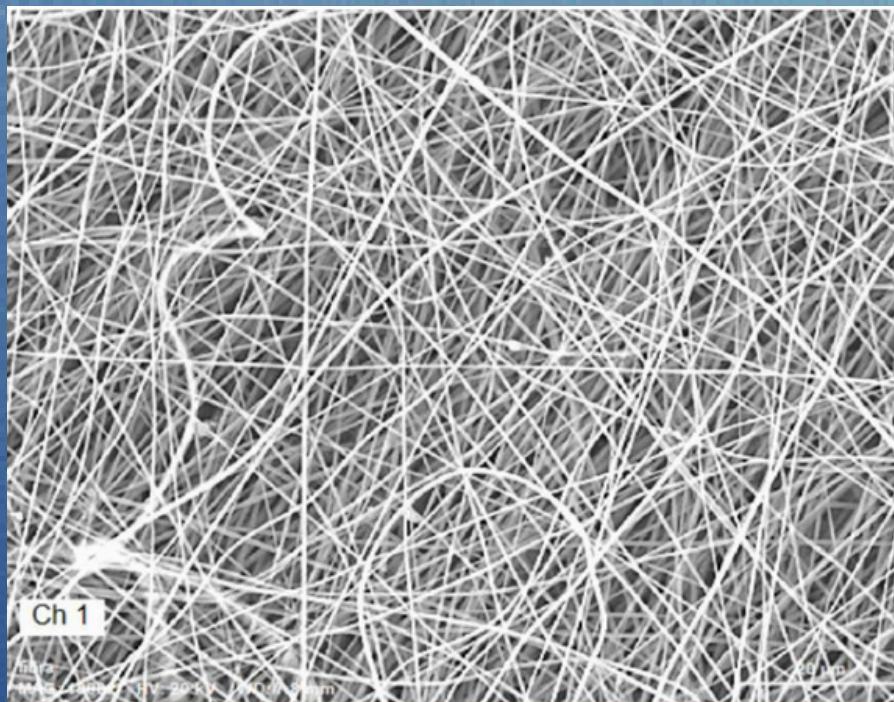
Densidad de clusters en la muestra.  
Mag = 1000x



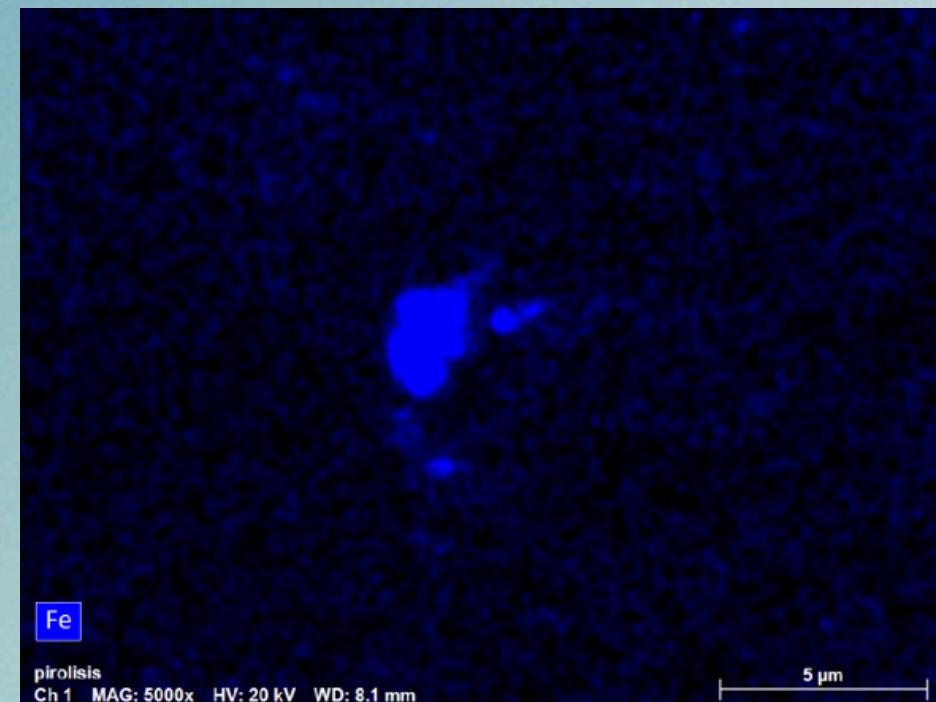
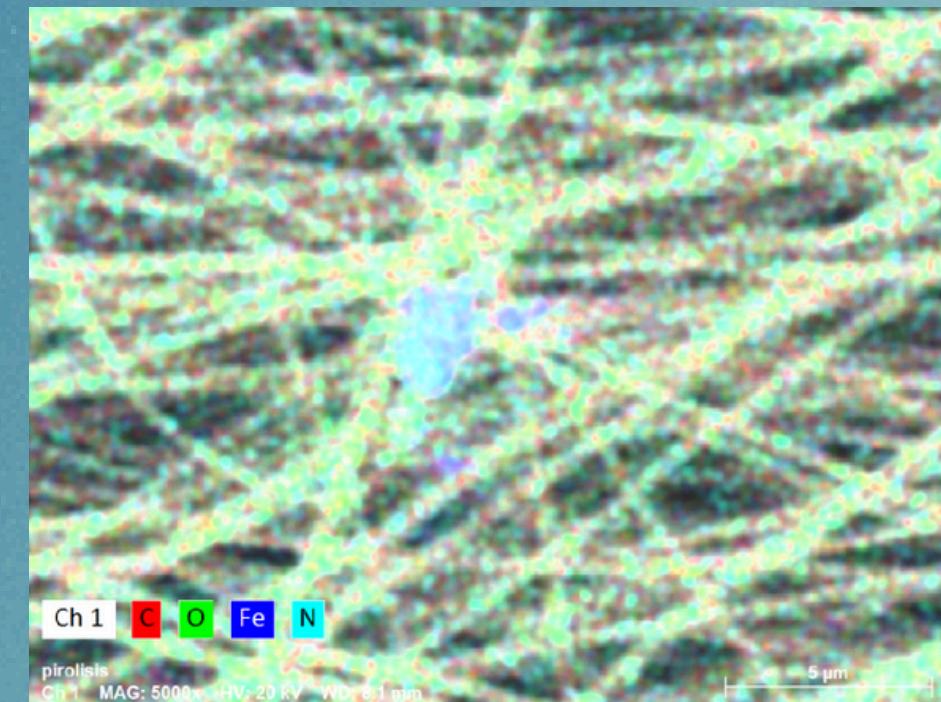
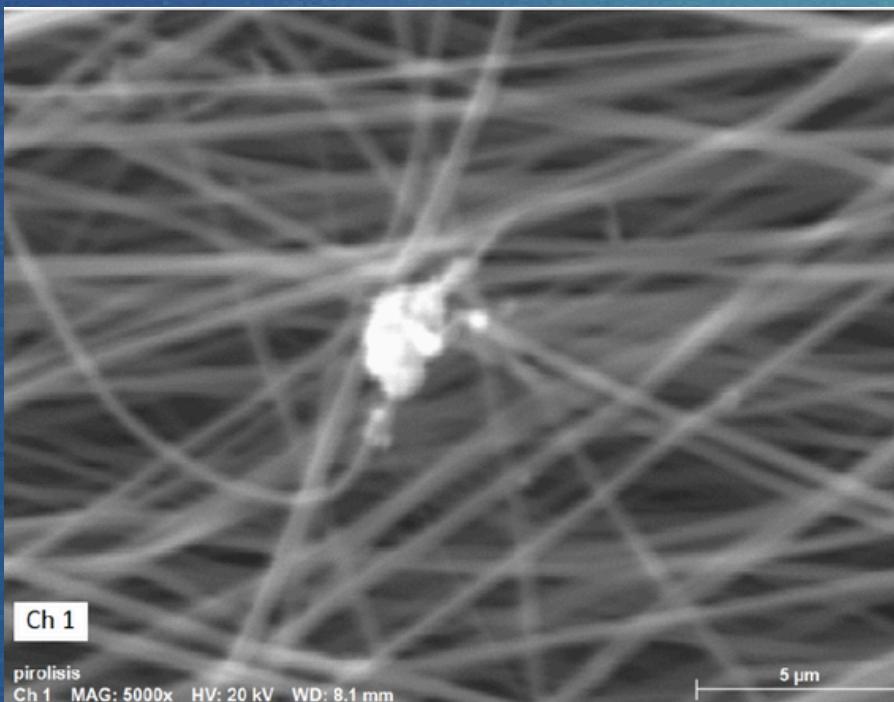
Densidad de clusters en la muestra.  
control. Mag = 500x

# Mapeo químico EDS

Fibras PAN con FeNPs



Fibras PAN con FeNPs Pirolizadas



<b>Elemento</b>	<b>Fibras PAN (%)</b>	<b>Pirolisis (%)</b>
Carbono	67.3	74.46
Oxígeno	24.76	12.32
Nitrógeno	6.13	10.44
Hierro	1.8	2.77

