

Caracterización de nanotubos de carbono de multipared recubiertos con Ni-B electroless.

C. García, R. Torres, A. Aguilar, C. Domínguez.

RESUMEN: Los nanotubos de carbono de multipared fueron recubiertos con Ni-B electroless por 1, 3 y 5 minutos, se caracterizaron mediante DRX, SEM, TGA, TEM y Raman con la finalidad de encontrar el tiempo de inmersión más adecuado para proteger a los nanotubos de hacer combustión a altas temperaturas.

INTRODUCCIÓN:

Desde su descubrimiento en 1991 [1] los nanotubos de carbono (NTC) han sido ampliamente utilizados debido a sus excelentes propiedades mecánicas, además de que son muy ligeros, lo cual los hace ser una excelente opción como material de reforzamiento [2-4], sin embargo, la falta de mojabilidad entre matrices metálicas en estado líquido y los nanotubos a llevado a la metalización de estos últimos. Los recubrimientos electroless no necesitan corriente eléctrica externa para su deposición; han sido muy populares debido a que proporcionan una alta dureza, resistencia a la corrosión y al desgaste [5]. El propósito de este trabajo es evaluar la uniformidad del recubrimiento sobre los nanotubos de carbono de multipared con diferentes tiempos de permanencia con la finalidad de valorar si dicho recubrimiento protege a los nanotubos de hacer combustión a altas temperaturas.

PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL:

Se usaron nanotubos de carbono de multipared de 3µm de largo y 60 nm de diámetro, a los cuales se les dio un tratamiento de limpieza, sensibilización y activación con la finalidad de volverlos hidrofílicos y hacer su superficie catalítica. Posteriormente se recubrieron con Ni-B electroless por un tiempo de 1, 3 y 5 minutos. Los nanotubos de carbono sin recubrir y recubiertos con Ni-B electroless se caracterizaron por DRX, SEM, TGA, TEM y RAMAN.

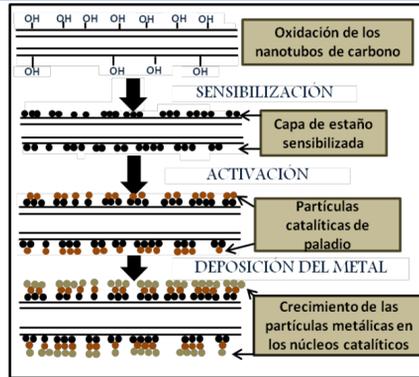


Fig.1. Proceso de limpieza, sensibilización, activación y deposición.

Tabla 1. Composición y condiciones del baño Ni-B electroless.

Reactivo	Concentración (mol/L)
Sal de níquel	0.12
Agente reductor	0.08
Estabilizador	0.003
Agente complejante	0.066
Condiciones	
Temperatura	70°C
pH	6

RESULTADOS:

Fases presentes en los nanotubos sin recubrir y recubiertos con Ni-B electroless.

En la figura 2(a) se observan los nanotubos sin recubrir, el pico principal se encuentra a los 26.4°, corresponde al plano (002); a los 44° se encuentra otro pico que pertenece al plano (101), ambos pertenecen al grafito. En la figura 2(b) se encuentran los nanotubos recubiertos, el pico principal se localiza a los 44°, su plano es el (111), el cual pertenece al Ni. El recubrimiento tiene partes amorfas (picos anchos y cristalinas (picos largos y delgados) [6].

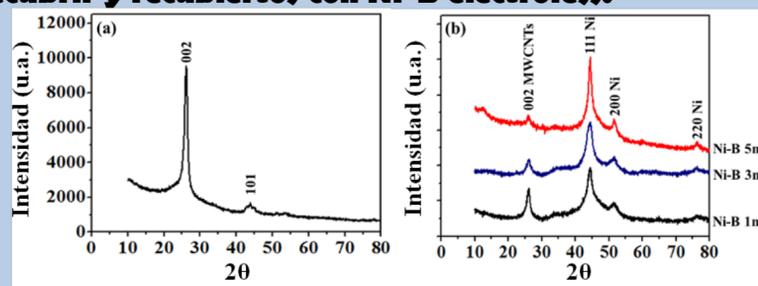


Fig.2. a) Difractograma de los NTC b) difractograma de los NTC recubiertos por 1, 3 y 5 minutos.

