



Universidad de San Carlos de Guatemala
Facultad de Ingeniería
Escuela de Ingeniería Química

**PROPUESTA DE MEJORA DE LA RESISTENCIA A LA COMPRESIÓN MECÁNICA EN
BRIQUETAS DE CEMENTO TIPO PORTLAND, MEDIANTE LA ADICIÓN DE NANOTUBOS
DE CARBONO FUNCIONALIZADOS CON 2-AMINOTIAZOL EN UN PROCESO AMIGABLE
CON EL MEDIO AMBIENTE**

Katherine Stefanie Callejas Véliz

Asesorado por la PhD. Marlene Susana Arrechea Alvarado

Guatemala, noviembre de 2018

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA



FACULTAD DE INGENIERÍA

**PROPUESTA DE MEJORA DE LA RESISTENCIA A LA COMPRESIÓN MECÁNICA EN
BRIQUETAS DE CEMENTO TIPO PORTLAND, MEDIANTE LA ADICIÓN DE NANOTUBOS
DE CARBONO FUNCIONALIZADOS CON 2-AMINOTIAZOL EN UN PROCESO AMIGABLE
CON EL MEDIO AMBIENTE**

TRABAJO DE GRADUACIÓN

PRESENTADO A LA JUNTA DIRECTIVA DE LA
FACULTAD DE INGENIERÍA
POR

KATHERINE STEFANIE CALLEJAS VÉLIZ

ASESORADO POR LA PHD. MARLENE SUSANA ARRECHEA ALVARADO

AL CONFERÍRSELE EL TÍTULO DE

INGENIERA QUÍMICA

GUATEMALA, NOVIEMBRE DE 2018

UNIVERSIDAD DE SAN CARLOS DE GUATEMALA
FACULTAD DE INGENIERÍA



NÓMINA DE JUNTA DIRECTIVA

DECANO	Ing. Pedro Antonio Aguilar Polanco
VOCAL I	Ing. Angel Roberto Sic García
VOCAL II	Ing. Pablo Christian de León Rodríguez
VOCAL III	Ing. José Milton de León Bran
VOCAL IV	Br. Oscar Humberto Galicia Nuñez
VOCAL V	Br. Carlos Enrique Gómez Donis
SECRETARIA	Inga. Lesbia Magalí Herrera López

TRIBUNAL QUE PRACTICÓ EL EXAMEN GENERAL PRIVADO

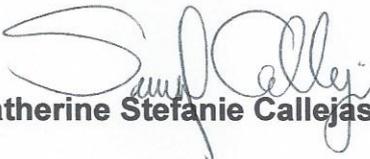
DECANO	Ing. Pedro Antonio Aguilar Polanco
EXAMINADOR	Ing. Williams Guillermo Álvarez Mejía
EXAMINADORA	Inga. Hilda Piedad Palma Ramos
EXAMINADOR	Ing. Jorge Moric Estrada Asturias
SECRETARIA	Inga. Lesbia Magalí Herrera López

HONORABLE TRIBUNAL EXAMINADOR

En cumplimiento con los preceptos que establece la ley de la Universidad de San Carlos de Guatemala, presento a su consideración mi trabajo de graduación titulado:

PROPUESTA DE MEJORA DE LA RESISTENCIA A LA COMPRESIÓN MECÁNICA EN BRIQUETAS DE CEMENTO TIPO PORTLAND, MEDIANTE LA ADICIÓN DE NANOTUBOS DE CARBONO FUNCIONALIZADOS CON 2-AMINOTIAZOL EN UN PROCESO AMIGABLE CON EL MEDIO AMBIENTE

Tema que me fuera asignado por la Dirección de la Escuela de Ingeniería Química, con fecha 20 de octubre de 2016.


Katherine Stefanie Callejas Véliz

Guatemala, 17 de septiembre de 2018

Ingeniero
Carlos Salvador Wong Davi
DIRECTOR
Escuela de Ingeniería Química
Facultad de Ingeniería

Respetable Ingeniero Wong Davi

Esperando que tenga éxitos en sus actividades laborales, por este medio hago de su conocimiento que, en mi calidad de asesora del trabajo de graduación del estudiante **Katherine Stefanie Callejas Véliz** quien se identifica con registro académico **201314052** y carnet número **3456 67549 0101** , he revisado el Informe Final de Trabajo de Graduación, titulado:

PROPUESTA DE MEJORA DE LA RESISTENCIA A LA COMPRESIÓN MECÁNICA EN BRIQUETAS DE CEMENTO TIPO PORTLAND, MEDIANTE LA ADICIÓN DE NANOTUBOS DE CARBONO FUNCIONALIZADOS CON 2-AMINOTIAZOL EN UN PROCESO AMIGABLE CON EL MEDIO AMBIENTE

Por lo que considero que el presente informe cumple con los requisitos necesarios para ser presentado ante las autoridades de la Escuela de Ingeniería Química y lo doy **por aprobado**. Dejo a su consideración que el estudiante **Katherine Callejas** continúe con los trámites pertinentes para la defensa y aprobación del mismo ante la terna evaluadora y su persona.

Sin otro particular me despido de usted,

Atentamente,



PhD. Marlene Susana Arrechea Alvarado
Asesora de Trabajo de Graduación
Colegiado no. 1593

Marlene Susana Arrechea Alvarado
Ingeniera Química
Colegiada no. 1593
M. Sc. Nanotecnología



Guatemala, 22 de octubre de 2018.
Ref. EIQ.TG-IF.055.2018.

Ingeniero
Carlos Salvador Wong Davi
DIRECTOR
Escuela de Ingeniería Química
Facultad de Ingeniería

Estimado Ingeniero Wong:

Como consta en el registro de evaluación del informe final EIQ-PRO-REG-007 correlativo **065-2016** le informo que reunidos los Miembros de la Terna nombrada por la Escuela de Ingeniería Química, se practicó la revisión del:

**INFORME FINAL DE TRABAJO DE GRADUACIÓN
-Modalidad Seminario de Investigación-**

Solicitado por la estudiante universitaria: **Katherine Stefanie Callejas Véliz**.
Identificada con número de carné: **3456 67549 0101**.
Identificada con registro académico: **2013-14052**.
Previo a optar al título de **INGENIERA QUÍMICA**.

Seguendo los procedimientos de revisión interna de la Escuela de Ingeniería Química, los Miembros de la Terna han procedido a **APROBARLO** con el siguiente título:

**PROPUESTA DE MEJORA DE LA RESISTENCIA A LA COMPRESIÓN MECÁNICA EN
BRIQUETAS DE CEMENTO TIPO PORTLAND, MEDIANTE LA ADICIÓN DE
NANOTUBOS DE CARBONO FUNCIONALIZADOS CON 2-AMINOTIAZOL EN UN
PROCESO AMIGABLE CON EL MEDIO AMBIENTE**

El Trabajo de Graduación ha sido asesorado por la Ingeniera Química: **Marlene Susana Arrechea Alvarado**.

Habiendo encontrado el referido informe final del trabajo de graduación **SATISFACTORIO**, se autoriza al estudiante, proceder con los trámites requeridos de acuerdo a las normas y procedimientos establecidos por la Facultad para su autorización e impresión.



"ID Y ENSEÑAD A TODOS"

Ing. César Alfonso García Guerra
COORDINADOR DE TERNA
Tribunal de Revisión
Trabajo de Graduación



C.c.: archivo





Ref.EIQ.TG.044.2018

El Director de la Escuela de Ingeniería Química de la Universidad de San Carlos de Guatemala, luego de conocer el dictamen del Asesor y de los Miembros del Tribunal nombrado por la Escuela de Ingeniería Química para revisar el Informe del Trabajo de Graduación del (la) estudiante, **KATHERINE STEFANIE CALLEJAS VÉLIZ** titulado: **"PROPUESTA DE MEJORA DE LA RESISTENCIA A LA COMPRESIÓN MECÁNICA EN BRIQUETAS DE CEMENTO TIPO PORTLAND, MEDIANTE LA ADICIÓN DE NANOTUBOS DE CARBONO FUNCIONALIZADOS CON 2-AMINOTIAZOL EN UN PROCESO AMIGABLE CON EL MEDIO AMBIENTE"**. Procede a la autorización del mismo, ya que reúne el rigor, la secuencia, la pertinencia y la coherencia metodológica requerida.

"Id y Enseñad a Todos"

Ing. Carlos Salvador Wong Davi
Director
Escuela de Ingeniería Química

Guatemala, noviembre de 2018
FACULTAD DE INGENIERIA USAC
ESCUELA DE INGENIERIA QUIMICA
DIRECTOR

Cc: Archivo
CSWD/ale

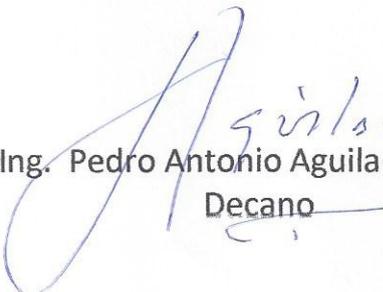




DTG.494.2018

El Decano de la Facultad de Ingeniería de la Universidad de San Carlos de Guatemala, luego de conocer la aprobación por parte del Director de la Escuela de Ingeniería Química, al Trabajo de Graduación titulado: **PROPUESTA DE MEJORA DE LA RESISTENCIA A LA COMPRESIÓN MECÁNICA EN BRIQUETAS DE CEMENTO TIPO PORTLAND, MEDIANTE LA ADICIÓN DE NANOTUBOS DE CARBONO FUNCIONALIZADOS CON 2-AMINOTIAZOL EN UN PROCESO AMIGABLE CON EL MEDIO AMBIENTE**, presentado por la estudiante universitaria: **Katherine Stefanie Callejas Véliz**, y después de haber culminado las revisiones previas bajo la responsabilidad de las instancias correspondientes, autoriza la impresión del mismo.

IMPRÍMASE:


Ing. Pedro Antonio Aguilar Polanco
Decano



Guatemala, noviembre de 2018

/gdech

ACTO QUE DEDICO A:

Dios	Por poner en mi camino situaciones que me llevaron a ser quien soy y alcanzar las metas que me propongo.
Mis padres	Maynor Callejas y Yesenia Véliz, por motivarme a diario, enseñarme a luchar por mis sueños y forjar mi carácter
Mis hermanos	Jonhatan, Cindy y Melanie Callejas Véliz, por su honestidad, cariño, risas, desvelos y consejos, son los mejores hermanos y mis mejores amigos.
Mis abuelos	Marta Hernández , Rosario Argueta y Pedro Véliz, por ser mi soporte en momentos difíciles y darme consejos en mis decisiones importantes.
Familia en general	Por darme apoyo incondicional y amor. A todos mis tíos y primos.
Amigos de estudio	Por estar conmigo en las buenas y en las malas. A todos los amigos que he tenido a lo largo de mi vida.

AGRADECIMIENTOS A:

Universidad de San Carlos de Guatemala	Por abrirme las puertas y darme la oportunidad de recibir educación superior.
Facultad de Ingeniería	Por formarme en mi carrera profesional.
Escuela de Ingeniería Química	Por las herramientas y oportunidades de aprendizaje brindadas durante mi formación.
Área de Fisicoquímica	Por enseñarme la importancia de la investigación y ayudarme a formarme como profesional. Especialmente al Ingeniero William Fagiani.
Familia en general	Por los ánimos y consejos.
Amigos de estudio	Por el esfuerzo y las motivaciones diarias.
Asesora de tesis	PhD. Susana Arrechea, por el tiempo, esfuerzo, paciencia, amistad y confianza puesta en mí.
Cementos Progreso	Por las herramientas, esfuerzo y compromiso en mi trabajo. Especialmente a Lic. Luis Velásquez, Lica. Carmela Barrientos y Br. Ricardo Posadas.

**Universidad del Valle
de Guatemala**

Por el tiempo y recursos brindados para la culminación de mi tesis. Especialmente a Licda. Daniela Cuadra.

ÍNDICE GENERAL

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES.....	V
LISTA DE SÍMBOLOS	XI
GLOSARIO	XIII
RESUMEN.....	XVII
OBJETIVOS.....	XIX
INTRODUCCIÓN.....	XXI
1. MARCO CONCEPTUAL.....	1
1.1. Antecedentes.....	1
1.2. Justificación	5
1.3. Determinación del problema.....	6
1.3.1. Definición.....	7
1.3.2. Delimitación	7
1.4. Hipótesis.....	8
1.4.1. Hipótesis conceptual.....	8
1.4.2. Hipótesis estadística.....	9
2. MARCO TEÓRICO.....	11
2.1. Historia de la nanotecnología	11
2.2. Nanotubos de carbono	12
2.3. Tipos de nanotubos de carbono	13
2.4. Clasificación de SWCNT: índices Hamada.....	14
2.5. Propiedades de los nanotubos de carbono	17
2.5.1. Propiedades eléctricas	18
2.5.2. Propiedades mecánicas	19

2.5.3.	Propiedades térmicas.....	20
2.6.	Aplicaciones de nanotubos de carbono.....	21
2.7.	Ética ambiental y nanotecnología verde.....	22
2.8.	Sales de diazonio (2-aminotiazol)	23
2.9.	Técnicas de caracterización	25
2.9.1.	Difracción de rayos X	25
2.9.2.	Espectroscopía Raman	29
2.9.3.	Absorción de la radiación infrarroja	30
2.9.4.	Espectrometría de masa	31
2.9.5.	Análisis termogravimétricos.....	32
2.10.	Funcionalización de nanotubos de carbono	32
2.10.1.	Funcionalización covalente	33
2.10.2.	Funcionalización no covalente	33
2.10.3.	Funcionalización por métodos no convencionales.....	34
2.11.	Estabilidad coloidal de CNTs	36
2.12.	Reacciones de funcionalización de CNTs	38
2.13.	Cemento y sus tipos.....	40
3.	MARCO METODOLÓGICO	45
3.1.	Variables	45
3.2.	Delimitación del campo de estudio.....	46
3.3.	Recursos humanos disponibles	47
3.4.	Recursos materiales disponibles.....	47
3.4.1.	Reactivos.....	47
3.4.2.	Instrumentos de medición	48
3.4.3.	Equipo auxiliar	48
3.4.4.	Cristalería	49
3.4.5.	Equipo de protección personal	49

3.5.	Técnica cualitativa o cuantitativa	49
3.5.1.	Análisis de espectroscopía infrarroja (FTIR).....	50
3.5.2.	Análisis de difracción de rayos X (XRD)	52
3.5.3.	Análisis de termogravimetría	53
3.5.4.	Análisis de resistencia a la compresión mecánica..	53
3.6.	Recolección y ordenamiento de la información	54
3.6.1.	Funcionalización de nanotubos de carbono	54
3.6.2.	Caracterización de nanotubos de carbono funcionalizados	55
3.6.3.	Adición de nanotubos de carbono funcionalizado al cemento tipo Portland	57
3.7.	Tabulación, ordenamiento y procesamiento de la información	57
3.8.	Análisis estadístico	60
3.8.1.	Medidas de tendencia central	60
3.8.2.	Medidas de dispersión	61
3.8.3.	Varianza	61
3.8.4.	Desviación estándar	61
3.8.5.	Análisis de la varianza ANOVA.....	61
3.9.	Plan de análisis de los resultados	62
3.10.	Programas a utilizar en el análisis de los datos.....	62
3.11.	Tratamiento de datos.....	62
4.	RESULTADOS	65
5.	INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS.....	93
6.	CRONOGRAMA.....	99

7. PRESUPUESTO..... 101

CONCLUSIONES..... 103

RECOMENDACIONES 105

BIBLIOGRAFÍA..... 107

APÉNDICES..... 109

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES

FIGURAS

1.	Formas alotrópicas del carbono, en la primera fila una lámina de grafeno y diamante, en la segunda fila un nanotubo de carbono y un fullereno	13
2.	Nanotubo de carbono de tipo zigzag y sus respectivos índices Hamada.....	15
3.	Nanotubo de carbono de tipo armchair y sus respectivos índices Hamada.....	16
4.	Nanotubo de carbono de tipo chiral con sus respectivos índices Hamada.....	17
5.	Estructura molecular del 2-aminotiazol (una sal de diazonio)	23
6.	Mecanismo de diazotación.....	25
7.	Esquema general de metodología difracción de rayos X	26
8.	Patrón de difracción de rayos X para polvos de MWCNT's sin funcionalizar. Referencia: Preparación y estructura de MWCNT's, Chelyabinsk State Pedagogical University	27
9.	Patrón de difracción de rayos X para polvos de 2-Aminotiazol. Referencia: Active salt form with tyrosine kinase activity; thiazole derivatives and pharmaceutical composition comprising the same	28
10.	Esquema general de espectroscopía Raman	30
11.	FTIR de MWCNT's sin funcionalizar. Referencia: Removal of boron aqueous solution using magnetic carbon nanotube improved with tartaric acid.....	51

12.	FTIR de 2-Aminotiazol. Referencia: Shandong Ono Chemical Co. Ltd.....	52
13.	Caracterización de nanotubos de carbono funcionalizados con 2-aminotiazol mediante Espectroscopía Infrarroja (FTIR) de muestra 1.....	65
14.	Caracterización de nanotubos de carbono funcionalizados con 2-aminotiazol mediante Espectroscopía Infrarroja (FTIR) muestra 2.....	66
15.	Caracterización de nanotubos de carbono funcionalizados con 2-aminotiazol mediante Espectroscopía Infrarroja (FTIR) de muestra 3.....	67
16.	Caracterización de nanotubos de carbono funcionalizados con 2-aminotiazol mediante Espectroscopía Infrarroja (FTIR) de muestra 4.....	68
17.	Caracterización de nanotubos de carbono funcionalizados con 2-aminotiazol mediante Espectroscopía Infrarroja (FTIR) de muestra 5.....	69
18.	Caracterización de nanotubos de carbono funcionalizados con 2-aminotiazol mediante Espectroscopía Infrarroja (FTIR) de muestra 6.....	70
19.	Caracterización de nanotubos de carbono funcionalizados con 2-aminotiazol mediante Espectroscopía Infrarroja (FTIR) de muestra 7.....	71
20.	Caracterización de nanotubos de carbono funcionalizados con 2-aminotiazol mediante Espectroscopía Infrarroja (FTIR) de muestra 8.....	72
21.	Caracterización de nanotubos de carbono al 90 % de pureza mediante Espectroscopía Infrarroja (FTIR).....	73
22.	Caracterización de nanotubos de carbono funcionalizados con 2-aminotiazol mediante Difracción de Rayos X (XRD) de muestra 1.....	74

23.	Caracterización de nanotubos de carbono funcionalizados con 2-aminotiazol mediante difracción de rayos X (XRD) de muestra 2	75
24.	Caracterización de nanotubos de carbono funcionalizados con 2-aminotiazol mediante difracción de rayos X (XRD) de muestra 3	76
25.	Caracterización de nanotubos de carbono funcionalizados con 2-aminotiazol mediante difracción de rayos X (XRD) de muestra 4	77
26.	Caracterización de nanotubos de carbono funcionalizados con 2-aminotiazol mediante difracción de rayos X (XRD) de muestra 5	78
27.	Caracterización de nanotubos de carbono funcionalizados con 2-aminotiazol mediante difracción de rayos X (XRD) de muestra 6	79
28.	Caracterización de nanotubos de carbono funcionalizados con 2-aminotiazol mediante difracción de rayos X (XRD) de muestra 7	80
29.	Caracterización de nanotubos de carbono funcionalizados con 2-aminotiazol mediante difracción de rayos X (XRD) de muestra 8	81
30.	Caracterización de nanotubos de carbono al 90 % de pureza y 2-Aminotiazol al 100 % de pureza mediante difracción de rayos X (XRD)	82
31.	Caracterización de nanotubos de carbono funcionalizados con 2-aminotiazol mediante análisis termogravimétrico (TGA)	83
32.	Resistencia de cemento tipo Portland (UGC) en blancos de 8"3 y 1"3 en función de los días de fraguado.....	84
33.	Resistencia de cemento tipo Portland (UGC) con MWCTN's funcionalizados con 2-aminotiazol en función de los días de fraguado.....	85
34.	Comparación de resistencia de cemento tipo Portland (UGC) con MWCTN's funcionalizados y sin funcionalizar en función del tiempo de fraguado	86

35.	Tendencia de resistencia de cemento tipo Portland (UGC) con MWCTN's funcionalizados en función del tiempo de fraguado a cada concentración agregada.....	87
36.	Análisis de normalidad Anderson Darling para la transmitancia de las diferentes muestras realizadas.....	88
37.	Análisis de normalidad Anderson Darling para el número de onda de las diferentes muestras realizadas.....	89

TABLAS

I.	Propiedades físico-mecánicas de nanotubos y otros materiales	20
II.	Variables presentes durante experimentación.....	45
III.	Hoja de datos originales, condiciones de reacción y cantidades agregada en cada lote de MWCNT's funcionalizados	58
IV.	Datos de control de la funcionalización de MWCNTs	58
V.	Caracterización de nanotubos de carbono funcionalizados con 2-aminotiazol (análisis termogravimétrico).....	59
VI.	Medición de resistencia a la compresión mecánica en briquetas de cemento con nanotubos de carbono funcionalizados	60
VII.	Variación estadística entre MWCNT's y MWCNT's funcionalizados con 2-aminotiazol (base espectro IR, pico 1).....	90
VIII.	Variación estadística entre MWCNT's y MWCNT's funcionalizados con 2-aminotiazol (base espectro IR, pico 2).....	90
IX.	Variación estadística entre MWCNT's y MWCNT's funcionalizados con 2-aminotiazol (base espectro IR, pico 3).....	91
X.	Variación estadística entre MWCNT's y MWCNT's funcionalizados con 2-aminotiazol (base espectro IR, pico 4).....	91
XI.	Variación estadística entre MWCNT's y MWCNT's funcionalizados con 2-aminotiazol (base espectro IR, pico 5).....	92

XII.	Cronograma de actividades	99
XIII.	Presupuesto generado para realizar investigación de tesis	101

LISTA DE SÍMBOLOS

Símbolo	Significado
TGA	Análisis de termogravimetría
A	Área de la briqueta de cemento
HP	Caballos de fuerza
cm	Centímetro
x_{kj}	Dato del experimento k, en la repetición j.
S	Desviación Estándar
IR	Espectroscopía infrarroja
°C	Grado Celcius.
g	gramo
H ₁	Hipótesis alterna
H ₀	Hipótesis nula
h	Hora
km	Kilómetro
kN	Kilonewton
L	Longitud de la briqueta de cemento
M	Masa de muestra
$\bar{\bar{x}}$	Media aritmética de los resultados de los dos experimento
μa	Media de la absorbancia
μc	Media de la concentración
μm	Micrómetro
mg	Miligramo
mm	Milímetro

ml	Mililitro
nm	Nanómetro
SWCNTs	Nanotubos de carbono de capa simple
MWCNTs	Nanotubos de carbono multicapa
n_k	Número de datos del experimento k.
NO_x	Óxidos de nitrógeno
PTFE	Poltetrafluoroetileno
\bar{x}_k	Promedio de datos del experimento k.
HO[•]	Radical hidroxilo
rpm	Revoluciones por minuto
s	Segundo
SS	Suma de los cuadrados
t	Tiempo
S²	Varianza
UV	Ultravioleta
W	Watts

GLOSARIO

ASTM	Sociedad Americana de Ensayo de Materiales.
Briqueta	Mezcla de cemento, agregados y aditivos en polvo a los cuales se les agrega agua para preparar una mezcla.
Cemento	Mezcla de caliza y arcilla, sometida a calcinación y molienda, que tiene la propiedad de endurecerse al contacto con el agua
Cemento Portland	Aglomerante hidráulico compuesto de silicatos y aluminatos cálcicos que al amasarse con agua forman una pasta que endurece en virtud de reacciones de hidratación.
Curado del cemento	Proceso de cubrir el cemento con agua de modo que permanezca húmedo durante su hidratación para hacer más fuerte la adherencia entre la pasta y los agregados
Espectroscopía	Conjunto de métodos empleados para estudiar en un espectro las radiaciones de los cuerpos incandescentes.

Funcionalización	Adherir compuestos metálicos u orgánicos a nanopartículas para incrementar la afinidad y solubilidad en distintos solventes.
Fraguado del cemento	Endurecimiento de la pasta de cemento luego de adicionar agua, refiriéndose al cambio del estado fluido al estado rígido.
Nanociencia	Estudia los fenómenos que ocurren a escalas comprendidas entre 0,1 y 100 nanómetros.
Nanocompuestos	Materiales amorfos, hechos a partir de distintos componentes y trabajados en escala nanométrica.
Nanomateriales	Materiales con estructuras moleculares en escala de 1 a 100 nanómetros.
Nanómetro	Equivale a una millonésima parte del milímetro.
Nanotecnología	Campo de tecnologías que incluyen la manipulación y control de las estructuras moleculares en escalas comprendidas entre 1 y 100 nanómetros.
Resistencia	Capacidad de los cuerpos a resistir fuerzas aplicadas sin romperse. Depende del material y su geometría.
Termograma	Representación gráfica de la variación de masa de una muestra frente a la temperatura.

Termogravimetría

Técnica de análisis instrumental que se basa en la variación de la masa de una muestra cuando se le somete a un cambio de temperatura en una atmósfera controlada.

RESUMEN

El objetivo principal de la investigación es caracterizar los nanotubos de carbono funcionalizados con 2-aminotiazol, mediante técnicas espectrofotométricas y analizar su incidencia en la resistencia a la compresión mecánica en el cemento tipo Portland comercializado en Guatemala.

Se realizaron diferentes pruebas para la identificación de las moléculas presentes en la muestra funcionalizada utilizando métodos de análisis instrumental: Espectrofotometría Infrarrojo (FTIR), Difracción de Rayos X (XRD), la temperatura de descomposición de los nanotubos de carbono funcionalizadas por medio de termogravimetría, por último se analizó la resistencia a la compresión mecánica utilizando briquetas con MWCNTs agregados. Con los datos obtenidos para una adición en diferentes proporciones de MWCNT's funcionalizados sobre las briquetas de cemento, siendo estas de 0,01 %, 0,03 %, 0,05 % y 0,07 % se modeló una función que describe el comportamiento de la resistencia a la compresión mecánica. El modelo es de la forma $\text{Resistencia} = 857.78\ln(\text{Días}) + 1646,5$ con un R^2 de 0,97

La recolección y análisis de los datos se realizó utilizando como fundamento las normas ASTM para las mediciones correctas según el tiempo de curado de las briquetas de cemento y utilizando la metodología de cubos de 1 pulgada por 1 pulgada validada por CETEC.

Se determinó que los nanotubos de carbono fueron funcionalizados aproximadamente en una proporción de 1 molécula de tiazol por cada 33

átomos de carbono en la estructura del nanotubo de carbono, sin embargo este grado de funcionalización no incrementó la resistencia a la compresión mecánica de las briquetas de cemento (4554,18 PSI) respecto a la resistencia de la muestra de blanco (4807,28 PSI).

OBJETIVOS

General

Sintetizar y caracterizar nanotubos de carbono funcionalizados con 2-aminotiazol mediante técnicas de espectroscopía y termogravimetría para añadir al cemento tipo Portland (UGC) y comparar la resistencia a la compresión mecánica antes y después de su adición a la matriz cementicia.

Específicos

1. Sintetizar nanotubos de carbono con 2-aminotiazol in situ en urea fundida.
2. Caracterizar los nanotubos de carbono funcionalizados con 2-aminotiazol por la técnica de difracción de rayos X (XRD).
3. Caracterizar los nanotubos de carbono funcionalizados con 2-aminotiazol por la técnica de espectroscopía infrarroja (FTIR).
4. Caracterizar los nanotubos de carbono funcionalizados con 2-aminotiazol por análisis termogravimétrico (TGA).
5. Comparar la resistencia a la compresión mecánica entre el cemento tipo portland común y el cemento portland con nanotubos de carbono funcionalizados.

INTRODUCCIÓN

El desarrollo de la ciencia mediante nuevas investigaciones requiere de conocimientos más profundos y detallados que aborde temas de nivel macroscópico a un nivel microscópico. La nanotecnología es una parte de la ciencia que involucra el estudio de la materia a pequeña escala y ha sido mayormente utilizada en análisis instrumentales para caracterizaciones y seguidamente aplicaciones a nivel industrial.

Los alótropos del carbono tales como el grafito, diamante, nanotubo de carbono, entre otros son estructuras que han sido objeto de estudio específico en las aplicaciones propuestas desde la nanotecnología. Según investigaciones realizadas por Geim y Novoselov se reveló que el grafeno presenta algunas propiedades muy interesantes como resistencia elevada, módulo de elasticidad elevado y a la vez alta conductividad de corriente eléctrica.

Las aplicaciones comunes en las nanopartículas de distintos compuestos están enfocadas a temas versátiles tales como medio ambiente, energía, medicina, industria de alimentos, textil, construcción, electrónica, agricultura, cosmética, entre otras. Uno de los principales objetivos de investigación es la adición de nanopartículas de carbono o sus alótropos en estructuras de construcción.

Actualmente, se determinó en un estudio que al añadir 2-aminotiazol en MWCNT's se logra una reacción de funcionalización covalente en la cual el resultado es una estructura de carbono con mayor polaridad para ser disuelto en diferentes solventes como agua, acetona entre otros, un incremento de la

capacidad de conducir corriente eléctrica, incremento de la resistencia de la molécula formada entre otras.

