

Estudio de las propiedades físico-químicas de nanotubos de carbono en dispersión para la aplicación en concretos funcionales.

Cristian Eduardo López Ávila y Miguel Ángel Cely Nossa

Trabajo de grado para optar por el título de Ingeniero Químico

Director

Jorge Hernán Quintero Orozco

Doctor en Ingeniería, ciencia y tecnología de materiales

Codirector

Luz Marina Ballesteros Rueda

Doctora en electroquímica, ciencia y tecnología

Universidad Industrial de Santander

Facultad de Ingenierías Físicoquímicas

Escuela de Ingeniería Química

Bucaramanga

2020

### Dedicatoria

Primero que todo a Dios, por estar siempre presente en nuestro camino y en cada paso que damos.

Segundo a nuestras familias, por ser un apoyo incondicional en todo sentido y por estar presentes en todo momento.

A la universidad Industrial de Santander, nuestra alma mater que nos ayudó a formar ética y profesionalmente.

A nuestros amigos y compañeros que de una u otra forma nos ayudaron a lograr esta meta.

A mi compañera de vida, Yadennys Navarro, por estar a mi lado en este camino y apoyarme siempre.

### Agradecimientos

A la Universidad Industrial de Santander por su esfuerzo permanente para lograr la excelencia académica, por su infraestructura académica e investigativa y por su búsqueda incansable para formar profesionales íntegros y competitivos.

A nuestro director el Doctor Jorge Hernán Quintero Orozco por su constante apoyo y sus consejos en cada etapa del trabajo.

Al cuerpo docente por su orientación y por todo lo aprendido durante el proceso de formación de la carrera que nos permitirán desenvolvernos en el mundo laboral de la mejor manera.

Al Profesor Daniel Triana por su ayuda constante para el desarrollo de los análisis de impedancia y de las probetas.

A todos los que de una u otra forma se vieron involucrados y aportaron de cualquier forma en esta investigación

Y finalmente, un agradecimiento especial a nuestras familias por su apoyo incondicional, por su motivación y por siempre estar presentes en cada etapa de nuestra vida.

## Contenido

	<b>Pág.</b>
Introducción .....	16
1. Objetivos .....	20
1.1. Objetivo General .....	20
1.2. Objetivos Específicos .....	20
2. Descripción de la Metodología .....	21
2.1. Materiales .....	22
2.2. Procedimiento experimental .....	23
2.2.1. <i>Diseño del experimento</i> .....	23
2.2.2. <i>Dispersión de las tintas</i> .....	24
2.2.3. <i>Fabricación de las probetas</i> .....	28
2.3. Caracterización de las tintas .....	33
2.3.1. <i>Espectroscopía UV-Vis</i> .....	33
2.3.2. <i>Tamaño de Partícula (DLS)</i> .....	35
2.3.3. <i>Potencial Zeta (DLS)</i> .....	37
2.3.4. <i>Impedancia</i> .....	38
3. Resultados .....	40

3.1.	Potencial Z.....	40
3.1.1.	<i>Tritón X-100</i> .....	40
3.1.2.	<i>Sikaplast 328</i> .....	42
3.1.3.	<i>Eucon 37</i> .....	43
3.2.	Espectroscopía UV-Vis .....	45
3.2.1.	<i>Blanco con agua tipo I</i> .....	45
3.2.1.1.	<i>Tritón X-100</i> .....	46
3.2.1.2.	<i>Sikaplast 328</i> .....	47
3.2.1.3.	<i>Eucon 37</i> .....	48
3.2.2.	<i>Blanco con mezcla de agua tipo I y surfactante</i> .....	50
3.2.2.1.	<i>Tritón X-100</i> .....	50
3.2.2.2.	<i>Sikaplast 328</i> .....	51
3.2.2.3.	<i>Eucon 37</i> .....	52
3.3.	Temperatura.....	53
3.4.	Tamaño de partícula.....	58
3.4.1.	<i>Tritón X-100</i> .....	58
3.4.2.	<i>Sikaplast 328</i> .....	59
3.4.3.	<i>Eucon 37</i> .....	60
3.5.	Impedancia .....	62
3.5.1.	<i>Muestras dispersadas</i> .....	63

3.5.2.	<i>Probetas</i> .....	64
5.	Conclusiones .....	66
6.	Recomendaciones.....	67
	Referencias Bibliográficas .....	68
	Apéndices .....	73

**Índice de tablas**

	<b>Pág.</b>
Tabla 1. Etapas de la experimentación.....	21
Tabla 2. Lista de materiales utilizados en la investigación. ....	22
Tabla 3. Energías y tiempos de dispersión para las muestras.....	27
Tabla 4. Lista de probetas fabricadas.....	29
Tabla 5. Impedancia de las tintas elaboradas para las diferentes energías de sonicación y dispersante. ....	63
Tabla 6. Impedancia de las probetas preparadas por cada dispersante. ....	65

## Índice de Figuras

	<b>Pág.</b>
Figura 1. Proceso de agitación en la plancha.....	25
Figura 2. Muestras dispersadas y listas para almacenar.....	27
Figura 3. Preparación de los moldes. ....	30
Figura 4. Compactacion de las probetas en plancha vibratoria. ....	31
Figura 5. Probetas sumergidas en agua tipo I para el proceso de curado.....	32
Figura 6. Espectrofotómetro UV-Vis 8453-Agilent. ....	35
Figura 7. Zetasizer Nano Series de referencia lifesizer 500 de Malvern (DLS).....	36
Figura 8. Celda Malvern Instruments DTS 1061 para análisis del potencial zeta. ....	38
Figura 9. Potenciostato/galvanostato marca autolab.....	39
Figura 10. Pinzas porta electrodos, celda de teflón cilíndrica y electrodos de oro.....	39
Figura 11. Potencial Z a los 0, 15, 30, 45 y 90 días de la solución de nanotubos de carbono usando tritón X-100 como surfactante. ....	41
Figura 12. Potencial Z a los 0, 15, 30, 45 y 90 días de la solución de nanotubos de carbono con Sikaplast 328 como surfactante. ....	43
Figura 13. Potencial Z a los 0, 15, 30, 45 y 90 días de la solución de nanotubos de carbono con eucon 37 como surfactante. ....	44
Figura 14. UV-Vis para el Tritón a los 0, 15, 30, 45 y 90 días de la tinta para comparar el resultado de las 3 energías. ....	46
Figura 15. UV-Vis para el Sikaplast 328 a los 0, 15, 30, 45 y 90 días de la tinta para comparar el resultado de las 3 energías. ....	47

Figura 16. UV-Vis para el Eucon 37 a los 0, 15, 30, 45 y 90 días de la tinta para comparar el resultado de las 3 energías. ....	48
Figura 17. Espectro de absorbancia de los CNT dispersados con Tritón X-100 utilizando como blanco mezcla de agua tipo I y tritón X-100. ....	50
Figura 18. Espectro de absorbancia de los CNT dispersados con Sikaplast 328 utilizando como blanco mezcla de agua tipo I y Sikaplast 328.....	52
Figura 19. Espectro de absorbancia de los CNT dispersados con Eucon 37 utilizando como blanco mezcla de agua tipo I y eucon 37.....	52
Figura 20. Puntos de medición de la temperatura. ....	54
Figura 21. Comportamiento de la temperatura durante la dispersión para el Sikaplast 328 a 190 J/g.....	54
Figura 22. Comportamiento de la temperatura durante la dispersión con Sikaplast 328 como agente surfactante comparándolo con las 3 energías de dispersión. ....	55
Figura 23. Comportamiento de la temperatura durante la dispersión comparando los 3 dispersantes con la energía de 190 J/g. ....	56
Figura 24. Tamaño de partícula para la muestra tritón TX-100 dispersada a 390 J/g y tras 15 días de estabilización.....	59
Figura 25. Tamaño de partícula para la muestra Sikaplast 328 dispersada a 390 J/g y tras 45 días de estabilización.....	60
Figura 26. Tamaño de partícula para la muestra de eucon 37 dispersada a 590 J/g y tras 30 días de estabilización.....	60

**Lista de Símbolos y abreviaturas**

**CNT:** carbon nanotubes o nanotubos de carbono

**UV-VIS:** ultravioleta-visible

**TEM:** transmission electron microscopy o microscopía electrónica de transmisión

**MWCNT:** multi-Wall carbon nanotubes o nanotubos de carbono de pared múltiple

**SWCNT:** single-Wall carbon nanotubes o nanotubos de carbono de pared sencilla

**cP:** centiPoise

**nm:** nanómetro

**°C:** grado Celsius

**MΩ:** megaohmios

**μS:** micro siemens

**cm:** centímetro

**μg:** microgramo

**l:** litro

**M:** Peso molecular

**g:** gramo

**Kg:** Kilogramo

**J:** Jules

**ml:** mililitro

**mM:** milimolar

**Rpm:** revoluciones por minute

**DLS:** Dynamic light scattering o Dispersión de luz dinámica

**ASTM:** American society testing and materials o Sociedad Americana para pruebas y materiales

**mm:** milímetro

**CICAT:** grupo de investigación en catálisis

**mV:** milivoltios

**Sp<sup>2</sup>:** orbital atómico

**Sp<sup>3</sup>:** orbital atómico

**μm:** micrómetro

**Ω:** ohmios

## Glosario

**Nanotubos de Carbono:** En química, se denominan nanotubos a estructuras tubulares (cilíndricas), cuyo diámetro es del tamaño del nanómetro. Generalmente, el término se aplica a los nanotubos de carbono. Los nanotubos tienen propiedades inusuales, como la superconductividad, su gran resistencia a la deformación y gran termo estabilidad las cuales son valiosas para la nanotecnología. La estructura de nanotubos de carbono de una sola pared (en sus siglas en inglés *SWCNT*) se puede conceptualizar como el envolvimiento de una capa de grafito un átomo de espesor de grafito llamado grafeno, en un cilindro transparente. Los nanotubos de carbono de pared múltiple (en sus siglas en inglés *MWCNT*) forman una clase especial de nanotubos, ya que su morfología y propiedades son similares a las de *SWCNT*, pero su resistencia a los productos químicos se mejora significativamente.

**Surfactante:** También llamado tensoactivos, son sustancias que disminuyen la tensión superficial del líquido en el que se disuelve. La naturaleza de su funcionamiento radica en una cabeza hidrófila y una cola hidrófoba. Han sido ampliamente utilizados como agentes dispersantes de *CNT* en soluciones acuosas, sirven como agente dispersante y permite la dispersión eficiente de los nanotubos al cambiar la naturaleza del agua desionizada.

**Sonicación:** Es un método que consiste en emitir energía a través de ultrasonido, es la técnica más utilizada para la dispersión efectiva de nanotubos de carbono en agua o en cualquier líquido de hasta 100.000 cP, permite desaglomerar los nanotubos, superar las fuerzas de enlace entre ellos y separarlos, esto es gracias a las fuerzas de cizallamiento y a las micro turbulencias que genera el ultrasonido.

**Impedancia:** La impedancia ( $Z$ ) es una medida de oposición que presenta un circuito a una corriente cuando se aplica una tensión. La impedancia extiende el concepto de resistencia a los circuitos de corriente alterna (CA), y posee tanto magnitud como fase, a diferencia de la resistencia, que solo tiene magnitud. La impedancia es el inverso de la admitancia, la cual está compuesta por la conductancia que es la parte real de la admitancia y la susceptancia la parte imaginaria de la admitancia. No debe confundirse con conducción, que es el mecanismo mediante el cual las cargas fluyen, o con conductividad, que es la conductancia específica de un material. Este parámetro es especialmente útil a la hora de tener que manejar valores de resistencia muy pequeños, como es el caso de los conductores eléctricos.