Morfología de los nanotubos sin recubrir y recubiertos con Ni-B electroless.

En la figura 3(a) se observan los NTC sin recubrir; en la figura 3(b), (c) y (d) se muestran los NTC recubiertos se puede ver que los NTC recubiertos por 5 minutos no presenta huecos, puntas o nanotubos sin recubrir como los NTC recubiertos por 1 y 3 minutos.

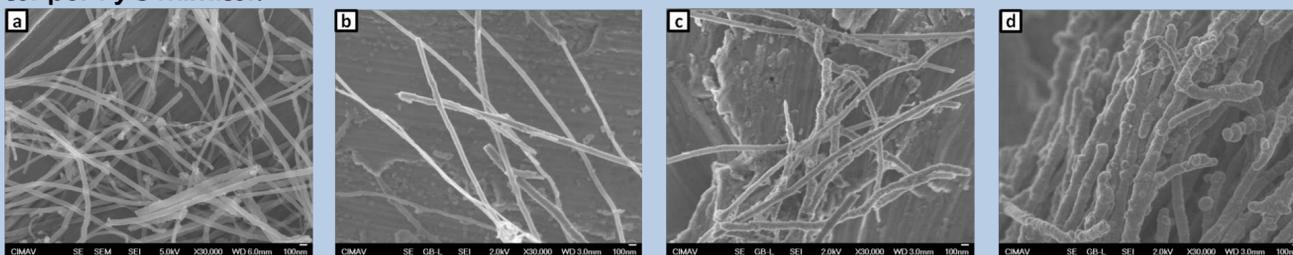


Fig.3. a) NTC sin recubrir, b) NTC recubiertos por 1 minuto, c) por 3 minutos y d) por 5 minutos.

Efecto del recubrimiento en la estabilidad térmica de los NTC.

En la figura 4 se muestra el análisis TGA de los NTC, se puede observar que los nanotubos recubiertos por 5 minutos es la que presenta una menor pérdida de peso.

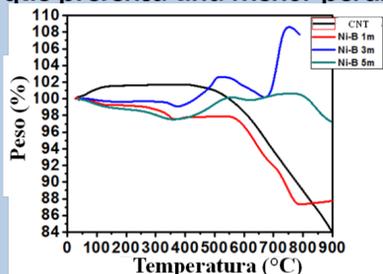


Fig.4. Termograma de los nanotubos sin recubrir y recubiertos con Ni-B electroless.

Espectroscopia Raman.

En la figura 5(a) y 5(b) se muestra el espectro Raman de los nanotubos sin recubrir, y recubiertos; están presentes las bandas D y G típicas de los NTC, por lo que el recubrimiento no afectó la integridad de los nanotubos [7].

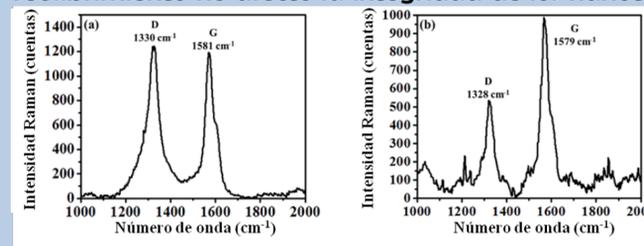


Fig.5. Espectro Raman de (a) los NTC sin recubrir, (b) NTC recubiertos por 1 minuto

Morfología en TEM de los nanotubos de carbono recubiertos con Ni-B electroless.