Una empresa productora de cemento debe mantener productos de alta calidad y que sean innovadores. Una de las variables que determina innovadora a esta investigación es la adición de una nanopartícula funcionalizada en estructuras de cemento tipo Portland y evaluar la incidencia de diferentes porcentajes en masa sobre la resistencia a la compresión mecánica de cemento.

Para ello, se utilizará como referencia el cumplimiento de las normas ASTM C39, realizando una técnica de curado de briquetas de cemento a las cuales se les añadirá nanotubos de carbono funcionalizados con 2-aminotiazol permitiendo así una elevada resistencia a la compresión mecánica.

1. MARCO CONCEPTUAL

1.1. Antecedentes

Según la investigación *Nanotecnología en concreto* de Konstantin Sobolev y Florence Sanchez, en 1959 Richard Feynman es reconocido como el primer científico que se refirió a nanotecnología y nanoescala de la ciencia. Seis años después gana un Premio Nobel de Física debido a sus investigaciones con base en la nanotecnología. Sin embargo fue Eric Drexler quien promovió el estudio de nanotecnología introduciendo el término en 1986 para describir la visión de Richard Feynman.¹

En 1985, mientras se investigaba el mecanismo de la formación de moléculas de cadena de carbono en el espacio exterior, por ablación de láser, fueron obtenidas esferas con dimensiones nanométricas, de estructuras muy estables. A estas pequeñas formas de carbono se les llamó buckiesferas en honor a Buckminster Fuller, el inventor del domo geodésico, que posee la misma estructura. Posteriormente a estas estructuras se les dio el nombre de fulerenos y recibieron una gran atención por parte de la comunidad científica debido a que estaban dotadas de propiedades físicas excepcionales.²

En 1991, Lijima descubrió accidentalmente la aparición de nuevas formas de carbono, que en principio se pensó eran fulerenos. Sin embargo, estas nuevas macromoléculas eran pequeños tubos de medidas nanométricas que en sus polos tenían lo que parecía ser la mitad de una buckiesfera; así se realizó el descubrimiento de los primeros nanotubos de carbono los cuales eran de pared múltiple.³ En 1993 se descubrieron los primeros nanotubos de carbono de pared simple.

En 2008, los químicos René Balandrán, Gabriel Romero y Ana Mendoza realizaron una investigación acerca de los métodos de caracterización de nanotubos de carbono y sus aplicaciones en bionanotecnología publicando sus resultados en la Revista de ciencia y tecnología de América. En dicha investigación propone distintos métodos de funcionalización de nanotubos de carbono los cuales son: halogenación, cicloadición, adición radical, adición

¹ SANCHEZ, Florence; SOBOLEV, Konstantin. *Construction and building materials: nanotechnology in concrete, review*. p. 2.

² BALANDRÁN-QUINTANA, René R.; MENDOZA-WILSON, Gabriel Ivan; SOTELO-MUNDO, Ana María. *Nanotubos de carbono y bionanotecnología*. p. 3.

³ ÁVILA ORTA, Carlos A. *Surface modification of carbón nanotubes with ethylene glycol plasma*. p. 21.

electrofílica, ozonólisis, funcionalización mecanoquímica, activación por plasma, y el injerto de polímeros dando cada uno de ellos diferentes resultados en los nanotubos de carbón.⁴

Las publicaciones correspondientes a nanotecnología y sus aplicaciones se hacen más frecuentes en las revistas científicas. Según la revista científica *Transportation Research Board* de Yazdanbakhsh y colaboradores, las investigaciones de 2009 a 2011 se orientan a la combinación entre diferentes nanocompuestos utilizando nanotubos de carbono para mejorar características específicas dependiendo del material al cual es añadido. En la revista se presentan diferentes recopilaciones de resultados al añadir nanotubos de carbono, fibras de carbono, nanopartículas de dióxido de titanio, dióxido de sílice entre otros.⁵

En 2011, CONCYTEG realizó una investigación a cerca de la funcionalización de nanotubos de carbono para la preparación de nanocompuestos poliméricos la cual ha sido una de sus mayores aplicaciones a partir del descubrimiento de la nanotecnología. Algunas de las razones de emplear estos nanocompuestos radica en la alta relación de forma que tienen, gran área superficial, baja densidad, poseen la capacidad de conducir el calor y la electricidad, sin embargo, su naturaleza inorgánica dificulta su incorporación en la mayoría de los polímeros sintéticos y otras estructuras. Para solucionar este problema se han desarrollado diferentes metodologías para modificar sus propiedades superficiales y mejorar la compatibilidad entre ambos componentes. En dicha investigación se presentan las diferentes posibilidades para la funcionalización de nanotubos de carbono son: funcionalización no covalente, funcionalización en sitios de defecto, ensamblaje de moléculas y funcionalización covalente.⁶

En 2011, la investigadora Teresa Campo Perfecta realiza un estudio de caracterización, síntesis y aplicaciones de nanotubos de carbono. En la investigación se incluyen dos procedimientos específicos para obtener nanotubos de carbono para diferentes aplicaciones. El primer método consiste en una deposición mediante "sputtering" a través de máscaras nanoporosas de óxido de aluminio. El segundo método de deposición selectiva de catalizadores sobre los sustratos utiliza el método de inmersión de la muestra en una disolución que contenga a los catalizadores. En esta investigación se determina que los gases que permiten un crecimiento óptimo de nanotubos de carbono son el hidrógeno y el argón.⁷

⁴ BALANDRÁN-QUINTANA, René R.; MENDOZA-WILSON, Gabriel Ivan; SOTELO-MUNDO, Ana María. *Nanotubos de carbono y bionanotecnología*. p. 3.

⁵ MAHADEVAIAH, Umashankar; TAHAN, Fadi; STORY, Christopher; DOLCI, Stefano; MORENO, Alberto; OPIELA, Kenneth S.; POWERS, Richard. *Transportation research board*. p. 8.

⁶ CRUZ DELGADO, Víctor J. *CONCYTEG: funcionalización de nanotubos de carbono para la preparación de nanocompuestos poliméricos*. p. 35.

⁷ CAMPO PERFECTO, Teresa. *Síntesis y caracterización de nanotubos de carbono y nanohilos de silicio: aplicaciones tecnológicas*. p. 14.

En 2012, el químico Óscar Galao Malo realizó una investigación acerca de las matrices cementicias multifuncionales mediante adición de nanofibras de carbono en el cual engloba una caracterización físico-química y sus aplicaciones prácticas. La investigación se divide en dos partes, la primera en la que se describen las características mecánicas y la durabilidad tales como la velocidad de propagación de ultrasonidos, la resistencia a la compresión, la resistencia a la flexotracción, la densidad y la porosidad de morteros con y sin sustitución de parte del cemento por humo de sílice. Además se estudia la velocidad de hidratación de pastas y la velocidad de corrosión de aceros embebidos en pastas de cemento. La segunda parte analiza la viabilidad de las pastas de cemento con adición de nanofibras de carbono en distintas funciones y aplicaciones prácticas como apantallamiento de ondas electromagnéticas, función térmica mediante adición a infraestructuras variadas, percepción de la deformación y del daño estructural. Mediante la investigación se comprueba que la adición de nanofibras de carbono iguala o mejora el comportamiento mecánico de morteros de cemento, que produce una leve aceleración en el proceso de hidratación de pastas cementicias y que puede implicar un aumento de corrosión de las armaduras embebidas.⁸

En el año 2013, el ingeniero Héctor Manuel Lejía Gutiérrez realiza una tesis de estabilización de nanotubos de carbono de pared simple en agua y en solventes orgánicos a partir de la funcionalización con sales de aril diazonio para obtener el grado de doctorado en Ingeniería Física Industrial. En dicha investigación se determina que el proceso de funcionalización de nanotubos de carbono con sales de aril diazonio es una técnica rápida y económica además de viable para producir nanotubos de carbono funcionalizados covalentemente en grandes cantidades a nivel industrial. Además, al utilizar urea fundida como disolvente es considerado un método ecológico (nanotecnología verde) a comparación de un disolvente ácido. El proceso de funcionalización de los nanotubos de carbono con sales de aril diazonio también ha contribuido a generar una estabilidad en dispersiones coloidales como soluciones acuosas y en disolventes orgánicos sin afectar las propiedades de los SWCNTs o MWCNTs. El objetivo principal de esta investigación fue incrementar las aplicaciones de la ciencia de los materiales especialmente en el reforzamiento

⁸ GALAO, Óscar. *Matrices cementicias multifuncionales mediante acción de nanofibras de carbono*. p. 18.

mecánico de polímeros y el incremento de propiedades eléctricas en celdas solares.⁹

En 2014, la Dra. Malgorzata Lelusz, del Departamento de Materiales de Construcción, de la Facultad de Ingeniería Civil y Química de la Universidad de Bialystock realizó una investigación acerca de la influencia de los nanotubos de carbono sobre morteros de cemento. En dicha investigación se determina que la adición de CNTs al cemento modifica de manera considerable una de sus propiedades más importantes, la resistencia. Para ello, se realizaron diferentes muestras de morteros con concentraciones de CNTs del 0 %, 0,06 % y 0,12 % en porcentaje de masa. Uno de los problemas en la preparación de cemento que contiene CNTs es la apropiada dispersión de masa y la solubilidad de los compuestos en la matriz cementicia, por lo que es necesario utilizar ultrasonificación. El incremento de la resistencia del cemento se observa a partir del séptimo día de curado del mortero con un incremento aproximadamente del 68% en relación a los morteros con 0.06% en peso.¹⁰

En 2016, P. Balaguru realiza una investigación sobre las ventajas y desventajas de trabajar con cemento modificado al añadir partículas a nivel nano. La investigación es publicada por la Universidad de New Jersey de Estados Unidos, bajo el nombre *Nanotecnología y concreto: oportunidades y retos*. Según la investigación, si el cemento tipo portland es preparado con nanopartículas, ese aumenta el nivel de oportunidades de uso tales como utilizar el cemento como adhesivo inorgánico con fibras de carbono, el cemento no es más económico que los polímeros orgánicos, sin embargo es más resistente.¹¹

En octubre de 2017, Pedro De La Peña realiza una investigación sobre la nanotecnología en la arquitectura: el grafeno. En ella establece que el grafeno al ser compatible con distintas matrices, se ha combinado con morteros, hormigones, materiales cerámicos, polímeros, etc. Para aumentar la resistencia de sus estructuras. Durante la hidratación de la pasta de cemento se genera calor, debido a las reacciones exotérmicas que se producen. Las láminas de óxido de grafeno se convierten en una barrera para la propagación de grietas, lo que mejora las propiedades mecánicas del cemento. Se consigue para un refuerzo del 0,05 % en peso de grafeno en la matriz cementicia aumentar la resistencia a la compresión en un 15 % a 33 %.¹²

En marzo de 2018, María Elena Sánchez realiza una investigación sobre el mejoramiento de propiedades mecánicas del concreto con adición de nanotubos

⁹ LEJIA GUTIÉRREZ, Héctor Manuel. *Estabilización de nanotubos de carbono de pared simple en agua y solventes orgánicos a partir de la funcionalización con sales de aril diazonio*. p. 64.

¹⁰ MALGORZATA, Lelusz. *Carbon nanotubes influence on the compressive strength of cement composites*. p. 11.

¹¹ BALAGURU, P. N. *Nanotechnology and concrete: background, opportunities and challenges*. p. 5.

¹² DE LA PEÑA, Pedro Rafael. *La nanotecnología en la arquitectura: el grafeno*, p. 12.

de carbono. La investigación se realiza utilizando como referencia dos tipos de cemento existentes en la ciudad de Arequipa, Perú, siendo estos Yura tipo IP y cemento Wari tipo I. Con las proporciones óptimas encontradas se elaboraron muestras de concreto para hacer ensayos de compresión, tracción, flexión, permeabilidad y módulo de elasticidad.¹³

1.2. Justificación

La nanotecnología tiene múltiples áreas de intervención, en las cuales puede aportar diferentes beneficios para el desarrollo de la ciencia y tecnología.

Los nanotubos de carbono son un recurso muy común que puede utilizarse para mejorar las propiedades físicas y químicas de los distintos materiales, entre ellos el cemento utilizado en construcciones. Las propiedades que pueden mejorarse al añadir nanotubos de carbono incluyen resistividad eléctrica, resistencia a la flexotracción, resistencia a la compresión simple, densidad, tiempo de curado, resistencia a la deformación, entre otras.¹⁴

“La funcionalización de los nanotubos de carbono tiene como objetivo incrementar la afinidad de los tubos y mejorar su reactividad química al interactuar con otras moléculas”.¹⁵ Al incorporar grupos funcionales a los nanotubos de carbono se mejora la afinidad de este tipo de estructuras funcionalizadas a diversos nanomateriales, lo cual a su vez hace que los materiales sean más susceptibles a ser transformados mediante reacciones químicas más sencillas.

La empresa productora de cemento necesita innovar sus productos manteniendo la alta calidad de los mismos. Para innovar sus productos es necesario mejorar las propiedades fisicoquímicas de los mismos involucrando procesos de producción más amigables con el medio ambiente. “La importancia

¹³ SÁNCHEZ, María. *Mejoramiento de propiedades mecánicas del concreto con adición de nanotubos de carbono*. p. 18.

¹⁴ CAMPO PERFECTO, Teresa. *Síntesis y caracterización de nanotubos de carbono y nanohilos de silicio: aplicaciones tecnológicas*. p. 49.

¹⁵ CABELLO ALVARADO, Christian, VALDEZ, Janeth A. *Alternativas para la Funcionalización de NTC's. Aplicación en nanomateriales poliméricos*. p. 121.

de la implementación de un proceso menos dañino al medio ambiente es justificable ya que reduce contaminantes de altas concentraciones (en este caso ácidos corrosivos como ácido clorhídrico y ácido sulfúrico),¹⁶ se reducen costos de tratamiento de desechos y a la vez se puede innovar en los procesos utilizando reactivos más fáciles de tratar.

“Anteriormente se han realizado investigaciones de la funcionalización de nanotubos de carbono con otros diferentes compuestos que atribuyen diferentes características al material sintetizado”.¹⁷ El uso de amidas o derivados de ellas se ha estudiado en polímeros y resinas, sin embargo este estudio se orienta más al efecto que tiene sobre el cemento UGC.

En el presente proyecto se establecerán las variables de control del proceso de la funcionalización de nanotubos de carbono y su adición al cemento tipo portland (UGC) en medios no dañinos para el medio ambiente. Con base en los resultados obtenidos de la caracterización de los nanotubos funcionalizados se realizarán pruebas físicas de resistencia en muestras de cemento.

1.3. Determinación del problema

Actualmente los procesos de producción de los materiales de construcción se ven influenciados por diferentes innovaciones que permiten aumentar la calidad y sus propiedades físicas, químicas y mecánicas. Sin embargo, los diferentes procesos de producción que se utilizan siguen una metodología que

¹⁶ Composites science and technology. *A review of the fabrication and properties of vapor-grown carbon nanofiber/polymer composites*. p. 3.

¹⁷ FANG, Wang. *Effect of aminofunctionalization of multi-walled carbon nanotubes on the dispersion with epoxy resin matrix*. p. 115.

afecta el medio ambiente generando desechos tóxicos peligrosos y alterando la estabilidad de ecosistemas específicos.

¿Cuál es la vía de producción propuesta para replicar materiales que sea de utilidad y apoye el desarrollo sostenible de la población considerando no afectar el medio ambiente?

1.3.1. Definición

Uno de los materiales de construcción más utilizados en Guatemala es el cemento tipo Portland (UGC) debido a su versatilidad para edificación y estructuras.

La empresa productora de cemento requiere de una propuesta innovadora y tecnológica para aumentar la calidad de su producto principal, que cumpla con las especificaciones del cliente y su proceso sea amigable con el medio ambiente

1.3.2. Delimitación

El estudio se enfoca en el análisis de las características físicas, químicas y mecánicas de los nanotubos de carbono funcionalizados tales como: absorción, composición y resistencia a la composición mecánica al ser añadidas a briquetas de cemento.

Para este análisis, se realizará una etapa de muestreo, la cual consistirá en tomar cinco muestras aleatorias de los nanotubos de carbono funcionalizados. Durante ese tiempo se realiza la caracterización de los nanotubos funcionalizados mediante técnicas de difracción de Rayos X (XRD);

espectroscopía infrarroja (FTIR); análisis termogravimétrico (TGA). Luego se tomarán cuatro muestras con diferentes composiciones máxicas de nanotubos de carbono y cemento en briquetas para realizar pruebas de resistencia a la compresión mecánica al finalizar el tiempo de curado. Para esta investigación se utilizarán las siguientes composiciones máxicas de MWCNT's + 2AT en cemento: 0,01 %, 0,03 %, 0,05 % y 0,075 % considerando que el peso promedio de un cubo de cemento en prueba de laboratorio es de 35g.

Con toda la información recopilada, se evalúa el efecto de los nanotubos de carbono funcionalizados con dos aminotiazol en la resistencia a la compresión mecánica de las briquetas de cemento tipo portland en el laboratorio del cemento, CETEC, de Cementos Progreso, utilizando caracterización de XRD, TGA y FTIR.

1.4. Hipótesis

A continuación, se describe detalladamente la hipótesis conceptual y estadística de los ensayos de las probetas de concreto Portland.

1.4.1. Hipótesis conceptual

La resistencia a la compresión mecánica en las briquetas de cemento tipo Portland (UGC) aumenta de manera directamente proporcional en función de las diferentes composiciones de MWCNT's añadidos a su estructura. Este incremento se debe a que las propiedades de funcionalización de los nanotubos de carbono con 2-aminotiazol mejora la solubilidad y por tanto la dispersión de las partículas en las briquetas de cemento, distribuyendo de forma equitativa la resistencia aportada por los nanotubos de carbono.

1.4.2. Hipótesis estadística

- Hipótesis nula:

H0: Las medias de la resistencia a la compresión mecánica en briquetas de cemento tipo Portland (UGC) no varían significativamente en función de las diferentes proporciones de nanotubos de carbono adicionados

$$H_0: \mu_{c_1} = \mu_{c_2} = 0$$

- Hipótesis alternativa

H1: Las medias de la resistencia a la compresión mecánica en briquetas de cemento tipo Portland (UGC) varía significativamente en función de las diferentes proporciones de nanotubos de carbono adicionados.

$$H_1: \text{al menos una } \mu_{c_1} \neq 0$$

2. MARCO TEÓRICO

2.1. Historia de la nanotecnología

Richard Feynman fue el primero en hablar de nanociencia y nanotecnología, en el célebre discurso que dio en Caltech (Instituto Tecnológico de California) titulado *There's Plenty of Room at the Bottom*: Feynman propuso la idea de manipular la materia partiendo desde los átomos. con el fin de elaborar materiales comunes que ocuparan una escala muy pequeña para facilitar su uso y beneficiar en diversos aspectos al desarrollo de la ciencia y la tecnología.¹⁸

En 1970, se utiliza el término nanotecnología por primera vez, el cual se define como la comprensión, control y reestructuración de materia con tamaños generalmente menores de un micrómetro para crear materiales con nuevas propiedades. Sin embargo, es normal que el concepto de nanotecnología se utilice también para describir a cualquier rama de la ciencia en la que intervienen partículas de tamaño muy pequeño.¹⁹

“Una característica específica de la nanotecnología es que los compuestos son influenciados por efectos cuánticos y por ende sus propiedades físicas y químicas son distintas cuando se trabaja en dicha escala, entre estas se encuentran: conductividad eléctrica, resistencia, elasticidad, reactividad, porosidad, tensión, solubilidad, dispersión coloidal, entre otras”.²⁰

“En los últimos años la nanotecnología ha revolucionado notablemente diferentes áreas como medicina, industria metal-mecánica, polímeros, etc. El uso de la nanotecnología se aplica a la resolución de problemas reales

¹⁸ FEYNMAN, Richard P. *There's plenty of room at the bottom*, Engineering and science. p. 128.

¹⁹ GALAO, Óscar. *Matrices cementicias multifuncionales mediante adición de nanotubos de carbono*. p. 8.

²⁰ LEIJA GUTIÉRREZ, Héctor Manual. *Estabilización de nanotubos de carbono de pared simple en agua y en solventes orgánicos a partir de la funcionalización con sales de aril diazonio*. p. 12.

encontrando alternativas vanguardistas tomando en cuenta el medio ambiente y el hombre".²¹

2.2. Nanotubos de carbono

Entre los nanomateriales más estudiados se encuentran las estructuras tubulares (nanotubos), debido a su alta relación de aspecto, estos pueden ser considerados como materiales de una dimensión, ideales como agentes de refuerzo y estructuras conductoras de electricidad entre otras aplicaciones. Los principales nanotubos trabajados hasta la fecha consisten en nanotubos de carbono, silicato, dióxido de titanio y nitruro de boro.²²

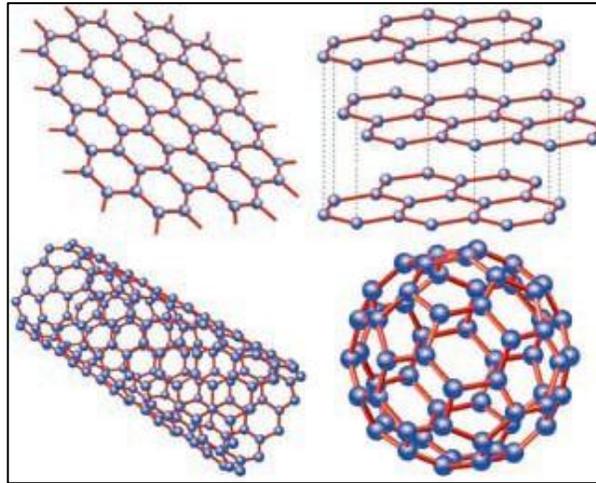
El carbono presenta una amplia variedad de formas alotrópicas con diversas propiedades físicas y químicas, entre ellas se encuentra el diamante, el grafito, fullereno, grafeno y nanotubos de carbono.

En 1985 el descubrimiento de los fullerenos por Kroto y colaboradores; los nanotubos de carbono en 1991 por Lijima y del grafeno en 2004 por Geim y Novoselov ha originado nuevos campos de investigación en física y química encaminados a estudiar las inusuales propiedades asociadas a cada uno de estos nanomateriales. El conocimiento de estas propiedades ha creado numerosas expectativas en cuando a las posibles aplicaciones de estas nuevas formas alotrópicas de carbono.

²¹ CABELLO ALVARADO, Christian Javier. *Alternativas para la funcionalización de NTC's. Aplicación en nanomateriales poliméricos.* p. 135.

²² GIRALDO, Luis Fernando. *Síntesis y funcionalización de nanotubos de carbono y silicato.* p. 27.

Figura 1. **Formas alotrópicas del carbono, en la primera fila una lámina de grafeno y diamante, en la segunda fila un nanotubo de carbono y un fullereno**



Fuente: ARIZA, Andrés. *Estado del arte uso de nanotubos de carbono para la mejora de las propiedades en los concretos*. p. 28.

2.3. Tipos de nanotubos de carbono

“Los nanotubos de carbono tuvieron un gran impacto, debido a sus propiedades como alto módulo y conductividad eléctrica. Los nanotubos de carbono pueden ser considerados como macromoléculas cilíndricas de hojas de grafeno, los cuales pueden ser de simple (SWCNTs) o múltiple pared (MWCNTs)”.²³

“Los nanotubos de carbono de múltiple pared son aquellos formados por capas concéntricas o láminas de grafeno, generalmente entre 5 y 20, con una

²³ CRUZ DELGADO, Víctor J. *CONCYTEG: funcionalización de nanotubos de carbono para la preparación de nanocompuestos poliméricos*. p. 47.

separación entre láminas de aproximadamente 0.34 nm. Los nanotubos de carbono de pared simple tienen únicamente una capa enrollada”.²⁴

Los nanotubos de carbono se caracterizan por sus pequeñas dimensiones y su estructura gráfica. Algunos autores definen la estructura de un nanotubo de carbono como un fullereno alargado.

2.4. Clasificación de SWCNT: índices Hamada

“Los nanotubos de carbono presentan propiedades diferentes que dependen del diámetro y el ángulo quiral llamado también ángulo de helicidad, de estos dos parámetros nacen los llamados índices de Hamada, que son un par de números enteros que describen el número de vectores unitarios a lo largo de las direcciones de los ejes quirales”.²⁵

Como resultado del plegamiento de la lámina de grafeno se obtiene un material constituido por elementos con aspecto de tubo que se caracteriza por un diámetro pequeño comparado con la longitud. Estudios efectuados mediante microscopía electrónica demuestran que pueden observarse tres tipos de arreglos de nanotubos de carbono atendiendo la configuración o direccionalidad de la lámina de grafeno que constituye el bloque central o estructura cilíndrica de los nanotubos. Se distinguen dos estructuras acilares denominadas armchair y zigzag; y una estructura helicoidal denominada chiral.²⁶

- Nanotubos zigzag: ($n=0$ y $m=0$), entonces se tendrá el siguiente vector: ($n,0$) o ($0,m$) y su ángulo quiral es de 0. El nombre zigzag es debido a que los extremos de estos nanotubos terminan en esa forma. Los nanotubos de tipo zigzag son en su mayoría semiconductores, or lo que no conducen la electricidad fácilmente y por esta razón suelen ser

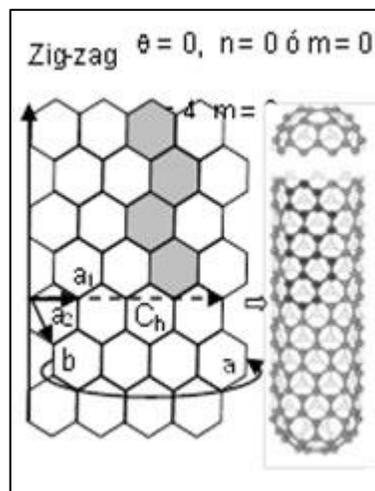
²⁴ LEIJA GUTIÉRREZ, Héctor Manuel. *Estabilización de nanotubos de carbono de pared simple en agua y en solventes orgánicos a partir de la funcionalización con sales de aril diazonio*. p. 18.

²⁵ RIVAS MARTÍNEZ, María Jesús. *Aplicaciones actuales y futuras de los nanotubos de carbono*. p. 124.

²⁶ ARIZA, Andrés. *Estado del arte uso de nanotubos de carbono para la mejora de las propiedades en los concretos*. p. 63.

utilizados para fabricar transistores de efecto de campo. Se ha demostrado que es posible construir transistores tipo FET utilizando únicamente nanotubos de carbono.

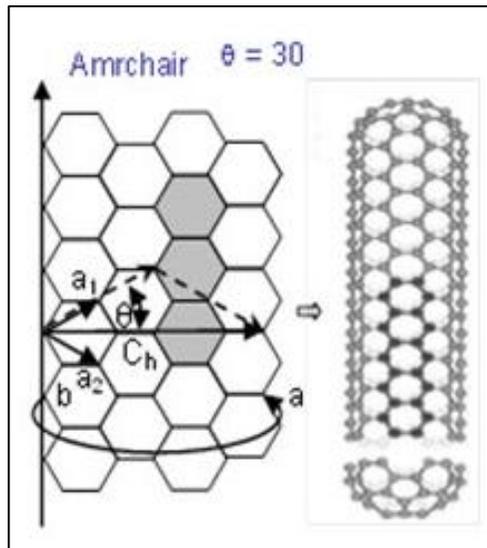
Figura 2. **Nanotubo de carbono de tipo zigzag y sus respectivos índices Hamada**



Fuente: ARIZA, Andrés. *Estado del arte uso de nanotubos de carbono para la mejora de las propiedades en los concretos*. p. 28.

- Nanotubos armchair: ($n=m$), entonces se tendrá el siguiente vector (n,n) y su ángulo quiral es de 30° . Los nanotubos de tipo armchair reciben su nombre por la forma que presentan los extremos del nanotubo. Todos los nanotubos armchair se comportan como metales, es decir que conducen la electricidad fácilmente y suelen utilizarse en la fabricación de pantallas transparentes y flexibles.

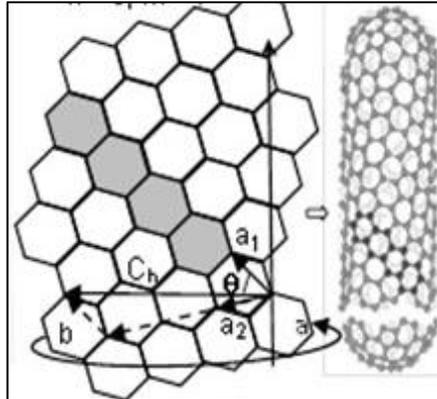
Figura 3. **Nanotubo de carbono de tipo armchair y sus respectivos índices Hamada**



Fuente: ARIZA, Andrés. *Estado del arte uso de nanotubos de carbono para la mejora de las propiedades en los concretos*. p. 28.

- Nanotubos quiral: ($n > m > 0$, por tanto (n, m) , su helicidad de $0^\circ < \text{ángulo} < 30^\circ$). Los nanotubos de tipo quiral se caracterizan porque los extremos de los nanotubos no terminan de forma regular. Este tipo de nanotubos pueden ser metálicos o semiconductores.