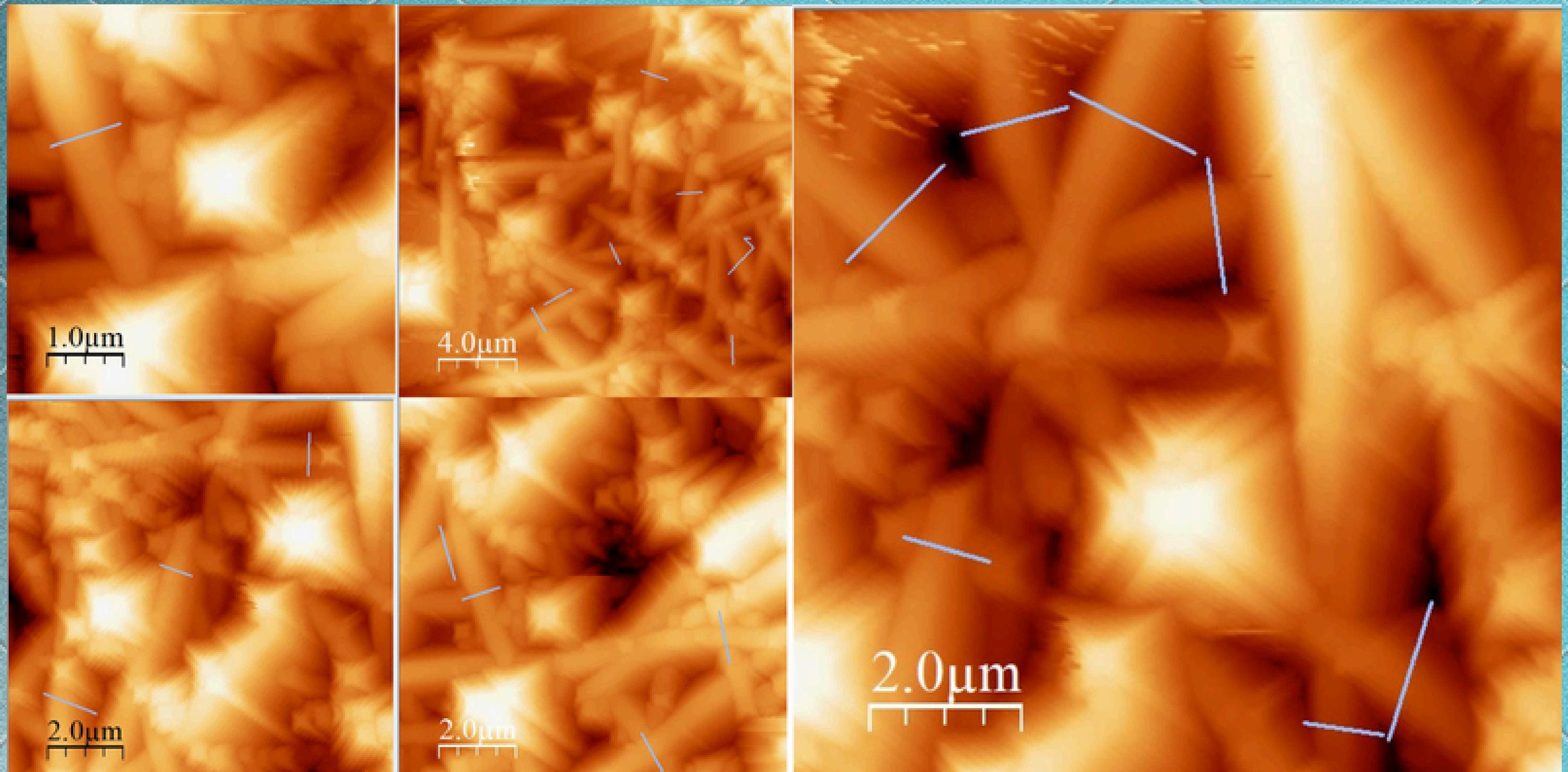
Elementos encontradas en las muestras mediante EDS

**Los resultados muestran que la concentración de hierro es significativamente menor de lo esperado, lo cual podría explicar la inhibición del crecimiento de los nanotubos en las muestras pirolizadas. La concentración insuficiente sugiere contaminantes o problemas en el proceso de pirólisis.**