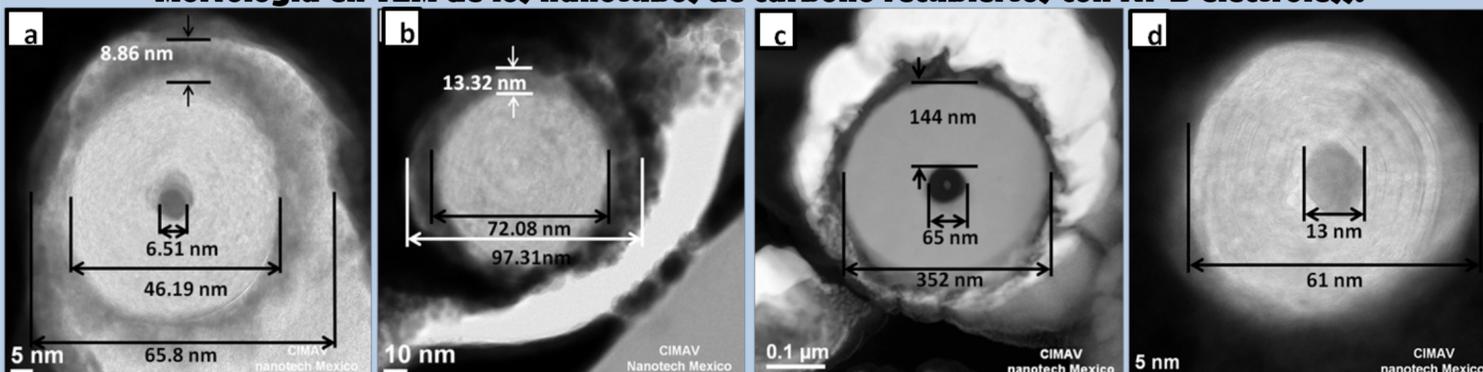


Fig.6. Nanotubos de carbono de multipared recubiertos por (a) 1 minuto, (b) 3 minutos, (c) 5 minutos y (d) sin recubrir.

En la figura 6 se muestra la sección transversal de los NTC recubiertos con Ni-B y sin recubrimiento. Se puede ver que los nanotubos tienen aprox. 80 capas. El espesor del recubrimiento aumenta conforme se incrementa el tiempo de deposición.

CONCLUSIONES:

- ❖ El difractograma muestra que los nanotubos se recubrieron ya que hubo un cambio de fase, además se muestra que el recubrimiento partes amorfas y cristalinas.
- ❖ De acuerdo con el SEM los nanotubos de carbono recubiertos por 5 minutos se recubren uniformemente y no presentan huecos o puntas sin recubrir.
- ❖ El tiempo de inmersión de 5 minutos es el que presenta una mejor estabilidad térmica debido a que es el que perdió menor peso en los análisis TGA.
- ❖ El recubrimiento es estable ya que la integridad de los nanotubos no es afectada debido a que no se forman otros compuestos como carburos, de acuerdo a los resultados de difracción y Raman.
- ❖ El recubrimiento tiene una buena adherencia a los nanotubos de acuerdo con lo observado en la sección transversal.

REFERENCIAS:

- [1] S. Iijima, Helical microtubules of graphitic carbon, Letters to nature, 354 (1991) 56-58. S. Iijima, Helical microtubules of graphitic carbon, Letters to nature, 354 (1991) 56-58.
- [2] S.I. Cha, K.T. Kim, K.H. Lee, C.B. Mo, S.H. Hong, Strengthening and toughening of carbon nanotube reinforced alumina nanocomposite fabricated by molecular level mixing process, Scripta materialia, 53 (2005) 793-797.
- [3] R. Andrews, M.C. Weisenberger, Carbon nanotubes polymer composites, Current opinion in solid state and materials science, 8.1 (2004) 31-37
- [4] Y.L. Yang, Y.D. Wang, Y. Ren, C.S. He, J.N. Deng, J. Nan, J.G. Chen, L. Zuo, Single-walled carbon nanotube-reinforced copper composite coatings prepared by electrodeposition under ultrasonic field, Materials letters, 62 (2008) 47-50.
- [5] P. Sahoo, S.K. Das, Tribology of electroless nickel coatings- a review, Materials and design, 32 (2011) 1760-1775.
- [6] V. Vitry, A. Kanta, J. Dille, F. Delaunois, Structural state of electroless nickel-boron deposits (5 wt. % B): characterization by XRD and TEM, Surface coatings and technology, 206 (2012) 3444-3449.
- [7] A. Ellis, J. Storey, S. Wallace, B. Inghman, Magnetic properties of electroless nickel-phosphorus coated multiwalled carbon nanotubes, Carbon- Science and technology (2008) 18-23.