Figura 4. **Nanotubo de carbono de tipo chiral con sus respectivos índices Hamada**



Fuente: ARIZA, Andrés. *Estado del arte uso de nanotubos de carbono para la mejora de las propiedades en los concretos*. p. 28.

2.5. **Propiedades de los nanotubos de carbono**

Los nanotubos de carbono con diferente estructura o quiralidad presentarán distribuciones electrónicas distintas distribuciones electrónicas distintas y por consiguiente propiedades químicas y físicas diferentes.

“Los nanotubos se caracterizan por tener áreas superficiales elevadas y unas excelentes propiedades eléctricas (conductoras), químicas y mecánicas. Quizá una de las propiedades más destacables de los nanotubos de carbono es que poseen una elasticidad mayor que cualquier otro compuesto conocido”.²⁷

²⁷ RIVAS MARTÍNEZ, María Jesús. *Aplicaciones actuales y futuras de los nanotubos de carbono*. p. 88.

2.5.1. Propiedades eléctricas

Los nanotubos de carbono pueden funcionar como estructuras de complejidad electrónica, ya que con base en su tamaño, diámetro, quiralidad y número de capas pueden comportarse como un material semiconductor o bien como un material con una elevada conductividad.

“Los nanotubos de elevada conductividad se podrían utilizar para el estudio de efectos cuánticos fundamentales en una dimensión, así como para la búsqueda de aplicaciones prácticas de informática cuántica molecular”.²⁸

Los nanotubos pueden llegar a transportar corriente en cantidades aproximadamente de mil millones de amperios sobre metro cuadrado. Esta propiedad no depende de la longitud del nanotubo, a diferencia de lo que ocurre con los metales.

Las características únicas de los nanotubos de carbono se deben al confinamiento del *quantum* de los electrones normales al eje del nanotubo; poseen dos niveles disponibles para que los electrones se propaguen dentro de ellos por lo que transportan electrones. En el caso de los nanotubos quirales, los hexágonos tienen un cierto ángulo con respecto al eje del tubo y este tipo de conformación dificulta el paso de los electrones a los estados o bandas de conducción. Aproximadamente, solo un tercio de los nanotubos presenta conductividad apreciable en función del ángulo de torsión. Los nanotubos de carbono de pared simple son metales solamente si cumplen con la condición $n - m = 3i$, en donde i indica un número entero no nulo. La diferencia entre n y m

²⁸ ARIZA Andrés. *Estado del arte uso de nanotubos de carbono para la mejora de las propiedades en los concretos*. p. 35.

debe ser múltiplo de 3, en caso contrario el nanotubo de carbono será semiconductor.

2.5.2. Propiedades mecánicas

Los enlaces entre átomos carbono-carbono es la unión química más fuerte, y al unificar los nanotubos de carbón con otros compuestos se hace notorio el incremento del esfuerzo en estos nuevos materiales formados. Algunos de los parámetros importantes que caracterizan las propiedades mecánicas de los nanotubos de carbono incluyen sus constantes elásticas, su módulo de Young, la proporción de Poisson, la dureza, la resistencia a la tensión y compresión.²⁹

El módulo de Young está directamente relacionado con la cohesión de un sólido y, por consiguiente, a la vinculación química de los átomos que lo constituyen, por lo que se relaciona con a fuerza de enlace sp². El módulo de Young de un nanotubo de carbono SWCNT no depende del diámetro del nanotubo ni de su quiralidad, sin embargo su valor puede oscilar entre 1.3 y 1.8 terapascales. Este dato implica que un cable de 1cm² de grosor formado por nanotubos podría aguantar un peso de 1500 toneladas³⁰.

El módulo de Young para un MWCNT es dependiente en el grado de orden dentro de las paredes del tubo.

²⁹ MALAGÓN, Martha L. *Obtención de fibras y gránulos de carbono para la inmovilización de enzimas*. p. 29.

³⁰ *Mechanical and electrical properties of nanotubes*. <https://www.annualreviews.org/doi/10.1146/annurev.matsci.32.112601.134925>. Consulta: 14 de mayo de 2018.

Tabla I. **Propiedades físico-mecánicas de nanotubos y otros materiales**

Material	Modulo Elástico (GPa)	Resistencia a la cedencia (%)	Densidad (gr/cm ³)	Relación dureza / peso
SWCNT	542	65	1.4	462
MWCNT	400	2.7	1.8	15
Fibra de grafito	152	2.1	1.6	13
Titanio	103	0.9	4.5	2
Aluminio (2024)	69	0.5	2.7	2
Acero (1050)	207	0.8	7.8	1

Fuente: Mechanical and electrical properties of nanotubes. <https://www.annualreviews.org/doi/10.1146/annurev.matsci.32.112601.134925>. Consulta: 14 de mayo de 2018.

2.5.3. Propiedades térmicas

Las propiedades térmicas no han sido estudiadas como las propiedades eléctricas o mecánicas debido, a que las técnicas para evaluar aún están en desarrollo. Entre las propiedades térmicas se encuentran la conductividad térmica y el calor específico. “En altas temperaturas se espera que el calor específico del nanotubo simple sea similar al del grafeno bidimensional con una dependencia lineal con la temperatura”.³¹

La razón para la conductividad térmica alta se basa en la teoría cinética molecular y el módulo de Young muy alto. La conductividad térmica en

³¹ CAMPO PERFECTO, Teresa. *Síntesis y caracterización de nanotubos de carbono y nanohilos de silicio: aplicaciones tecnológicas*. p. 58.

comparación a las propiedades eléctricas, no dependen de la quiralidad o de su geometría atómica, a baja y a normal temperatura. Los nanotubos de carbono son estables térmicamente resistiendo temperaturas de 2 800 °C en el vacío y 750 °C en aire sin descomponerse. Las propiedades térmicas de los nanotubos pueden modificarse encapsulando metales o gases en su interior.

2.6. Aplicaciones de nanotubos de carbono

Al tener propiedades diversas, los nanotubos de carbono son compuestos muy versátiles que pueden utilizarse en una amplia gama de ramas de la ciencia y tecnología. Debido a que los nanotubos poseen altas relaciones de forma, excelentes propiedades electrónicas y mecánicas es común encontrar su empleo en refuerzos de matrices poliméricas, matrices cementicias, en electrónica, sensores, instrumentación científica, materiales, biotecnología y química, energía y mecánica.

- **Nanocircuitos**

El carácter metálico o semiconductor de los nanotubos de carbono los hace interesantes para su aplicación en nanocircuitos. Así los conductores pueden ser empleados como interconectores o nanocables y los semiconductores pueden utilizarse para desarrollar ciertos dispositivos como diodos y transistores. El hecho de que los nanotubos semiconductores puedan tener distintas conductividades abre un extenso abanico de posibilidades para la fabricación de múltiples tipos de nanodispositivos.

- **Pantallas planas**

Las pantallas planas son una de las aplicaciones más prometedoras de los nanotubos de carbono como emisores de campo. Durante mucho tiempo se ha pensado en la emisión de campo para las pantallas planas de televisores y ordenadores pero siempre se ha tropezado con el problema de que los emisores son extremadamente delicados. Los nanotubos de carbono con su extraordinaria estabilidad estructural pueden ser la solución a dicho problema ya que presentan menor consumo, mayor brillo, mayor ángulo de visión y rápida respuesta a comparación de los LCD.

- **Memorias**

Las memorias fabricadas con nanotubos de carbono podrian ser una alternativa interesante a las actuales memorias RAM de los ordenadores. Las memorias son no volátiles, más rápidas, baratas, resistentes a la radiación, vida casi ilimitada, con gran capacidad de almacenamiento de datos y con menor consumo que las actuales.

- **Sensores mecánicos**

Se utilizan para detectar fuerzas de todo tipo y medirlas. Actualmente existen sensores acústicos, de flujo, de velocidad y de masa. Los nanotubos de carbono pueden ser utilizados como sensores mecánicos ya que al ser sometidos a una fuerza se producen pequeños desplazamientos en su estructura atómica y se alteran sus propiedades eléctricas. Así, al presionar, retorcer o curvar un nanotubo se produce cambios en su resistencia.

- **Materiales**

Los nanotubos de carbono pueden ser la base para la formación de nuevos materiales. Existen dos vías, formar heces o bien mezclar con otro compuesto en la que parte de su composición tenga alguna dimensión nanométrica.

En el caso del cemento Portland algunos pocos investigadores han empezado a probar mezclas con nanosílice, nanoalúmina, óxidos de hierro y de titanio nanométricos, cenizas de magnetita, nanotubos de carbono y cenizas volantes ultrafinas para evaluar fundamentalmente el desempeño físico y mecánico de los cementos adicionados con estas nanopartículas contra cementos que no tienen aditivos.³²

2.7. Ética ambiental y nanotecnología verde

La ética ambiental nace como respuesta a la degradación del entorno de la vida humana en la actualidad, tomando como referencia los valores y principios de una ética aplicada a diferentes sectores profesionales que inciden de manera directa con su actividad en el medio. La ética ambiental busca el crecimiento y el desarrollo humano apoyando en general el uso de tecnologías que aumenten la actividad industrial.

Cuando se habla de sustentabilidad química hay que considerar cómo los productos químicos afectan el medio ambiente. La producción tradicional de nanopartículas utiliza frecuentemente materiales tóxicos como son los solventes y

³² RIVAS MARTÍNEZ, María Jesús. *Aplicaciones actuales y futuras de los NTC*. 188.

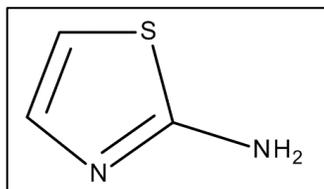
surfactantes para producir nanopartículas las cuales son un grupo diverso que van desde metales hasta óxidos metálicos. Una de las mayores preocupaciones que se tiene es la acumulación de estos materiales tóxicos en el medio ambiente que podrían afectar a todos los organismos y por consiguiente cambiar el equilibrio ecológico de un ecosistema en particular.³³

Una nueva forma de preparar nanopartículas ha iniciado a utilizarse en la nanotecnología; en él se utilizan plantas o solventes orgánicos más estables para producir dichas partículas, a estos nuevos métodos se le llama nanotecnología verde. Se han desarrollado diferentes estrategias que incluyen plantas para síntesis de nanopartículas a través de una biomediería. Otra manera para sintetizar directamente las nanopartículas es mediante el uso del extracto acuoso de plantas. Estos extractos acuosos son soluciones que contienen uno o más ingredientes activos de una planta específica.

2.8. Sales de diazonio (2-aminotiazol)

Grupo de compuestos orgánicos, cuya estructura general es $R-N_2X^-$, donde R puede ser cualquier residuo orgánico, un alquilo o un arilo, y X^- habitualmente un anión haluro.

Figura 5. Estructura molecular del 2-aminotiazol (una sal de diazonio)



Fuente: LEJÍA GUTIÉRREZ, Héctor Manuel. *Estabilización de MWCNT's a partir de la funcionalización con sales de aril diazonio*. p. 154.

³³ LEIJA GUTIÉRREZ, Héctor Manuel. *Estabilización de nanotubos de carbono de pared simple en agua y en solventes orgánicos a partir de la funcionalización con sales de aril diazonio*. p. 154.

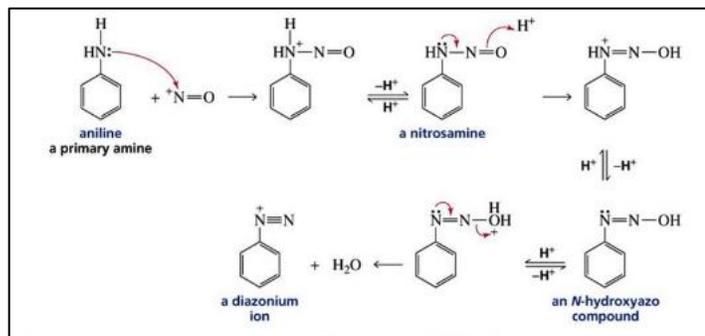
Las sales de diazonio son un grupo de compuestos orgánicos cuya estructura general es $R-N_2X$, donde R puede ser cualquier residuo orgánico, un alquilo o un arilo y X habitualmente un anión haluro. Las sales de diazonio alifáticas son muy inestables y no tienen aplicación práctica, en cambio, las sales de diazonio aromáticas se han utilizado como importantes intermedios en la síntesis de colorantes.

El método más importante de preparación de las sales de diazonio aromáticas es el tratamiento de aminas aromáticas primarias, como por ejemplo la anilina, con nitrito de sodio en presencia de un ácido mineral, por ejemplo ácido clorhídrico. En solución acuosa estas sales son inestables a temperaturas superiores a los 5 °C, por lo que se emplea un baño de hielo durante la síntesis. A este proceso se le conoce como diazotación. No son aisladas y se emplean una vez preparadas inmediatamente "in situ".³⁴

La ruta sintética para la funcionalización de los nanotubos requiere la preparación de las sales de aril diazonio. Estas se obtienen mediante el proceso de diazotación. La reacción fue descubierta por Peter Griess en 1860. Esta reacción tiene lugar entre una amina primaria aromática (anilina) y el ion nitrosonio derivado del $NaNO_2$ en presencia de HCl o H_2SO_4 . El 2-aminotiazol es una sal producida a partir de anilina.

³⁴ LEIJA GUTIÉRREZ, Héctor Manuel. *Estabilización de nanotubos de carbono de pared simple en agua y en solventes orgánicos a partir de la funcionalización con sales de aril diazonio*. p. 159.

Figura 6. **Mecanismo de diazotación**



Fuente: LEJÍA GUITIÉRREZ, Héctor Manuel. *Estabilización de MWCNT's a partir de la funcionalización con sales de aril diazonio*. p. 163.

2.9. Técnicas de caracterización

Obtención de información a partir de la respuesta de un material al ser perturbado por una señal. (caracterización análisis instrumental).

2.9.1. Difracción de rayos X

En 1913 Moseley demostró la extremadamente simple relación entre el número atómico Z y la recíproca de la longitud de onda λ para cada línea espectral perteneciente a una serie de líneas de emisión para cada elemento en la tabla periódica. Esta relación está expresada como

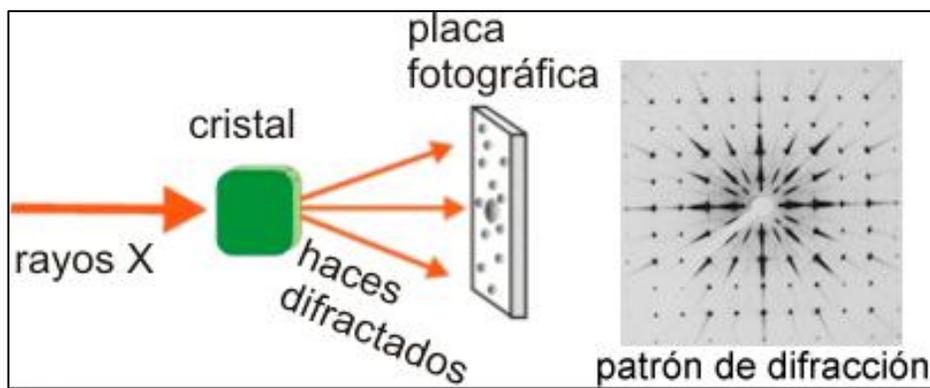
$$\frac{c}{\lambda} = a (Z - \sigma)^2 \quad (\text{Ecuación 1})$$

En donde a es una constante de proporcionalidad cuyo valor depende de la serie particular. Pocas características de absorción o de emisión aparecen o están asociadas con un espectro de rayos X. La relativa simplicidad del espectro de rayos X característico se explica por el número limitado de niveles de energía en el átomo, junto con ciertas transiciones prohibidas y excepto en elementos muy

ligeros, por la asociación de los electrones interiores de un átomo más bien que las valencias de electrones.³⁵

Cada átomo en un cristal tiene el potencial para dispersar un haz de rayos X incidente en él. La suma de todas las ondas dispersadas en el cristal da por resultado el haz de rayos X, siendo difractado de cada plano de cristal permitido. Toda sustancia cristalina dispersa los rayos X en su propio patrón de difracción único, produciendo una huella de su estructura atómica y molecular. La intensidad de cada reflexión forma la información básica requerida en el análisis de la estructura del cristal. Una característica única de difracción de rayos X es que los componentes se identifican como compuestos específicos.

Figura 7. **Esquema general de metodología difracción de rayos X**



Fuente: HOBART H., Williard. *Métodos instrumentales de análisis*. p. 145.

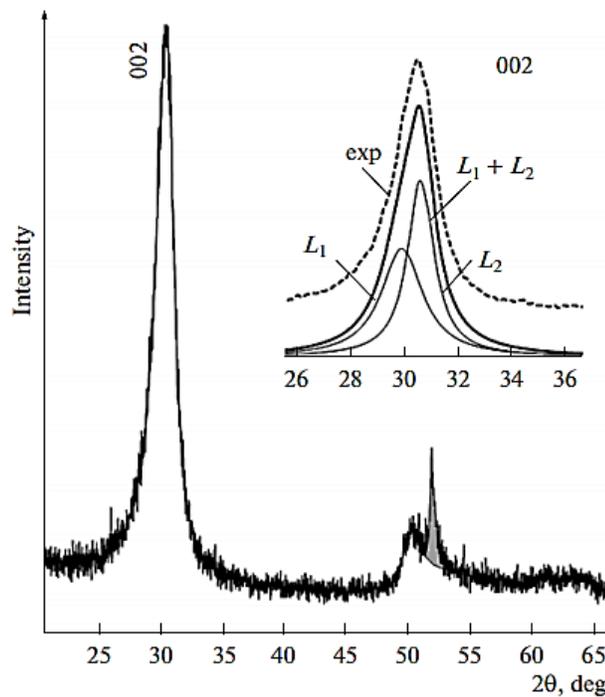
La difracción de rayos X es adaptable para aplicaciones cuantitativas porque las intensidades de los picos de difracción de un compuesto dado en una mezcla son proporcionales a la fracción del material en la mezcla. Las correcciones frecuentemente se hacen necesarias por las diferencias en los coeficientes de absorción entre el compuesto que está siendo determinado y la matriz. Las

³⁵ BORJAS RAMOS, José Javier. *Caracterización de nanofibras de carbón modificadas superficialmente con plasma de etileno*. p. 132.

orientaciones preferidas deben evitarse. Los estándares internos ayudan a mejorar las correcciones y posibles dificultades.³⁶

Los patrones de difracción de los compuestos que se utilizarán en esta investigación son la referencia para comparar las mediciones que se realizarán durante la caracterización. En este caso los patrones serán de polvos.

Figura 8. **Patrón de difracción de rayos X para polvos de MWCNT's sin funcionalizar. Referencia: Preparación y estructura de MWCNT's, Chelyabinsk State Pedagogical University**

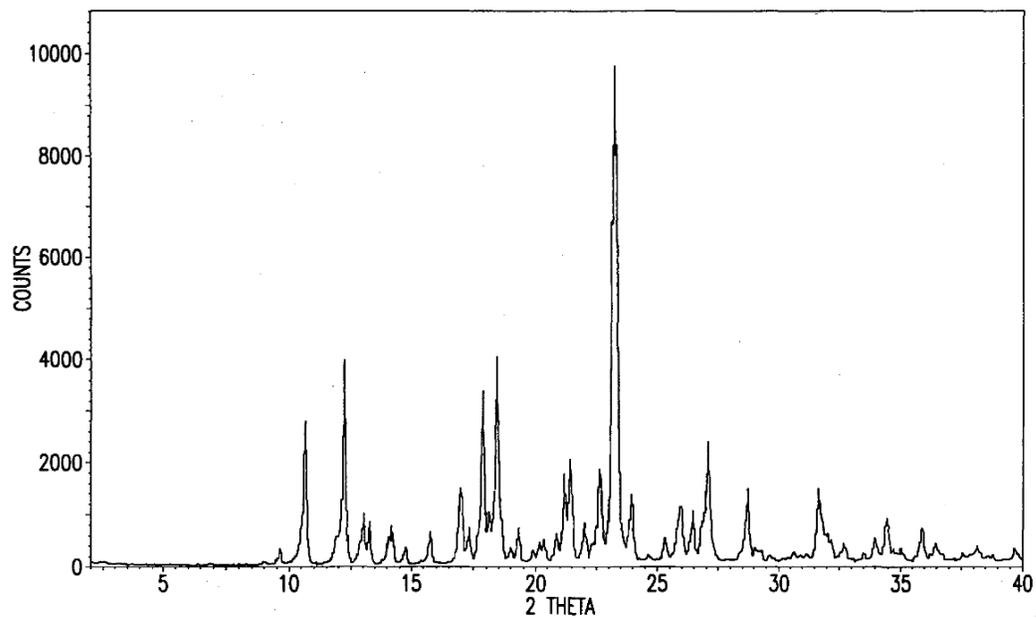


Posición ($^{\circ}2\theta$)	Área (cts $^{\circ}2\theta$)
25,000	255,120
38,300	25,940
44,000	15,240
52,030	105,520

Fuente: Chelyabinsk State Pedagogical University. Preparación y estructura de MWCNT's.
<https://www.4icu.org/reviews/3970.htm>. Consulta: 14 de junio de 2018.

³⁶ HOBART H., Williard. *Métodos instrumentales de análisis*. p. 165.

Figura 9. Patrón de difracción de rayos X para polvos de 2-Aminotiazol. Referencia: Active salt form with tyrosine kinase activity; thiazole derivatives and pharmaceutical composition comprising the same



Posición ($^{\circ}2\theta$)	Área (cts $^{\circ}2\theta$)
11,500	144,680
14,830	112,729
18,750	168,118
21,000	109,599
24,750	202,172
27,630	113,341

Fuente: Active salt form with tyrosine kinase activity; thiazole derivatives and pharmaceutical composition comprising the same. <https://patents.google.com/patent/US20040023978>. Consulta:

14 de junio de 2018.

2.9.2. Espectroscopía Raman

El espectro Raman está relacionado con el espectro de absorción infrarrojo, sin embargo surge de una manera muy diferente y así proporciona una información complementaria.

El espectro Raman se origina cuando un haz de radiación monocromática excitada pasa a través de un medio transparente que contiene moléculas capaces de soportar un cambio en su polarizabilidad. Algunos de los fotones incidentes chocan con moléculas de la muestra. La mayoría de las colisiones son elásticas (dispersión de Rayleigh) en el sentido de que la frecuencia de la luz esparcida no cambia con la frecuencia de la radiación incidente. Sin embargo, una pequeña fracción de las colisiones no es elástica e involucra un intercambio de energía entre el dispersor y el fotón incidente.³⁷

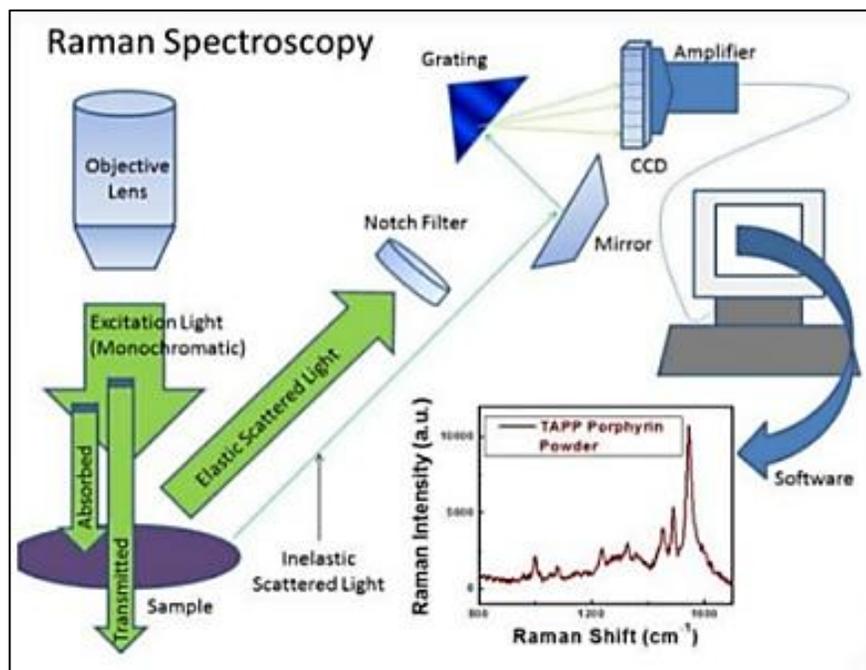
Un espectro Raman consiste en un grupo de líneas reposando en el lado largo de la longitud de onda de la línea excitante muy intensa. Como el espectro Raman es característico de la molécula dispersante, tanto en la desviación del número de onda como en las intensidades de diversas líneas, puede utilizarse como cualquier otra propiedad física como un medio de identificación. Una característica valiosa de un espectro Raman, desde el punto de vista de la configuración o forma de la molécula es el comportamiento hacia la luz polarizada.³⁸

Para mezclas en las cuales los componentes son todos del mismo tipo molecular, existe una proporcionalidad directa entre el coeficiente de dispersión y la fracción del volumen del compuesto presente. Para mezclas de tipo disímil, los desplazamientos Raman variarán a lo largo de los diversos compuestos, y se registrará una amplia banda en la posición característica de estos tipos de ligaduras. Los coeficientes de dispersión basados en la altura del pico registro, no pueden emplearse en estas condiciones. Sin embargo, se puede usar el área sobre el pico registrado como una medición de la intensidad de dispersión.

³⁷ YANG, Yingkui. *Multiwalled carbon nanotubes functionalized by hyperbranched poly (urea-urethane)s by a one-pot polycondensation*. p. 18.

³⁸ CHEN, Changlun. *Oxygen functionalization of multiwall carbon nanotubes by microwave-excited Surface-wave plasma treatment*. p. 114.

Figura 10. Esquema general de espectroscopía Raman



Fuente: CHEN, Changlun. *Oxygen functionalization of multiwall carbon nanotubes by microwave-excited Surface-wave plasma treatment*. p. 114.

2.9.3. Absorción de la radiación infrarroja

La mayoría de los materiales orgánicos e inorgánicos demuestran absorción y en todos, excepto en algunos casos, esta absorción incluye varias longitudes de onda características. De hecho, el espectro infrarrojo es una de las propiedades más características de un compuesto. Provee una huella para su identificación y una poderosa herramienta para el estudio de la estructura molecular. Correlaciones empíricas de grupos vibracionales con bandas de absorción específicas, ofrecen la posibilidad de una identificación química acoplada con mediciones de intensidad, de determinaciones cuantitativas.³⁹

En muchos casos, la interpretación del espectro infrarrojo sobre la base de frecuencias características no será suficiente para permitir una identificación

³⁹ GIRALDO M., Luis Fernando. *Síntesis y funcionalización de nanotubos de carbono y silicato*. p. 215.

positiva de un desconocido total, pero se puede deducir el tipo y clase del compuesto.

La polaridad y la constante fuerza de cualquier grupo funcional serán relativamente independientes del resto de la molécula. Como resultado, la intensidad de la absorción como una base por molécula y la longitud de onda, son esencialmente invariables a lo largo de los miembros de las series de homólogos, excepto en los primeros miembros. Así, es posible determinar el contenido total molar de un grupo funcional particular.⁴⁰

2.9.4. Espectrometría de masa

El primer espectrómetro de masa data desde el trabajo hecho en Inglaterra por J. J. Thompson en 1912 y por F. W. Aston en 1919; pero, el instrumento que sirvió como modelo para los más recientes fue construido en 1932. El espectrómetro de masas produce iones cargados que consisten del ion progenitor y de los fragmentos iónicos de la molécula original, y separa estos iones de acuerdo con su proporción de masa/carga.⁴¹

El espectro de masa es un registro de los números de las diferentes clases de iones -Los números relativos de cada uno son característicos para todos los compuestos, incluyendo los isómeros-. Unos cuantos décimos de miligramo o menos de muestra son suficientes siempre y cuando el material pueda existir en estado gaseoso a la temperatura y presión existentes en la fuente de iones.

El sistema empleado en el análisis cuantitativo por medio de la espectrometría de masa es básicamente el mismo empleado en la espectrometría de absorción infrarroja. Los espectros se registran para cada componente; por consiguiente, debe haber disponibles muestras de cada componente en un estado bastante puro. La intensidad de las líneas de cualquier elemento a la misma concentración

⁴⁰ WILLARD, Hobart H. *Métodos instrumentales de análisis*. p. 135.

⁴¹ ESPITÍA, Amelia. A.; LAFONT, Jennifer J. *Cinética y mecanismo de descomposición térmica del nipecotato de etilo e isonipecotato de etilo*. p. 14.

atómica es aproximadamente igual para la mayoría de sus componentes facilitando el análisis cuantitativo.⁴²

2.9.5. Análisis termogravimétricos

Los análisis termogravimétricos comprenden cambios en peso de un sistema bajo investigación, conforme la temperatura se incrementa a una velocidad predeterminada. En años recientes ha aumentado el interés en la termogravimetría debido a la disponibilidad comercial de termobalanzas automáticas de registro continuo, las cuales son fuertes, confiables y exactas. En la termogravimetría dinámica, una muestra se sujeta a condiciones de una continua elevación de temperatura, generalmente lineal con el tiempo, en tanto que en la termogravimetría isotérmica o estática la muestra se mantiene a una temperatura constante por un período de tiempo, durante el cual se anotan todos los cambios en peso.⁴³

La aplicación más difundida del análisis termogravimétrico ha sido en la investigación de procedimientos analíticos: en la investigación de las formas adecuadas de pesado para muchos elementos, prueba de materiales que son estándares reales o potenciales y en la aplicación directa de la técnica para determinaciones analíticas.