## Resumen

**Título:** Estudio de las propiedades físico-químicas de nanotubos de carbono en dispersión para la aplicación en concretos funcionales.\*

**Autor:** Cristian Eduardo López Ávila, Miguel Ángel Cely Nossa\*\*

**Palabras Clave:** Nanotubos de Carbono, surfactante, sonicación, impedancia.

### Descripción:

Este trabajo se enfocó en estudiar las propiedades fisicoquímicas de nanotubos de carbono en dispersión para la aplicación en concretos funcionales. Para ello se determinó la influencia de tres surfactantes sobre la dispersión de los nanotubos de carbono y el tiempo de estabilización de la solución de nanotubos de carbono dispersada estableciendo a su vez el tiempo de estabilización de la solución de nanotubos de carbono dispersada con el fin de identificar el efecto de la interacción *CNT*-surfactante-energía de sonicación en las propiedades mecánicas y eléctricas del concreto a través de probetas elaboradas con cemento y la mejor dispersión de cada surfactante. Se utilizó las técnicas dispersión dinámica de luz (DLS) para determinar tamaño de partícula y potencial Z, además de espectroscopia de UV-visible para determinar la estabilidad de las tintas haciendo mediciones cada 15 iniciando desde el día cero hasta el día 45 y luego a los 90 días, luego se midió la impedancia con un potenciómetro/galvanostato comparando esta medida de las tintas con las probetas para determinar la relación eléctrica entre ellas, logrando evidenciar que la relación *CNT*/Surfactante varía dependiendo de la naturaleza del surfactante pre mayor influencia del Eucon 37 tanto en la estabilidad de la tinta como en las propiedades eléctrica de la misma.

---

\* Trabajo de Grado en investigación

\*\* Facultad de Ingenierías Fisicoquímicas. Escuela de Ingeniería Química. Director: Jorge Hernán Quintero Orozco. Doctor en ingeniería, ciencia y tecnología de materiales Codirector: Luz Marina Ballesteros Rueda. Doctora en electroquímica, ciencia y tecnología.

### **Abstract**

**Title:** Study of the physicochemical properties of carbon nanotubes in dispersion for the application in functional concretes. \*

**Authors:** Cristian Eduardo López Ávila, Miguel Angel Cely Nossa<sup>1</sup>

**Key Words:** Carbon nanotubes, surfactant, sonication, impedance.

### **Description:**

This work focused on study the physicochemical properties of dispersed carbon nanotubes for application in functional concretes. For this, the influence of three surfactants on the dispersion of the carbon nanotubes and the stabilization time of the dispersed carbon nanotube's solution was determined, establishing also the stabilization time of the dispersed carbon nanotube's solution in order to identify the effect of the CNT-surfactant-sonication energy interaction on the mechanical and electrical properties of concrete, through test tubes made with cement and the best dispersion of each surfactant. Dynamic light scattering (DLS) technique was used to determine particle size and zeta potential, as well as UV-visible spectroscopy to determine the stability of the inks, making measurements every 15 days starting from day zero to day 45 and then at after 90 days, then the impedance was measured with a potentiometer/galvanostat, comparing the inks measurement with the test tubes measurement to determine the electrical relationship between them, achieving evidence that the CNT/Surfactant relationship varies depending on the nature of the surfactant with the greatest influence of the Eucon 37 both in the stability of the ink and in the electrical properties of the same.

---

\* Degree Work in research

<sup>1</sup> Facultad de Ingenierías Físicoquímicas. Escuela de Ingeniería Química. Director: Jorge Hernán Quintero Orozco. Doctor en ingeniería, ciencia y tecnología de materiales Codirector: Luz Marina Ballesteros Rueda. Doctora en electroquímica, ciencia y tecnología.

## Introducción

Desde el informe sobre los nanotubos de carbono (según sus siglas en inglés, *CNT*) Lijima (1991), los *CNT* han sido objeto de numerosos estudios debido a sus excepcionales propiedades físicas y gran potencial para muchas aplicaciones. Pero dependiendo de la aplicación, existen diferentes enfoques para lograr una distribución homogénea y desagregación de los *CNT* (Don-Young et al., 2009). Hoy en día, los *CNT* son materiales muy importantes con una combinación única de propiedades mecánicas, eléctricas y térmicas. Estas propiedades los hacen excelentes candidatos para la fabricación de dispositivos moleculares o nano compuestos de polímeros multifuncionales y otras tecnologías emergentes como la producción de concretos de alta resistencia con menos tiempo de curado y propiedades piezoeléctricas (Park et al., 2008) y (Ludvig et al., 2011). Estas propiedades del nanocompuesto están fuertemente influenciadas por dos factores primarios; la dispersión de los *CNT* dentro de la matriz cementosa y la fuerza de unión y la energía entre la matriz y la superficie de los *CNT* (Tyson et al., 2011).

En la dispersión acuosa de los *CNT*, los surfactantes se han usado ampliamente como agentes dispersantes, ya que estos pueden modificar la interfaz del medio de suspensión de partículas y evitan la agregación durante largos períodos de tiempo, he aquí la importancia de su uso. Sin embargo, aún no está claro cómo las moléculas de surfactante ayudan a la dispersión de los *CNT* (Jiang et al., 2003), es por ello que se va a estudiar las propiedades fisicoquímicas de nanotubos de carbono en dispersión para la aplicación en concretos funcionales y determinar entre los tres surfactantes seleccionados para este trabajo investigativo cual tiene mayor efecto sobre dichas propiedades. Ya que se hace necesario comprender la triple interacción CNT / surfactante /

cemento, y cómo los surfactantes adsorbidos en los *CNT* pueden afectar la hidratación del cemento Portland puesto que esta información es importante para construir criterios de selección de agentes dispersantes para aplicaciones específicas de compuestos basados en cemento portland (Mendoza et al., 2017).

**Nanotubos de Carbono:** En química, se denominan nanotubos a estructuras tubulares (cilíndricas), cuyo diámetro es del tamaño del nanómetro. Generalmente, el término se aplica a los nanotubos de carbono. Los nanotubos tienen propiedades inusuales, como la superconductividad, su gran resistencia a la deformación y gran termo estabilidad las cuales son valiosas para la nanotecnología. La estructura de nanotubos de carbono de una sola pared (en sus siglas en inglés *SWCNT*) se puede conceptualizar como el envolvimiento de una capa de grafito un átomo de espesor de grafito llamado grafeno, en un cilindro transparente (Wang, 2009). Los nanotubos de carbono de pared múltiple (en sus siglas en inglés *MWCNT*) forman una clase especial de nanotubos, ya que su morfología y propiedades son similares a las de *SWCNT*, pero su resistencia a los productos químicos se mejora significativamente (García et al., 2016).

**Surfactante:** También llamado tensoactivos, son sustancias que disminuyen la tensión superficial del líquido en el que se disuelve. La naturaleza de su funcionamiento radica en una cabeza hidrófila y una cola hidrófoba. Han sido ampliamente utilizados como agentes dispersantes de *CNT* en soluciones acuosas, sirven como agente dispersante y permite la dispersión eficiente de los nanotubos al cambiar la naturaleza del agua desionizada (Rosen & Kunjappu, 2012).

**Sonicación:** Es un método que consiste en emitir energía a través de ultrasonido, es la técnica más utilizada para la dispersión efectiva de nanotubos de carbono en agua o en cualquier líquido de hasta 100.000 cP, permite desaglomerar los nanotubos, superar las fuerzas de enlace

entre ellos y separarlos, esto es gracias a las fuerzas de cizallamiento y a las micro turbulencias que genera el ultrasonido (Espinoza et al., 2017).

**Impedancia:** La impedancia ( $Z$ ) es una medida de oposición que presenta un circuito a una corriente cuando se aplica una tensión. La impedancia extiende el concepto de resistencia a los circuitos de corriente alterna (CA), y posee tanto magnitud como fase, a diferencia de la resistencia, que solo tiene magnitud. La impedancia es el inverso de la admitancia, la cual está compuesta por la conductancia que es la parte real de la admitancia y la susceptancia la parte imaginaria de la admitancia. No debe confundirse con conducción, que es el mecanismo mediante el cual las cargas fluyen, o con conductividad, que es la conductancia específica de un material. Este parámetro es especialmente útil a la hora de tener que manejar valores de resistencia muy pequeños, como es el caso de los conductores eléctricos (Boylestad, 2004).

Oscar Mendoza y sus colaboradores realizaron un trabajo sobre dispersantes aplicados en nanotubos de carbono donde concluyeron el efecto neto real de nanotubos de carbono de múltiples paredes (en sus siglas en inglés *MWCNT*) en la cinética de hidratación del cemento Portland (Mendoza et al., 2017). Jiang et al. (2003). utilizaron la espectroscopia UV-vis para caracterizar cuantitativamente la estabilidad de las dispersiones por primera vez. Yu et al. (2006) estudiaron sistemáticamente el mecanismo de dispersión impulsado por sonicación y los factores que optimizan su eficiencia mediante el uso de espectroscopia UV-Vis y TEM. Rausch et al. (2010). evaluaron el grado de dispersión *MWCNT* funcionalizados en presencia de surfactantes con diferente carácter iónico. Musso et al. (2009) evidenciaron que la resistencia mecánica del compuesto de cemento se ve fuertemente afectado por la deficiencia y las propiedades químicas de los *MWCNT* utilizados.

Es por esto que se hace indispensable estudiar el efecto del surfactante y la energía de sonicación en el proceso de dispersión, determinando así ¿cómo estudiar las propiedades fisicoquímicas de nanotubos de carbono en dispersión para la aplicación en concretos funcionales?

## **1. Objetivos**

### **1.1. Objetivo General**

Estudiar las propiedades fisicoquímicas de nanotubos de carbono en dispersión para la aplicación en concretos funcionales.

### **1.2. Objetivos Específicos**

Determinar la influencia de tres surfactantes sobre la dispersión de los nanotubos de carbono.

Establecer el tiempo de estabilización de la solución de nanotubos de carbono dispersada.

Identificar la interacción *CNT*-surfactante-energía de sonicación que mayor efecto presenta en las propiedades mecánicas y eléctricas del concreto.

## 2. Descripción de la Metodología

El desarrollo de la etapa experimental de esta propuesta investigativa se encuentra subdividida en tres etapas más las cuales se presentan en la tabla 1.

**Tabla 1.**

*Etapas de la experimentación.*

ETAPA	ACTIVIDAD	OBJETIVO
	Elaboración de las tintas mediante dispersión por punta ultrasónica	Obtención de las muestras a analizar
<b>ETAPA I</b>	Medición de temperatura	Entender mejor el comportamiento de la temperatura, el aporte de energía y en general el proceso que ocurre durante la sonicación
	Caracterización mediante UV-Vis	Identificar la calidad de la dispersión de acuerdo al grado de absorbancia en el rango cercano a 300 nm (característico de los <i>CNT</i> individuales)
<b>ETAPA II</b>	Caracterización mediante potencial Zeta	Determinar la estabilidad de suspensión de las muestras
	Caracterización de tamaño de partícula (DLS)	

	Pruebas de impedancia en tintas	Identificar las propiedades eléctricas de las muestras dispersadas.
	Elaboración de probetas	
<b>ETAPA III</b>	Pruebas de impedancia en probetas	Identificar las propiedades eléctricas de las probetas y el cambio existente luego de la adición de las muestras.

## 2.1. Materiales

En la tabla 2 se presentan los materiales y algunas características de los materiales utilizados durante el desarrollo de esta investigación.

