

4. Materiales y Metodología

4.1 Equipo Utilizado

El equipo utilizado para la parte experimental se encuentra en el Departamento de Física y Astronomía de la UTSA.

- Sistema de Descarga de Arco desarrollado en casa en UTSA (Apéndice A)
- Sistema de Oxidación Térmica (Apéndice B)
- Hitachi SEM S5500 con EDS
- JEOL JEM ARM200F con difracción de rayos X
- JEOL 2010 TEM con difracción de rayos X

4.2 Reactivos

- Cable de zinc metálico de diámetro 2.0 mm
- Grafito (Sigma-Aldrich, Polvo <150um 99.99%)
- Oxígeno Gaseoso
- Nitrógeno Gaseoso

Todas las sustancias de Sigma-Aldrich no fueron purificadas posteriormente, empleándose como fueron recibidas.

4.3 Procedimiento general para la síntesis de ZnO por descarga de arco

El sistema de descarga de arco consiste en dos soldadoras montadas con cable de zinc metálico 99.9%, arregladas de forma que las dos puntas del cable se encuentran para poder crear un arco al pasar una corriente a través de ellas cuando se acerca. Una de las soldadoras actúa como el ánodo mientras que la otra funciona como cátodo. En este punto donde se unen los dos cables metálicos también se tiene la fuente de oxígeno (Figura 4.1) el cual es regulado por una válvula electrónica (O_2).



Figura 4.1 Se muestra el arreglo de descarga de arco que se encuentra en el interior de la cámara de reacción después de que se llevó a cabo la reacción. La imagen muestra tres componentes convergiendo en un solo punto: ánodo (Zn metálico), cátodo (Zn metálico), y la fuente de oxígeno.

Antes de encender la soldadora se cerró la cámara de reacción (Figura 4.2) y se ajustó la velocidad de alimentación de cable y la corriente. Se encendió el flujo de oxígeno y posteriormente se encendió la soldadora. Se tiene un interruptor el cual se encarga de

alimentar ambos cables a una misma velocidad. Se debe de tener una corriente adecuada para que la evaporación del cable metálico se haga a la misma velocidad con la que se alimentan los cables. Por medio de un interruptor se inició el proceso y se mantuvo el arco con una fuente constante de energía por aproximadamente 60 segundos para obtener una muestra considerable.

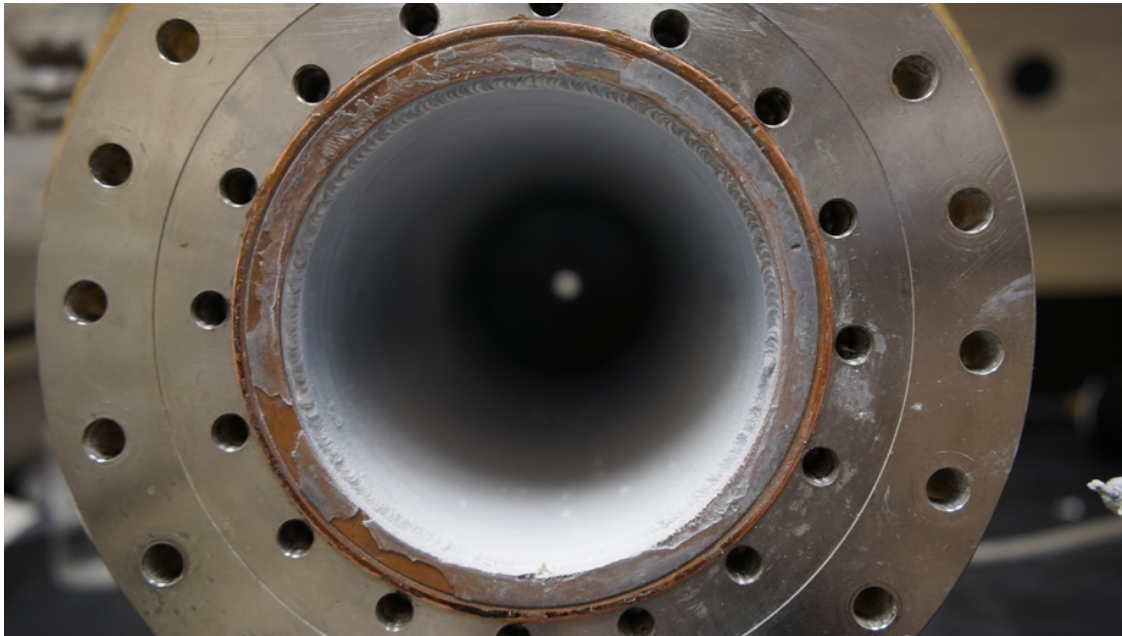


Figura 4.2. Cámara de reacción de acero inoxidable después de llevarse a cabo la reacción. El polvo blanco es el Óxido de Zinc antes de ser recolectado.

Los cables de zinc metálico fueron golpeados con una descarga eléctrica de alto voltaje dentro de la atmósfera de oxígeno molecular. Al iniciar el proceso, se observaban emisiones de luz indicadores de que el proceso se está llevando a cabo. Los iones emitidos por el ánodo están ionizados en la superficie del ánodo debido a los electrones que llegan del cátodo. Una representación esquemática del proceso de descarga de arco se encuentra en la figura 4.3. Ésta alta corriente causa un calentamiento local intenso, el cual resulta en la evaporación del zinc metálico en el ánodo. Se dejó una corriente de 50 Amperes por la

duración del proceso. El polvo resultante se adhirió a superficie del ánodo y cátodo y a las paredes internas de la cámara de reacción. No se mantuvo controlada la presión dentro de la cámara, haciendo de este proceso uno a presión atmosférica. El proceso resulta en la evaporación del cable metálico de Zn para formar un polvo blanco. Antes de abrir la cámara se dejó asentar el polvo durante aproximadamente diez minutos, y una vez pasado este tiempo se abrió la cámara y se recolectó el ZnO de las paredes de la cámara de reacción. Este proceso se repitió las veces necesarias para tener suficiente muestra para el siguiente proceso.