2.10. Funcionalización de nanotubos de carbono

“La funcionalización de nanotubos de carbono es un área de crecimiento dentro del campo de la nanotecnología que tiene como objetivo incrementar la afinidad de los tubos y mejorar su reactividad química con otras moléculas. Para llevar a cabo lo anterior, se han empleado diversas técnicas las cuales pueden agruparse en dos categorías: funcionalización no covalente y covalente”.⁴⁴

⁴² GALAO, Óscar. *Matrices Cementicias Multifuncionales mediante adición de nanofibras de carbono*. p. 148.

⁴³ WILLARD, Hobart H. *Métodos instrumentales de análisis*. p. 118.

⁴⁴ HIRSH, Tsan Dai. *Funcionalización de nanopartículas*. p. 103.

2.10.1. Funcionalización covalente

“La incorporación de grupos funcionales covalentemente unidos a la superficie de los nanotubos de carbono ha permitido incrementar la afinidad de este tipo de nanoestructuras con otros materiales, ya que, una vez incorporado el grupo funcional, es susceptible de ser transformado en otro grupo funcional a través de subsecuentes reacciones químicas”.⁴⁵

Hasta el momento ha sido difícil tener un control adecuado de la cantidad y posición de estos grupos funcionales sobre el nanotubo. Por otro lado, se ha demostrado que para formar un enlace covalente se requiere la ruptura de enlaces en las paredes de los nanotubos bajo condiciones de reacción drásticas como las empleadas en la purificación mediante ácidos concentrados. Lo anterior puede causar daño permanente en las paredes del nanotubo y disminuir su desempeño en las aplicaciones en que sean utilizados.

La funcionalización covalente de nanotubos de carbono ha permitido formar una variedad de grupos funcionales, a través de reacciones de derivación un grupo funcional de tipo ácido carboxílico (-COOH) puede ser convertido en amida (-CO-NH), éster (-CO-OCH) o tiol (-CH-SH). El tratamiento de nanotubos de carbono con especies reactivas derivadas del cloro, flúor y bromo (halogenación) ha mostrado ser un procedimiento útil para la funcionalización covalente de nanotubos de carbono.⁴⁶

2.10.2. Funcionalización no covalente

Este método de funcionalización puede considerarse como un método no destructivo que permite conservar intactas las propiedades intrínsecas de los nanotubos de carbono. Para tal efecto, se han empleado surfactantes, biomoléculas como la estreptavidina y el ADN. Se ha encontrado que estas

⁴⁵ HIRSH, Tsan Dai. *Funcionalización de nanopartículas*. p. 103.

⁴⁶ CRUZ DELGADO, Víctor J. *Funcionalización de nanotubos de carbono para la preparación de nanocompuestos poliméricos*. p. 114.

moléculas pueden adsorberse sobre la superficie de MWCNT presumiblemente a través de interacciones electrostáticas. En el caso específico del ADN se ha reportado que pueden envolver a los nanotubos debido a su conformación helicoidal. Lo anterior ha permitido funcionalizar a los nanotubos sin destruir su estructura.

Otro grupo de moléculas que pueden interactuar de manera no covalente con los nanotubos de carbono son las moléculas basadas en anillos aromáticos de 6 miembros o poliaromáticas, las cuales incluyen al benceno, ciclohexano, benzoquinonas y pireno entre otras. En este caso se ha reportado que la adsorción de estas moléculas sobre la superficie de los nanotubos se debe al acoplamiento de las nubes de electrones que poseen ambos componentes. Mediante estudios teóricos se han determinado la distancia de equilibrio entre la molécula y el nanotubo, la energía de adsorción y la transferencia de carga, se ha encontrado que la hibridación a nivel molecular de una molécula de benzoquinona con la banda de valencia del nanotubos transforman a un nanotubo semiconductor a uno metálico.

2.10.3. Funcionalización por métodos no convencionales

Con el propósito de mantener intactas las características estructurales y el conjunto de propiedades que caracteriza a los nanotubos de carbono, se han probado con éxito diversos procesos establecidos originalmente para otros fines y que han permitido modificar las propiedades superficiales de diversas nanopartículas.

Uno de los procedimientos no convencionales para la funcionalización covalente de nanotubos de carbono ha sido la polimerización por plasma. Éste es un método relativamente simple, rápido y seco que ha sido empleado para

modificar la química superficial de diferentes materiales; además ha mostrado ser un método versátil ya que permite el empleo de gases y/o moléculas orgánicas con lo cual la modificación superficial puede ser ajustada a requerimientos específicos, es decir, se puede elegir un grupo funcional en particular.

Esta técnica fue originalmente implementada para modificar la superficie de sustratos poliméricos, pero en los últimos años ha sido empleada para el tratamiento de diferentes nanopartículas (Shi et al, 2001). El principio de la técnica de polimerización por plasma es la creación de moléculas ionizadas y radicales mediante el bombardeo de un campo electromagnético. Estas moléculas y radicales pueden reaccionar con la superficie del sustrato mediante erosión, remoción y depósito. Como resultado, las propiedades superficiales del sustrato serán modificadas. Para el caso de moléculas orgánicas polimerizables, se ha sugerido que el mecanismo de polimerización por plasma tiende a ser un proceso por radicales cuando la potencia del plasma es alta, mientras que al emplear bajas potencias este mecanismo tiende a ser un proceso de polimerización iónica.

Diversas moléculas orgánicas como el ácido acrílico, pirrol y estireno han sido empleadas en la polimerización por plasma para modificar nanopartículas de óxido de zinc, alúmina y nanofibras de carbono, respectivamente.

Ávila Orta et al, 2009 reporta la polimerización por plasma de etilenglicol para modificar MWCNT. Mediante FTIR se determinó que el tratamiento permitió formar grupos hidroxilo en la superficie de los nanotubos. Empleando microscopía electrónica de alta resolución (HRTEM) se logró determinar que el espesor de la delgada capa de polietilenglicol oscila entre 1-3 nm. La

estabilidad térmica de este recubrimiento fue analizado mediante TGA encontrando que es estable a temperaturas tan altas como 300 °C.

2.11. Estabilidad coloidal de CNTs

Los nanotubos de carbono cuentan con una gran combinación de propiedades mecánicas, térmicas, eléctricas y ópticas. Se consideran como principales contendientes para la explotación del crecimiento de materiales potenciales enfocados a una diversidad de aplicaciones.

La principal desventaja intrínseca de los nanotubos es su baja estabilidad de dispersión en la mayoría de los disolventes comunes y en medios acuosos. Aunque diversos enfoques han sido estudiados para mejorar la dispersión de los nanotubos de carbono en diferentes solventes, incluso en medios acuosos, todavía sigue siendo un desafío desarrollar estrategias eficaces, simples y ecológicas para producir a gran escala dispersiones estables de nanotubos.

La dispersión se define como una mezcla formada por dos o más componentes. Compuesta por una fase dispersa y una fase dispersante. La fase dispersa es la que se encuentra en menor cantidad de moles mientras que la fase dispersante es aquella que se encuentra en mayor cantidad de moles con respecto a la totalidad de la mezcla. Solubilidad se considera la máxima cantidad de soluto (en número de moles o de partículas) que puede disolverse en una cantidad determinada de disolvente para obtener una disolución a una temperatura dada. La dispersión conduce a la formación de coloides y las disoluciones son resultado de solubilización de iones en un disolvente determinado.

Las principales diferencias entre un coloide y una disolución son:

- Una disolución es homogénea y se mantiene estable
- Las partículas de un coloide pueden encontrarse en suspensión de un líquido. (equilibrio coloidal).
- Las disoluciones tienen un tamaño de soluto típicamente menor de 1 nm.
- Los coloides tienen un tamaño promedio de partícula en el rango de 1 nm hasta 1000 nm.

En lo que se refiera a la mezcla de nanotubos de carbono ya sea en presencia o no de dispersantes en agua o en disolventes orgánicos corresponden a una dispersión coloidal y una disolución. Debido a que las dimensiones de los CNTs tales como su diámetro están en el intervalo de 0.7 y 3 nm, y su longitud puede ser de hasta varios micrómetros; la dispersión puede formar reagrupamientos de paquetes de nanotubos de carbono y por lo tanto se hará un proceso más difícil el añadirlos a una matriz de cualquier otro compuesto para lograr un resultado uniforme.

Por tanto, es importante separar los agregados, llamados en ocasiones “haces” debido a su tendencia a alinearse en una única dirección, a fin de maximizar los efectos de las propiedades mecánicas y eléctricas intrínsecas de los mismos. Desde el punto de vista analítico, muchas aplicaciones potenciales de los nanotubos están limitadas debido a su inestabilidad coloidal en medio acuoso y la mayoría de los disolventes orgánicos. Por esta razón, el desarrollo de estrategias que permitan la dispersión de los nanotubos de carbono es un área que se está investigando ampliamente en la actualidad. En este contexto, es de suma importancia hacer hincapié en que muchas aplicaciones biológicas de los nanotubos de carbono implican su solubilización y su uso en medios acuosos.

En general, las metodologías de dispersión de los nanotubos pueden clasificarse en dos grupos:

- La dispersión de los nanotubos por acción de un tensoactivo
- La realización de una funcionalización química mediante la unión covalente o no covalente de los mismos.

2.12. Reacciones de funcionalización de CNTs

En el caso de emplear compuestos aromáticos tales como policíclicos planos de pireno, complejos metálicos de geometría adecuada tales como las porfirinas metálicas o macrociclos aromáticos, forman complejos de elevada constante de asociación con las paredes del nanotubo a través de interacciones pi-pi o Dador-Aceptor.

Las moléculas de pireno interactúan fuertemente con las paredes laterales de los CNTs debido a su naturaleza aromática. La funcionalización de los nanotubos de carbono en su pared lateral consiste en la adición directa covalente de moléculas reactivas, y por lo tanto conduce a la destrucción parcial de la configuración sp² a sp³ por la formación de átomos de carbono en las paredes laterales.

La funcionalización generada a través de enlaces covalentes se genera en las paredes de los CNTs, mayormente en las regiones de curvatura, ya que es una zona con mayor reactividad. Los grupos funcionales asociados al nanotubo pueden localizarse en las puntas o en las paredes del nanotubo.

Otro proceso para funcionalizar CNTs se presenta a partir de reacciones de cicloadiciones. La reacción más importante es la cicloadición de carbenos.

Fue empleada por primera vez por Haddon y cols. utilizando una mezcla de cloroformo / hidróxido de sodio para generar carbeno in situ. Demostrando que el diclorocarbeno generado in situ reacciona fácilmente con los CNTs. Con ello se logró una funcionalización del 16 % de los átomos de carbono.

Un método simple para obtener nanotubos de carbono solubles fue desarrollado por Prato et al. La cicloadición dipolar consiste en un iluro de azometino generado in situ mediante la descarboxilación de la sal de amonio obtenido por la condensación de un aminoácido o aldehídos. De este modo se obtienen anillos de pirrolidina. Recientemente se informa de la reacción de Bingel en nanotubos, una reacción de ciclopropanación.

En esta reacción el bromomalonato de dietilo actúa como un precursor formal del carbeno.

La adición de radicales se basa en añadir grupos alquilo a los CNTs. Un ejemplo sería la reacción de los radicales fenilos, estos son generados por el proceso de termólisis del peróxido de benzoilo en benceno. Los radicales libres reaccionan con los CNTs.

Un aspecto importante en el proceso de la funcionalización de los nanotubos de carbono en urea fundida es el enfoque de evitar totalmente el uso de ácidos peligrosos para su elaboración, por lo tanto, la funcionalización se puede llevar a cabo usando sustancias que pueden no ser tóxicas y sobre todo el cuidado del medio ambiente.

La descomposición térmica de urea produce ácido cianúrico junto con varios productos de descomposición, fue descubierta por Wohler hace 175 años. Los detalles de los subproductos se muestran en la figura __ donde cada

uno depende fuertemente de las condiciones de reacción, tales como la temperatura, tiempo, composición atmosférica y presión.

El punto de fusión de la urea es aproximadamente a los 132.7°C, por lo tanto la temperatura de trabajo adecuada para el proceso de fundición de la urea se encuentra en 140 °C aproximadamente. La importancia de esta temperatura es que la pérdida de masa es poco significativa. Schaber mostró que la urea se descompone en amoníaco y ácido isociánico a través de la formación intermedia del cianato de amonio en el rango de temperatura de trabajo y también es el comienzo de la formación de biuret.

El ácido isociánico, al igual que los isocianatos orgánicos que son compuestos químicos contienen el grupo funcional R-N-C-O pueden reaccionar con grupos funcionales que contienen átomos de hidrógeno activo, como por ejemplo carboxilo e hidroxilo.

El proceso de funcionalizar los CNTs con sales de arildiazonio bajo ure fundida puede llevarse a cabo fundamentalmente basándose en la reactividad de los subproductos de descomposición térmica de la urea.

2.13. Cemento y sus tipos

Se entiende por cemento al producto resultante de la cocción de caliza y arcilla mezclada con yeso. La clasificación y propiedades de los diferentes tipos de cementos comercializables se clasifican según las normas ASTM.

Otra definición de cemento es la siguiente: material de construcción compuesto de una sustancia en polvo que, mezclada con agua u otra sustancia forma una pasta blanda que se endurece en contacto con el aire. Se emplea

para tapar o rellenar huecos y como componente aglutinante en bloques de hormigón y argamasas.

La norma ASTM especifica:

- 8 tipos de cemento tipo Portland (I, IA, II, IIA, III, IIIA, IV, V)
- 6 tipos de cemento hidráulico mezclado (IS, IP, P, I(PM), I(SM), S).
- 3 tipos de mampostería (N, M, S)

Tipo I, cemento común para usos generales: es el que más se emplea para fines estructurales cuando no se requieren propiedades especiales especificadas para los otros cuatro tipos de cemento.

Tipo II, cemento modificado para usos generales: se emplea cuando se prevé una exposición moderada al ataque por sulfatos o cuando se requiere un moderado calor de hidratación. Estas características se logran al imponer limitaciones en el contenido de silicato tricálcico y aluminato tricálcico. El cemento tipo II adquiere resistencia con más lentitud que el tipo I. Este tipo de cemento se usa en el hormigón expuesto al agua de mar.

Tipo III, cemento de alta resistencia inicial: es recomendable cuando se necesita una resistencia temprana en una situación particular de construcción. Este cemento se obtiene por un molido más fino y un porcentaje más elevado de silicato tricálcico y aluminato tricálcico. Dado que el tipo III tiene un gran desprendimiento de calor, no se debe usar en hormigones masivos. Con un 15 % de C3A presenta una mala resistencia a los sulfatos- El contenido de C3A puede limitarse al 8 % para obtener resistencia moderada a los sulfatos o a 5 % cuando se requiere alta resistencia.

Tipo IV, cemento de bajo calor de hidratación: Los porcentajes de C2S y C4AF son relativamente altos. El bajo calor de hidratación en el cemento tipo IV se logra limitando los compuestos que más influyen en la formación de calor por hidratación, o sea, C3A y C3S. Dado que estos compuestos también aportan resistencia inicial a la mezcla de cemento, al limitarlos se tiene una mezcla que gana resistencia con lentitud. Este cemento se usa para estructuras de hormigón masivo, con bajas relaciones superficie/volumen. Requiere mucho más tiempo de curado que los otros tipos.

Tipo V, cemento resistente a los sulfatos: la resistencia al sulfato se logra minimizando el contenido de C3A (menos del 5 %), pues este compuesto es más susceptible al ataque por sulfatos.

- Tipo IS: cemento portland con escoria de alto horno.
- Tipo IP: cemento portland con adición puzolánica.
- Tipo P: cemento portland con puzolana para usos cuando no se requiere alta resistencia inicial.
- Tipo I(PM): cemento portland con puzolana modificado.
- Tipo I(SM): cemento portland con escoria, modificado.
- Tipo M: cemento de baja resistencia utilizado exclusivamente para albañilería, tiene la resistencia más alta alcanzada.

- Tipo S: cemento con escoria para la combinación con cemento portland en la fabricación de concreto y en combinación con cal hidratada en la fabricación del mortero de albañilería.

3. MARCO METODOLÓGICO

3.1. Variables

Para el desarrollo de la investigación, es necesaria la definición de las variables y las características de cada una de ellas para los nanotubos funcionalizados.

Tabla II. Variables presentes durante experimentación

Variable	Unidad de dimensión	Factor potencial de diseño	
		Constante	Variable
Síntesis de nanotubos de carbono con 2-aminotiazol			
Masa	Mg		X
Volumen	ml	X	
Temperatura de reacción	°C	X	
Presión	Psi	X	
Tiempo de reacción	H	X	
Tiempo de sonicación	H	X	
Temperatura de secado	°C	X	
Caracterización de nanotubos de carbono			
Masa	Mg		X
Tiempo de secado	H	X	
Temperatura de secado	°C	X	
Transmitancia (%)			
Número de onda (cm ⁻¹)			

Continuación de la tabla II.

Adición de nanotubos de carbono al cemento			
Proporción de nanotubos	%		X
Proporción de arena	%	X	
Proporción de cemento	%	X	
Volumen de agua	ml	X	
Tiempo de mezclado	h	X	
Velocidad de mezclado	rpm	X	
Tiempo de sonicación	h	X	
Longitud de corte	m	X	
Temperatura de curado	°C	X	
Humedad relativa	%	X	
Tiempo de curado	h	X	
Pruebas mecánicas de briquetas			
Resistencia	PSI		X
Profundidad briqueta	M	X	
Altura briqueta	M	X	
Ancho briqueta	M	X	

Fuente: elaboración propia.

3.2. Delimitación del campo de estudio

- Campo de Estudio: Matrices cementicias y nanomateriales
- Área: nanotubos de carbono
- Línea: Laboratorio de calidad de cemento.
- Proyecto: Propuesta de mejora innovadora y amigable con el medio ambiente para incrementar la resistencia de cemento mediante la adición de nanotubos de carbono funcionalizados con 2-aminotiazol.

- Ubicación: Centro Tecnológico del Concreto, CETEC, Cementos Progreso.

3.3. Recursos humanos disponibles

- Investigadora: Katherine Stefanie Callejas Véliz
- Asesorado por: Ingeniera Química, PhD Marlene Susana Arrechea Alvarado
- Colegiada No. 1593
- Profesional de la empresa Cementos Progreso: Lic. Luis Velásquez Coronado, Lic. Carmela Barrientos, Lic. Ricardo Posadas
- Profesional egresada de Universidad Del Valle De Guatemala: Lic. Daniela Cuadra

3.4. Recursos materiales disponibles

Las medidas de tendencia central son medidas estadísticas que pretenden resumir en un solo valor a un conjunto de valores. Representan un centro en torno al cual se encuentra ubicado el resultado de los datos de interés.

3.4.1. Reactivos

- Nanotubos de carbono multicapa de marca HWNANO al 90 % en pureza
- Urea sólida al 46 % en nitrógeno de marca Sigma Aldrich
- Bombona de 50L de gas inerte de nitrógeno marca InduOn360
- 2-aminotiazol al 97 % de pureza de marca Sigma Aldrich
- Nitrito de sodio de marca Sigma Aldrich
- Agua desmineralizada

- Membranas de policarbonato de 0,45 micrómetros de poro marca Filter Lab
- Alcohol etílico al 95 % grado industrial marca Sigma Aldrich
- Membranas de PTFE de 0,45 micrómetros de poro marca Filter Lab
- Plastificante de policarboxilato al 40 % marca sika
- Arena marca sika
- Cemento tipo Portland (UGC) de Cementos Progreso

3.4.2. Instrumentos de medición

- Balanza analítica
- Cronómetro
- Equipo de espectroscopía infrarroja (IR)
- Equipo de análisis termogravimétrico (TGA)
- Equipo de difracción de rayos X (XRD)
- Termómetro digital
- Equipo de medición de resistencia

3.4.3. Equipo auxiliar

- Manta de calentamiento
- Equipo de ultrasonido de baja potencia
- Deshumidificador
- Molde de briqueta
- Espátula
- Soporte universal
- Campana de extracción con entrada de gas inerte
- Filtros para membranas de policarbonato

3.4.4. Cristalería

- Matraz Schelenk de 500 ml
- Beaker de varias capacidades
- Probetas de 100 mL
- Pipetas de 5 ml
- Vidrios de reloj
- Mortero y pistilo
- Cápsulas de porcelana

3.4.5. Equipo de protección personal

- Botas de seguridad
- Bata
- Mascarilla química
- Filtros de gases orgánicos
- Filtros de gases ácidos
- Guantes de neopreno
- Lentes de protección

3.5. Técnica cualitativa o cuantitativa

El desarrollo de la evaluación de mejora resistencia de cemento, mediante la adición de nanotubos de carbono funcionalizados con 2-aminotiazol tiene técnicas de caracterización y determinación de propiedades físicas, químicas y mecánicas que se clasifican como técnicas cuantitativas.

Las características por determinar de los nanotubos de carbono funcionalizados con 2-aminotiazol antes de añadirse a briquetas de cemento

son: transmitancia en función del número de onda, comportamiento de la masa en función de la temperatura; luego de ser añadidas a las briquetas se evaluará la resistencia a la compresión mecánica en función de la concentración.

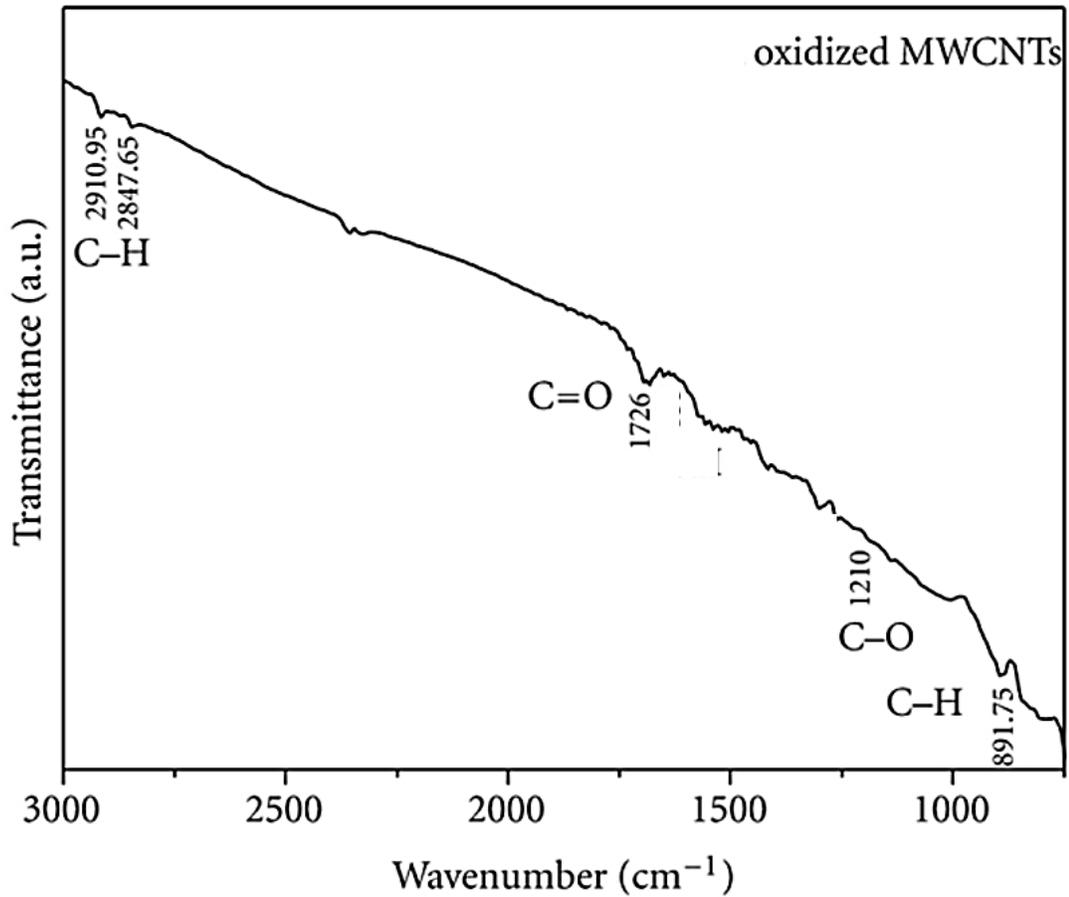
3.5.1. Análisis de espectroscopía infrarroja (FTIR)

Para evaluar la funcionalización de los nanotubos de carbono con 2-aminotiazol se realiza un análisis de espectroscopía infrarrojo. Este análisis sirve para determinar las fases de la partícula, en este caso identificar el 2-aminotiazol sobre los nanotubos de carbono al estar funcionalizados midiendo la transmitancia en función del número de onda.

Al realizar un análisis de IR en una muestra sólida se debe colocar sobre una base de diamante una muestra de 5 mg de muestra, seguidamente ajustar la presión del lente sobre la muestra e iniciar el análisis en el panel digital del equipo. El equipo utilizado permite hacer dos tipos de prueba, una en la cual se coloca la muestra directamente sobre el lente y otra en la cual se debe disolver la muestra en un poco de grasa Fluorolube. Ambas técnicas fueron utilizadas obteniendo el mismo resultado.

Los patrones de espectroscopía infrarroja de los compuestos que se utilizarán en esta investigación son la referencia para comparar las mediciones que se realizarán para la caracterización.

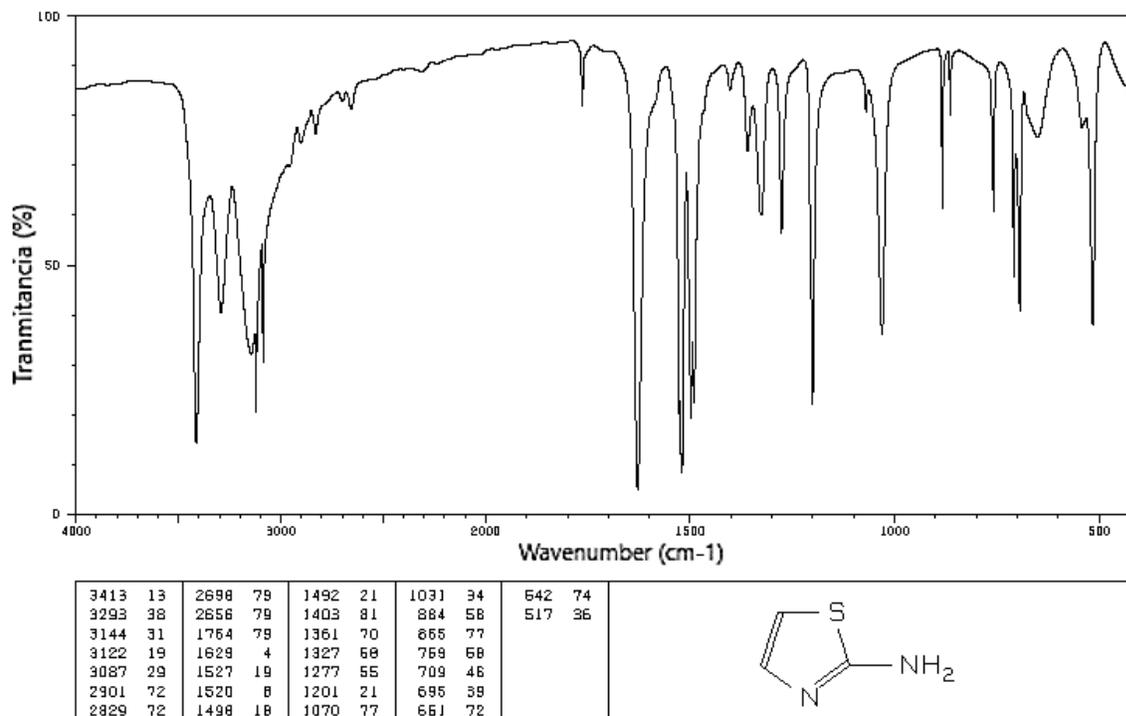
Figura 11. FTIR de MWCNT's sin funcionalizar. Referencia: Removal of boron aqueous solution using magnetic carbon nanotube improved with tartaric acid



Número de onda (cm-1)	Transmitancia (%)
2910,95	27,152
2847,65	26,985
1726,00	15,496
1210,00	11,625
891,75	5,800

Fuente: elaboración propia.

Figura 12. **FTIR de 2-Aminotiazol. Referencia: Shandong Ono Chemical Co. Ltd.**



Fuente: elaboración propia.

3.5.2. Análisis de difracción de rayos X (XRD)

Para evaluar la funcionalización de los nanotubos de carbono con 2-aminotiazol se realiza un análisis de difracción de rayos X. Este análisis sirve para determinar las variaciones en la estructura de la muestra ya que identifica los diferentes puntos en los que existen planos que producen la difracción. En este caso identificar las diferencias estructurales entre la muestra de nanotubo

de carbón y en nanotubo de carbón funcionalizado con 2-aminotiazol sobreponiendo los valores de la intensidad sobre el ángulo característico 2θ .