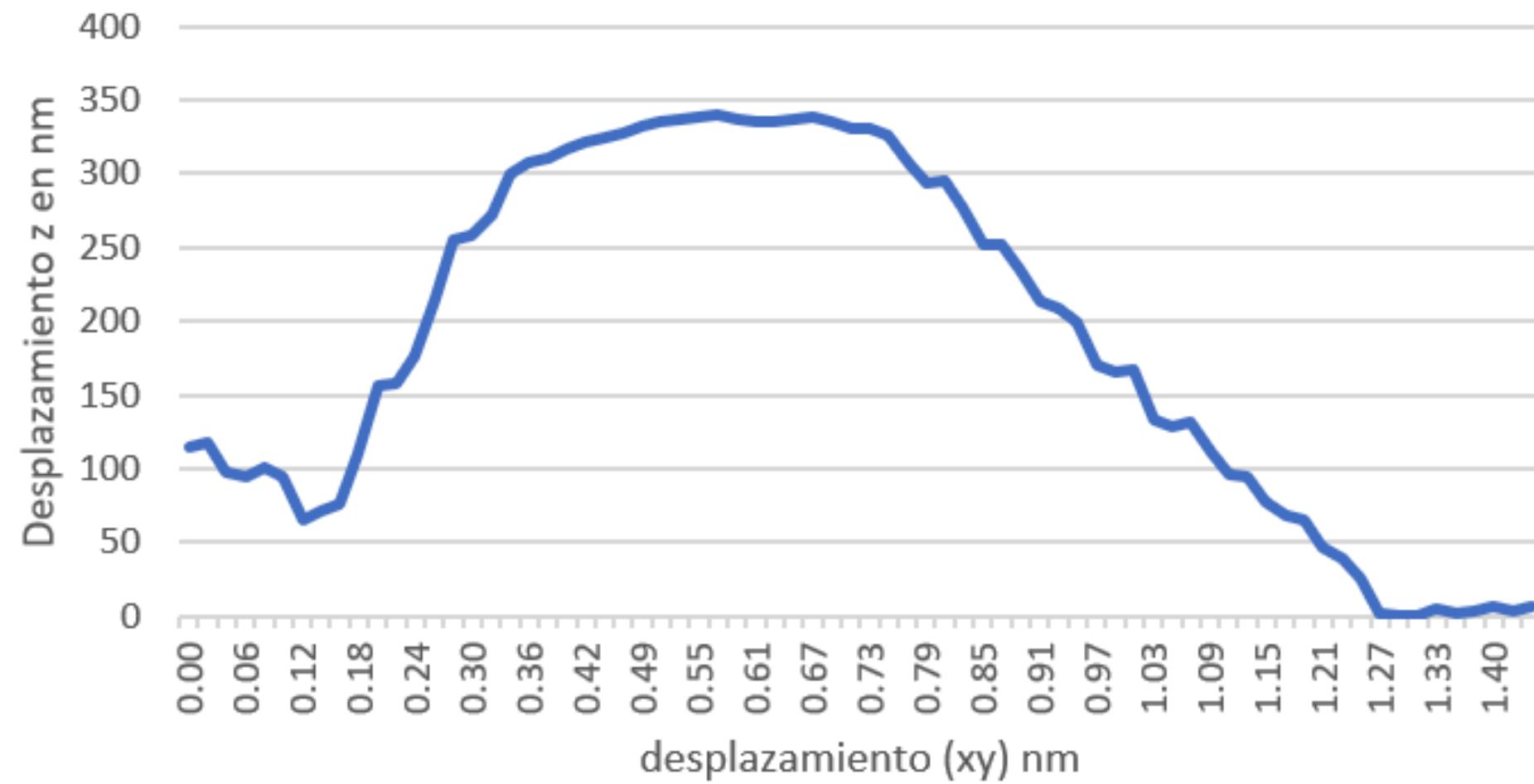


# Microscopía de Fuerza Atómica (AFM)

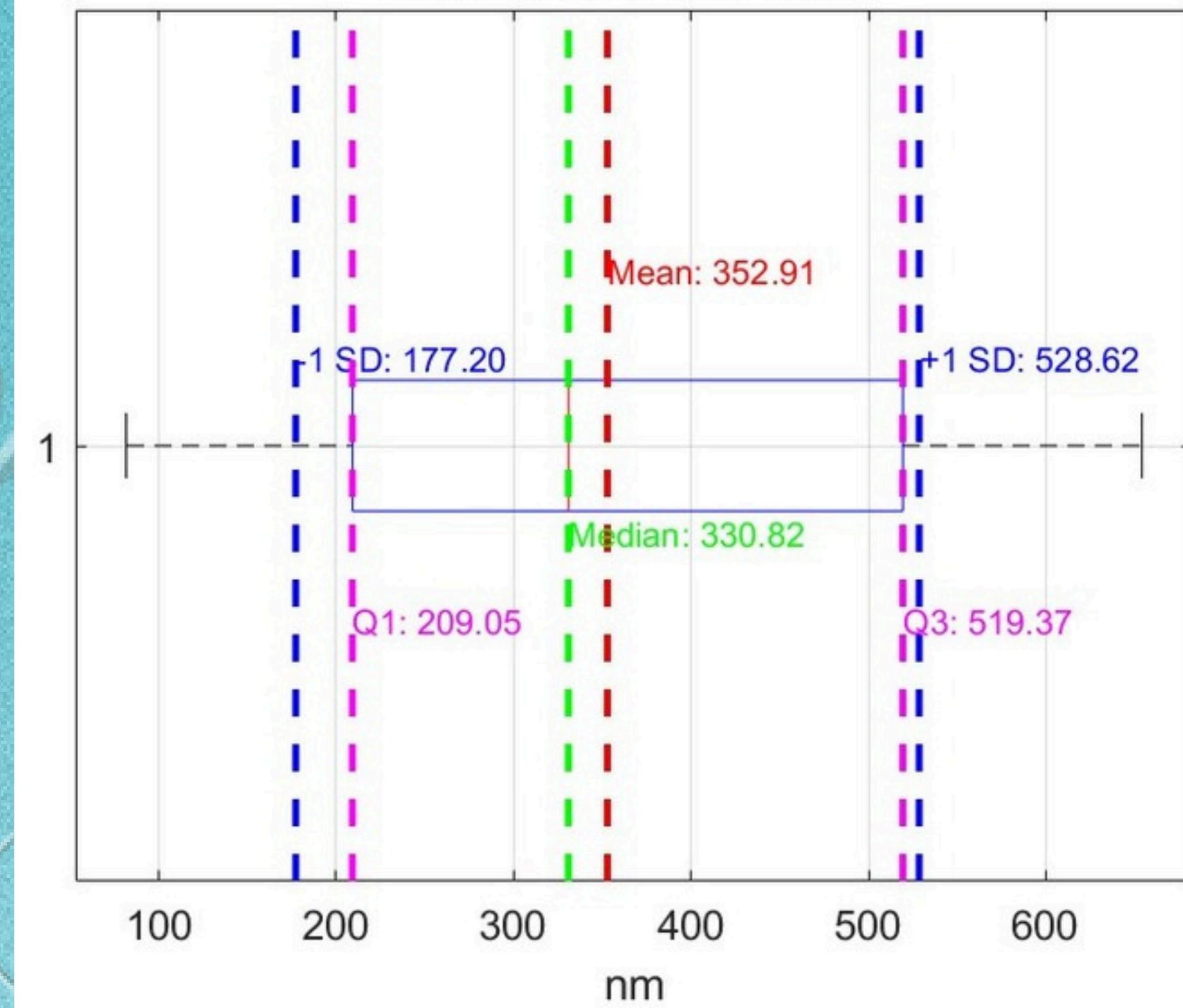
# Cortes Transversales



### Ejemplo de Corte Transversal



### Diametro de las Fibras



# Difracción de rayos X (XRD)



## Parámetro

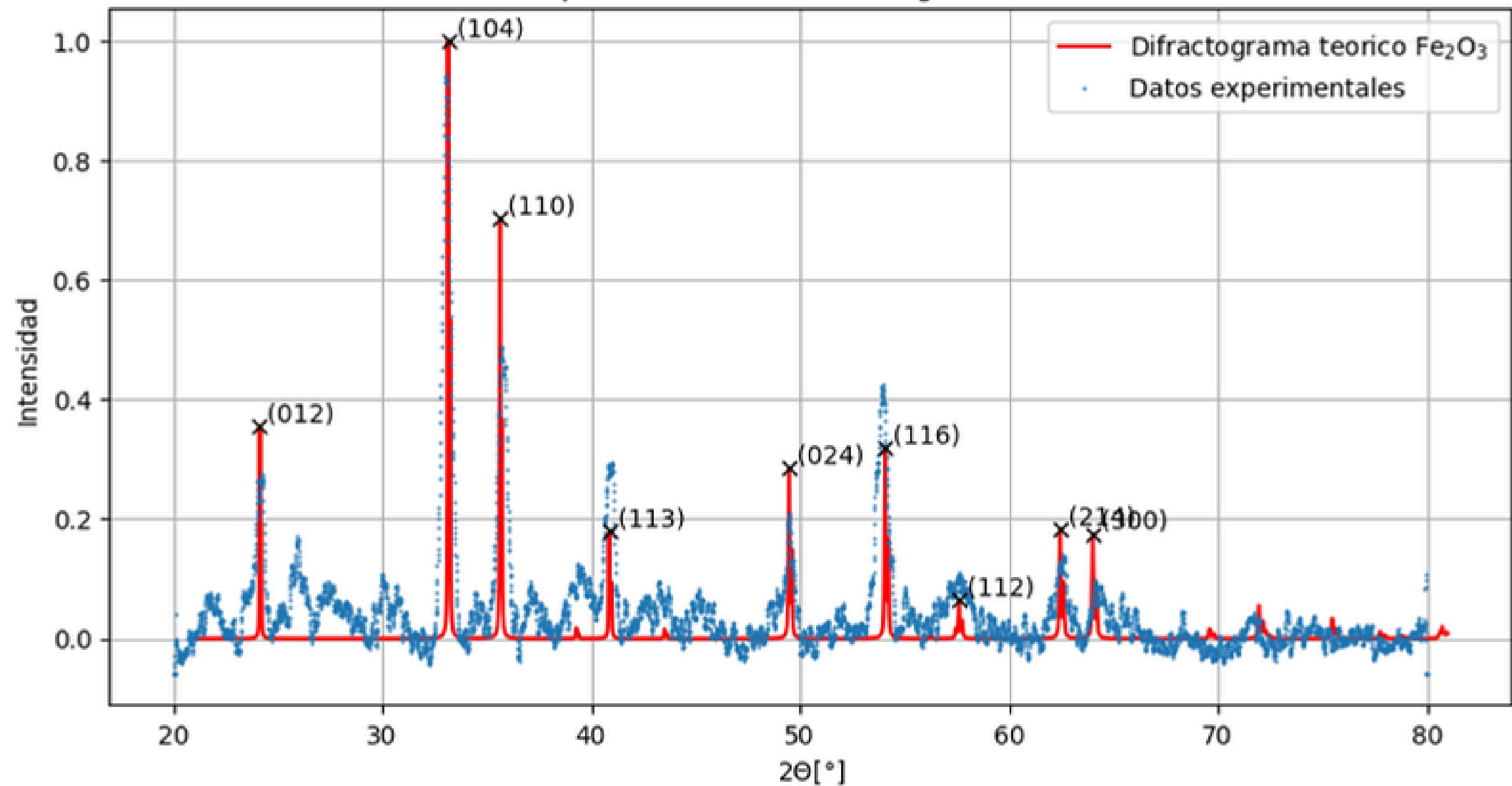
### Calculado con Parámetro de la red cristalina en COD

	PreDict	
a (Å)	5.01649	5.0347
b (Å)	5.01649	5.0347
c (Å)	13.78803	13.7473
$\alpha$	90°	90.004°
$\beta$	90°	90.004°
$\gamma$	90°	120.001°
V(Å³)	300.49	301.76

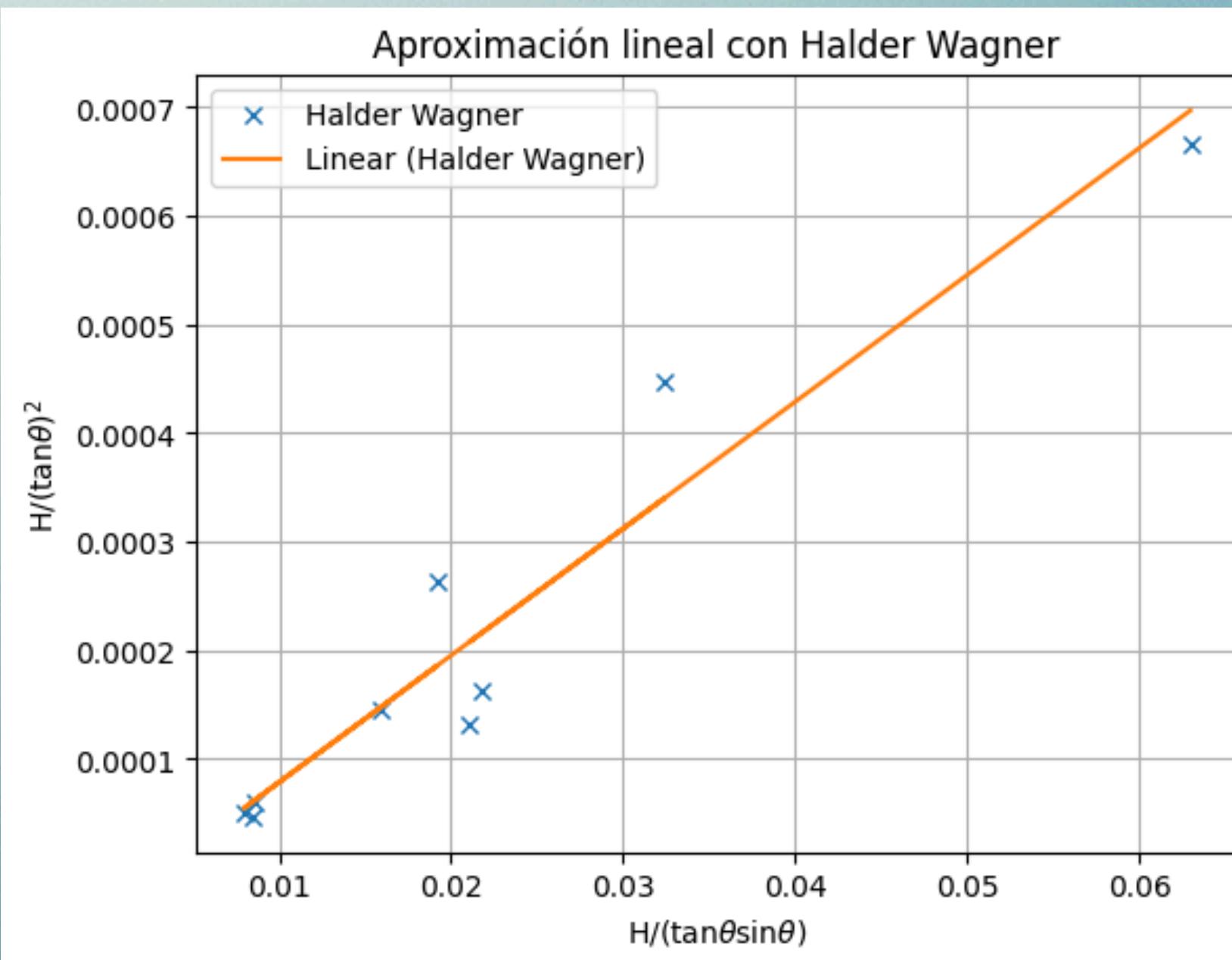
- $\lambda_{\text{Cu}} = 1.540 \text{ \AA}$
- Índice de escaneo de 0.33 °/minuto
- Estrucutra Romboédrica