### Tabla 2.

*Lista de materiales utilizados en la investigación.*

NOMBRE	CARACTERISTICAS
Nanotubos de carbono	Nanotubos de carbono de grado industrial NC7000, tipo multicapa (MWCNT) producidos por Nanocyl
Agua tipo I	Resistividad mínima a 25 °C $M\Omega = 18,2$ Conductividad eléctrica valor máximo a 25 °C $\mu S/cm = 0,056$ TOC máx. ( $\mu g/l$ ) = 10 Sodio máx. ( $\mu g/l$ ) = 1 Sílice máx. ( $\mu g/l$ ) = 3 Cloro máx. ( $\mu g/l$ ) = 1

Tritón TX-100	M = 646.85 g/mol Densidad = $1.060 \pm 0.01 \text{g/cm}^3$
Sikaplast 328	Cumple con los requerimientos de la norma ASTM C-494 Tipos A y F. Aspecto: Líquido café, olor característico Densidad: $1.08 \text{ kg/l} \pm 0.03$ aprox. pH = $5 \pm 1.5$
Eucon 37	Apariencia: Líquido de baja viscosidad Color: Café Contenido de Cloruros: Ninguno Densidad: $1.185 \text{ kg/l} \pm 0.02 \text{ kg/l}$ pH = $9.0 \pm 1.0$
Cemento gris tipo Portland	Rige bajo la norma NTC 121

## 2.2. Procedimiento experimental

### 2.2.1. Diseño del experimento

El experimento se diseña para controlar dos (2) factores y tres (3) niveles para cada variable, es decir, un diseño factorial del modo  $3^2$  donde obtendremos 9 tratamientos o muestras diferentes, los factores a controlar son: tipo de dispersante donde se seleccionó una especie de acuerdo a su pH; Para un pH básico aparece el Eucon 37, el Sikaplast 328 con un pH ácido y con

naturaleza neutra se trabaja con el tritón X-100. De igual manera, se controla la energía de dispersión variando entre 190, 390 y 590 J/g.

### **2.2.2. Dispersión de las tintas**

Para llevar a cabo la primera etapa de la investigación se preparó una cantidad de 25 ml en frascos de tamaño y forma similar, las cantidades se definen de la siguiente manera:

**Nanotubos de carbono:** Se utiliza una concentración de 0,0035 (peso/volumen) [g/ml] equivalente al 0,35% de la mezcla (Rodríguez et al., 2017)., se utilizaron nanotubos de pared múltiple (MWCNT), por su bajo costo y similitud en cuanto a propiedades con los de pared sencilla (Mendoza et al., 2013).

**Dispersantes:** En una investigación previa de Echeverry (2020) se concluyó que la mejor concentración para el tensoactivo tritón X-100 es de 10 mM, así entonces la disolución tendrá una concentración de 10mM del tensoactivo Tritón X-100 que con un peso molecular de 646,85 g/mol y para la cantidad de muestra de 25 ml equivale a 0,1617 g del surfactante, para una comparación más efectiva se decidió trabajar con el mismo peso del tritón para el Eucon 37 y el Sikaplast 328.

**Agua tipo I:** Se utiliza la cantidad de 24,77 g, cantidad necesaria para completar los 25 ml de solución, para dicho calculo no se tuvo en cuenta el volumen aportado por los *CNT* (Echeverry, 2020).

Primero se pesan las cantidades adecuadas en la balanza y se mezcla la cantidad de dispersante correspondiente y el agua tipo I, el surfactante se utiliza para funcionalizar los nanotubos de carbono pues según Castillo et al. (2011) “Los *CNT* prístinos (puros) son

completamente insolubles en todos los solventes, para lo cual es necesaria la funcionalización química de estas nanoestructuras” (p.3). También y de acuerdo con Torres-Canas (2015) “Los surfactantes son una opción generalmente empleada para la dispersión de CNT en medios acuosos.” (p.34). Ya que facilitan la funcionalización de los CNT sin alterar sus propiedades (funcionalización no covalente) (Torres-cañas, 2015) así mismo Kim et al. (2007) determinaron la diferencia mediante pruebas de transmitancia con UV-Vis de CNT sin surfactantes y un cambio radical con el uso de los mismos. Igualmente sucede con la investigación de Yaragalla et al. (2015) establecieron la diferencia entre los nanotubos prístinos y funcionalizados, con resultado de absorbancia casi 4 veces mayor. La solución se coloca en una plancha y mediante un agitador magnético se agita sin temperatura durante 5 minutos a 350 Rpm (Echeverry, 2020) como se observa en la figura 1, luego, se agregan los CNT y se lleva a la punta de sonicación; se prefiere el uso de la punta de sonicación en lugar de un baño sonicado porque en general se obtiene mejores resultados, tanto de tamaño de partícula como de potencial zeta y en general mejor calidad de la dispersión Kaur et al. (2017), de manera general la punta se programa a 30% de amplitud, intervalos de 30 segundos en ciclo on/off (Mendoza et al., 2017) y una temperatura máxima de seguridad de 40 °C, también se programa de la siguiente manera:

- **190 J/g:** Energía de 4753 J y un tiempo de 4 minutos y 43 segundos.
- **390 J/g:** Energía de 9756 J y un tiempo de 9 minutos y 41 segundos.
- **590 J/g:** Energía de 14760 J y un tiempo de 14 minutos y 39 segundos.

### **Figura 1.**

*Proceso de agitación en la plancha.*



Las energías se obtienen al multiplicar la energía por gramo que se va a inducir por el peso en gramos de la muestra, que equivale aproximadamente a 25 g.

El tiempo de sonicación fue calculado siguiendo la referencia del trabajo publicado por Mendoza-Reales et al. (2018) donde establecieron que para 155 g de dispersión se requiere de 60 minutos de proceso. Con base a este dato se realizaron los siguientes cálculos:

*Referencia*

$$390 \text{ J/g} * 155 \text{ g} = 60450 \text{ J}$$

$$190 \text{ J/g} * 25.02 \text{ g} = 4753.08 \text{ J}$$

$$60 \text{ minutos} \rightarrow 60450 \text{ J}$$

$$X \rightarrow 4753.08 \text{ J}$$

$$X = 4.72 \text{ minutos}$$

Y de igual manera para las energías restantes, en la tabla 3 se presentan los resultados de tiempo y energía para cada energía específica que se configurarán para las distintas muestras en la punta de sonicación.

**Tabla 3.**

*Energías y tiempos de dispersión para las muestras*

<b>Energías (J/g)</b>	<b>Energía (J)</b>	<b>Tiempo (minutos)</b>
190	4753,08	4,72
390	9756,32	9,68
590	14759,57	14,65

Es importante recordar que los tiempos que se visualizan en la parte superior son los tiempos de sonicación, no incluye los tiempos muertos o en off (donde no se produce sonicación) que se configuran en el equipo.

Mientras se produce el proceso de sonicación se realiza una medición de la temperatura de la tinta, esta medición se realiza en los intervalos donde el ciclo de sonicación se encuentra en off, una vez finaliza el proceso de sonicación se tapan los recipientes con las muestras y se llevaron a un lugar obscuro para evitar algún tipo de fotorreacción que pudiese afectar los futuros resultados, en la figura 2 se pueden observar las muestras sonicadas debidamente rotuladas y tapadas.

**Figura 2.**

*Muestras dispersadas y listas para almacenar.*



Una vez finalizado el proceso de preparación de las muestras se diluye una pequeña cantidad para caracterizar cada muestra, la dilución se realiza 1:100 con agua tipo I (10 ml de agua tipo I para 0,1 ml de muestra) (Echeverry, 2020) y la dilución se lleva a caracterizar en los análisis de espectroscopía UV-Vis y en el equipo de Dispersión de Luz Dinámica (DLS) para pruebas de Potencial zeta y tamaño de partícula.

Las caracterizaciones se repiten en intervalos de 15 días, de manera que los resultados queden así: día 0, 15, 30, 45 y una medida posterior a los 90 días para analizar el comportamiento final de las muestras y su estabilidad a través del tiempo.

### ***2.2.3. Fabricación de las probetas***

Una vez realizadas las caracterizaciones de las muestras se analizan para determinar el mejor resultado para cada dispersante en cuanto a calidad de la dispersión y estabilidad de la suspensión, se vuelven a preparar las tintas que corresponden y se fabrican las probetas con ellas de acuerdo con las normas ASTM como se lista en la tabla 4.

**Tabla 4.***Lista de probetas fabricadas.*

Probeta	Característica
Blanco	Probeta realizada con agua Tipo I cuyo objetivo es ser referencia de los otros resultados
Eucon 37 dispersada a 390 J/g y sin tiempo de estabilización.	Probeta realizada con la muestra dispersada con Eucon 37 en el día 0, su objetivo es servir como referencia para un mejor resultado del mismo dispersante.
Sikaplast dispersada a 590 J/g y sin tiempo de estabilización.	Probeta realizada con la muestra dispersada con Sikaplast 328 en el día 0, su objetivo es servir como referencia para un mejor resultado del mismo dispersante.
Tritón X-100 dispersada a 390 J/g y sin tiempo de estabilización	Probeta realizada con la muestra dispersada con Tritón X-100 en el día 0, su objetivo es servir como referencia para un mejor resultado del mismo dispersante.

La fabricación de las probetas se realiza de acuerdo con la norma ASTM 192/C – 192M, que establece que se preparan probetas cilíndricas con una relación diámetro/longitud de 0,5, nuestras probetas tienen entonces un diámetro aproximado de 30 mm por 60 mm de longitud, se utilizó un molde de PVC para garantizar la forma y las medidas durante el proceso de agregación de la pasta y el secado de las probetas. Como lo exige la norma ASTM la preparación se realiza

en un cuarto con una temperatura entre 20-30 °C, también se fabricaron 3 muestras por cada tipo de probeta para disminuir el riesgo de error.

El proceso de mezclado se realiza de manera manual para todos los tipos de probeta y la mezcla se prepara una sola vez para las 3 probetas garantizando homogeneidad y las mismas características, lo que está acorde a la norma ASTM que establece que “el mezclado manual debe limitarse a lotes de  $\frac{1}{4}$  ft<sup>3</sup> o 0,007 m<sup>3</sup>”, como cada probeta requiere un aproximado de 60 g de cemento y la relación de agua/cemento es de 0,47, es decir cada probeta utiliza aproximadamente 28 ml de muestra dispersada, el volumen total de la pasta preparada y mezclada a mano para las 3 probetas es cercano a 0,00027 m<sup>3</sup>, lo que no supera el límite establecido por la norma.

La preparación de los moldes consiste en cortar los cilindros de PVC de acuerdo al tamaño requerido, hacer un corte longitudinal en el mismo, a través del cual se colocan los dos cables de cobre que se utilizarán para el posterior análisis de impedancia de las probetas, finalmente se cubre completamente el molde con cinta de enmascarar para evitar la salida de la pasta durante el proceso de secado (figura 3)

### **Figura 3.**

*Preparación de los moldes.*



La adición de la pasta al molde se hizo lentamente y en varias capas, para dar tiempo a la salida de burbujas que pudiesen quedar en el interior de la pasta, mientras se agrega la pasta de cemento al molde este se encuentra en una plancha vibratoria para que la compactación de la pasta se produzca a través de la vibración como se puede evidenciar en la figura 4, uno de los métodos propuestos en las normas ASTM, luego se ubican en un lugar estable durante 48 horas para el secado.

**Figura 4.**

*Compactacion de las probetas en plancha vibratoria.*



El proceso de curado se realiza en un recipiente cerrado, sumergiendo completamente los 3 moldes del mismo tipo en agua tipo I como aparece en la figura 5, de acuerdo a la norma ASTM las probetas con curado húmedo deben estar en agua libre y mantener toda la superficie en agua al mismo tiempo en un lugar entre 21 y 25 °C, en este proceso se dejan durante 28 días, tras los cuales están listas para las pruebas de impedancia.