Para realizar este análisis se realiza una pastilla comprimida que consta de cloruro de potasio como fase inerte y la muestra analizar. Esta se coloca debidamente en el equipo y se induce el haz de rayos X que genera el difractograma.

3.5.3. Análisis de termogravimetría

El objetivo del análisis termogravimétrico es determinar la correlación entre la masa de una muestra de nanotubo de carbono funcionalizado con 2-aminotiazol en función de un gradiente de temperatura. Una vez determinado el comportamiento de la muestra puede interpretarse también la composición de la misma al comparar con termogramas de especies puras. Para ello es necesario fijar un tiempo específico de secado y el gradiente de temperatura que incrementará en el horno.

Para su análisis también puede realizarse un análisis estequiométrico conociendo las reacciones de descomposición de la partícula de estudio.

3.5.4. Análisis de resistencia a la compresión mecánica

Para realizar dicha prueba se debe utilizar la norma ASTM C38 o bien la norma COGUANOR NTG41017-H15 que es el equivalente en Guatemala. Para su aplicación las briquetas de cemento deben contener nanotubos de carbono en diferentes proporciones másicas. Se aplica una carga normalmente medida en libras fuerza y se conoce el área de las briquetas de cemento, por lo que la resistencia a la compresión mecánica se podrá calcular en función de la

fracción másica. Para este ensayo no es necesario esperar un tiempo específico entre las muestras.

3.6. Recolección y ordenamiento de la información

La población de estudio del presente trabajo son los nanotubos de carbono y las briquetas de cemento con los MWNTCs añadidos. A continuación se detallan las metodologías para realizar las mediciones.

La metodología se divide en los siguientes 4 aspectos:

- Funcionalización de nanotubos de carbono.
- Caracterización de los nanotubos de carbono funcionalizados.
- Adición de nanotubos de carbono funcionalizados al cemento tipo Portland.
- Pruebas comparativas en propiedades mecánicas del cemento tipo Portland al añadir o no nanotubos de carbón funcionalizados.

3.6.1. Funcionalización de nanotubos de carbono

Se propone un proceso de funcionalización de nanotubos de carbono que no requiera del uso de ácidos corrosivos con el fin de disminuir el impacto negativo hacia el medio ambiente.

Se prepara una mezcla con 50 mg de nanotubos de carbono y 60 g de urea en un matraz Schlenk. El matraz debe ser calentado en un baño de aceite hasta alcanzar una temperatura constante de 140 °C bajo atmósfera de nitrógeno y se debe controlar que toda la urea sea fundida. El matraz debe estar en agitación hasta homogenizar debidamente los nanotubos de carbono

con la urea fundida por un período de 5 minutos y después añadir 2,06 g de 2-aminotiazol manteniendo la agitación y corroborando la homogeneidad en atmósfera inerte. Luego se agrega 1,6 g de nitrito de sodio, produciendo una reacción exotérmica que da inicio de la funcionalización. En este punto es de suma importancia mantener la agitación constante por 15 minutos y mantener la temperatura a 140 °C.

Antes de que la urea solidifique se debe vaciar con cuidado la solución en agua destilada. Si el proceso de funcionalización se realizó correctamente, la solución en agua no va a endurecer ni a formar ningún aglomerado, el producto debe dispersarse en el agua. Esperar 5 min y empezar a filtrar la solución utilizando una membrana de policarbonato de 0.45 micrómetros para recuperar el producto. Lavar los nanotubos de carbono funcionalizados obtenidos en agua destilada, utilizando un equipo de ultrasonido de baja potencia para dispersar los MWCNTs, filtrar nuevamente la muestra utilizando una membrana de policarbonato de 0,45 micrómetros.

Lavar nuevamente los MWCNTs en etanol dos veces utilizando una membrana de policarbonato en la primera filtración y una membrana de PTFE de 0.45 micrómetros en la segunda filtración.

3.6.2. Caracterización de nanotubos de carbono funcionalizados

La muestra debe estar limpia y seca, con un tamaño reducido de 5mg para cada uno de los ensayos y seguido se utiliza el equipo correspondiente en espera de la respuesta.

- Espectroscopía infrarroja

Se coloca una pequeña cantidad de la muestra sólida en un mortero y se tritura hasta tener una fineza de 200 mallas aproximadamente. Agregar una o dos gotas de Nujol (u otro líquido mezclador adecuado) y volver a triturar. La mezcla se transfiere a una ventana de cloruro de sodio colocándola en la cavidad hecha por el espaciador. Ensamblar la celda que contiene la muestra y eliminar el exceso frotando. La celda se coloca en el compartimento del equipo a utilizar y se leen los resultados. Dependiendo de la técnica y el equipo también puede colocarse la muestra a analizar directamente sobre la celda sin aplicar ningún otro líquido mezclador.

- Análisis termogravimétrico

Los requerimientos instrumentales básicos para el análisis termogravimétrico son: una balanza de precisión, un horno programado para una elevación de temperatura lineal con el tiempo y un registrador. Es deseable tener una cámara de reacción dentro del horno, la cual permite que el trabajo se lleve a cabo dentro de una amplia variedad de condiciones (atmósfera inerte, oxidante o reductora o sobre vacío). Para realizar este análisis debe tomarse una muestra sólida en un mortero y triturar hasta tener una fineza de 200 mallas aproximadamente. Seguidamente se toma una muestra de 50mg y se coloca en un horno con un programa lineal de calentamiento de 10 °C – 600 °C/h. El bobinado del horno permite una temperatura máxima de 1 100 °C.

- Difracción de rayos X

Esta técnica permite registrar la señal de transmitancia de una muestra en función del número de onda, identificando a cada intervalo un grupo funcional

característico. Para realizar la prueba se necesita de una muestra sólida de 5mg de material en un blanco de bromuro de potasio. Se hace una pastilla por compresión del material y se pone en el lente lector del equipo, en este caso un difractograma de polvos.

3.6.3. Adición de nanotubos de carbono funcionalizado al cemento tipo Portland

Inicialmente debe prepararse una solución acuosa de superplasticante en agua desmineralizada. 50 % de cada uno de ellos en relación masa/volumen. Para este ensayo no es necesario esperar un tiempo específico entre las muestras. En paralelo se combina agua con cemento y arena mezclando con agitación por 7 min según la norma ASTM C38. Al obtener la pasta se debe agitar 21 minutos utilizando un homogenizador ultrasónico y luego se coloca en moldes metálicas para briquetas que deberán compactarse con vibraciones. Los moldes deben almacenarse a una temperatura de 40 °C y una humedad relativa de 90 % antes de realizar las pruebas. Se pueden realizar las pruebas de resistencia al día 1, 3, 7 y 28 de curado.

3.7. Tabulación, ordenamiento y procesamiento de la información

A continuación, se muestran las tablas que fueron utilizadas para el control y recolección de datos en las distintas etapas del proyecto.

Tabla III. **Hoja de datos originales, condiciones de reacción y cantidades agregada en cada lote de MWCNT's funcionalizados**

Batch núm.	MWCNT's (g)	Urea (g)	2-aminotiazol (g)	Nitrito de sodio (g)	Temperatura de reacción (°C)	Tiempo de reacción (min)
1	0,0052	6,0012	0,2055	0,1601	86,9	55
2	0,0130	15,0004	0,5164	0,4005	153,0	45
3	0,0127	15,0001	0,5151	0,4022	140,3	45
4	0,0255	30,0001	1,0299	0,8040	145,2	120
5	0,0251	30,0007	1,0300	0,8042	138,8	170
6	0,0255	30,0010	1,0319	0,8005	142,4	55
7	0,0500	60,0012	2,0639	1,6001	142,4	60
8	0,0500	60,0013	2,0600	1,6000	144,4	60
Total (g)	0,0207	246,0168	8,4527	5,7711	-----	-----

Fuente: elaboración propia.

Tabla IV. **Datos de control de la funcionalización de MWCNTs**

Batch núm.	Masa final de MWCNTs funcionalizados (mg)
1	19,90
2	22,20
3	8,00
4	34,60
5	24,20
6	12,06
7	45,44
8	21,81
TOTAL	88,21

Fuente: elaboración propia.

Tabla V. **Caracterización de nanotubos de carbono funcionalizados con 2-aminotiazol (análisis termogravimétrico)**

Tiempo (s)	Masa de MWCNTs (g)	Temperatura (°C)
0	5,335	25
30	5,3911	35
60	5,39135	45
90	5,38225	55
120	5,3731	65
150	5,3631	75
180	5,3541	85
210	5,34725	95
240	5,3418	105
270	5,3391	115
300	5,3371	125
330	5,335	135
360	5,3331	145
390	5,3321	155
420	5,3311	165
450	5,3311	175
480	5,32925	185
510	5,327	195
540	5,32285	205
570	5,31575	215
600	5,3061	225
630	5,29477	235
660	5,28075	245
690	5,2654	255
710	5,24775	265
740	5,22745	275
770	5,2051	285
800	5,1796	295
830	5,15095	305
890	5,1201	315

Fuente: elaboración propia.

Tabla VI. **Medición de resistencia a la compresión mecánica en briquetas de cemento con nanotubos de carbono funcionalizados**

Días de curado	1	3	7	28
Muestra	RESISTENCIAS (PSI)			
Blanco 8"3	1588,16	2668,21	3343,12	4449,27
Blanco 1"3	1567,86	2723,45	3288,01	4486,02
Control 1"3	1719,86	2971,46	3424,34	4807,28
0,01 %	1304,37	2903,08	3189,38	4278,61
0,03 %	1471,41	2698,06	3299,61	4574,49
0,05 %	1409,77	2694,44	3193,73	4542,29
0,07 %	1565,32	2606,69	3173,43	4554,18

Fuente: elaboración propia.

3.8. Análisis estadístico

A continuación, se describen los análisis estadísticos realizados, para los ensayos.

3.8.1. Medidas de tendencia central

- Media aritmética

La media aritmética de un conjunto de valores $\{x_1, x_2, \dots, x_i\}$ de una variable x viene determinada por la suma de dichos valores, dividida por el número de la muestra (n), representada matemáticamente de la siguiente forma:

$$\bar{x} = \frac{\sum_{i=1}^n x_i}{n} \quad (\text{Ecuación 3})$$

Esta variable estadística se utiliza para promediar el valor de las resistencias a la compresión mecánica que han sido medidas según la norma.

3.8.2. Medidas de dispersión

Muestra la variabilidad de una distribución, indicándolo por medio de un número, si las diferentes puntuaciones de una variable están muy alejadas de la media.

3.8.3. Varianza

Es la media de las desviaciones (x) al cuadrado respecto a la media aritmética (x_p) de una distribución estadística.

$$S^2 = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\bar{x} - x_i)^2}{n-1}} \quad (\text{Ecuación 4})$$

Donde, n es el tamaño de la muestra.

3.8.4. Desviación estándar

La desviación estándar es la raíz cuadrada positiva de la varianza. Es decir, la raíz cuadrada de la media de los cuadrados de las puntuaciones de desviación.

$$S = \sqrt{S^2} \quad (\text{Ecuación 5})$$

3.8.5. Análisis de la varianza ANOVA

En estadística, análisis de varianza ANOVA es una colección de modelos estadísticos y sus procedimientos asociados. El análisis de varianza sirve para comparar si los valores de un conjunto de datos numéricos son

significativamente distintos a los valores de otro o más conjuntos de datos. El procedimiento para comparar estos valores está basado en la varianza global observada en los grupos de datos numéricos a comparar. Típicamente, el análisis de varianza se utiliza para asociar una probabilidad a la conclusión de que la media de un grupo de puntuaciones es distinta de la media de otro grupo de puntuaciones.

3.9. Plan de análisis de los resultados

El análisis de los resultados cuantificables se realizó utilizando herramientas gráficas, para realizar la comparación de las características dimensionales analizadas para briqueta de cemento en el tiempo estipulado de medición de las mismas.

3.10. Programas a utilizar en el análisis de los datos

Para la elaboración de las representaciones gráficas de los datos obtenidos, se utilizó el software Microsoft Excel y el programa computacional QtiPlot, además de analizar los datos estadísticos utilizando Minitab17.

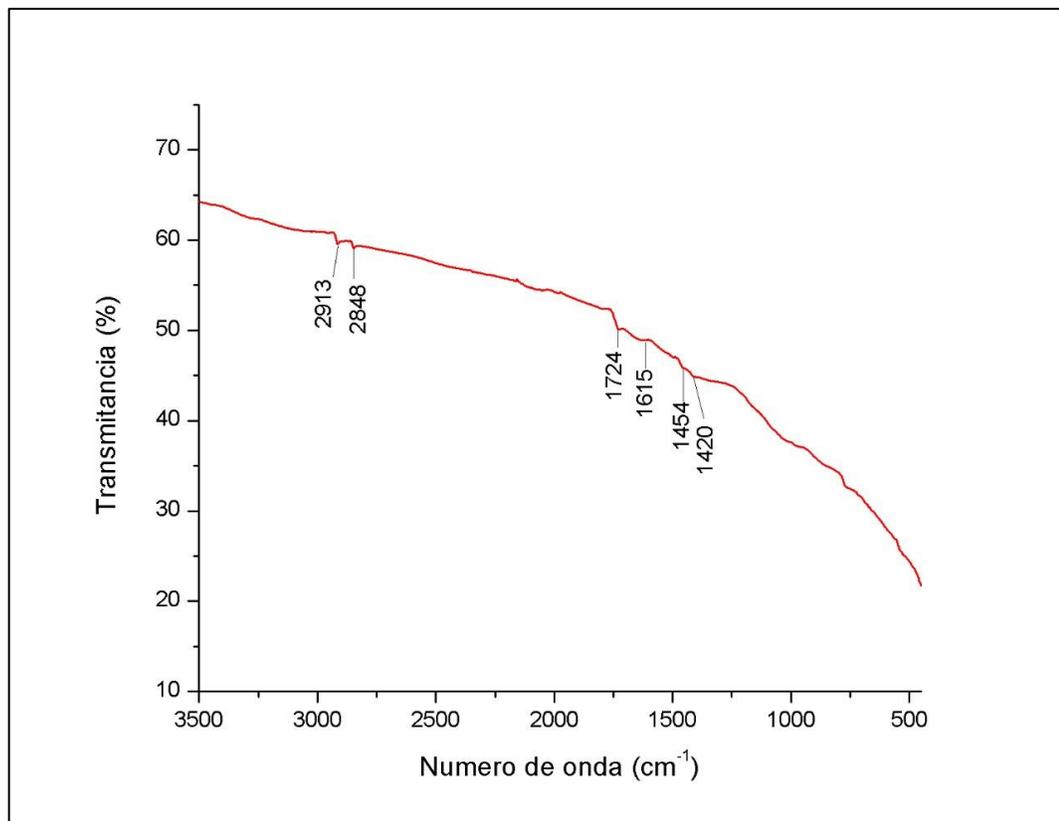
3.11. Tratamiento de datos

Ya que los datos analizados para la caracterización de la síntesis fueron obtenidos de espectros de difracción y de infrarrojo en ocho diferentes muestras realizadas, la información obtenida a partir de ellas fue el pico característico que diferencia a los nanotubos de carbono funcionalizados de los nanotubos de carbono sin funcionalizar.

Inicialmente, se realizó una prueba de normalidad utilizando el método de Anderson Darling, esta prueba mide qué tan bien siguen los datos una distribución específica. Con esta información, utilizando un nivel de significancia del 95% es posible evaluar la exactitud de la muestra sintetizada.

4. RESULTADOS

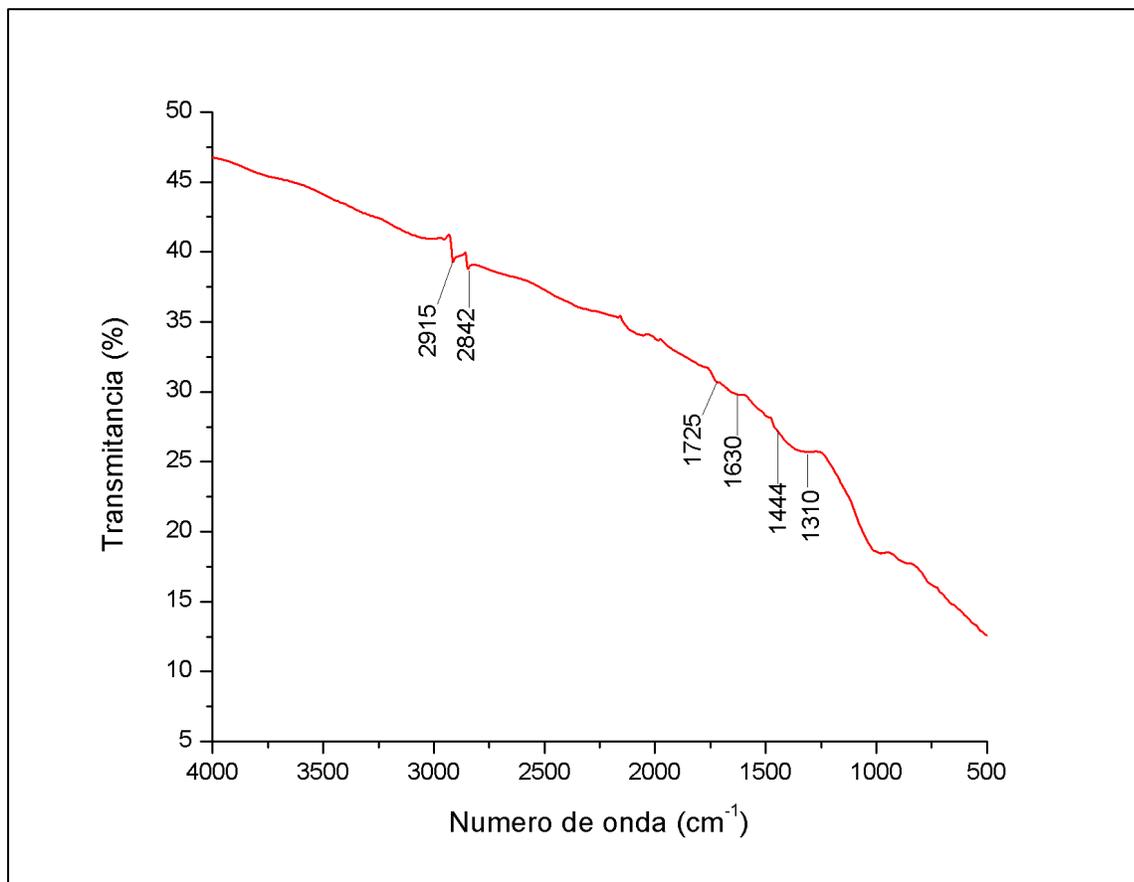
Figura 13. **Caracterización de nanotubos de carbono funcionalizados con 2-aminotiazol mediante Espectroscopía Infrarroja (FTIR) de muestra 1**



Número de onda (cm-1)	Transmitancia (%)
2913,000	59,603
2848,000	59,102
1724,000	50,126
1615,000	48,900
1454,000	45,828

Fuente: elaboración propia.

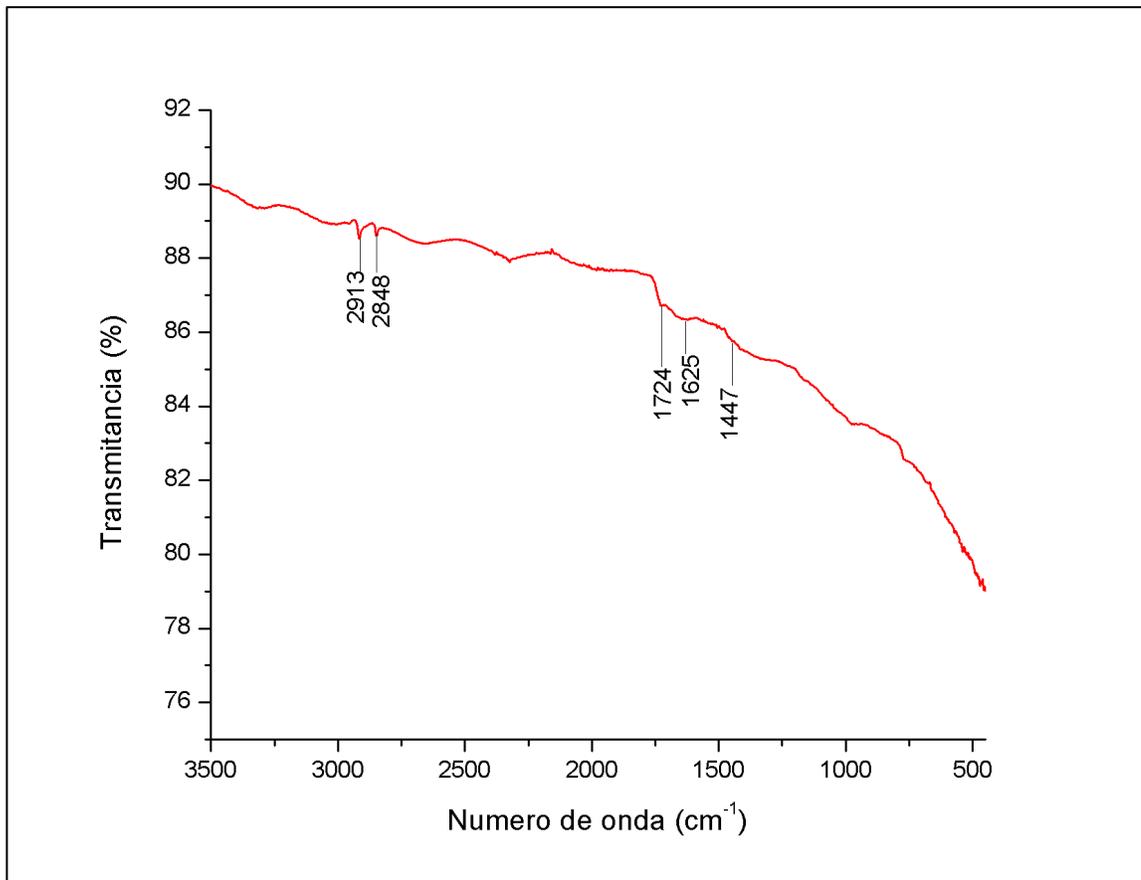
Figura 14. **Caracterización de nanotubos de carbono funcionalizados con 2-aminotiazol mediante Espectroscopía Infrarroja (FTIR) muestra 2**



Número de onda (cm-1)	Transmitancia (%)
2915,000	39,284
2842,000	38,875
1725,000	30,769
1630,000	29,826
1444,000	27,181

Fuente: elaboración propia

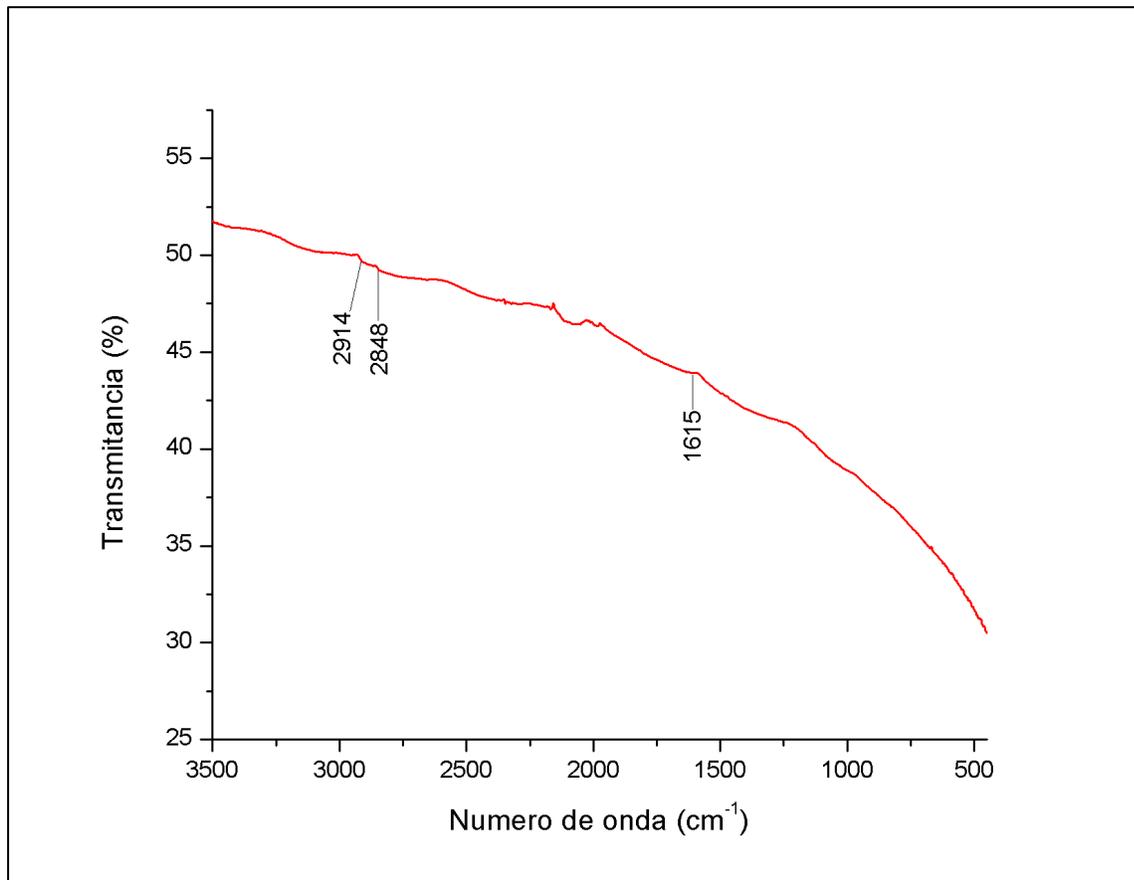
Figura 15. **Caracterización de nanotubos de carbono funcionalizados con 2-aminotiazol mediante Espectroscopía Infrarroja (FTIR) de muestra 3**



Número de onda (cm-1)	Transmitancia (%)
2913,000	88,592
2848,000	88,592
1724,000	86,722
1625,000	86,341
1447,000	85,758

Fuente: elaboración propia.

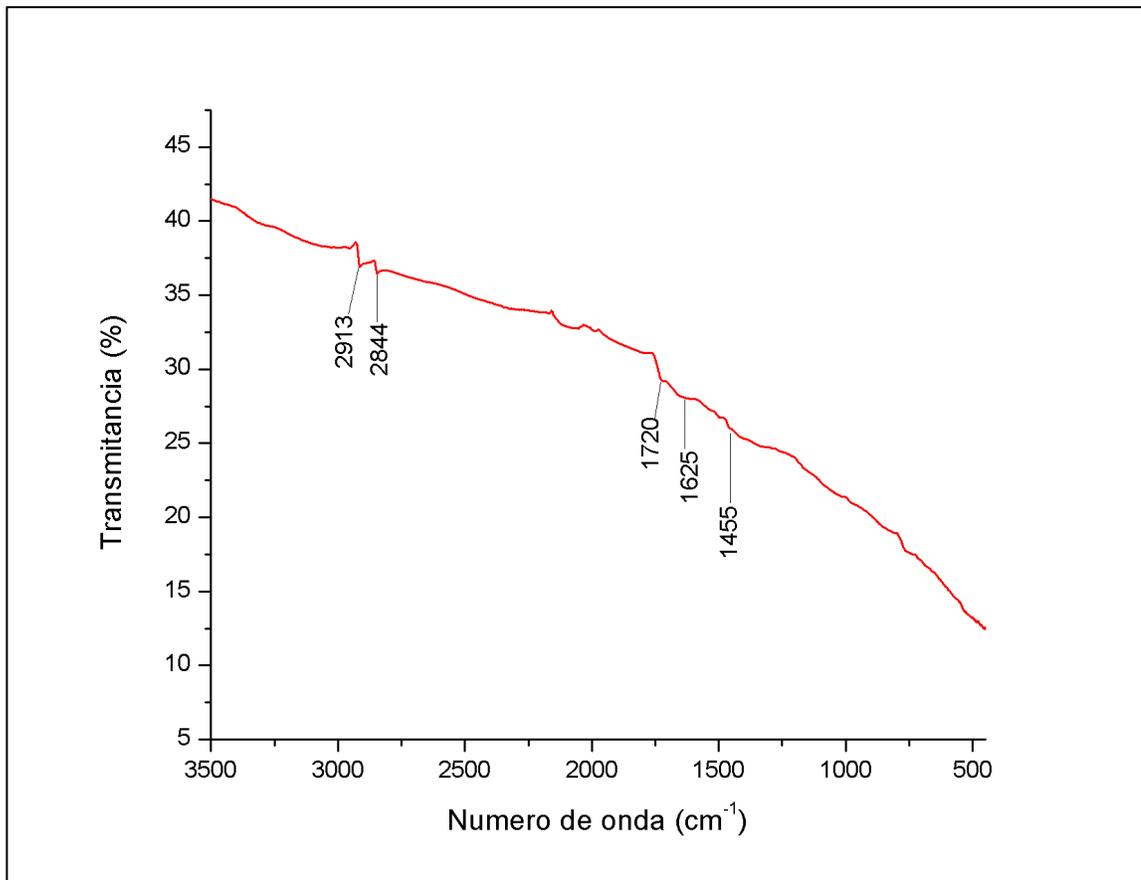
Figura 16. **Caracterización de nanotubos de carbono funcionalizados con 2-aminotiazol mediante Espectroscopía Infrarroja (FTIR) de muestra 4**



Número de onda (cm-1)	Transmitancia (%)
2914,000	49,734
2848,000	49,299
1724,000	44,444
1615,000	43,930
1447,000	42,464

Fuente: elaboración propia.