Cuadro comparativo entre los valores experimentales calculados y de COD de los parámetros de celda para una red cristalina Fe2O3 (9015964 en COD)

### Comparación con el difractograma teórico



Comparación de los datos experimentales con el difractograma téorico



Aproximación con Halder-Wagner

## CON SCHRER:

- El tamaño de la cristalita es de 12.918 nm

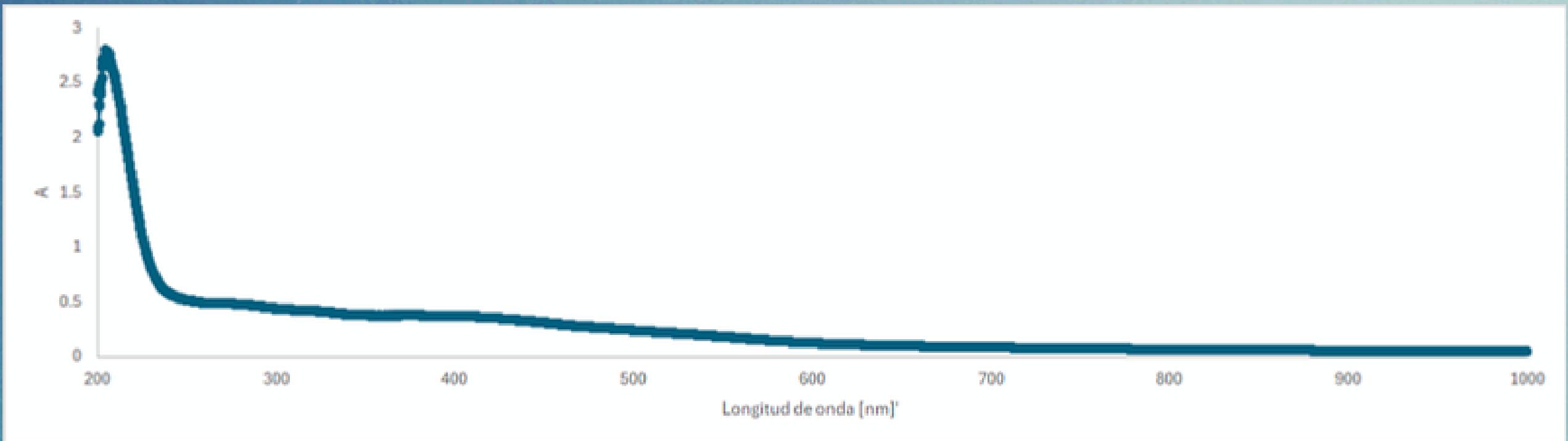
## CON HALDER-WAGNER:

- El tamaño de la cristalita es de 13.197 nm
- La micro-deformación es de 0.155%

El tamaño de la cristalita en la literatura esta entre 5 nm y 70 nm

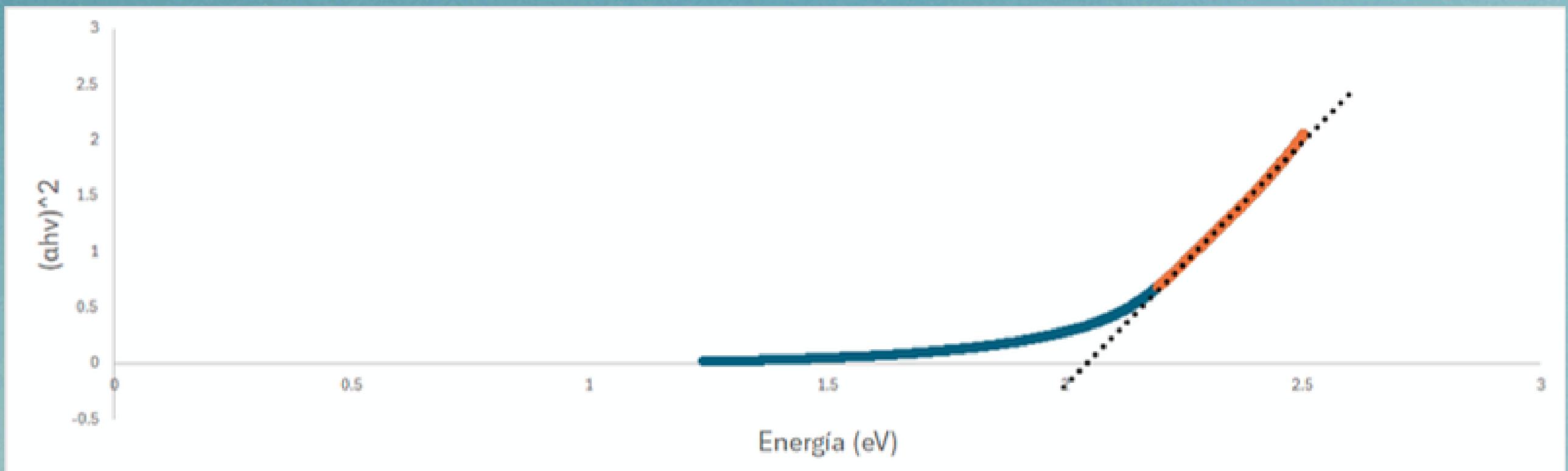
# UV-Vis

## Gráfica de absorbancia contra longitud de onda(nm)



Gráfica de Tauc , sección naranja es la primera banda de absorción y la recta punteada negra es su regresión lineal

Band gap:  
2.04 eV



## UV-Vis

**Ya que se busca que el band gap sea lo mas pequeño, se recomienda doparlo con nitrato de plata ( $\text{AgNO}_3$ ) a una concentración de 0.15 M para reducirlo.**