**Figura 5.**

*Probetas sumergidas en agua tipo I para el proceso de curado.*



### 2.3. Caracterización de las tintas

Se realizan caracterizaciones de espectroscopía UV-Vis y de Potencial zeta y tamaño de partícula en el equipo de dispersión de luz dinámica (DLS) para cada muestra, cada muestra se diluyó en agua tipo I en una relación de 1:100 (Echeverry, 2020). Para las pruebas de UV-Vis se utilizó una celda de cuarzo de 10 mm con abertura de 3 mm y agua tipo I como blanco, la medición se realizó en un rango de 190 – 1100 nm, sin embargo, nuestro mayor rango de interés se encuentra entre 200 y 600 nm. Para potencial zeta y tamaño de partícula se utilizó el equipo de DLS del que se dispone en el CICAT, las muestras utilizadas se aplicaron con la misma dilución de 1:100 empleada en UV-Vis, para todas las caracterizaciones los tiempos fueron el día de la preparación de la muestra (día 0), 15, 30 y 45 días después de preparadas y una toma posterior a los 90 días para verificar comportamiento de las muestras, de igual manera para todas las pruebas se practicaron 3 repeticiones para disminuir el riesgo de error y de datos incoherentes.

#### 2.3.1. Espectroscopía UV-Vis

Las pruebas se llevaron a cabo en el laboratorio del CICAT en el equipo que aparece en la figura 5, las pruebas de espectroscopía UV-Vis se realizan para poder observar el cambio del grado de dispersión en relación con el tiempo de estabilización de la muestra, según Mendoza (2013):

“diferentes autores han encontrado que los nanotubos de carbono individuales son activos en la región UV-Vis y presentan un pico característico en su espectro de absorbancia alrededor de los 260 nm. Por otro lado, los nanotubos aglomerados no presentan casi ninguna actividad en la región UV-Vis y por lo tanto no presentan el pico característico en su espectro de absorbancia. Debido a esto, la evolución de la dispersión de los nanotubos puede ser evaluada en términos de la intensidad del espectro de absorbancia” (p.29).

queda claro entonces que de esta manera podemos asociar los resultados de la prueba con la calidad de dispersión de la muestra en mención.

Se realizó caracterización UV-VIS en intervalos de cada 15 días iniciando en el momento de la preparación de la mezcla, se repitió cada caracterización 3 veces para evitar datos erróneos. El objetivo de esta prueba es verificar la calidad de la dispersión, debido a que los *CNT* aglomerados generan absorción en el rango de longitud ultravioleta, mientras los *CNT* individuales generan absorción en el rango UV-VIS, Por esto se puede asumir la intensidad de absorbancia en el rango cercano a los 300 nm y relacionarla con el grado de dispersión y con la calidad de la misma (Cruz, 2017).

Una ventaja adicional que ofrece la técnica es la comparación de la muestra con un blanco para así obtener el rango de absorbancia característico para especies independientes, aprovechando esto se realiza una prueba más, donde se utiliza como blanco agua tipo I en mezcla con el dispersante que corresponde a la muestra que se vaya a analizar y con la cantidad

porcentual equivalente a la misma que se utilizó para la sonicación de la misma, de esta manera se obtiene el rango de absorbancia de los *CNT* después de la dispersión, este análisis se le realiza a la muestra el mismo día de la sonicación y busca analizar más a fondo la interacción que ocurrió en el momento de la dispersión y como el surfactante afecto la naturaleza química y estructural de los nanotubos de carbono.

### Figura 6.

*Espectrofotómetro UV-Vis 8453-Agilent.*



### 2.3.2. *Tamaño de Partícula (DLS)*

Es una técnica no invasiva y bien establecida para medir el tamaño y la distribución de tamaño de moléculas y partículas, se realiza en el equipo de dispersión de luz dinámica (DLS) que se observa en la figura 6 y se utiliza una celda en este caso de plástico; usualmente en pruebas y trabajos con nanotubos de carbono se utilizan técnicas de caracterización de tamaño de partícula

ópticas, del tipo SEM, cuya desventaja radica en mostrar una pequeña zona de la muestra y dificultar la relación para determinar un tamaño exacto; para este trabajo se decidió utilizar DLS por su facilidad de manejo y por la característica en que se presentan los resultados, pues el equipo arroja una distribución de tamaño normalmente de tipo gaussiano que cubre la totalidad de los tamaños y brinda una perspectiva más exacta y favorable.

Este tipo de análisis complementado con potencial zeta arrojan resultados no solo sobre el rango de tamaños sino también sobre la estabilidad de la muestra (Diaz et al., 2013), la importancia de conocer el tamaño de las partículas radica en que es otro parámetro para determinar la calidad de la dispersión, tamaños de partícula muy grandes se traducen en que son *CNT* aglomerados, tamaños más pequeños significan *CNT* individuales.

### Figura 7.

*Zetasizer Nano Series de referencia litesizer 500 de Malvern (DLS).*



Nota: Equipo utilizado para las pruebas de tamaño de partícula y potencial zeta.

### 2.3.3. *Potencial Zeta (DLS)*

Para estos análisis se utiliza el equipo de la figura 6 que se observa arriba y que se encuentra en el laboratorio del CICAT en la sede guatiguará de la Universidad Industrial de Santander, y una celda Malvern Instruments DTS 1061 especial para el equipo y para estos análisis.

Kumar & Kumar (2017) afirman que:

“El potencial Zeta es una técnica para determinar la carga superficial de nanopartículas en una solución. Las nanopartículas tienen una carga superficial que atrae una delgada capa de iones contrarios a la superficie de la nanopartícula. Esta doble capa viaja con la nanopartícula a medida que se difunde por toda la solución. El potencial eléctrico en el límite de la doble capa es conocido como el potencial zeta de las partículas y su valor, típicamente está en el rango de -100 a +100 mV y su magnitud predice la estabilidad coloidal de la solución” (p.46).

Esta técnica de caracterización se usa en esta investigación para conocer la estabilidad de las tintas dispersadas y predecir su comportamiento, pues “dispersiones con valores menores a +25 o -25 mV de potencial zeta eventualmente se aglomerarán debido a las interacciones entre las partículas, incluyendo fuerzas de Van der Waals, interacciones hidrofóbicas y enlaces de hidrogeno” (Kumar & Kumar, 2017), de igual manera “La gran área superficial de las nanopartículas crea una alta energía superficial total, que es termodinámicamente desfavorable, En consecuencia, las partículas tienden a aglomerarse para minimizar la energía superficial” (Kumar & Kumar, 2017). Se entiende entonces que las soluciones dispersadas pueden y tienden a aglomerarse y perder sus propiedades y se hace indispensable conocer y predecir este

comportamiento para verificar si existe una buena estabilidad que pueda ayudar a evitar esto y mantener las propiedades de las tintas a lo largo del tiempo.

### **Figura 8.**

*Celda Malvern Instruments DTS 1061 para análisis del potencial zeta.*



Nota: Obtenido de <https://www.labx.com/item/disposable-capillary-cell-dts1070-from-malvern-panalytical/527929>

#### **2.3.4. Impedancia**

Para realizar las mediciones de impedancia tanto de las tintas como de las probetas, se utilizó un potencióstato/galvanostato de la marca Autolab presentado en la figura 9 en conjunto con el software Nova 2.1.4. Para hacer la medición de las tintas se utilizó una celda de teflón cilíndrica de 1 ml, 4 electrodos de oro y pinzas porta-electrodos como se evidencia en la figura 10, para la

medición de la impedancia de las probetas se utilizan únicamente las pinzas porta-electrodos ya que las probetas cuentan con terminales de malla de cobre.

En el caso de las tintas, las mediciones se hicieron el mismo día de su elaboración. Para las probetas la medición se realizó después de los 2 días de secado, los 28 días de curado y un tiempo de secado.

### Figura 9.

*Potenciostato/galvanostato marca autolab.*



Nota: Equipo utilizado para los análisis de impedancia tanto de probetas como de muestras dispersadas.

### Figura 10.

*Pinzas porta electrodos, celda de teflón cilíndrica y electrodos de oro.*



Nota: Accesorios para la medición de impedancia de las muestras dispersadas.

### 3. Resultados

#### 3.1. Potencial Z

Se aplicó la técnica de Dispersión de luz dinámica para la medición de potencial Z y para tamaño de partícula, pruebas que se realizaron a partir del día de sonicación, siendo este el día 0 y repitiendo mediciones cada 15 días hasta llegar al día 90.

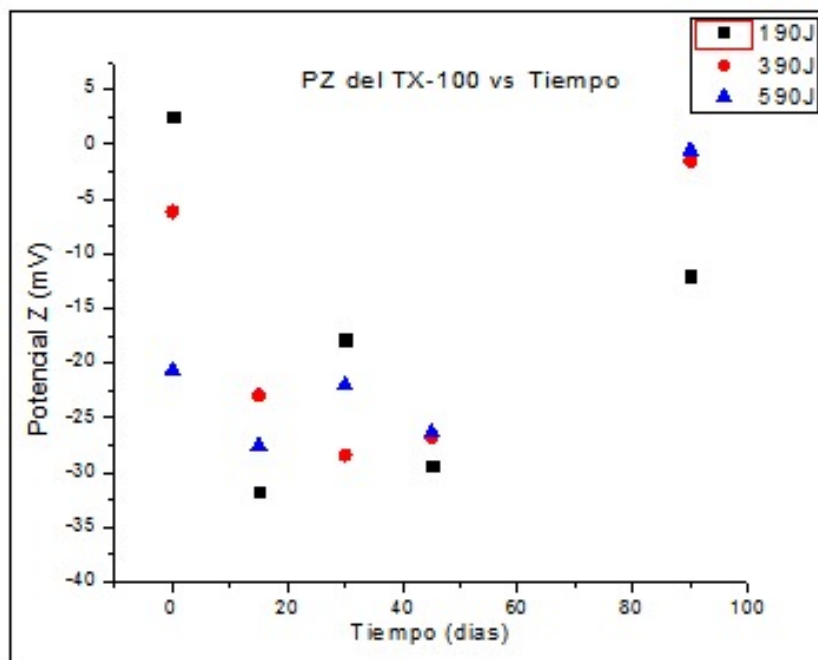
##### 3.1.1. *Tritón X-100*

Para el tritón X-100 el mejor resultado, aparece con una energía de 190 J/g luego de 15 días de preparada la muestra y con una lectura de -31 mV, lo cual de acuerdo con Mendoza (2013) indica que es una muestra estable. Para la energía de sonicación de 390 J/g se reporta la mejor lectura a los 30 días, con un valor de -28 mV, marcando una tendencia de decaimiento hasta el final del estudio, con un valor de -1,55 mV. Finalmente, para la energía de sonicación de 590 J/g se alcanza la mayor estabilidad a los 15 días con una lectura de -27 mV, el valor del potencial disminuye y luego aumenta en las dos mediciones siguientes, obteniéndose valores de -22 mV y -26 mV respectivamente, llegando a -0,57 mV en el día 90.

Se puede evidenciar que la mejor medida de potencial zeta para el tritón X-100 se encuentra a los 15 días para la muestra de 190 J/g, sin embargo, la muestra de 390 J/g exhibe un comportamiento más regular a lo largo del tiempo, presenta dos etapas claras; una etapa de estabilización, con su pico máximo a los 30 días y un valor de -28 mV, que está cercano al mejor resultado general y que al estar sobre -25 mV también tiene una buena estabilidad, luego la etapa de decrecimiento medido hasta el día 90, etapa común a partir del día 45 para las 3 muestras, esto obedece a una pérdida de estabilidad de las muestras desde este punto del tiempo en adelante, todos estos resultados se presentan a continuación en la figura 11.