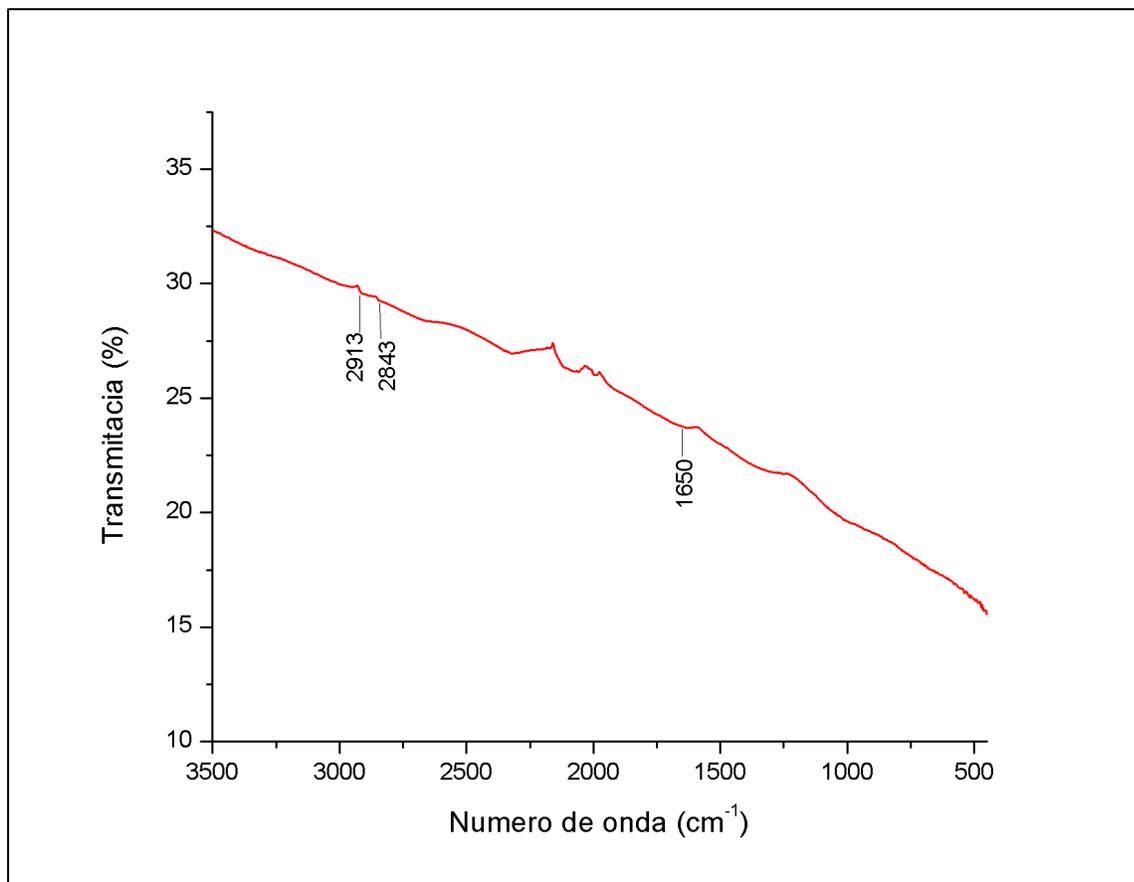
Figura 17. **Caracterización de nanotubos de carbono funcionalizados con 2-aminotiazol mediante Espectroscopía Infrarroja (FTIR) de muestra 5**



Número de onda (cm-1)	Transmitancia (%)
2913,000	36,908
2844,000	36,461
1720,000	29,209
1625,000	28,041
1455,000	25,997

Fuente: elaboración propia.

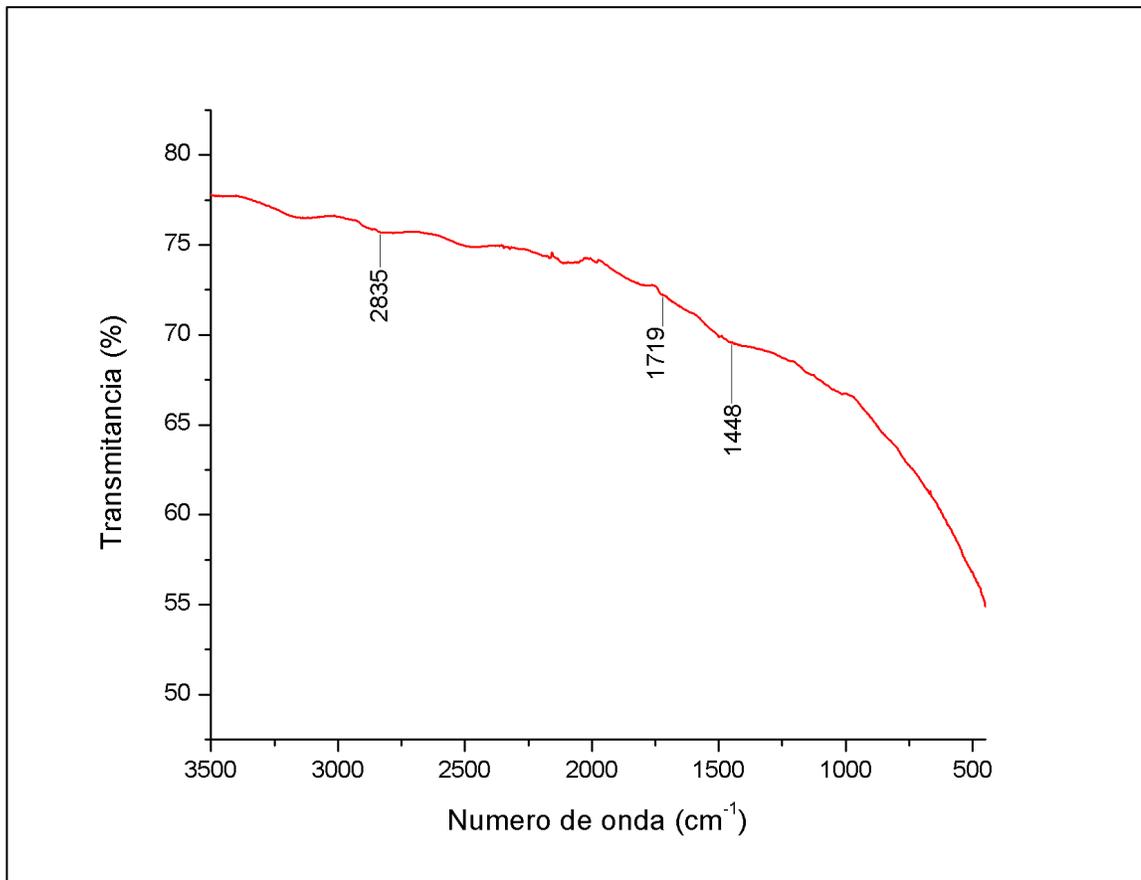
Figura 18. **Caracterización de nanotubos de carbono funcionalizados con 2-aminotiazol mediante Espectroscopía Infrarroja (FTIR) de muestra 6**



Número de onda (cm-1)	Transmitancia (%)
2913,000	29,574
2843,000	29,254
1724,000	24,143
1650,000	23,760
1440,000	22,551

Fuente: elaboración propia.

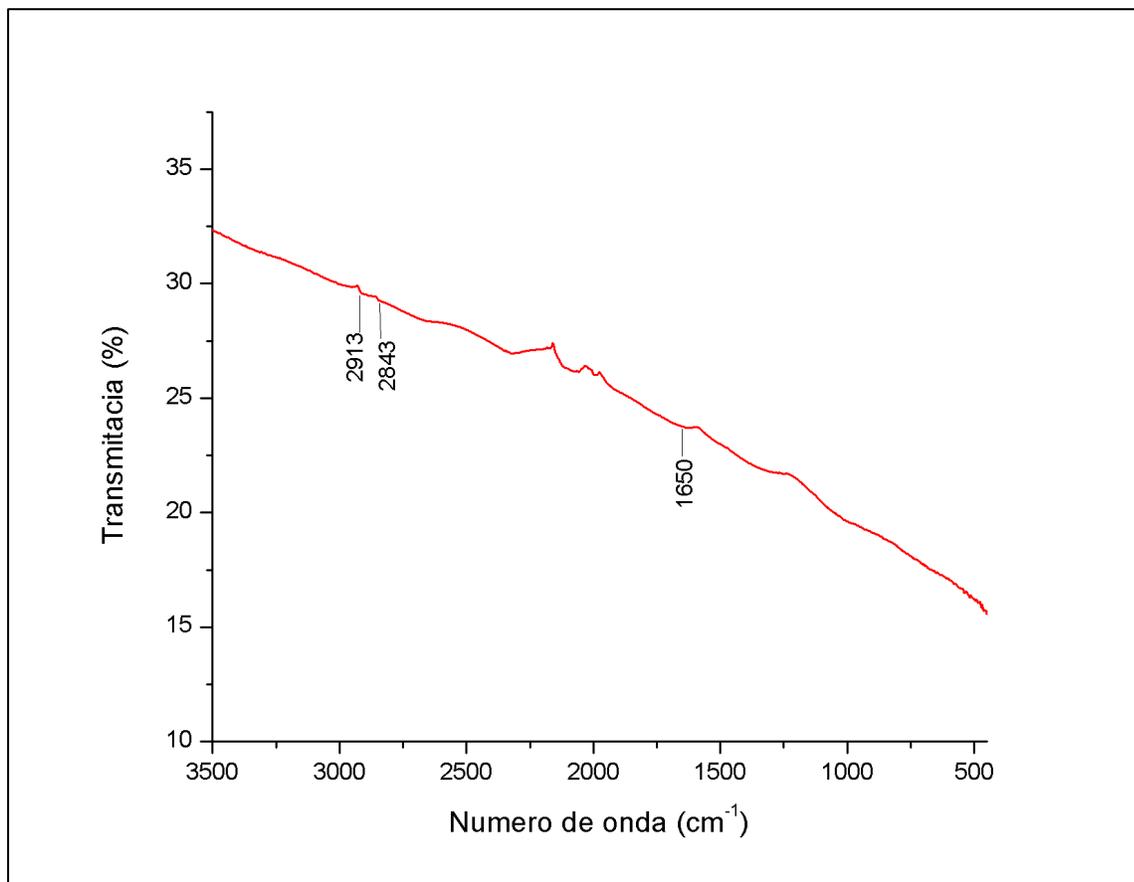
Figura 19. **Caracterización de nanotubos de carbono funcionalizados con 2-aminotiazol mediante Espectroscopía Infrarroja (FTIR) de muestra 7**



Número de onda (cm-1)	Transmitancia (%)
2913,000	76,214
2835,000	75,712
1719,000	72,223
1650,000	71,546
1448,000	69,599

Fuente: elaboración propia.

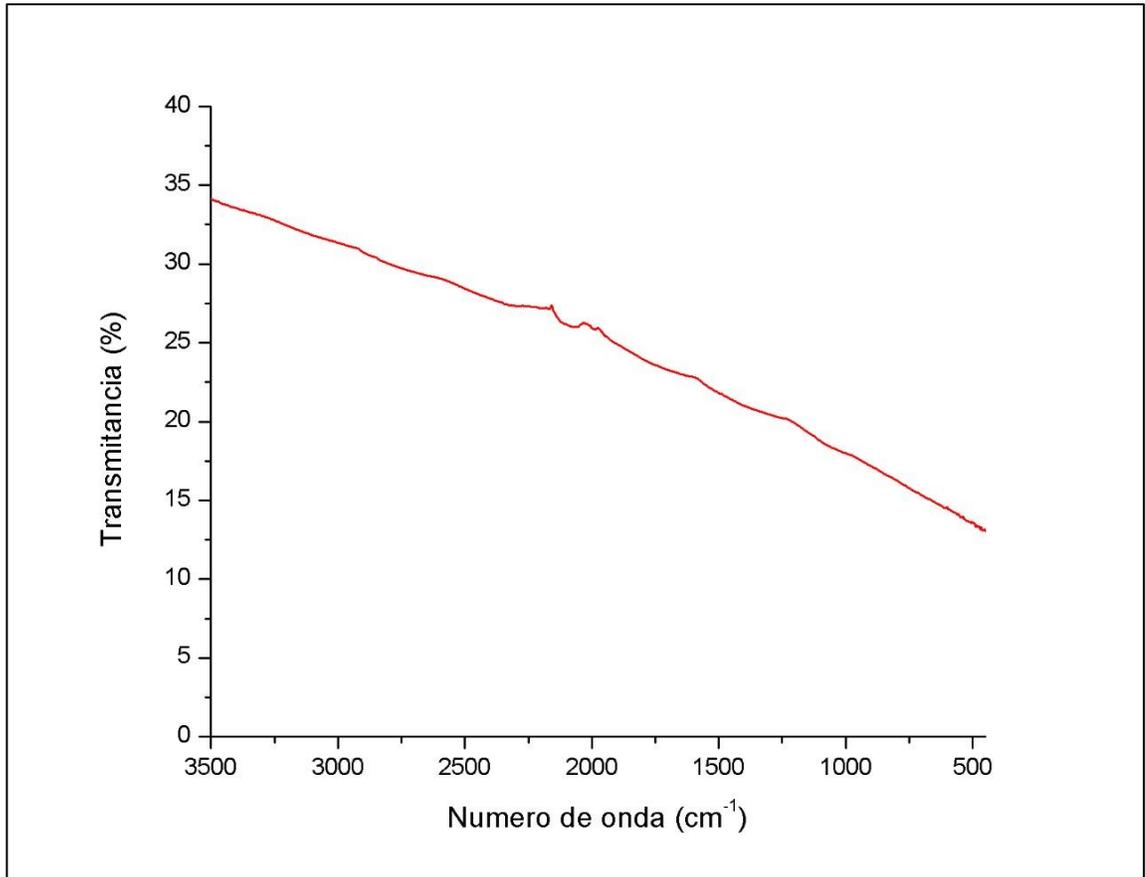
Figura 20. **Caracterización de nanotubos de carbono funcionalizados con 2-aminotiazol mediante Espectroscopía Infrarroja (FTIR) de muestra 8**



Número de onda (cm-1)	Transmitancia (%)
2913,000	29,574
2843,000	29,254
1724,000	24,143
1650,000	23,760
1440,000	22,551

Fuente: elaboración propia.

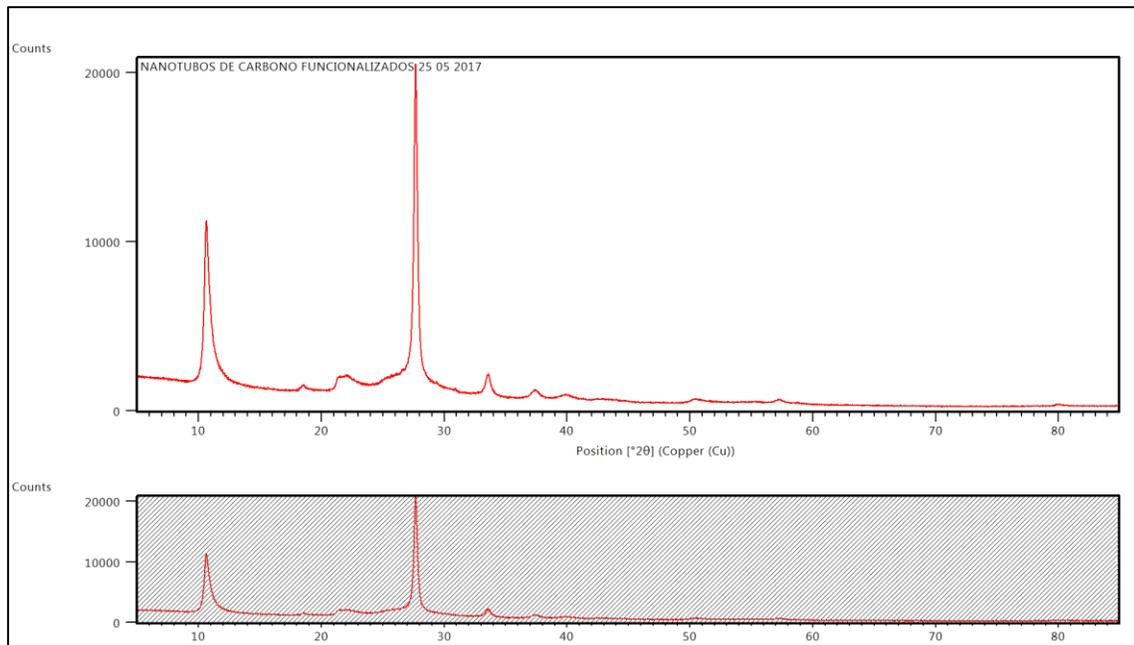
Figura 21. **Caracterización de nanotubos de carbono al 90 % de pureza mediante Espectroscopía Infrarroja (FTIR)**



Número de onda (cm-1)	Transmitancia (%)
2910,000	31,63
2805,000	30,92
1715,000	24,27
1490,000	23,68
1415,000	22,01

Fuente: elaboración propia.

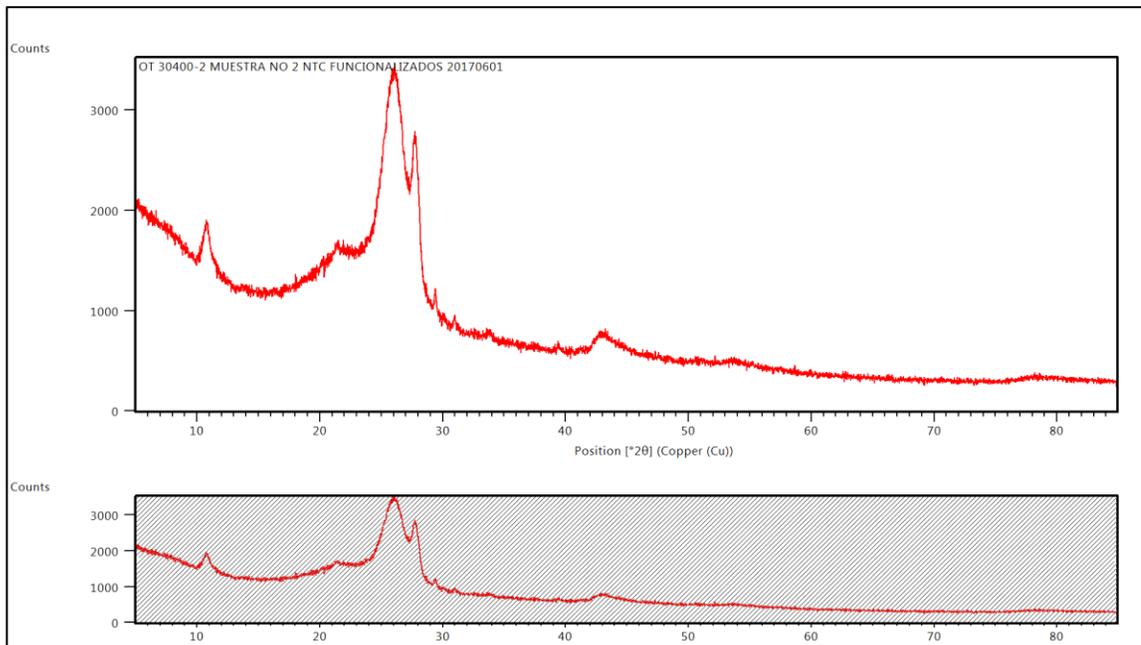
Figura 22. **Caracterización de nanotubos de carbono funcionalizados con 2-aminotiazol mediante Difracción de Rayos X (XRD) de muestra 1**



Posición (°2θ)	Área (cts*°2θ)
10,750	195,250
21,230	110,230
26,720	150,950
27,950	285,040
29,860	20,590

Fuente: elaboración propia.

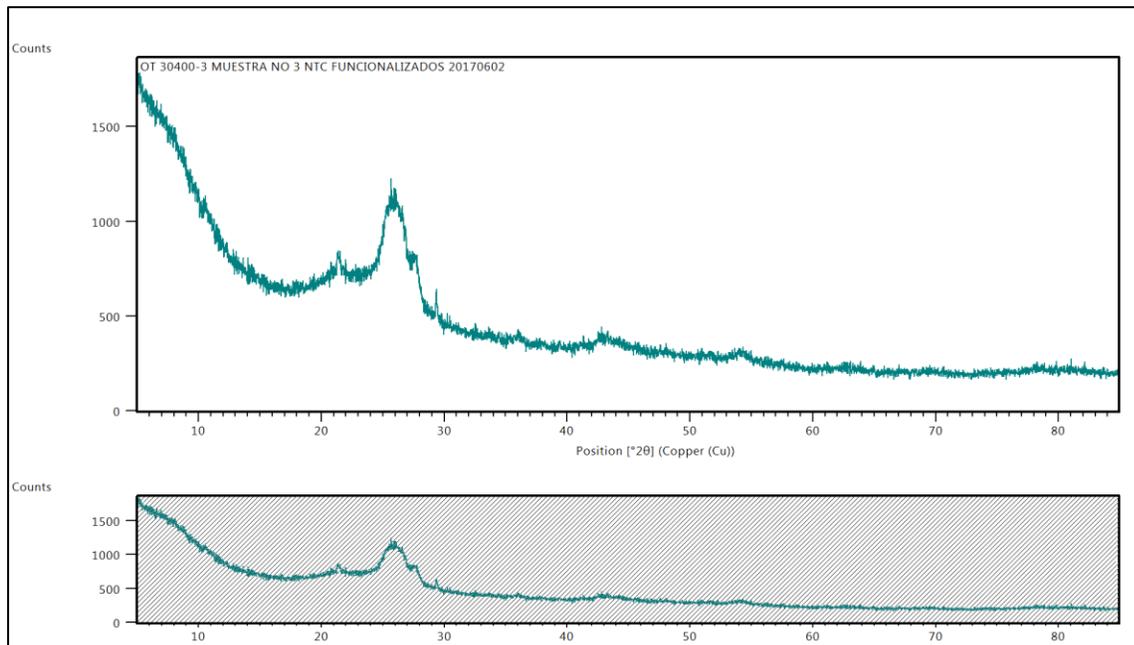
Figura 23. **Caracterización de nanotubos de carbono funcionalizados con 2-aminotiazol mediante difracción de rayos X (XRD) de muestra 2**



Posición (°2θ)	Área (cts*°2θ)
10,820	202,120
21,410	115,780
26,320	1205,320
27,800	297,670
29,410	37,950

Fuente: elaboración propia.

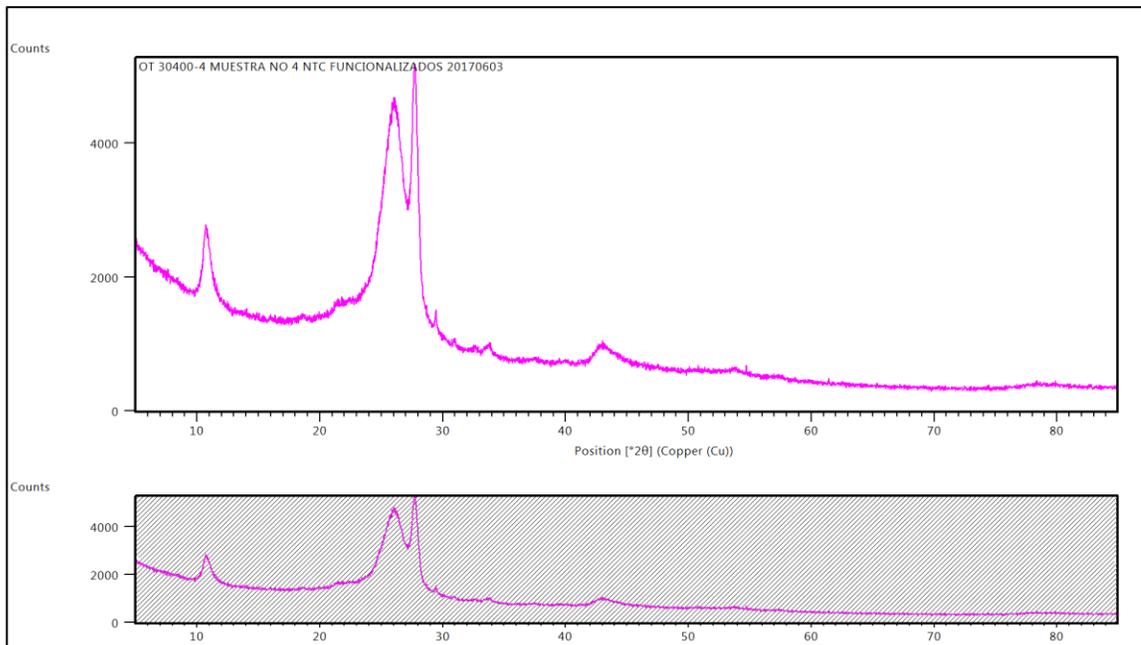
Figura 24. **Caracterización de nanotubos de carbono funcionalizados con 2-aminotiazol mediante difracción de rayos X (XRD) de muestra 3**



Posición (°2θ)	Área (cts*°2θ)
21,380	41,960
25,190	318,310
26,700	158,110
27,680	105,670
29,380	17,820

Fuente: elaboración propia.

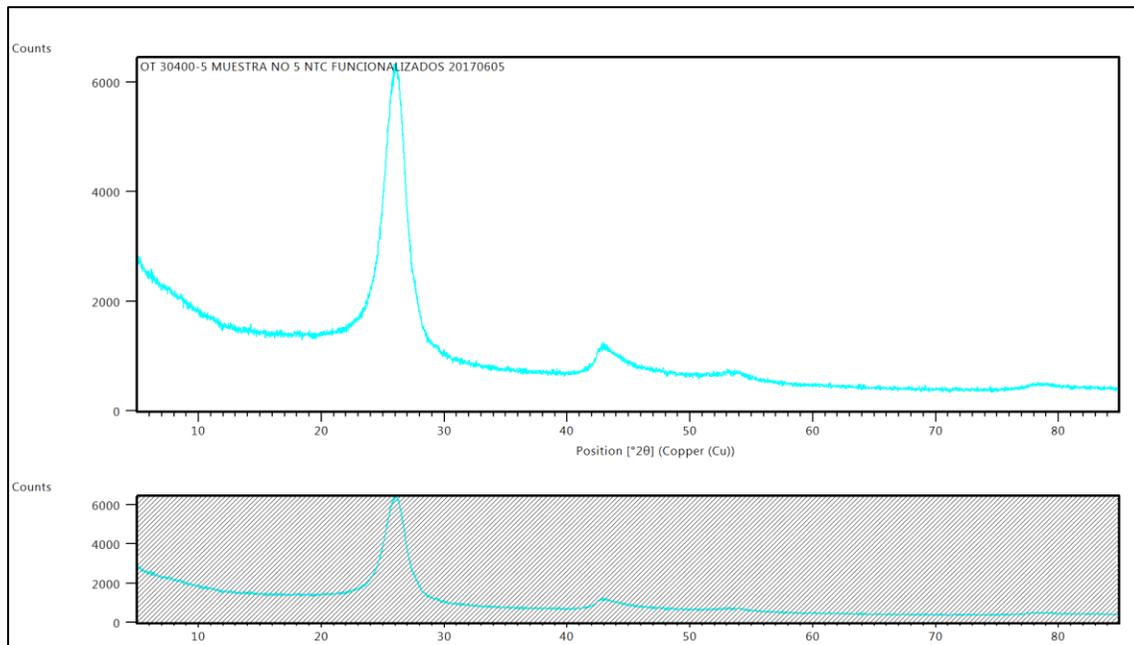
Figura 25. **Caracterización de nanotubos de carbono funcionalizados con 2-aminotiazol mediante difracción de rayos X (XRD) de muestra 4**



Posición (°2θ)	Área (cts*°2θ)
10,680	320,520
18,670	42,370
21,470	117,870
26,190	1994,710
42,980	198,330

Fuente: elaboración propia.