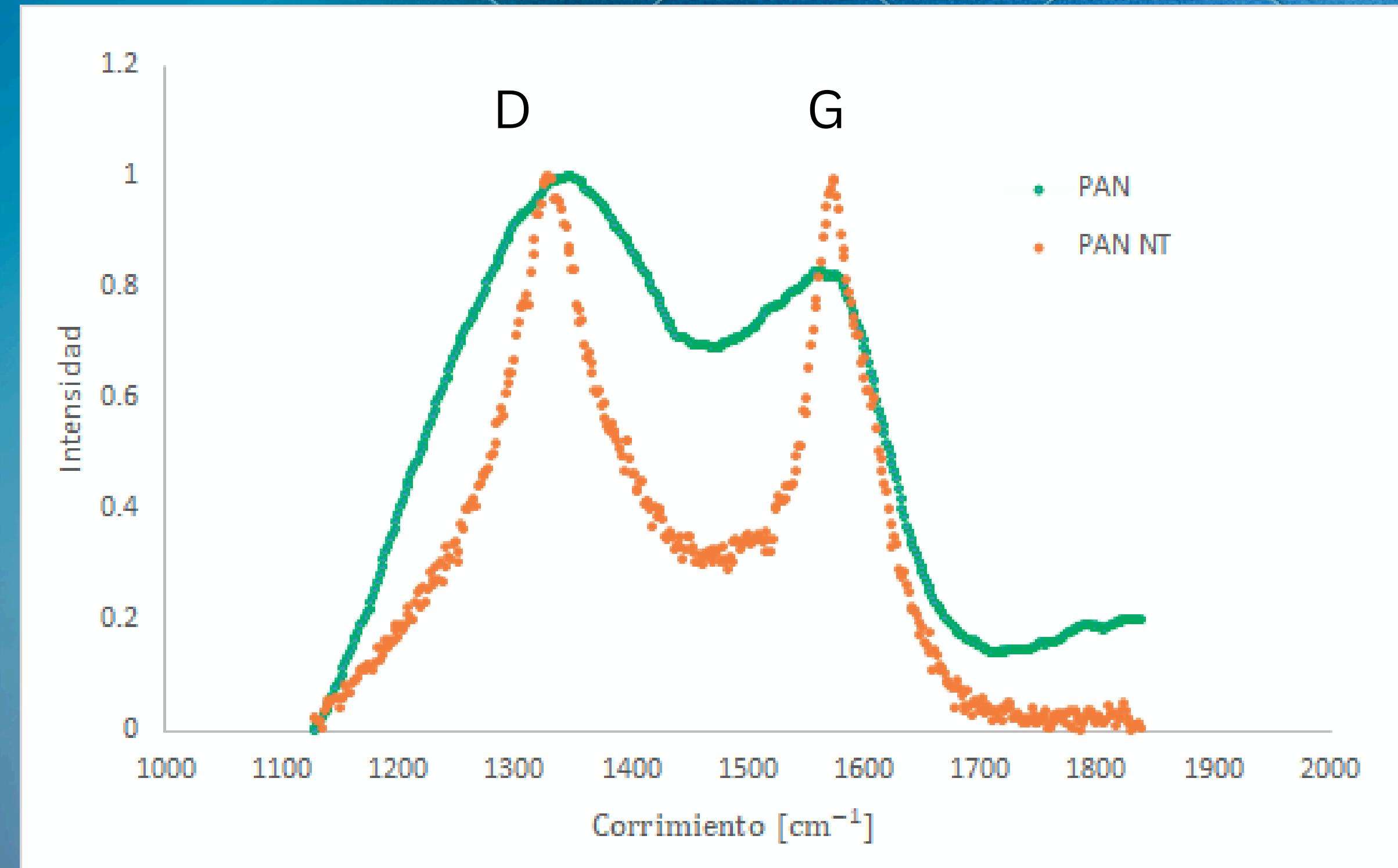
# Raman

Relacion D/G es un buen indicador sobre los defectos de los CNT

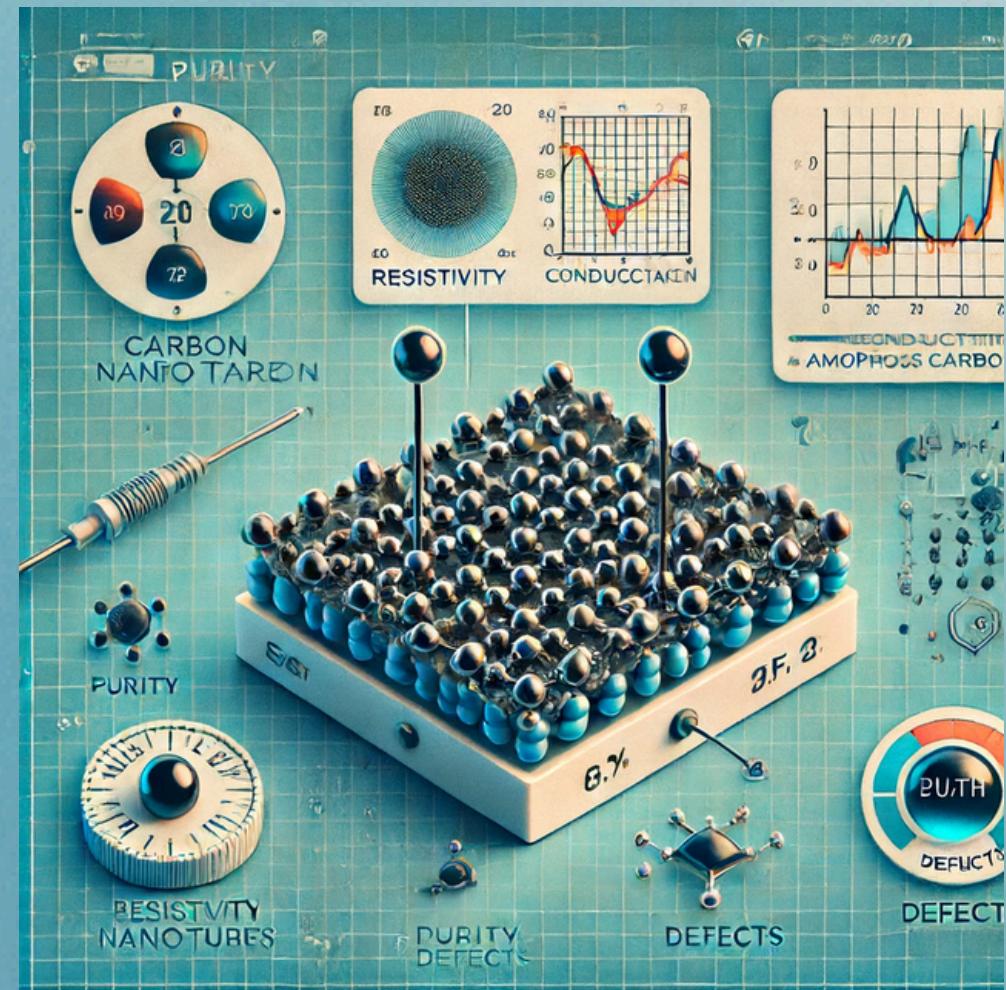
D (defectos y desorden)  
G (grafito)