### **Figura 11.**

*Potencial Z a los 0, 15, 30, 45 y 90 días de la solución de nanotubos de carbono usando tritón X-100 como surfactante.*



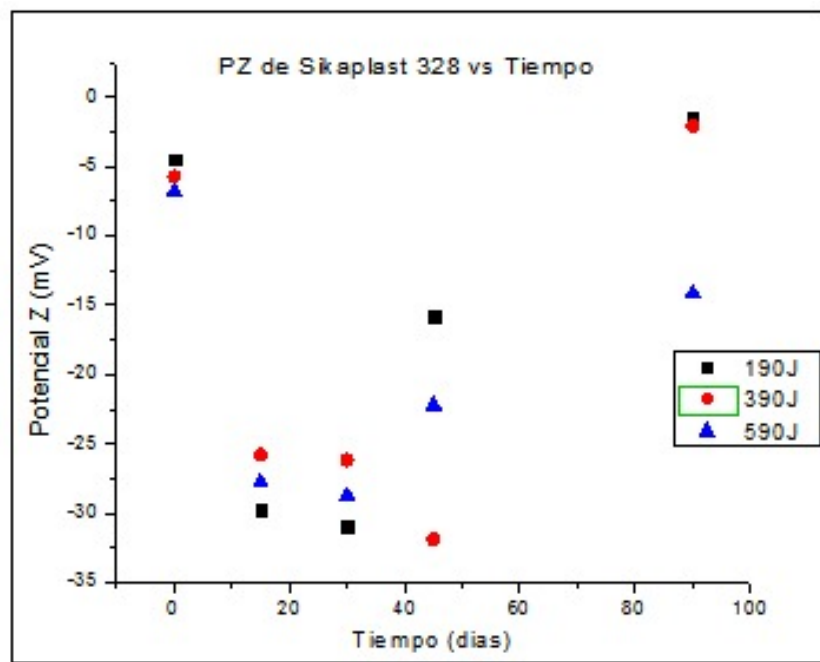
### 3.1.2. Sikaplast 328

Con una energía de sonicación de 190 J/g, la mejor lectura se presenta a los 30 días, con un valor de -30 mV. Adicionalmente se observa una gran velocidad de estabilización desde el día 0 al día 15 ya que en este tiempo pasa de -4 mV a -29 mV, luego se mantiene prácticamente constante con un valor de -30 mV en el día 30, y a partir de este punto decrece hasta llegar al día 90 con un valor de -1,4 mV. Para la energía de sonicación de 390 J/g, se reporta la mejor lectura a los 45 días, con un valor de -31 mV, luego se evidencia un decaimiento hasta el día 90 con un valor de -2 mV. Entre el día 0 y 15 al igual sucede con la muestra de 190 J/g, se evidencia una rápida estabilización, luego nuevamente aparece un tiempo en que la estabilidad cambia muy poco entre los días 15 y 30, luego entre los días 30 y 45 mejora nuevamente la estabilidad para llegar al pico máximo. Por último, para la muestra con energía de sonicación de 590 J/g, se alcanza la mayor estabilidad a los 30 días, con una lectura de -28 mV, allí el valor del potencial disminuye hasta llegar a un valor de -14 mV a los 90 días. De manera general para el Sikaplast 328 se puede

observar que para todas las muestras la medida del día 0 es muy baja, pero estabiliza rápidamente llegando a un muy buen resultado el día 15, así mismo, las 3 muestras muestran una estabilidad prácticamente constante entre el día 15 y el 30, a partir de allí todas vuelven a perder su estabilidad, excepto para la energía de 390 J/g que inicia su descenso luego del día 45 como se puede ver en la figura 12.

### Figura 12.

*Potencial Z a los 0, 15, 30, 45 y 90 días de la solución de nanotubos de carbono con Sikaplast 328 como surfactante.*



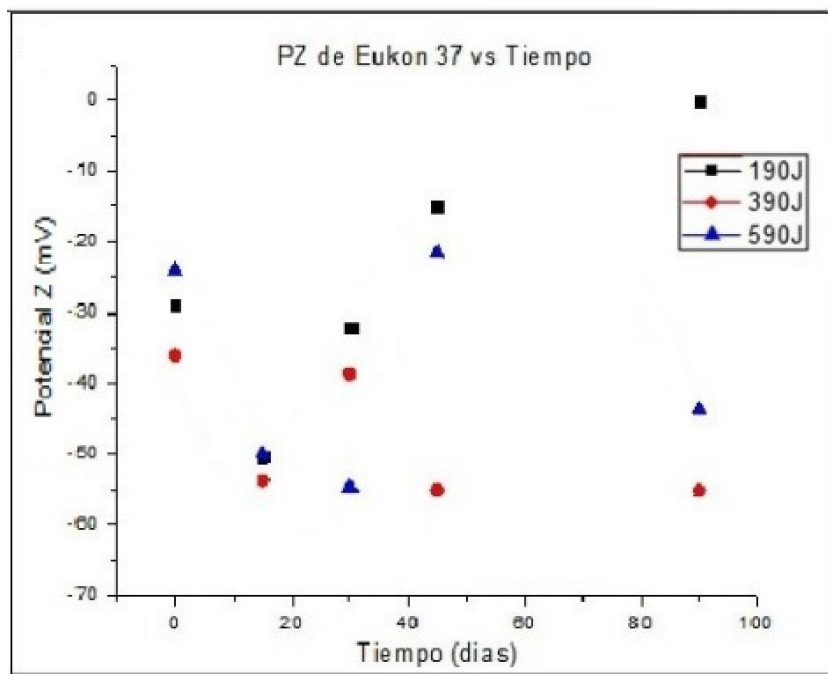
### 3.1.3. Eucon 37

En la figura 13 se presentan los resultados de potencial zeta para las muestras preparadas con Eucon 37, allí se muestra que para una energía de 190 J/g, la mejor lectura aparece a los 15 días,

con un valor de -50 mV, luego disminuye hasta llegar a 0,039 mV a los 90 días. No se presentan sobresaltos, siendo evidentes solo dos etapas. La primera de aumento hasta llegar al valor máximo y luego un descenso. Para la energía de sonicación de 390 J/g se reporta la mejor lectura a los 45 días, con un valor de -55 mV manteniéndose estable hasta el final de la medición a los 90 días. Por otro lado, en los primeros 30 días presenta saltos en la lectura, iniciando en el día 0 con -36 mV, a los 15 días con -53 mV, y disminuyendo para el día 30 a -38 mV. Para la muestra sonicada a 590 J/g, se alcanza la mayor estabilidad a los 30 días, con una lectura de -54 mV, con sobresaltos en el día 45 y 90 ya que disminuye a -21 mV y luego aumenta a -43 mV. Para el Eucon 37 no se presenta un comportamiento comparable entre las muestras como sucedió con el tritón y con el Sikaplast, los comportamientos son distintos entre sí, lo que indica un efecto de la energía sobre la relación MWCNT/Surfactante.

**Figura 13.**

*Potencial Z a los 0, 15, 30, 45 y 90 días de la solución de nanotubos de carbono con Eucon 37 como surfactante.*



Finalmente se determina que de manera general el mejor resultado de potencial Z lo presentan las muestras de Eukon 37, su mejor resultado presenta un valor casi 1,6 veces más alto que el mejor resultado de tritón X-100 o de Sikaplast 328.

### 3.2. Espectroscopía UV-Vis

Los análisis de espectroscopía UV-Vis se llevaron a cabo comparando la muestra con 2 blancos diferentes, el primero fue únicamente con agua tipo I con los intervalos de tiempo explicados en la metodología y su función es comparar la calidad de dispersión de las diferentes muestras y como esta se ve afectada con el tiempo, por otra parte, se realizó el análisis para una mezcla de agua tipo I y el surfactante correspondiente, su objetivo es brindar información respecto a los nanotubos de carbono y a como se vieron afectados en el proceso de sonicación.

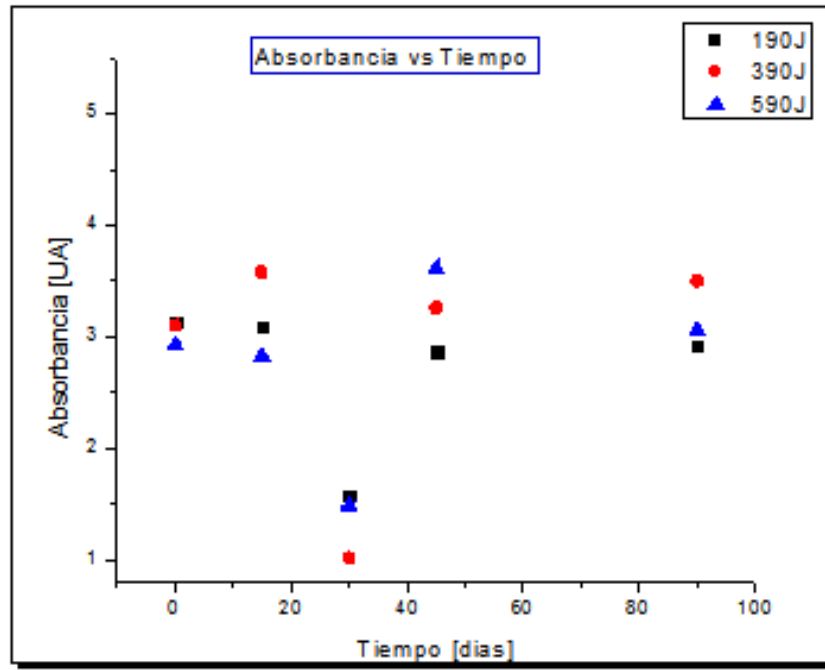
#### 3.2.1. Blanco con agua tipo I

En las figuras que se presentan a continuación y en las complementarias que puede visualizar en el apéndice 27, se muestran los espectros UV-Vis que se construyeron utilizando el pico característico o la longitud de onda máxima de las diferentes caracterizaciones de la muestra a través del tiempo

**3.2.1.1. Tritón X-100.** El mejor resultado en cuanto a calidad de la dispersión se presenta para 390 J/g a los 15 días, sin embargo, también se ve que para la energía de dispersión de 590 J/g a los 45 días el resultado está muy cercano, llegando a ser mínima la diferencia, aun así, resulta mucho mejor emplear una energía y un tiempo menor pensando en los costos a la hora de aplicar industrialmente como se puede ver en la figura 14.

**Figura 14.**

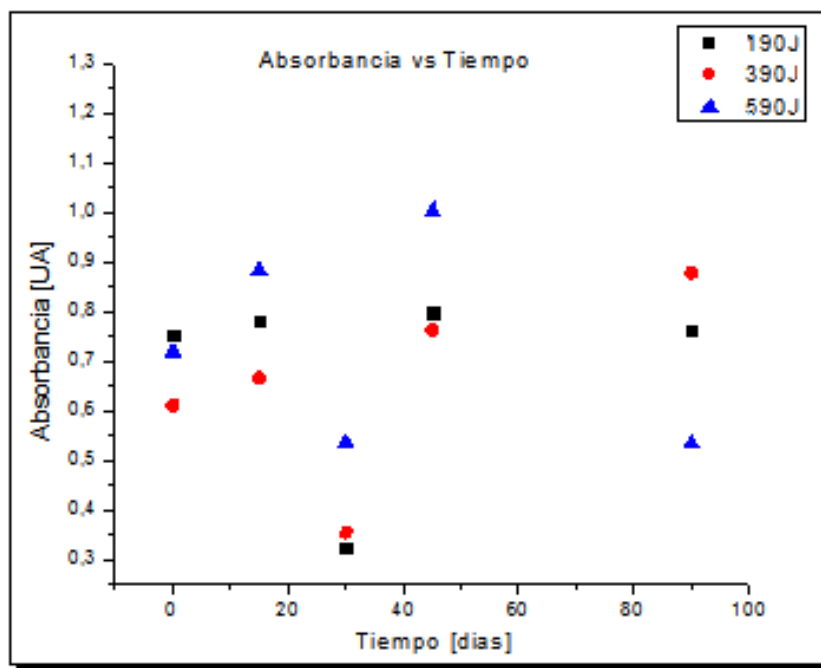
*UV-Vis para el Tritón a los 0, 15, 30, 45 y 90 días de la tinta para comparar el resultado de las 3 energías.*



**3.2.1.2. Sikaplast 328.** Para el caso del Sikaplast 328 la figura 15 se construye con los datos de absorbancia correspondientes al pico de 280 nm, podemos evidenciar como el mejor resultado aparece en general para las muestras sonicadas a 590 J/g y el mejor tiempo es de 45 días, sin embargo, para 15 días también muestra buen resultado, es necesario complementar este análisis con el de otras pruebas para determinar si la diferencia justifica que la muestra tarde un mes en estabilizarse y estar lista para su posterior aplicación.