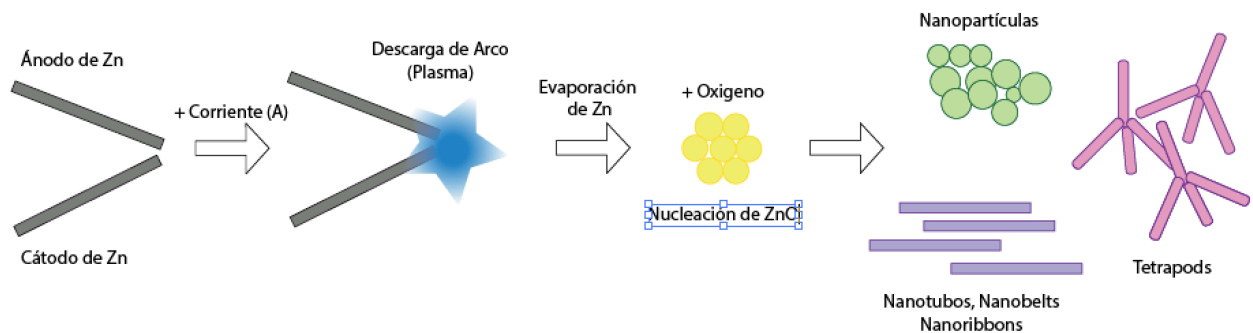


Figura 4.3 Representación esquemática del proceso de descarga de arco

4.4 Procedimiento general para la oxidación térmica de ZnO

El proceso de oxidación térmica se llevó a cabo en un horno tubular. Se utilizó un tubo de cuarzo en el cual se insertó un bote de cuarzo con óxido de zinc y grafito en una proporción 1:1 molar. El tubo de cuarzo se colocó dentro del horno tubular y se conectó a la fuente de nitrógeno mediante un controlador de flujo. Antes de iniciar el proceso de oxidación térmica, se programó el horno y el medidor de flujo de masa con los parámetros propios de cada experimento, en donde se definió la velocidad de calentamiento, flujo de nitrógeno y tiempo de calentamiento (Ver tabla 4.1). Los experimentos se repitieron tres veces cada uno para

comprobar que los resultados fueran consistentes y reproducibles. En la siguiente tabla 4.1 se indican los principales parámetros utilizados.

Tabla 4.1. Parámetros utilizados para la obtención de nanoestructuras de ZnO

# Experimento	Velocidad de Calentamiento ($T \text{ min}^{-1}$)	Tiempo de Calentamiento (min)	Flujo de nitrógeno (sccm)	Temperatura de Calentamiento (C)
1	50	40	30	300
2	50	40	50	500
3	50	40	90	700
4	50	40	120	900

Antes de iniciar los experimentos se purgo la atmósfera con nitrógeno gaseoso por cinco minutos y, posteriormente, se inició el proceso de oxidación. Después de la oxidación, se deja enfriar permitiendo el flujo de nitrógeno hasta que se llega a temperatura ambiente. Una representación de la oxidación térmica se muestra a continuación en la figura 4.4.

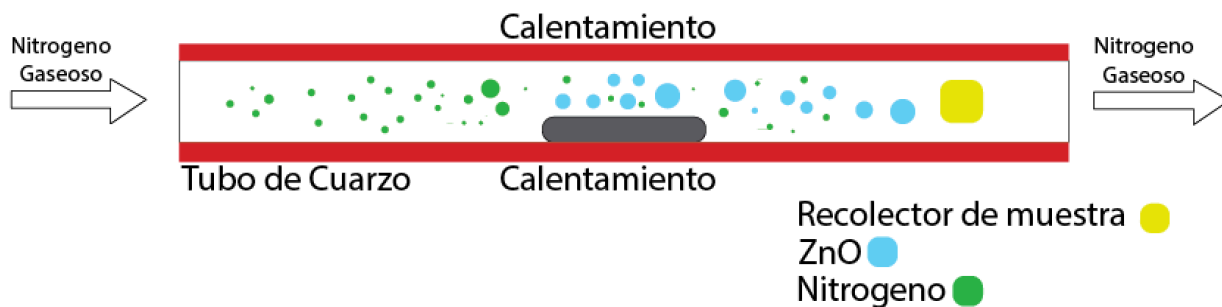


Figura 4.4 Diagrama esquemático general del proceso de oxidación térmica.

4.5 Caracterización de los productos

Las distintas morfologías de las muestras obtenidas fueron caracterizadas utilizando un microscopio electrónico de barrido (SEM; Hitachi S5500), un microscopio electrónico de transmisión (TEM; JEOL 2010) y un microscopio de fuerza atómica (JEOL JEM ARM200F). Se caracterizó elementalmente utilizando un módulo de EDS (*Energy-dispersive X-ray Spectroscopy*) adjunto al microscopio electrónico de barrido y la estructura cristalina se caracterizó utilizando un módulo de difracción de rayos X adjuntado al microscopio electrónico de transmisión.