$$R_{\text{PAN } NT} \approx 1$$

$$R_{\text{PAN}} \approx 1.21$$



# Caracterización electrónica

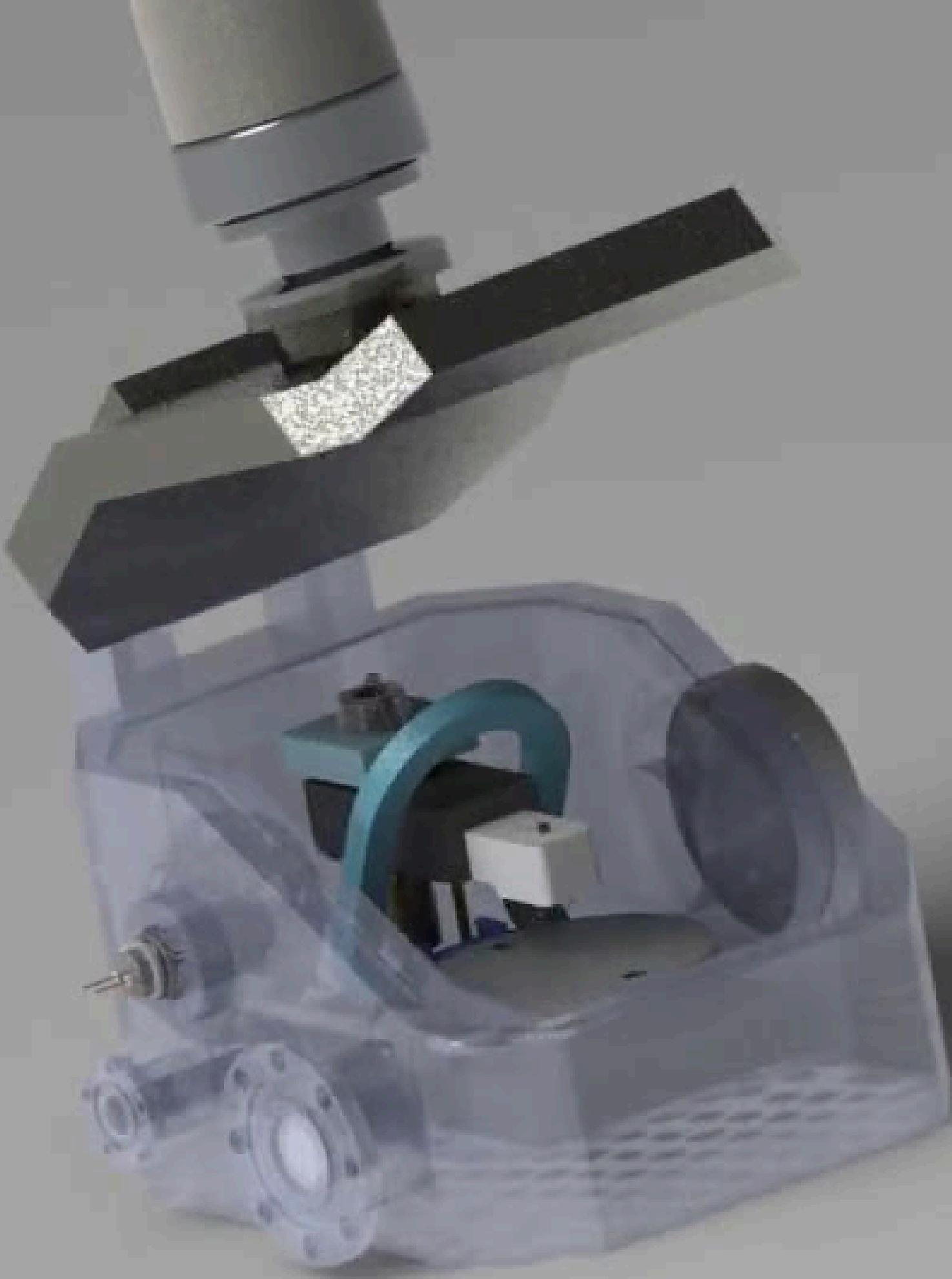


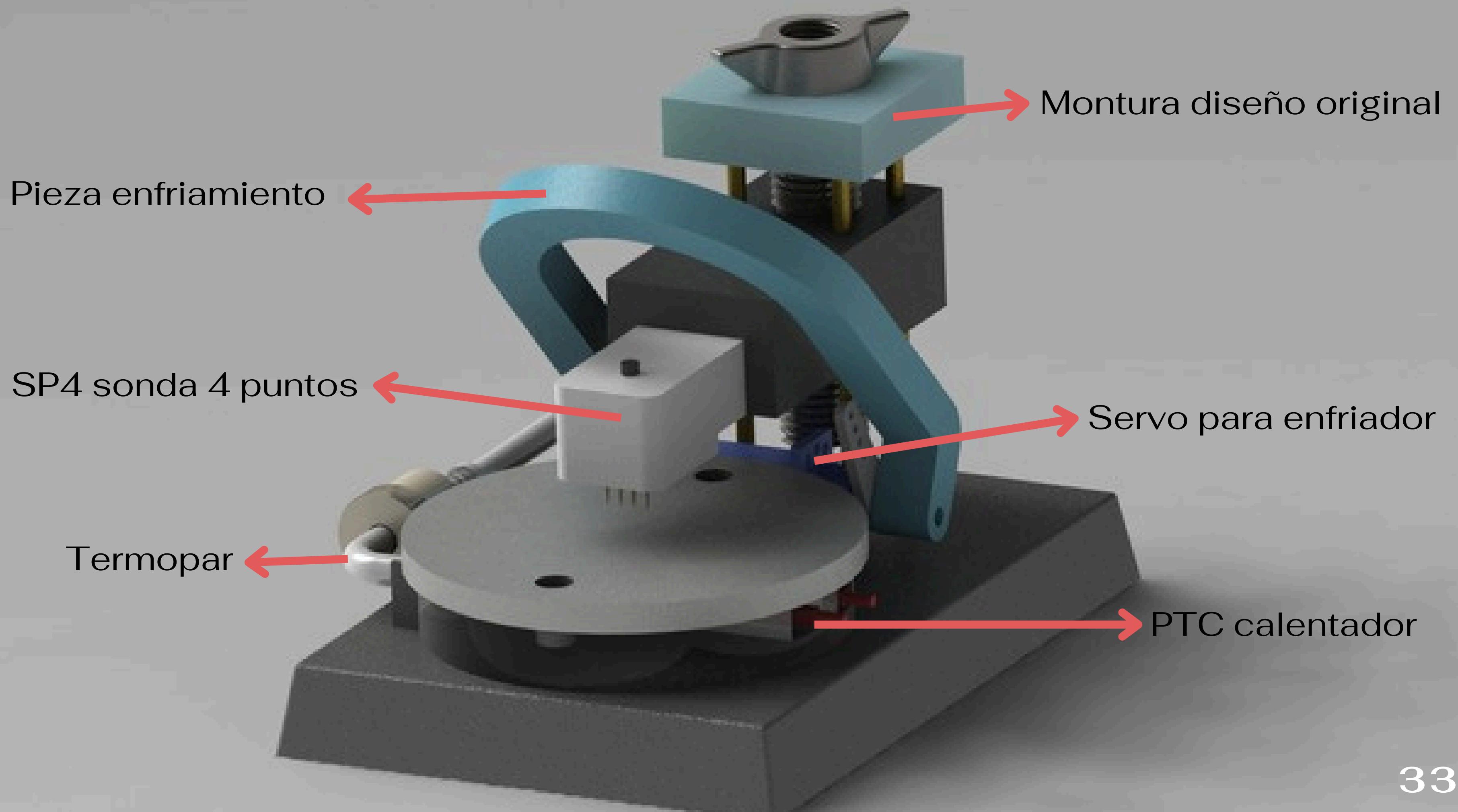
# Resistividad

- Conductividad eléctrica.
- Identificación de materiales.
- Detección de impurezas y defectos.
- Optimiza componentes electrónicos.
- Gestiona la disipación de calor.
- Revela propiedades en nanomateriales.