**Figura 15.**

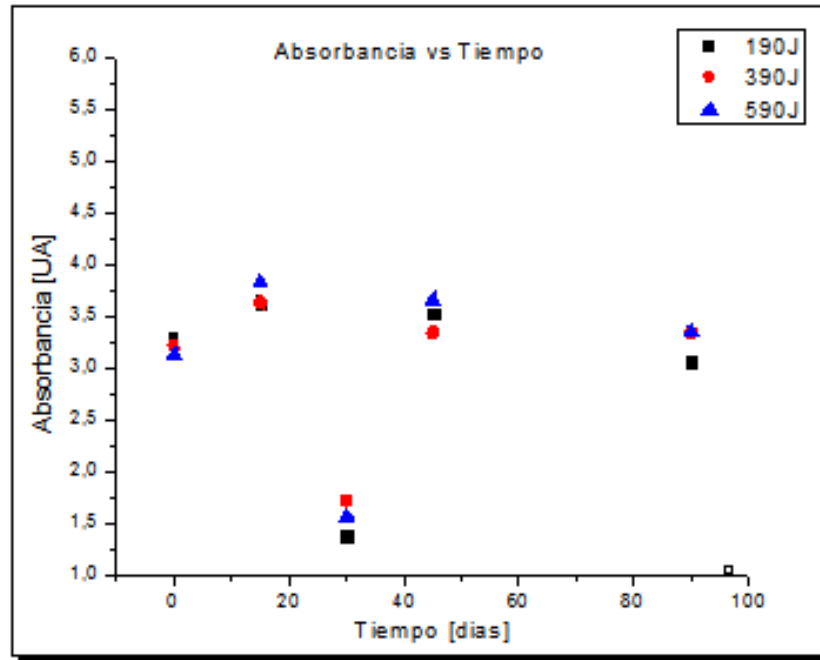
*UV-Vis para el Sikaplast 328 a los 0, 15, 30, 45 y 90 días de la tinta para comparar el resultado de las 3 energías.*



**3.2.1.3. Eucon 37.** Finalmente se realiza el mismo trabajo para el Eucon 37, en este caso el pico de absorbancia aparece para la longitud de onda de 230 nm, de esta manera vemos como 590 J/g presenta los mejores resultados, especialmente a los 15 días de estabilización de la muestra, sin embargo es necesario cotejar otras pruebas y analizar más a fondo si se puede utilizar la muestra a 190 J/g o a 390 J/g, de manera que esto permita ahorrar energía en el proceso de sonicación, pues como muestra la figura 16 los resultados en cuanto a UV-VIS de estas energías en comparación con 590 J/g no representan una diferencia significativa, por lo que dependiendo de otros análisis podemos inclinarnos por una menor energía, es importante recordar que esta investigación se realiza con miras a su utilización de manera industrial, y los gastos energéticos resultan determinantes para la viabilidad de los procesos.

**Figura 16.**

UV-Vis para el Eucon 37 a los 0, 15, 30, 45 y 90 días de la tinta para comparar el resultado de las 3 energías.



De manera general tanto para el Sikaplast 328, como para el Eucon 37 y el tritón X-100 y para todas las energías de dispersión el valor más bajo de absorbancia de la muestra se presenta a los 30 días, luego el siguiente resultado más bajo es el de la primera medida, es decir en el instante de preparación de la muestra (día 0), excepto para la muestra de Tritón X-100 a 190 J/g donde dicha medida resulta ser la de mejor resultado, es necesario profundizar en este comportamiento, puesto que generalmente las investigaciones de este tema se centran en la respuesta de los *CNT* a la dispersión, mientras en los comportamientos de arriba se representa la relación *CNT*-surfactante, se recomienda una investigación centrada en esta relación y en el análisis del evento que sucede en el día 30 y por qué disminuye drásticamente el espectro de absorción y vuelve a incrementar en días posteriores, igualmente se recomienda un seguimiento más continuo que permita analizar mejor el comportamiento a lo largo del tiempo y cuáles son los momentos críticos.

Posteriormente y como se explicó en la metodología, se realiza la medición de las muestras utilizando la mezcla de agua tipo I y la cantidad de dispersante según corresponde, para mayor facilidad de comparación se presenta el resultado por dispersante y las 3 energías de sonicación.

### ***3.2.2. Blanco con mezcla de agua tipo I y surfactante***

Como se ha mencionado a lo largo del trabajo se practicó una prueba de UV-Vis tomando como blanco la mezcla de agua tipo I y el surfactante correspondiente, A continuación, se presentan los espectros de absorbancia correspondientes a los *CNT* luego del proceso de sonicación, igualmente los puede visibilizar en el apéndice 28 en los adjuntos o en la base de datos de la biblioteca UIS.

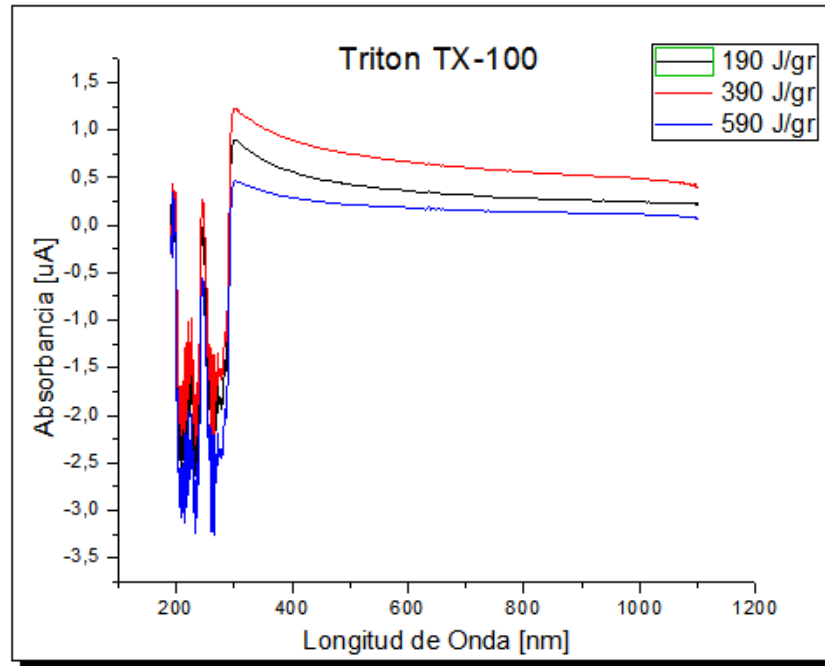
**3.2.2.1. Tritón X-100.** Para el Tritón X-100, el punto máximo de absorbancia evidencia en la longitud de onda de 300 nm y aplica para las 3 energías de sonicación, Alafogianni et al. (2015) afirman que:

“Se observa que todas las suspensiones exhiben un pico característico en su espectro UV-Vis a una longitud de onda de 300 nm. Estos resultados están de acuerdo con los hallazgos de la literatura que indican que las CNT de paredes múltiples individuales exhiben su pico característico alrededor de 260 nm” (Pag 8).

También se puede ver en la figura 17 como se explicó antes y de acuerdo con Mendoza (2013), que la muestra con mayor grado de dispersión es la de 390 J/g, seguida de 190 J/g y siendo el peor resultado la de 590 J/g.

**Figura 17.**

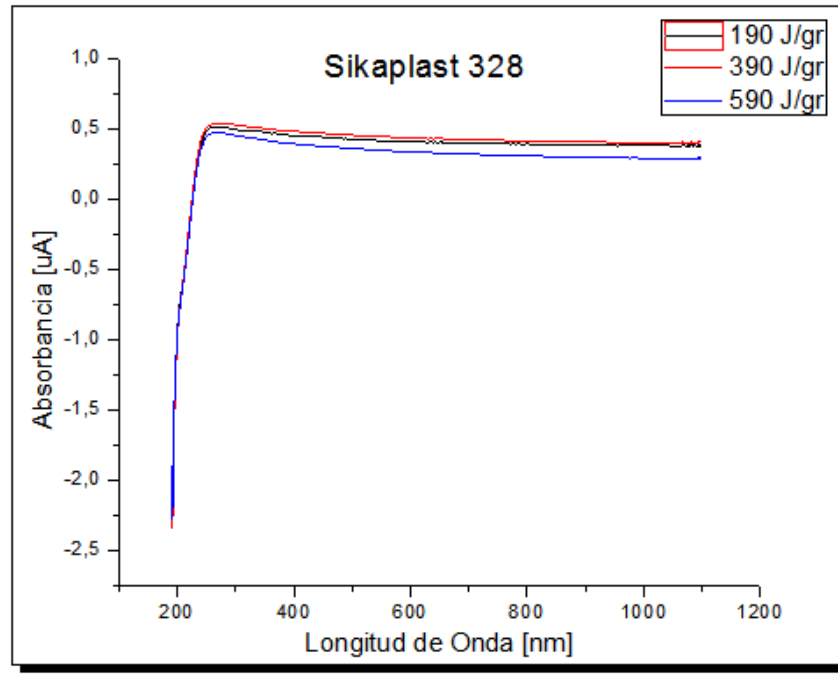
*Espectro de absorbancia de los CNT dispersados con Tritón X-100 utilizando como blanco mezcla de agua tipo I y tritón X-100.*



**3.2.2.2. Sikaplast 328.** El pico máximo de absorbancia está alrededor de 270 nm, según Yaragalla et al. (2015) “esto indica que la transición  $n-\pi^*$  es causada por los electrones no enlazantes de moléculas de oxígeno, además, está asociado con la transformación de algunos de los átomos de carbono de  $Sp^2$  a  $Sp^3$ ” esto se traduce en que el aumento que se presenta en la longitud máxima característica de los *CNT* respecto a la presentada por la muestra sonicada, representa una interacción molecular muy pequeña entre los *CNT* y el dispersante que alteran mínimamente la naturaleza de los *CNT*, lo que es un resultado importante para evitar que los *CNT* pierdan sus propiedades mecánicas y eléctricas características. La gráfica también presenta un resultado similar al del Eucon 37 en cuanto a que hay resultados similares para las energías de 190 J/g y 390 J/g y un resultado inferior para la energía de 590 J/g como se aprecia en la figura 18, sin embargo, se evidencian valores más bajos de absorbancia respecto con los otros dispersantes.