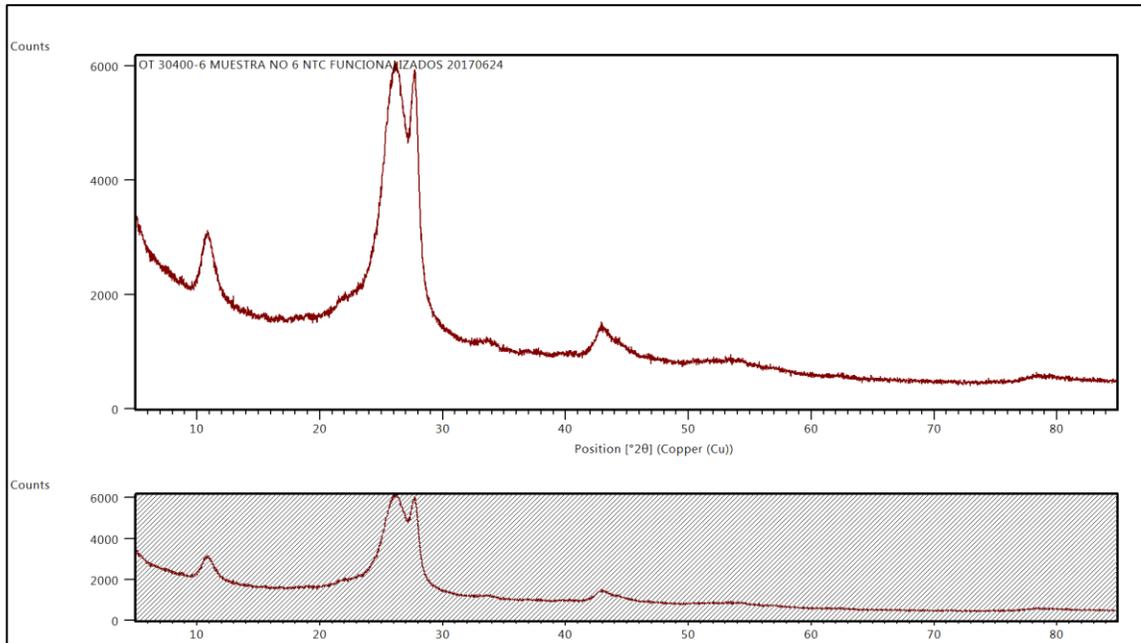
Figura 26. **Caracterización de nanotubos de carbono funcionalizados con 2-aminotiazol mediante difracción de rayos X (XRD) de muestra 5**



Posición (°2θ)	Área (cts*°2θ)
5,110	26,690
26,070	3271,060
27,550	243,290
42,600	311,540
54,080	45,950

Fuente: elaboración propia.

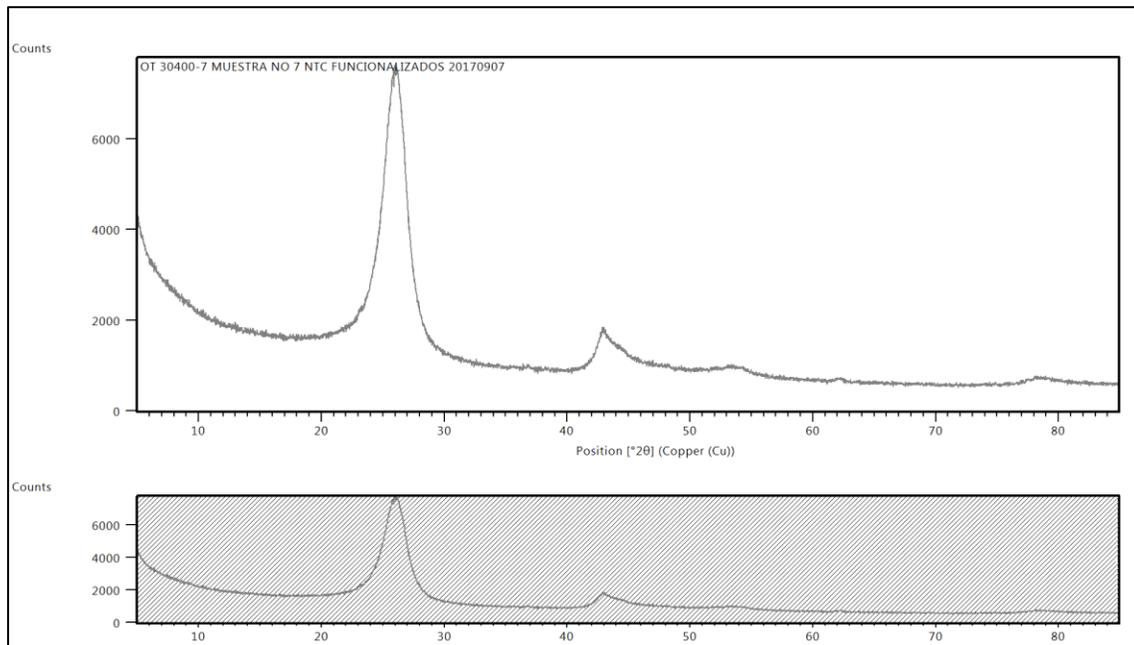
Figura 27. **Caracterización de nanotubos de carbono funcionalizados con 2-aminotiazol mediante difracción de rayos X (XRD) de muestra 6**



Posición (°2θ)	Área (cts*°2θ)
10,850	732,620
21,780	135,240
26,420	3032,040
27,750	665,180
42,840	271,70

Fuente: elaboración propia.

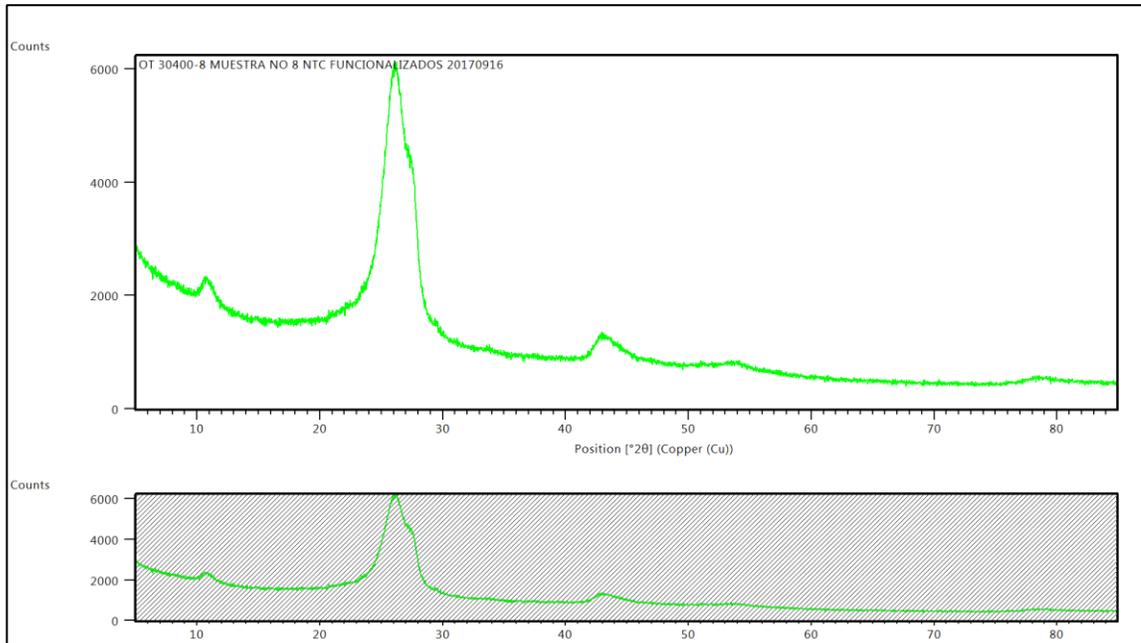
Figura 28. **Caracterización de nanotubos de carbono funcionalizados con 2-aminotiazol mediante difracción de rayos X (XRD) de muestra 7**



Posición (°2θ)	Área (cts*°2θ)
10,020	95,560
22,010	55,230
26,040	635,390
27,000	529,800
42,950	264,670

Fuente: elaboración propia.

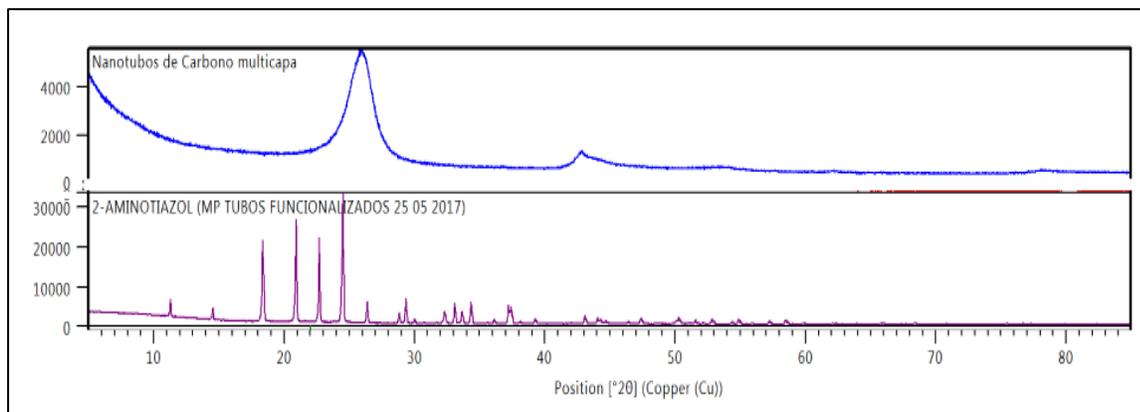
Figura 29. **Caracterización de nanotubos de carbono funcionalizados con 2-aminotiazol mediante difracción de rayos X (XRD) de muestra 8**



Posición (°2θ)	Área (cts*°2θ)
10,700	220,550
22,580	152,020
26,180	2985,980
27,690	1159,03
43,070	213,560

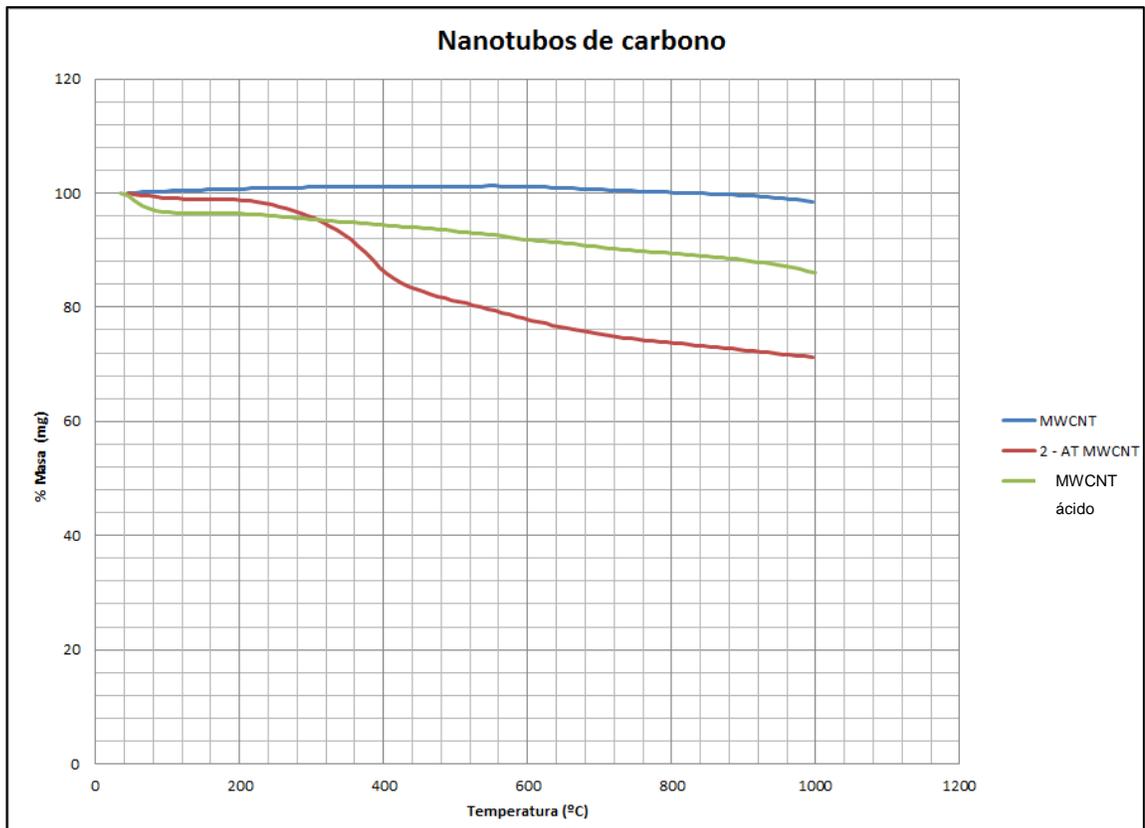
Fuente: elaboración propia.

Figura 30. **Caracterización de nanotubos de carbono al 90 % de pureza y 2-Aminotiazol al 100 % de pureza mediante difracción de rayos X (XRD)**



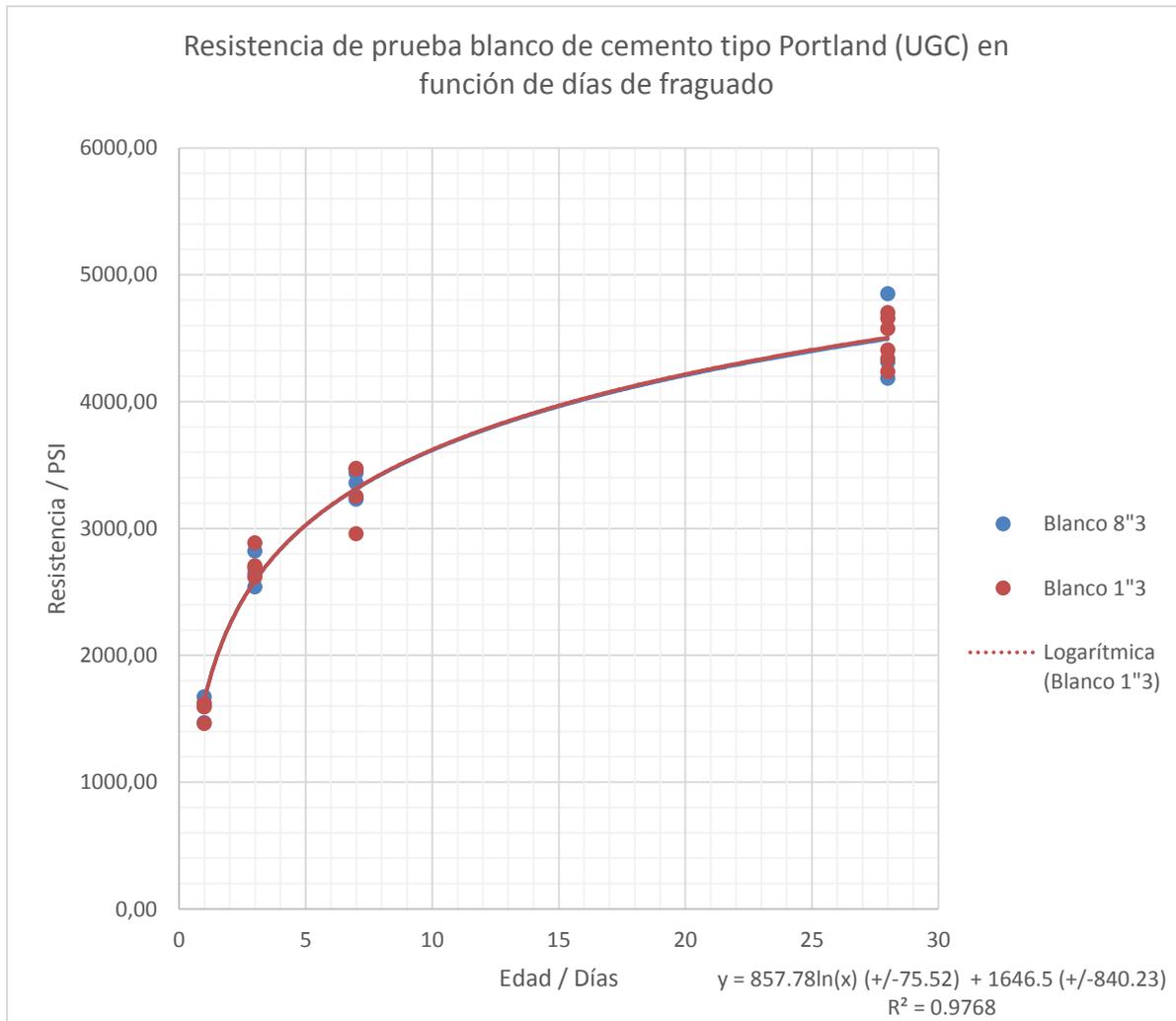
Fuente: elaboración propia.

Figura 31. **Caracterización de nanotubos de carbono funcionalizados con 2-aminotiazol mediante análisis termogravimétrico (TGA)**



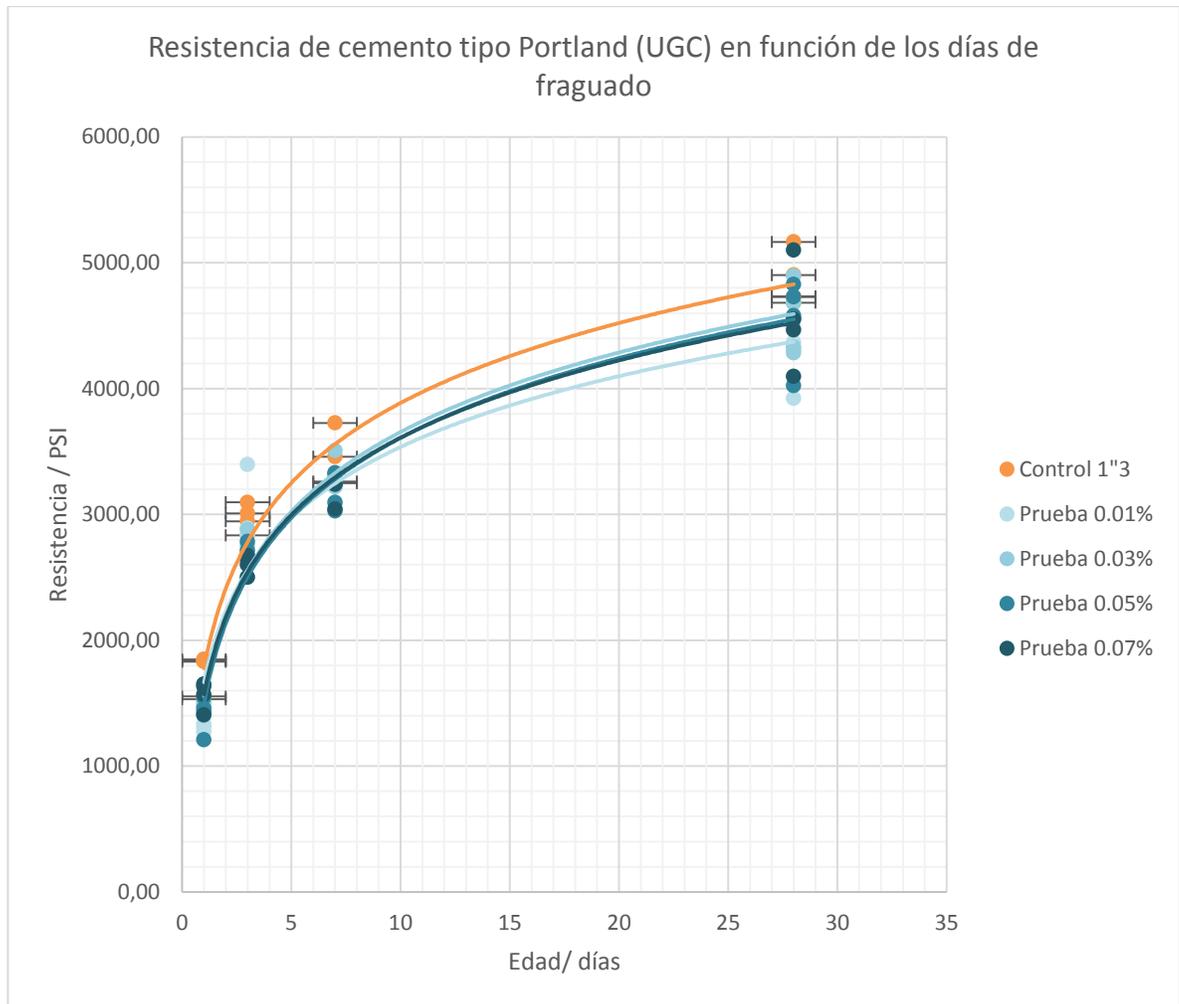
Fuente: elaboración propia.

Figura 32. **Resistencia de cemento tipo Portland (UGC) en blancos de 8"3 y 1"3 en función de los días de fraguado**



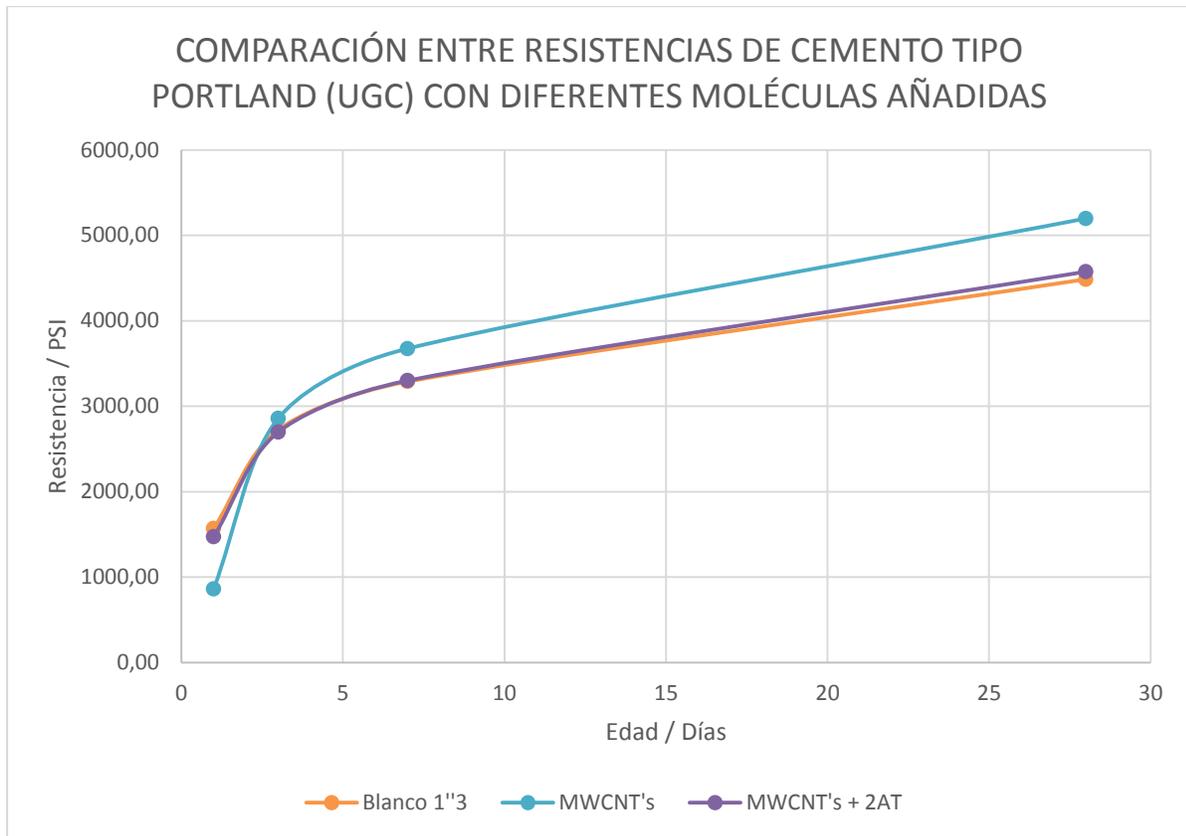
Fuente: elaboración propia.

Figura 33. Resistencia de cemento tipo Portland (UGC) con MWCTN's funcionalizados con 2-aminotiazol en función de los días de fraguado



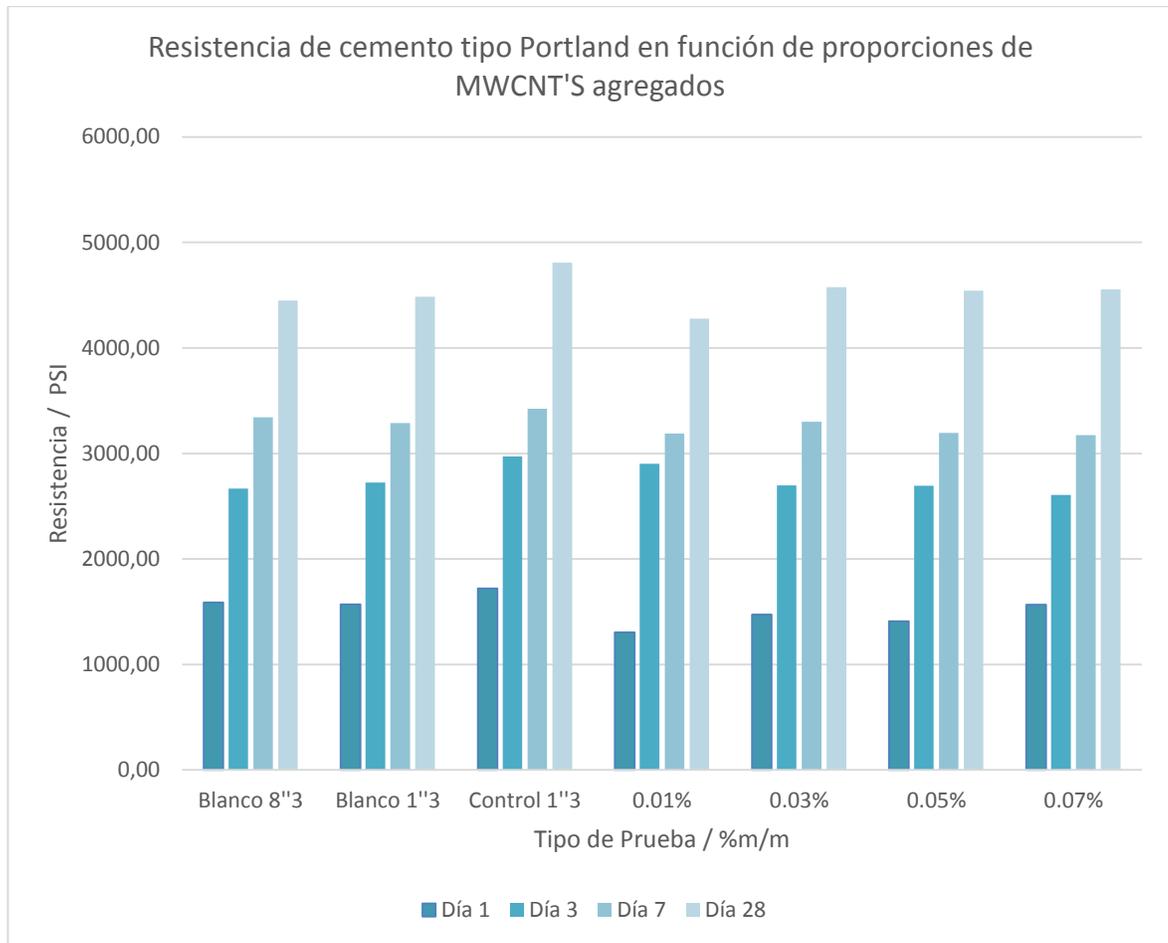
Fuente: elaboración propia.

Figura 34. **Comparación de resistencia de cemento tipo Portland (UGC) con MWCTN's funcionalizados y sin funcionalizar en función del tiempo de fraguado**



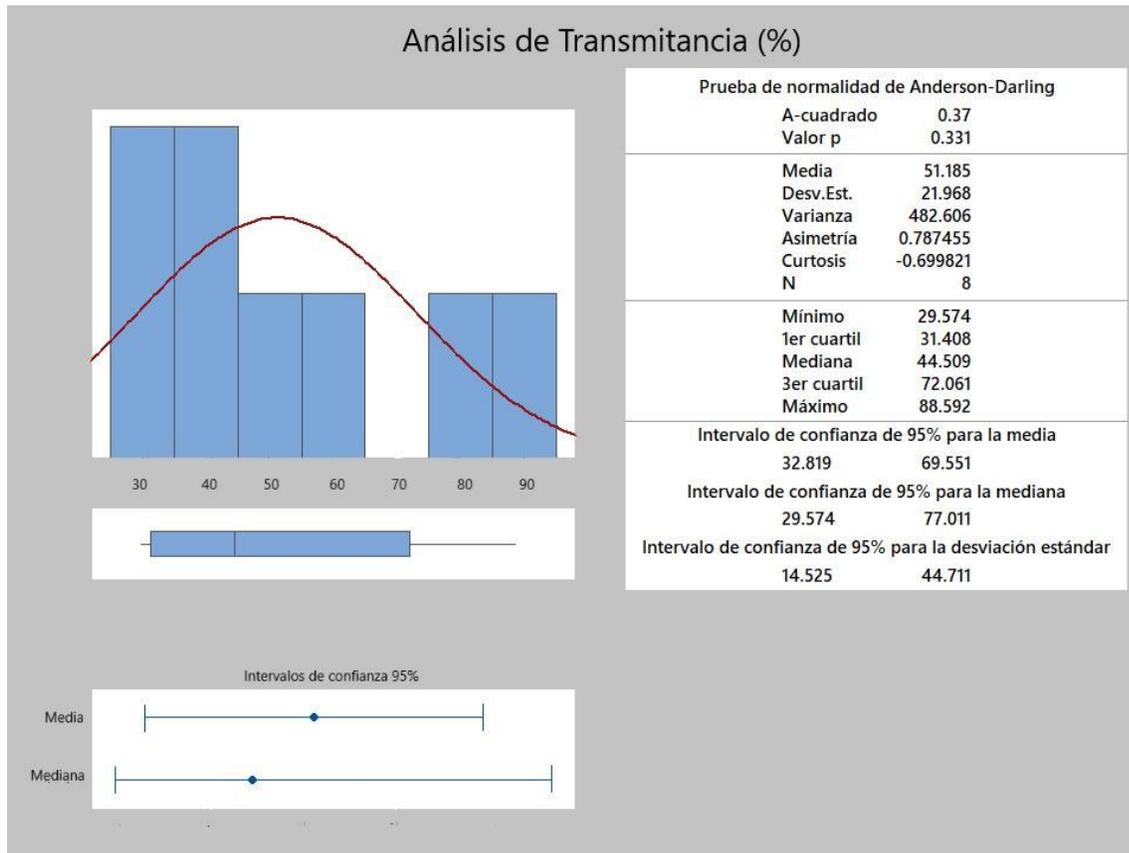
Fuente: elaboración propia.