# Diseño de cámara de caracterización







Senor de Presión

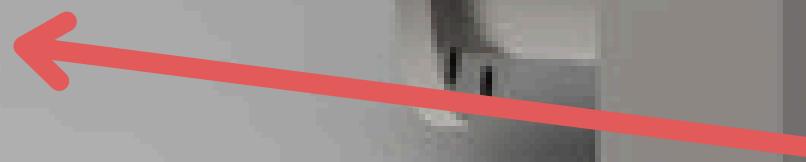
Pirani



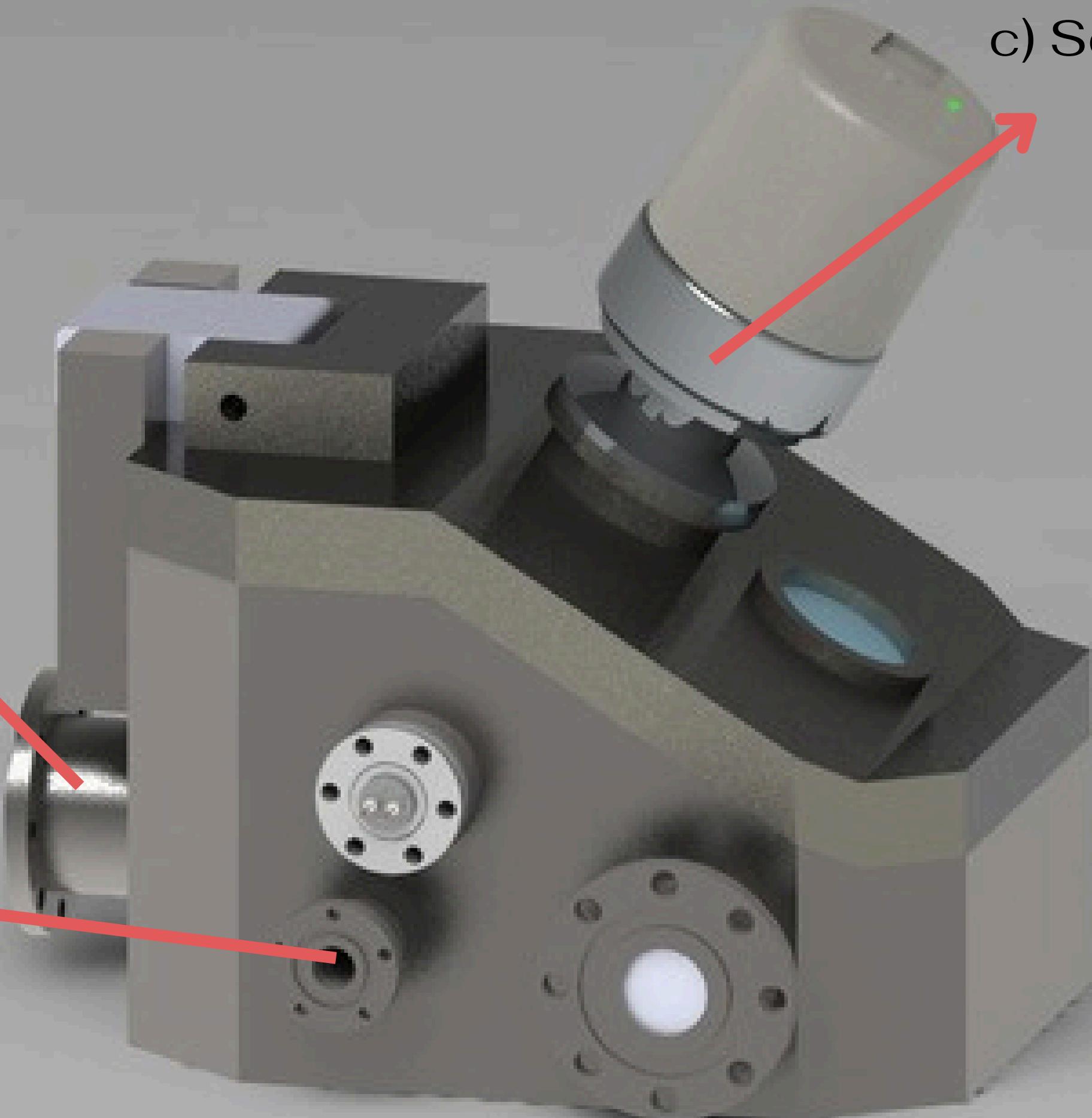
a) Conexión a bomba  
mecánica



b) Entrada de Aire de  
Vento

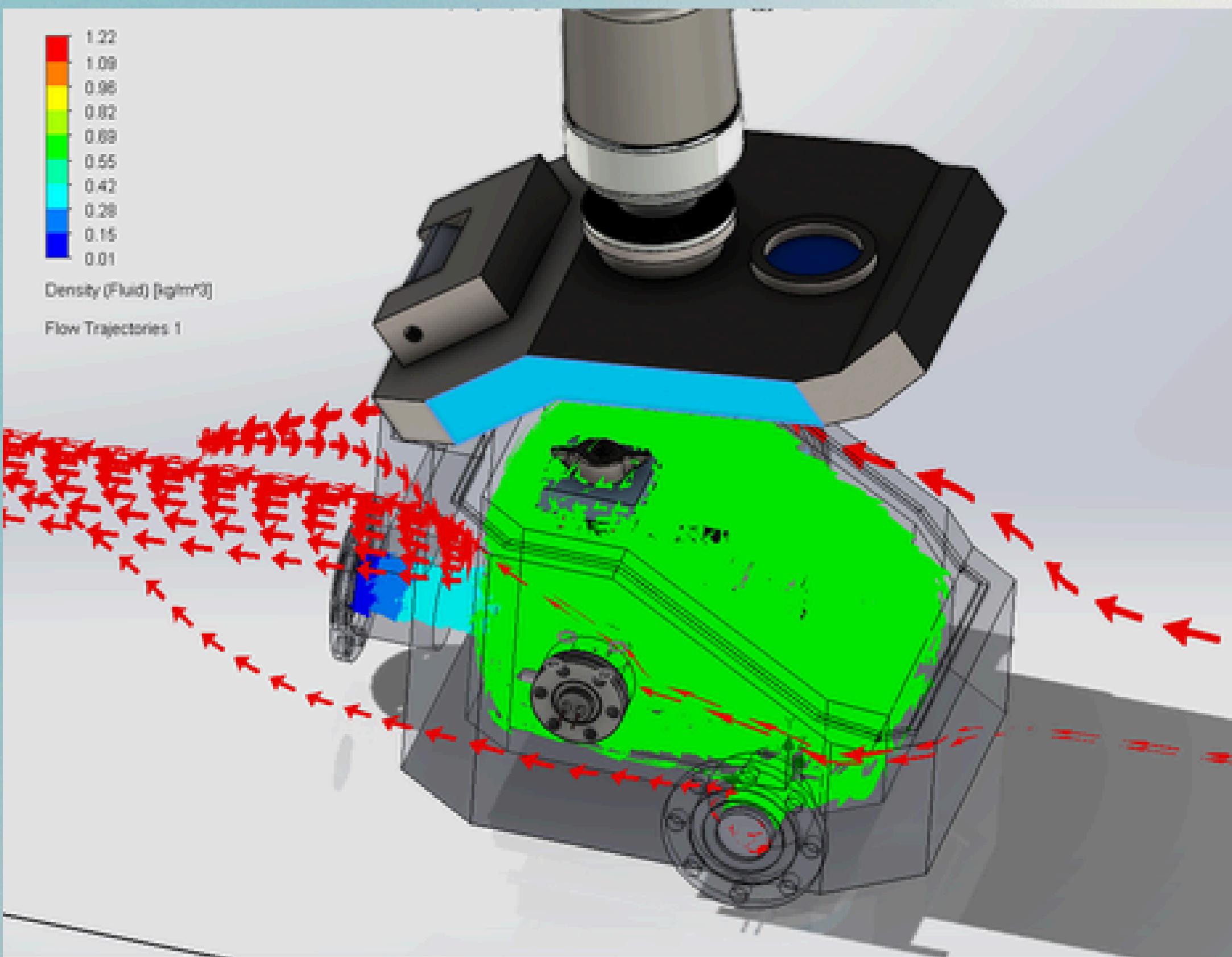


c) Sensor Pirani



# Simulación

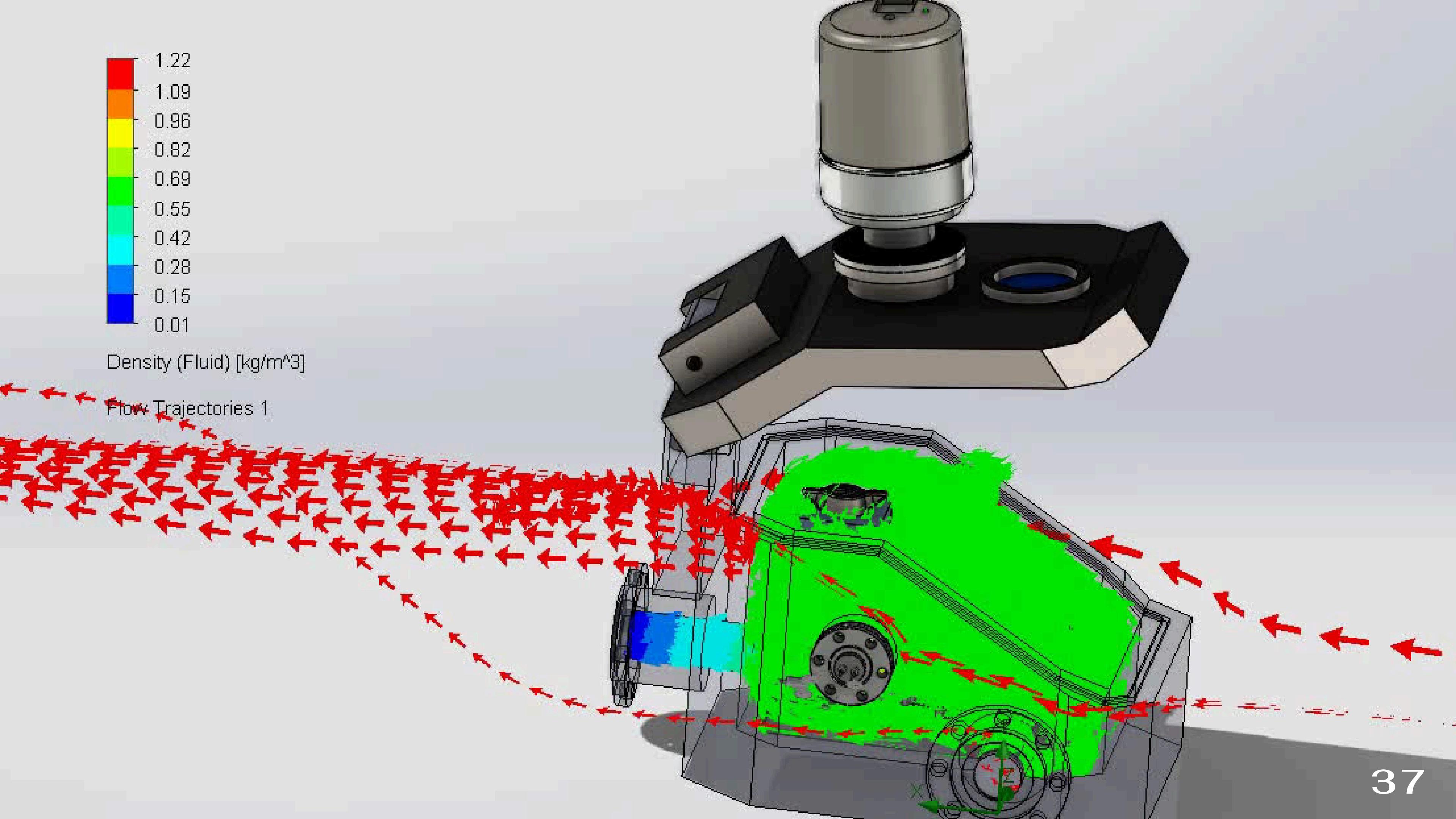
1.44 L





Density (Fluid) [kg/m<sup>3</sup>]

Flow Trajectories 1



# Bomba de vacío

\$2,300 USD.

## Agilent Varian DS 40M



### Technical Specifications

Free air displacement	l/min (cfm) [m³/h]	50 Hz: 37 (1.3) [2.2] 60 Hz: 43 (1.5) [2.6]
Pumping speed*	l/min (cfm) [m³/h]	50 Hz: 30 (1.1) [1.8] 60 Hz: 37 (1.3) [2.2]
Ultimate total pressure*	Pa (torr) [mbar]	6.7x10 <sup>-1</sup> (5.0x10 <sup>-3</sup> ) [6.7x10 <sup>-3</sup> ]
Noise level	dB(A)	50 Hz: 45 60 Hz: 46
Oil capacity max	liters	0.37
Motor rating 1ph	kW	50 Hz: 0.1 60 Hz: 0.1
Nominal rotation speed	rpm	50 Hz: 2280 60 Hz: 3480
Weight	Kg (lb)	9.3 (20.5)
Dimensions	mm	120 (W) x 289 (L) x 203 (H)
Power cord included	Yes	50 Hz: EU plug / UK plug 60 Hz: US plug
Inlet flange		16KF DN
Exhaust flange		16KF DN
Certifications		CE, cTUVus

\* According to PNEUROP 6602

# Costos

Componentes {  
Manufacturables {

Elemento	Cantidad	Precio (USD)	Total
Pfieffer Pirani Gauge KF40	1	\$2,400.00	\$2,400.00
Servomotor MD70MH v1	1	\$55.00	\$55.00
Bomba de Vacío	1	\$2,300.00	\$2,300.00
CF16_ElectricalFeedthrough_RadialORing	1	\$40.00	\$40.00
WATLOW 32-S0.125_n0.188D_Bayonet90	1	\$87.00	\$87.00
PTC heating plate	1	\$48.91	\$48.91
Perno	1	\$15.00	\$15.00
Steel Stick	1	\$10.00	\$10.00
Gasket	1	\$472.00	\$472.00
SIGNATONE SP4	1	\$368.00	\$368.00
VC1	1	\$60.29	\$60.29
VC2	1	\$20.92	\$20.92
VC3	1	\$29.79	\$29.79
VC4	1	\$16.53	\$16.53
VC5	1	\$1,283.22	\$1,283.22
VC6	1	\$160.28	\$160.28
VC7	1	\$7.26	\$7.26

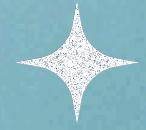
# Costos

<b>Total</b>	<b>7374.2 USD</b>	<b>132,735.6 MXN</b>
--------------	-------------------	----------------------

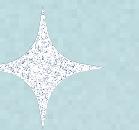
# Conclusiones

**Por medios de técnicas avanzadas se logró caracterizar un material que podría cumplir la función de un super capacitor. Se identificó posibles mejoras en el proceso de síntesis y también se realizó un diseño de una cámara de vacío para realizar procesos de caracterización en ambientes.**

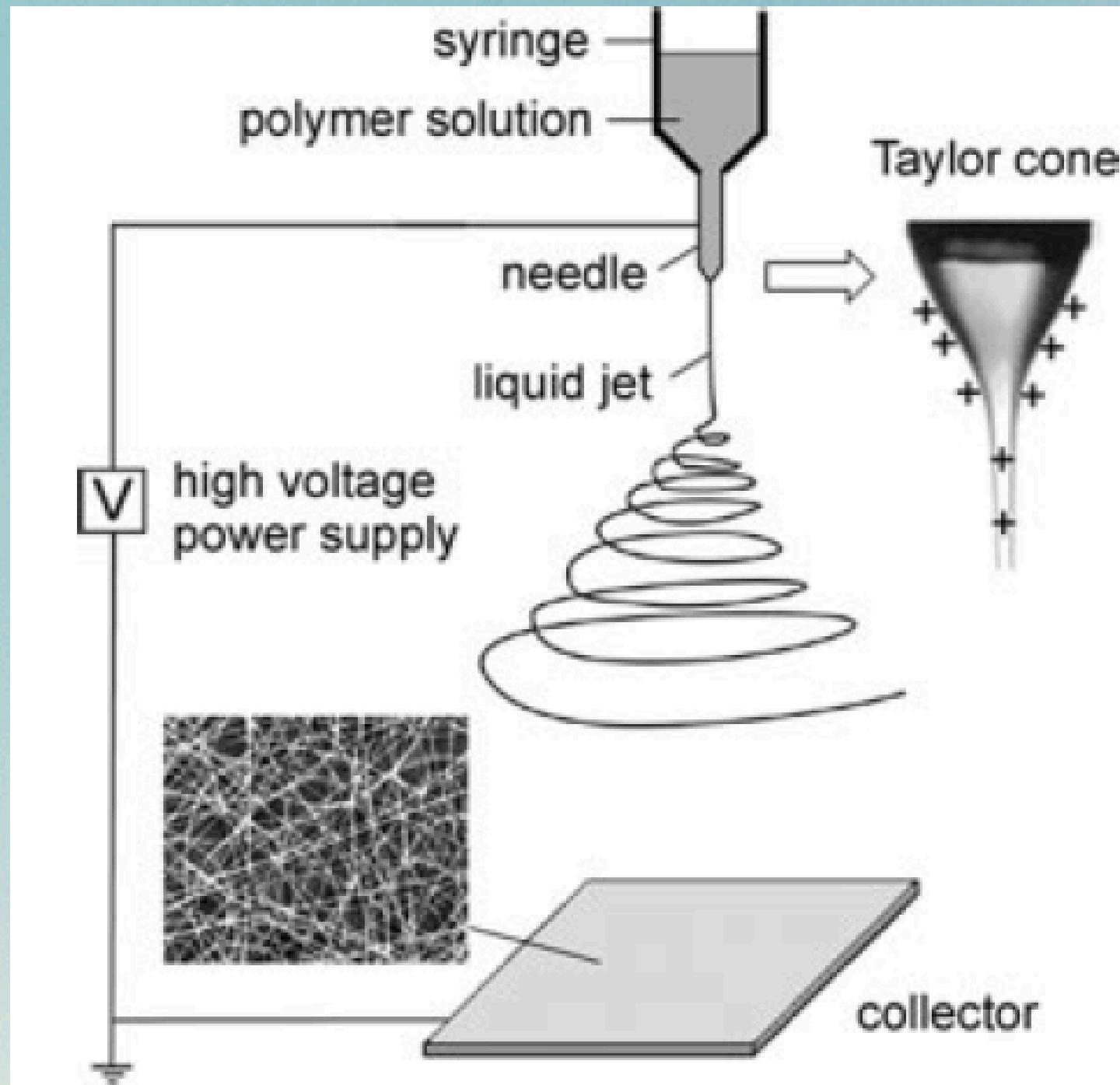
¡Gracias!