**Figura 18.**

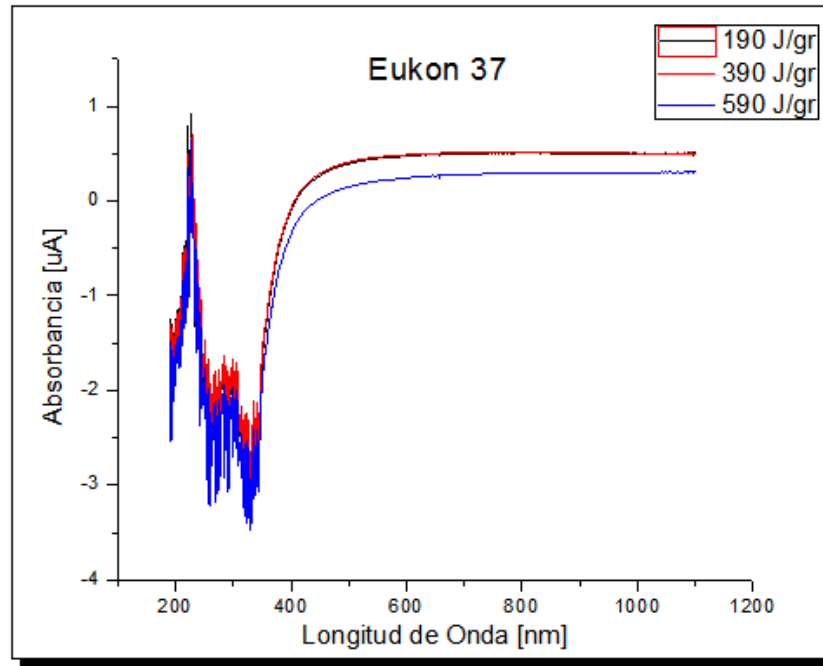
*Espectro de absorbancia de los CNT dispersados con Sikaplast 328 utilizando como blanco mezcla de agua tipo I y Sikaplast 328.*



**3.2.2.3. Eucon 37.** El punto donde la absorbancia es la más alta se presenta alrededor de los 230 nm, Rance et al. (2010) atribuyen este rango de energías al plasmon de electrones  $\pi$ , En la figura 19 vemos resultados prácticamente iguales para el Eucon 37 sonificado a 190 J/g y a 390 J/g, resultan tener los mejores grados de dispersión, más abajo se encuentra la muestra sonificada a 590 J/g, los valores de absorbancia son un poco más bajos que los presentados por el tritón.

**Figura 19.**

*Espectro de absorbancia de los CNT dispersados con Eucon 37 utilizando como blanco mezcla de agua tipo I y Eucon 37.*



De acuerdo con Dastafkan et al. (2015) “la longitud de onda máxima de las nanopartículas incrementará con el incremento del tamaño”, esto sugiere que el Eukon 37 tendría las partículas más pequeñas, luego Sikaplast 328 y el tritón X-100 tendría las más grandes de las 3, sin embargo, como se verá en el análisis de tamaño de partícula esto no se evidencia de acuerdo con el análisis realizado. Vale la pena aclarar, que, aunque los picos máximos de cada dispersante varían entre sí, todos, sin excepción, se encuentran en la zona del ultravioleta, cambiando la longitud máxima únicamente por las transiciones electrónicas que tuvieron las partículas, sin alejarse del pico característico de los *CNT* de 260 nm (Mendoza, 2013).

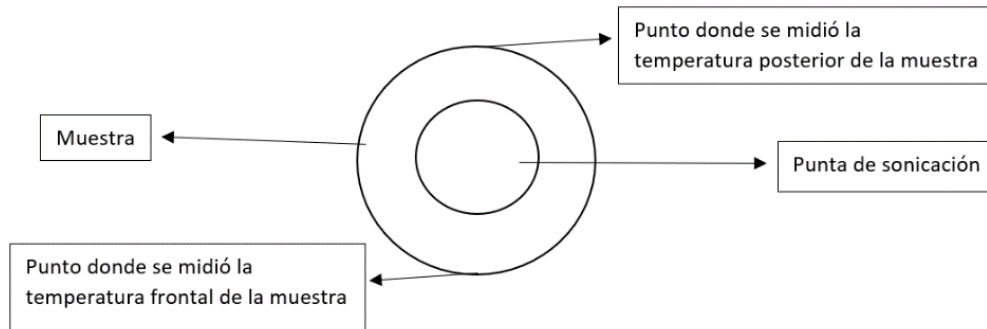
### 3.3. Temperatura

El control de temperatura durante el proceso de sonicación se realizó con el fin de entender un poco más a fondo el proceso que allí ocurre, la manera en la que trabaja la punta de sonicación y el comportamiento que tiene la energía transmitida en la muestra, en la figura 20 se presenta una

vista superior de la punta de sonicación durante el proceso marcando los puntos donde se midieron las temperaturas.

**Figura 20.**

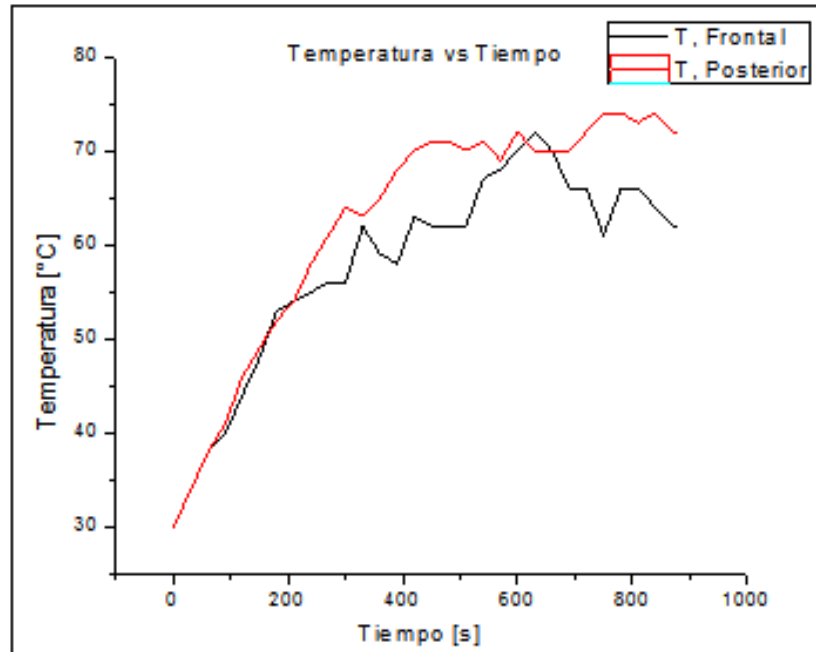
*Puntos de medición de la temperatura.*



En dicha medición se evidencia que existe un gradiente de temperatura en la muestra, pues se notaron diferencias de temperatura entre la parte frontal del recipiente y la parte posterior a lo largo del proceso de dispersión, todos los datos referentes a la medición de la temperatura durante el proceso de sonicación los puede encontrar en el apéndice 26. En la figura 21 se observa como la temperatura de la parte posterior de la muestra es superior en prácticamente todo momento, esto aplica para todas las muestras realizadas con excepción de algunos puntos sin correlación.

**Figura 21.**

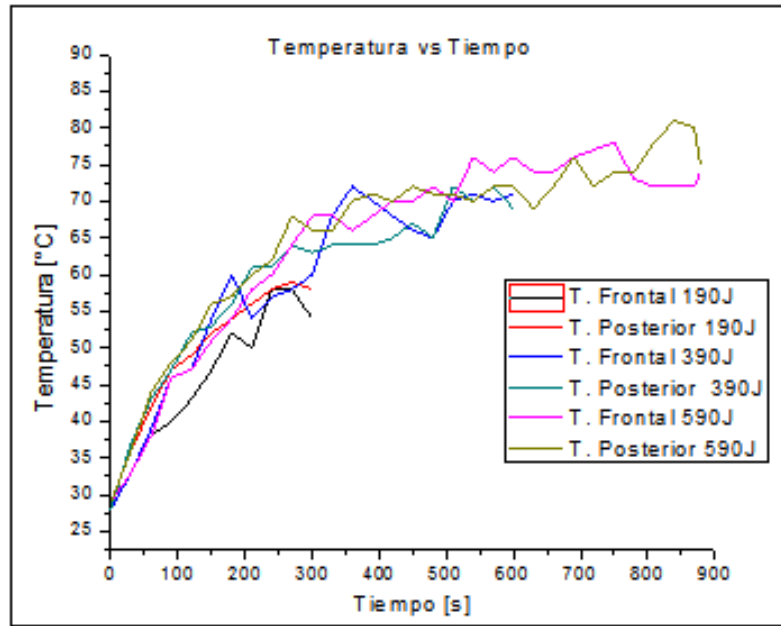
*Comportamiento de la temperatura durante la dispersión para el Sikaplast 328 a 190 J/g.*



Comparar las temperaturas para cada dispersante en relación a sus energías de dispersión no resulta sencillo, pues las series se cruzan entre sí, sin embargo, se puede ver en la figura 22 como de manera general la temperatura aumenta para cada energía en aproximadamente  $10\text{ }^{\circ}\text{C}$ , con un máximo cercano a  $60\text{ }^{\circ}\text{C}$  para las energías de  $190\text{ J/g}$  llegando a superar los  $70\text{ }^{\circ}\text{C}$  para  $390\text{ J/g}$  y a  $80\text{ }^{\circ}\text{C}$  para los  $590\text{ J/g}$ , esto aplica de igual manera para el Sikaplast 328, para el Eucon 37 y para el Tritón X-100, es importante recordar que la diferencia de energías se traduce también en una diferencia en los tiempos de dispersión, es por eso que para  $190\text{ J/g}$  son 300 segundos, para  $390\text{ J/g}$  son aproximadamente 600 segundos y para  $590\text{ J/g}$  se acerca a los 900 segundos de dispersión.

**Figura 22.**

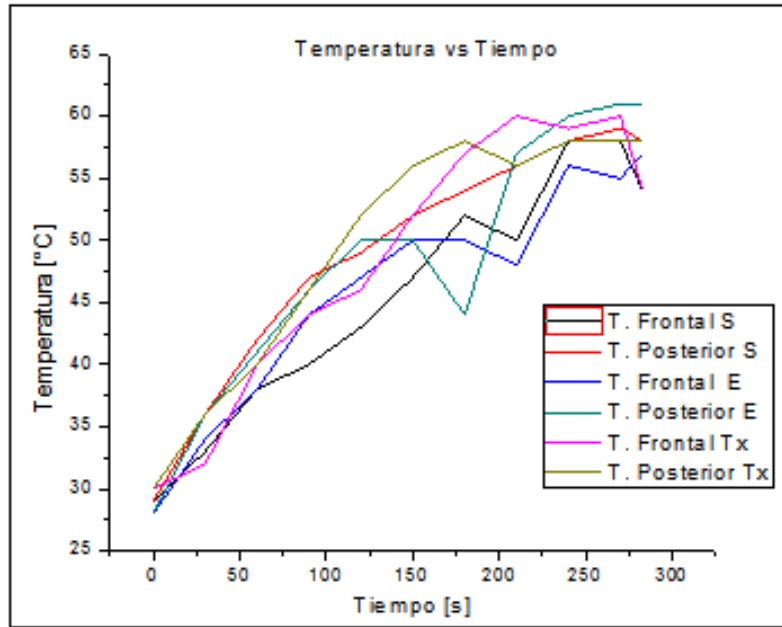
*Comportamiento de la temperatura durante la dispersión con Sikaplast 328 como agente surfactante comparándolo con las 3 energías de dispersión.*



Por otra parte, se comparan los 3 surfactantes para una misma energía, en la figura 23 se presenta la comparación para las muestras sonicadas a 190 J/g y encontramos como el Sikaplast y el Eucon presentan una temperatura más baja tanto frontal como posterior en relación al tritón, esta diferencia no aplica para la misma comparación a 390 J/g y a 590 J/g donde podemos ver más integrados los resultados.

**Figura 23.**

*Comportamiento de la temperatura durante la dispersión comparando los 3 dispersantes con la energía de 190 J/g.*



De manera general, podemos decir que no hay mayores diferencias en cuanto a las temperaturas evidenciadas durante el proceso de dispersión respecto a la naturaleza del surfactante, la diferencia radica en el funcionamiento de la punta de sonicación y en la energía suministrada, lo que es un resultado esperable, pues estamos suministrando mayor energía a una misma cantidad de muestra, dicha energía se traduce entre otras cosas en un aumento de la temperatura de la muestra, resultado congruente con el análisis de Kaur et al. (2017) donde de acuerdo a la amplitud aumenta la potencia de sonicación del equipo y entre mayor potencia mayor temperatura final y mayor gradiente presenta la muestra. Así mismo, la forma de los datos y la pendiente que presenta son congruentes con lo obtenido por ellos, donde la temperatura obtenida por este método de sonicación tiene leves variaciones que se atribuyen a la fluctuación de voltaje que presenta el equipo, es decir no transfiere una energía constante durante toda la dispersión por lo tanto la temperatura no presenta un crecimiento lineal perfecto, así mismo la pendiente va disminuyendo con base en la amplitud del equipo, también podemos ver que a mayor tiempo de dispersión menor tendencia a un comportamiento lineal tiene la temperatura por lo que luego de un tiempo de

sonicación la temperatura tiende a estabilizarse y empieza a disminuir y luego aumentar alrededor de cierto rango de temperaturas.