Figura 35. **Tendencia de resistencia de cemento tipo Portland (UGC) con MWCTN's funcionalizados en función del tiempo de fraguado a cada concentración agregada**



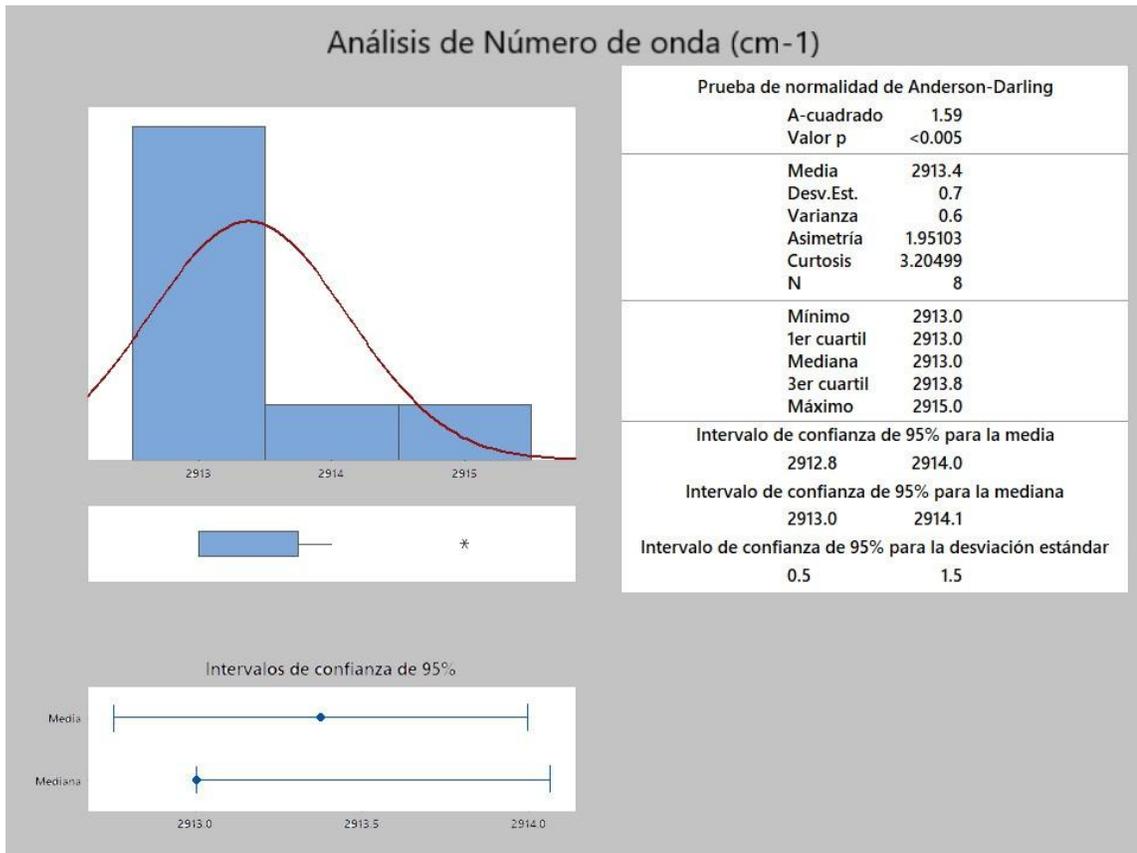
Fuente: elaboración propia.

Figura 36. **Análisis de normalidad Anderson Darling para la transmitancia de las diferentes muestras realizadas**



Fuente: elaboración propia.

Figura 37. **Análisis de normalidad Anderson Darling para el número de onda de las diferentes muestras realizadas**



Fuente: elaboración propia.

Tabla VII. **Variación estadística entre MWCNT's y MWCNT's funcionalizados con 2-aminotiazol (base espectro IR, pico 1)**

Núm. muestra	MWCNT's (cm-1)	MWCNT's funcionalizados (cm-1)	Desplazamiento (cm-1)	Cambio de transmitancia (%)
1	2237	2913	676	31,53
2	2237	2915	678	11,211
3	2237	2913	676	60,519
4	2237	2914	677	21,661
5	2237	2913	676	8,835
6	2237	2913	676	1,501
7	2237	2913	676	48,141
8	2237	2913	676	1,501

Fuente: elaboración propia.

Tabla VIII. **Variación estadística entre MWCNT's y MWCNT's funcionalizados con 2-aminotiazol (base espectro IR, pico 2)**

Núm. muestra	MWCNT's (cm-1)	MWCNT's funcionalizados (cm-1)	Desplazamiento (cm-1)	Cambio de transmitancia (%)
1	2158	2848	690	30,92
2	2158	2842	684	10,69
3	2158	2848	690	60,41
4	2158	2848	690	21,12
5	2158	2844	686	8,28
6	2158	2843	685	1,07
7	2158	2835	677	47,53
8	2158	2843	685	1,07

Fuente: elaboración propia.

Tabla IX. **Variación estadística entre MWCNT's y MWCNT's funcionalizados con 2-aminotiazol (base espectro IR, pico 3)**

Núm. muestra	MWCNT's (cm-1)	MWCNT's funcionalizados (cm-1)	Desplazamiento (cm-1)	Cambio de transmitancia (%)
1	2033	1724	-309	22,97
2	2033	1725	-308	3,61
3	2033	1724	-309	59,56
4	2033	1724	-309	17,29
5	2033	1720	-313	2,05
6	2033	1724	-309	-3,02
7	2033	1719	-314	45,07
8	2033	1724	-309	-3,02

Fuente: elaboración propia.

Tabla X. **Variación estadística entre MWCNT's y MWCNT's funcionalizados con 2-aminotiazol (base espectro IR, pico 4)**

Núm. muestra	MWCNT's (cm-1)	MWCNT's funcionalizados (cm-1)	Desplazamiento (cm-1)	Cambio de transmitancia (%)
1	1729	1615	-114	24,53
2	1729	1630	-99	5,46
3	1729	1625	-104	61,97
4	1729	1615	-114	19,56
5	1729	1625	-104	3,67
6	1729	1650	-79	-0,61
7	1729	1650	-79	47,18
8	1729	1650	-79	-0,61

Fuente: elaboración propia.

Tabla XI. **Variación estadística entre MWCNT's y MWCNT's funcionalizados con 2-aminotiazol (base espectro IR, pico 5)**

Núm. muestra	MWCNT's (cm-1)	MWCNT's funcionalizados (cm-1)	Desplazamiento (cm-1)	Cambio de transmitancia (%)
1	1626	1454	-172	22,06
2	1626	1444	-182	3,41
3	1626	1447	-179	61,99
4	1626	1447	-179	18,70
5	1626	1455	-171	2,23
6	1626	1440	-186	-1,22
7	1626	1448	-178	45,83
8	1626	1440	-186	-1,22

Fuente: elaboración propia.

5. INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS

Las figuras número trece a la veintiuno muestran los espectros de infrarrojo realizados a las ocho muestras sintetizadas en laboratorio y el espectro de referencia de MWCNT's. En cada uno de los espectros se lee la transmitancia (%) en función del número de onda (cm^{-1}) del compuesto sintetizado. Cada uno de los enlaces que tenga la partícula sintetizada corresponde a una intensidad que se lee a números de onda específicos; estos números de onda corresponden a la ubicación de enlaces formados entre diferentes elementos, por lo que hay un área exclusiva en la que pueden encontrarse determinados enlaces.

La lectura en cada uno de los espectros IR se clasifica en dos secciones, la primera que corresponde a la parte diagnóstico del espectro (de 1400 cm^{-1} en adelante) ya que indica los grupos funcionales que pueden estar presentes en la muestra; y las medidas más bajas de número de onda que corresponden a la huella digital del espectro, esta parte es más complicada de interpretar ya que puede presentar un exceso de señales, pero tiene la característica de ser único en cada molécula. En base a esto se explica por qué el 100 % de las muestras analizadas presenta una banda entre 1400 y 1499 cm^{-1} en el área de huella digital de la muestra, a diferencia de la figura 21 que representa el espectro de los nanotubos de carbono sin funcionalizar.

La figura 21 muestra cinco números de onda que se identifican como vibraciones de tensión en la primera banda entre carbono-hidrógeno; la segunda banda también coincide con una tensión entre compuestos carbono-hidrógeno, la tercera banda corresponde a una flexión entre oxígeno-

hidrógeno, la cuarta y quinta banda corresponden a una flexión entre carbono-hidrógeno. Al utilizar de referencia la figura 12, tiene seis bandas características, la primera se identifica como una señal de tensión entre los elementos O-H, la segunda y tercera banda corresponden a señales de tensión entre los elementos C-H, la cuarta banda corresponde a una señal de flexión entre los elementos O-H, la quinta banda corresponde a una señal de flexión entre los elementos los elementos N-H y la última banda corresponde a una señal de flexión entre elementos C-N. Cada una de las señales de ambos compuestos de la figura 21 y 12 con las figuras 13 a la 20 se observan bandas características en tres áreas específicamente, carbono-hidrógeno, oxígeno-hidrógeno y nitrógeno-hidrógeno. Esta comparación de variaciones se demuestra en la figura 36 y figura 37. La información contenida en dichas figuras resulta de un análisis ANOVA que especifica la varianza y la desviación estándar entre números de onda y transmitancias.

En la figura 36 se observa una variación de 482.606 y una desviación estándar de 21.968, valores que indirectamente se relacionan con la concentración de 2-aminotiazol que fue funcionalizada con los MWCNT's. Esta relación entre la concentración agregada a los nanotubos se encuentra en función de la transmitancia de ambos compuestos, ya que los MWCNT's tienen una transmitancia mucho más baja comparada con la transmitancia que se lee para una muestra de 2-aminotiazol (comparar áreas de bandas en figuras 21 y 12).

Al sintetizar nanotubos de carbono con 2-aminotiazol, la formación de enlaces covalentes entre la superficie del nanotubo de carbono con el 2-aminotiazol puede tomar diferentes posiciones, lo que influye directamente en la estructura que tome la partícula. Inicialmente el MWCNT puede formar dos fases, una fase con más características de cristal que otra; en caso de que

estas estructuras se formen entonces se tiene un policristal o polvo. Con esta característica, también se sobreentiende que la adhesión entre el 2-aminotiazol y los MWCNT's es variada dependiendo de la proporción de fases de grafito en el nanotubo de carbono y también dependiendo de las condiciones de reacción ya que las cantidades de 2-aminotiazol que reaccionan no son las mismas en cada batch realizado.

Las figuras número veintidós a la treinta muestran los espectros de difracción de polvos realizados a las ocho muestras sintetizadas en laboratorio y los espectros de referencia de MWCNT's y 2-aminotiazol experimentales. En cada uno de los espectros se lee el área de la intensidad de onda que tiene la partícula sintetizada en función del ángulo formado entre la muestra y el haz generado del equipo. El espectro generado depende de la geometría de la partícula sintetizada y la organización de sus moléculas, además de la concentración de los compuestos presentes. Ya que no se tiene un valor de concentración de 2-aminotiazol presente en la muestra, se puede analizar las variaciones en la intensidad y los desfases en el ángulo cuando los MWCNT's se encuentran funcionalizados a diferencia de los no funcionalizados. Esta variación indica un cambio sufrido en la materia prima, sin embargo cuantificar el porcentaje de variación no indica el porcentaje de concentración agregado.

Los intervalos de confianza de la figura 36 delimitan el porcentaje de transmitancia entre un rango de 29.574 % y 77.011 % tomando como referencia la mediana. En este caso la mediana es el valor central de la serie de datos y se utiliza como parámetro ya que delimita los valores más representativos de concentración de la muestra. Es posible analizar la diferencia entre la transmitancia de los nanotubos de carbono sin funcionalizar, la transmitancia del 2-aminotiazol sin reaccionar y las diferentes muestras sintetizadas. La transmitancia de las muestras es considerablemente mayor a la transmitancia

de los MWCNT's y menor a la transmitancia del 2-aminotiazol; aunque estas variaciones no indiquen la concentración de 2-aminotiazol presente en la muestra, es un indicador de que la síntesis se llevó a cabo.

El valor de las diferencias de desplazamiento basadas en el espectro IR es utilizado como parámetro para evidenciar la reacción de síntesis como exitosa. La funcionalización del grupo amino en la estructura del nanotubo de carbono es evaluada mediante la pérdida de masa según figura 31. El porcentaje de masa recuperado según TGA es de 78.553 % respecto a la masa inicial de la muestra funcionalizada. Al comparar con el porcentaje de recuperación de una muestra de nanotubos sin funcionalizar que es de 98.000 % bajo las mismas condiciones es necesario realizar una corrección para estimar la pérdida de material sin considerar variaciones por descomposición o reacciones independientes de la funcionalización. Al ajustar el porcentaje recuperado sobre la muestra de MWCNT's sin funcionalizar como el cien por ciento de la muestra, la diferencia entre los porcentajes de peso perdidos corresponden a material orgánico. Según esta corrección, la pérdida real de peso fue de 19,44 %, y se estima la presencia de 1 átomo de amina por cada 33 átomos de carbono en lo largo del nanotubo de carbono.

Al tener finalizada la caracterización se procede a evaluar el efecto de estos sobre la matriz cementicia, la resistencia del cemento tipo Portland incrementa en función de los días de fraguado, esta tendencia es la misma para la base de blancos de 8" y 1". La tendencia de este incremento es de forma logarítmica de la forma $\text{Resistencia} = 857,78 \ln(\text{Días}) + 1646,5$ con un R2 de 0,97.

Al comparar este comportamiento de la figura 32 con la figura 33, el comportamiento ascendente en forma logarítmica sigue siendo el mismo. La

variación más importante es la que presenta la Figura 34, en la que se comparan los nanotubos de carbono funcionalizados y sin funcionalizar; aunque ambas gráficas son ascendentes, la que presenta mayores valores en incremento de la resistencia del cemento en función de los días de curado es la muestra con nanotubos de carbono sin funcionalizar.

Esta variación entre el incremento de la resistencia de ambas muestras se debe al efecto de dispersión entre los nanotubos de carbono y los nanotubos de carbono con grupos tiazol. La dispersión de los nanotubos de carbono funcionalizados en condiciones óptimas es de 70 mg/L, para lo que se requiere 5 horas de ultrasonicación con un equipo de alta potencia, a diferencia de la dispersión de nanotubos de carbono sin funcionalizar que es de 90mg/L en condiciones óptimas.

Con la información recopilada y el análisis de F de Fischer se elimina hipótesis alterna y se acepta la hipótesis nula, la cual afirma que no existe variación en la resistencia a la compresión mecánica entre las muestras de nanotubos de carbono funcionalizados y los nanotubos de carbono sin funcionalizar en las briquetas de cemento tipo Portland (UGC). Al tener 1 átomo de amina por cada 33 átomos de carbono; esta funcionalización equivale al 3% de lo largo de la cadena y por tanto afecta la estructura mesoporosa de los nanotubos. Al utilizar materiales que son altamente porosos, se genera un mayor efecto de homogeneidad, la cual facilita la dispersión de los nanotubos de carbono y reduciendo aglomeraciones de la partícula. En este caso, la funcionalización se presenta en varias partes del nanotubo de carbono alterando la porosidad, afectando la morfología de la partícula, la facilidad de dispersión y afectando las propiedades mecánicas del nanotubo de carbono sobre el cemento.

6. CRONOGRAMA

Tabla XII. Cronograma de actividades

Descripción de actividades	Enero 2017				Febrero 2017				Marzo 2017				Abril 2017				Mayo 2017				Junio 2017				Julio 2017				Agosto – Nov. 2017			
	Semana				Semana				Semana				Semana				Semana				Semana				Semana							
	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4
Investigación y elaboración de protocolo																																
Obtención de materia prima y equipos																																
Síntesis de MWCNTS funcionalizados																																
Descripción de actividades	Enero 2018				Febrero 2018				Marzo 2018				Abril 2018				Mayo 2018				Junio 2018				Julio 2018				Agosto 2018			
	Semana				Semana				Semana				Semana				Semana				Semana				Semana							
	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4	1	2	3	4
Caracterización de MWCNTS funcionalizados por XRD																																
Caracterización de MWCNTS funcionalizados por FTIR																																
Caracterización de MWCNTS funcionalizados por TGA																																
Preparación de briquetas de cemento modificado																																
Pruebas de resistencia en briquetas																																
Ordenamiento y tabulación de datos																																
Análisis de resultados y estadísticos																																
Informe de resultados y redacción de reporte final																																

Fuente: elaboración propia.

7. PRESUPUESTO

Tabla XIII. Presupuesto generado para realizar investigación de tesis

Descripción	Precio unitario (\$)	Precio unitario (Q)	Unidades	Subtotal (Q)
Balanza termo sensible	150,00	1126,50	1	1126,50
Cronómetro	--	50,00	1	50,00
Alquiler de equipo espectroscopía infrarroja (por hora)	51,00	383,01	63	24129,63
Alquiler de equipo análisis termogravimétrico (por hora)	93,00	698,43	50	34921,50
Termómetro digital	119,50	897,45	1	897,45
Plancha de agitación magnética	661,00	4964,11	1	4694,11
Ultrasonico VCX130-117V	3805,00	28575,55	1	28575,55
Horno eléctrico con humidificador	564,00	4235,64	1	4235,64
Molde de briqueta	12,00	90,12	6	540,72
Espátula	2,00	15,02	2	30,04
Campana de extracción con entrada de gas inerte	1095,00	8223,45	1	8223,45
Matraz Schelenk de 500 ml	81,50	612,07	2	1224,13
Beaker de 2L	35,00	262,85	2	525,70
Beaker de 250 ml	30,50	229,06	6	1374,33
Probeta de 100 ml	72,00	540,72	2	1081,44
Pipeta serológica de 5 ml	109,50	822,345	2	1644,69

Continuación de la tabla XIII.

Paquete de vidrio de reloj 80 mm	42,20	316,93	1	316,93
Mortero y pistilo 40 mm	190,50	1430,66	1	1430,66
Paquete de crisol de 15 ml	90,70	681,16	1	681,16
kg de nanotubos de carbono al 98 % de pureza	141,00	1058,91	1	1058,91
kg de Urea sólida grado reactivo al 46 % N	150,00	1126,50	1	1126,50
Litro de aceite vegetal	2,00	15,02	3	45,06
Bombona de gas inerte	68,00	510,68	2	1021,36
500 g de 2-aminotiazol	28,00	210,28	1	210,28
kg de nitrito de sodio sólido grado reactivo	30,00	225,30	1	225,30
Garrafón de agua desmineralizada	2,00	15,02	1	15,02
Caja de membrana de PTFE	143,00	1073,93	1	1073,93
Caja de membrana de policarbonato	119,00	893,69	1	893,69
Galón de alcohol etílico al 95 %	9,32	70,00	1	70,00
Plastificante de poliacrilato	2,00	15,02	1	15,02
Cemento tipo Portland (UGC)	10,40	78,10	1	78,10
Alquiler de equipo de difracción de rayos X (por hora)	51,00	383,01	63	
Total	-	-	-	121536,80

Fuente: elaboración propia.

CONCLUSIONES

1. El rango de transmitancia de MWCNT'S funcionalizados se encuentra en un rango de 29,574 % a 77,011 % según caracterización por técnica XRD.
2. Se identificó el enlace carbono-hidrógeno; oxígeno-hidrógeno, y el enlace nitrógeno hidrógeno en la estructura cristalina funcionalizada mediante el análisis de FTIR.
3. El grado de funcionalización del grupo tiazol es de 1 átomo por cada 33 átomos de carbono a lo largo de la estructura, identificado mediante técnica de TGA.
4. La resistencia a la compresión mecánica de los nanotubos de carbono es de forma ascendente, y se describe de la forma: $\text{resistencia} = 857,78 \ln(\text{Días}) + 1646,5$ con un R2 de 0,97.
5. Se rechaza la hipótesis alterna y se aprueba la hipótesis nula, la cual establece que no hay variación significativa entre las pruebas de resistencia a la compresión mecánica entre una briqueta de emento con funcionalización y otra sin funcioonalizar.

RECOMENDACIONES

1. Evaluar otros métodos de funcionamiento con un ácido más fuerte que la urea, para evaluar la variación de resistencia a la compresión mecánica en briquetas de cemento tipo Portland, por ejemplo, ácido sulfúrico.
2. Realizar una caracterización de Isotermas de adsorción, para evaluar la estructura de los nanotubos de carbono y el área superficial en relación con los nanotubos de carbono sin funcionalizar.
3. Utilizar la técnica de Raman y SEM permitiría ampliar la investigación y dar más información respecto a la funcionalización de MWCNT's con 2-aminotiazol al evaluar la homogeneidad del diámetro de los nanotubos de carbono.

BIBLIOGRAFÍA

1. AJAYAN, Pulickel Madhavapanicker. *Nanotubes from carbon*, Chem. New York: Rensselaer Polytechnic Institute, 1999. 1800 p.
2. ANDREWS, Rodney; JACQUES, David; RANTELL, Terry. *Multiwall carbón nanotubes: Syntesis and Application*, Acc Chem Res. California, EE.UU: Stanford University, 2002. 1004 p.
3. ÁVILA ORTA, Carlos Alberto; CRUZ DELGADO, Víctor Javier; NEIRA VELAZQUEZ, María Guadalupe; HERNANDEZ HERNANDEZ, Ernesto; RODRIGUEZ, Francisco Javier. *Surface modification of carbón nanotubes with ethylene glicol plasma, carbon*. México: McGrawHill. 2009. 115 p.
4. BALAGURU; Perumalsamy; CHONG, Ken; LARSEN-BASSE, Jorn. *Nanotechnology and concrete: background, opportunities and challenges*. [en línea]. <https://www.ripublication.com/ijafst_spl/ijafstv4n10spl_08.pdf>. [Consulta: 14 de junio de 2018].
5. SÁNCHEZ GARCÍA, María Elena, *Mejoramiento de las propiedades mecánicas del concreto con adición de nanotubos de carbono*. Bogotá, Colombia: Universidad Distrital Francisco José de Caldas, 2018. 99 p.

APÉNDICES

Apéndice 1. **Equipo utilizado para realizar la reacción exotérmica de funcionalización de MWCNT's con 2-aminotiazol a una temperatura de 140 grados Celsius**



Fuente: elaboración propia.

Apéndice 2. **Blanco de prueba para caracterización. Muestra de urea más catalizador sólido**



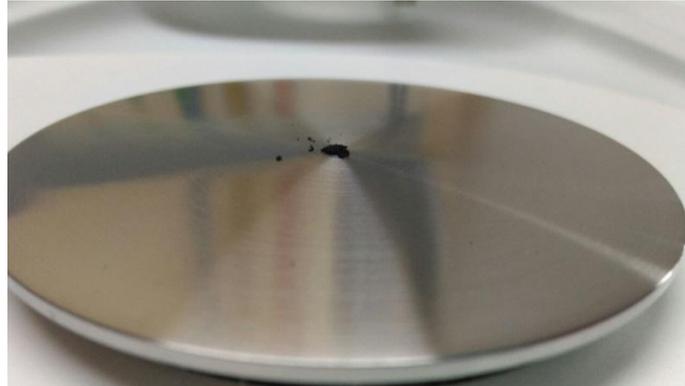
Fuente: elaboración propia.

Apéndice 3. **Muestra de filtrado de MWCNT's funcionalizados con 2-aminotiazol**



Fuente: elaboración propia.

Apéndice 4. **Muestra de MWCNT's funcionalizados para realizar caracterización de TGA, FTIR y XRD**



Fuente: elaboración propia.

Apéndice 5. **Equipo de FTIR utilizado para caracterizar la muestra de MWCNT's funcionalizada**



Fuente: elaboración propia.

Apéndice 6. **Equipo de sonicación para filtrado de MWCNT's funcionalizados con 2-aminotiazol**



Fuente: elaboración propia.

Apéndice 7. **Medio de fluorolube para realizar caracterización de FTIR en muestra de MWCNT's funcionalizados**



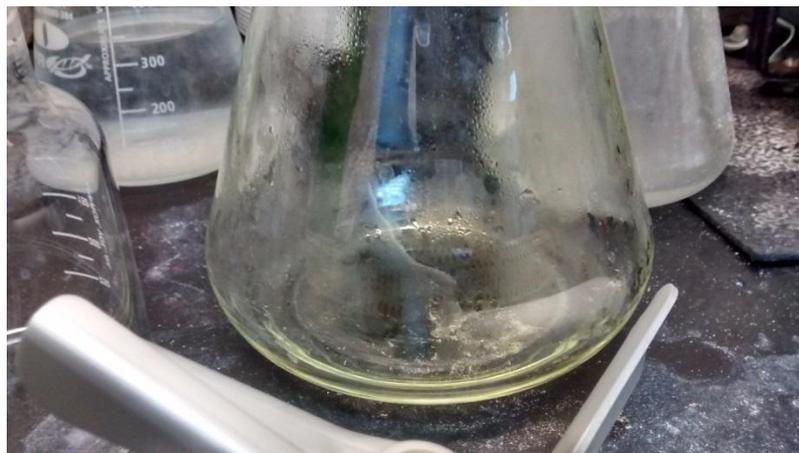
Fuente: elaboración propia.

Apéndice 8. **Lente lector de espectro FTIR para caracterización de muestra de MWCNT's funcionalizados**



Fuente: elaboración propia.

Apéndice 9. **Sobranante de lavados de alcohol en muestras de MWCNT's funcionalizados**



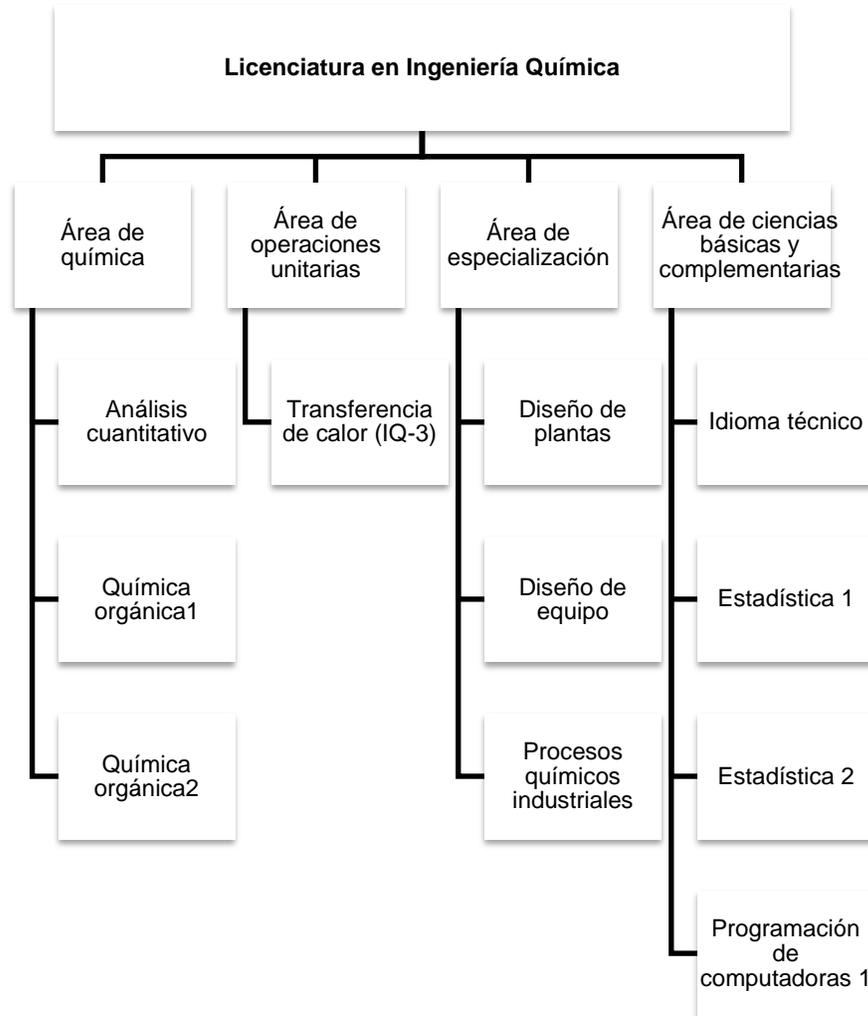
Fuente: elaboración propia.

Apéndice 10. **Analista de laboratorio colocando equipo de síntesis de MWCNT's funcionalizados con 2-aminotiazol**



Fuente: elaboración propia.

Apéndice 11. Requisitos académicos



Fuente: elaboración propia.