# Back up Slides

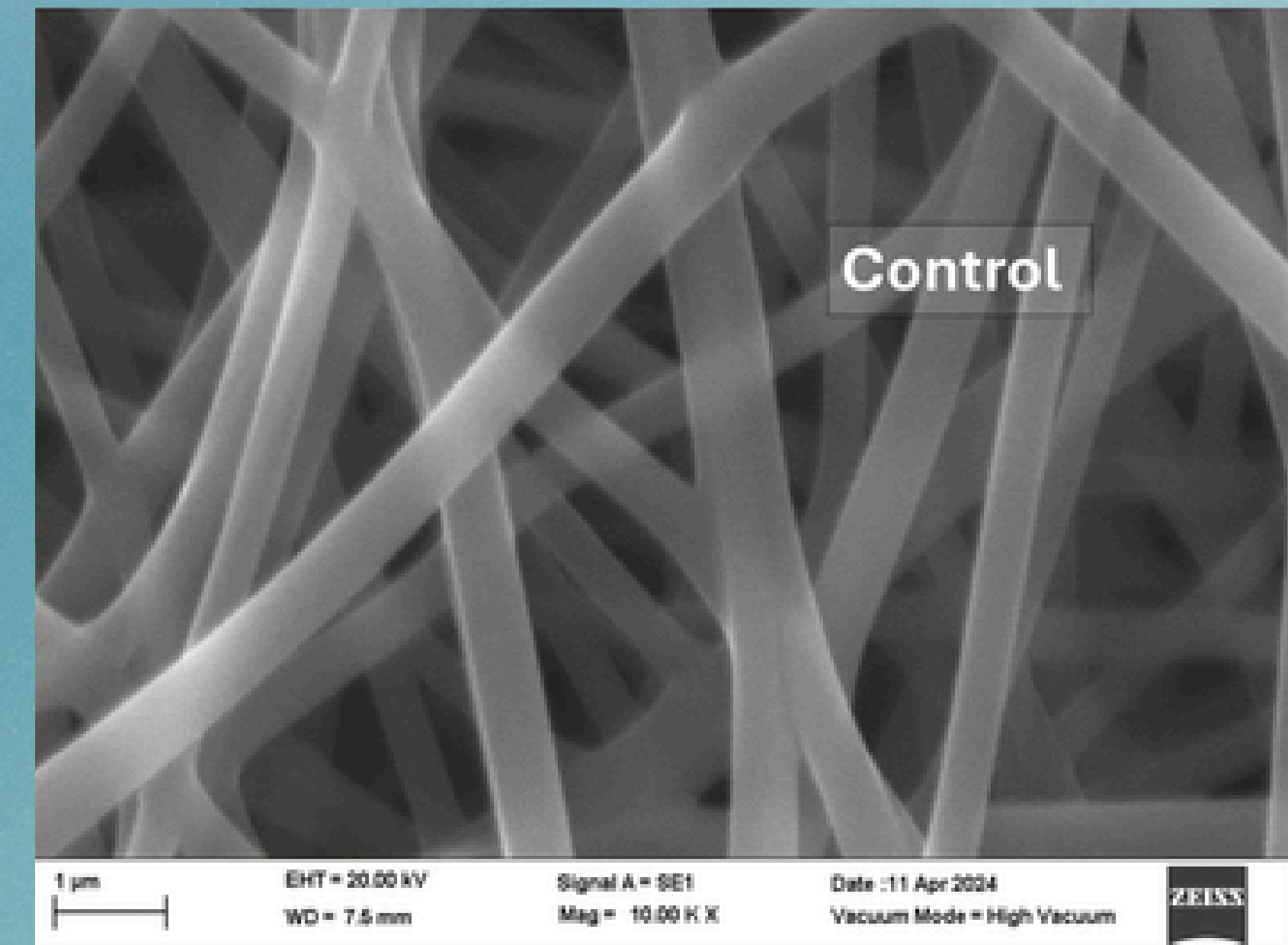
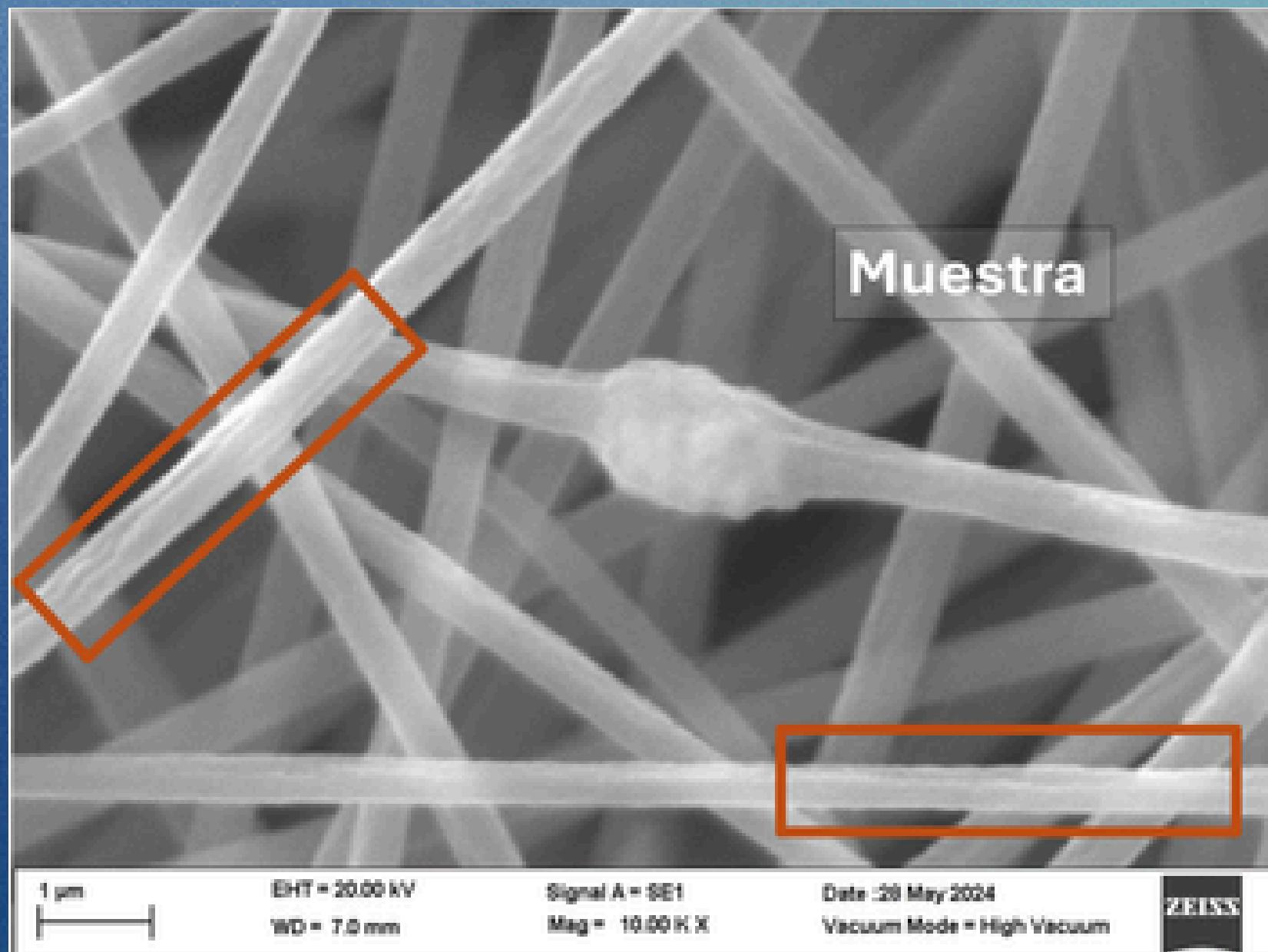


# Electrospinning



**Dado al campo eléctrico fuerte, la gota que sale de la punta se deforma y forma el característico 'cono de Taylor', del que surge un chorro inestable de la solución (jet). El jet es atraído al colector y en el recorrido desde la punta hasta el colector, el solvente se volatiza, lo que solidifica al jet, formando fibras muy finas que se depositan en el colector rotatorio, y obteniendo un mantel de nanofibras**

# Matriz polimérica



Comparación de la distribución de la matriz polimérica