### **3.4. Tamaño de partícula**

Se practicaron pruebas de análisis de tamaño de partícula a cada muestra en el equipo de DLS que se encuentra en el laboratorio CICAT en el parque tecnológico guatiguará de la UIS, se repitió la prueba 3 veces para cada muestra y se decidió seleccionar el mejor resultado para los análisis de acuerdo con el menor tamaño, a continuación, se presentan los resultados.

Para los 3 dispersantes, las 3 energías y sus distintas combinaciones se realizó el análisis de tamaño de partícula, el equipo nos arroja un rango de tamaños y un porcentaje de intensidad para cada tamaño que arroja una gráfica con una distribución de tipo Gaussiano, la suma de estas intensidades corresponde al 100% de los tamaños de partícula que componen la muestra.

#### ***3.4.1. Tritón X-100***

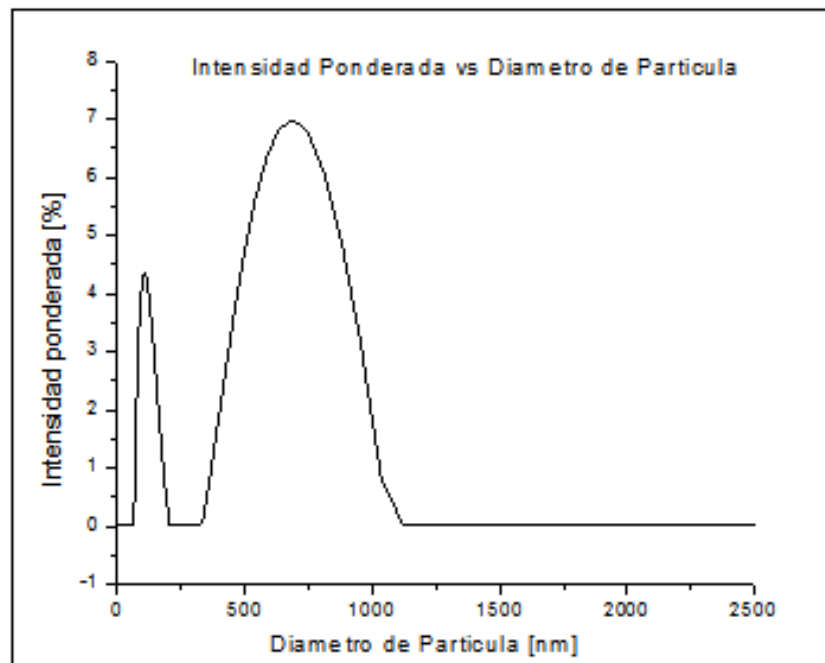
El Tritón X-100 presenta una coincidencia en todos los datos que difiere de los otros dispersantes, y es que como se puede ver en la figura 24 aparecen 2 picos de intensidad, independiente de la energía y del tiempo de estabilización, mientras que, para los otros dispersantes la mayoría de los resultados presentan un pico único.

De acuerdo con los resultados de Uv-Vis que se relacionan con la calidad de la dispersión el mejor resultado para el tritón es con la energía de sonicación de 390 J/g y tras 15 días de estabilización, esto se confirma con varias investigaciones previas que concluyen que las muestras

sonicadas a 390 J/g son las de mejores características para este dispersante. Para el tamaño de partícula en dichos datos muestra 2 picos, un primero de menor intensidad desde 60 a 204 nm con un máximo de intensidad de 4,3% en 107 nm, y un segundo pico desde 333 hasta 1120 nm con un máximo en 690 nm y 7% de intensidad, lo que traducen estos resultados es que los tamaños de partícula en la muestra son de un diámetro más estable, no se puede evidenciar un tamaño que sobresalga ampliamente con respecto a los demás.

**Figura 24.**

*Tamaño de partícula para la muestra tritón TX-100 dispersada a 390 J/g y tras 15 días de estabilización.*

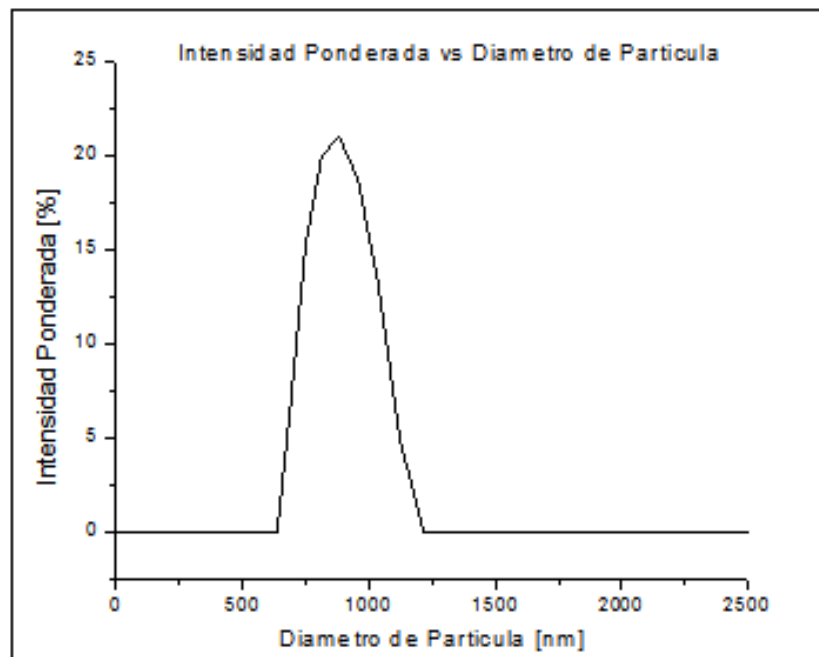


**3.4.2. Sikaplast 328**

El mejor resultado se presenta para la energía de dispersión de 390 J/g y un tiempo de estabilización de 45 días, en la figura 25 vemos un gráfico con un rango de tamaños entre 460 y 1120 nm con el pico de intensidad en 750 nm y 14%.

**Figura 25.**

*Tamaño de partícula para la muestra Sikaplast 328 dispersada a 390 J/g y tras 45 días de estabilización.*

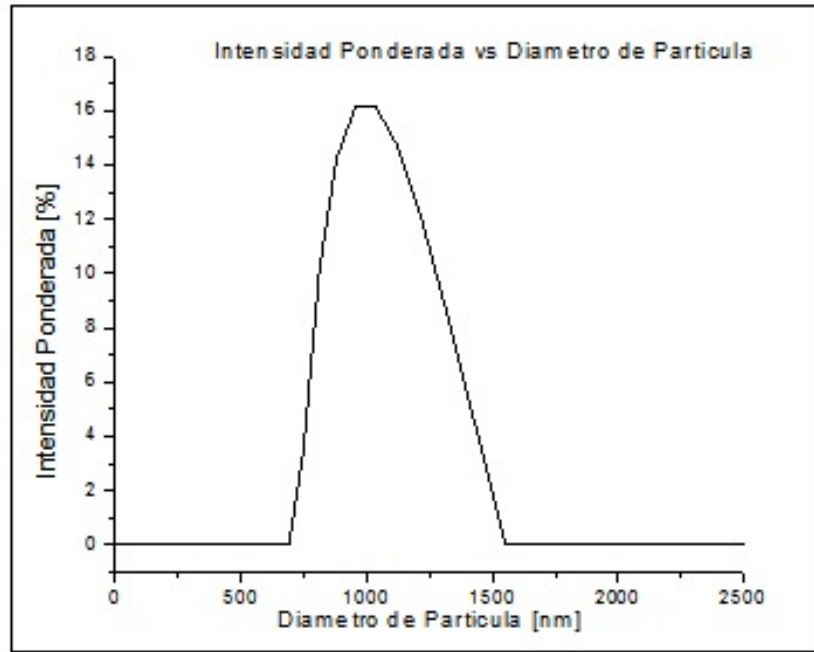


**3.4.3. Eucon 37**

Uno de los mejores resultados de potencial Z se encuentra para la energía de 590 J/g tras 30 días de estabilización, para tamaño de partícula esta muestra se puede ver en la figura 26 y presenta partículas entre 690 y 1550 nm, y un pico muy pequeño en aproximadamente 1030 nm.

**Figura 26.**

*Tamaño de partícula para la muestra de Eucon 37 dispersada a 590 J/g y tras 30 días de estabilización.*



Como puede observar en el apéndice 25, se presentan los resultados de tamaño de partícula para todas las muestras sonicadas a lo largo del tiempo, allí puede ver que el tamaño de partícula de manera general brinda resultados que varían mucho, existen muestras donde su tamaño de partícula llega a sobrepasar los 10000 nm, mientras otras no pasan los 500, sin embargo, la mayoría de las muestras no pasan de 2000 o 3000 nm. Sabiendo que nuestro objetivo es obtener muestras con *CNT* suspendidos individualmente lo que se traduce en tamaños de partícula muy pequeños los resultados parecen ser muy grandes, aun así, están en concordancia con otras pruebas realizadas, como muestran Tardani & La Mesa (2013) donde establece medidas de longitud observadas con TEM de hasta 1  $\mu\text{m}$  o Sun et al. (2008) que establecieron mediante medición con AFM medidas entre 1 y 1,5  $\mu\text{m}$ .

De acuerdo con Krause et al. (2010) “En DLS las partículas dispersadas están sujetas al movimiento browniano y las partículas o agregados más grandes son sobreestimados”, así mismo, Krause et al. (2010) determinaron que la prueba de DLS para los nanotubos nanocyl NC7000 que usamos no es una técnica tan efectiva como otras técnicas y que el tamaño de partícula a través de DLS es efectivo para otras marcas de nanotubos comerciales.

De manera general y basados en los resultados obtenidos en las diferentes pruebas realizadas el mejor resultado para el tritón X-100 y para el Eucon 37 se obtuvo con las muestras sonicadas a 390 J/g y tras 15 días de estabilización, las muestras presentan buenos resultados de potencial zeta y los mejores resultados de UV y de tamaño de partícula, lo que muestra una mejor calidad de dispersión; para el Sikaplast 328 aunque los resultados son más discutidos se definió que el mejor corresponde a las muestras sonicadas con 190 J/g y 30 días de estabilización, presenta uno de los mejores resultados de potencial zeta y de UV-Vis y el mejor resultado de tamaño de partícula, el ahorro en tiempo y energía por utilizar esta muestra también resultan beneficiosas; Finalmente, para el Eucon 37 las muestras presentan los mejores resultados de potencial zeta y de tamaño de partícula y uno de los mejores resultados de UV. Por otra parte, se analizan los resultados para determinar el mejor dispersante y se obtiene que el Eucon 37 es el dispersante que obtiene valores de potencial zeta mucho más altos, equivalentes a casi 1.6 veces del valor de los otros dos dispersantes, así mismo, los resultados de UV-Vis del Eucon 37 obtienen los valores más altos junto con el Tritón X-100 y los resultados de tamaño de partícula de las diferentes muestras resultan mucho más estables a lo largo del tiempo y en general mejores para las muestras sonicadas con Eucon 37.

### **3.5. Impedancia**

### 3.5.1. Muestras dispersadas

Para las medidas de impedancia en la tabla 5 se reportan los resultados obtenidos en la medición de las tintas sonicadas el mismo día de la prueba, en los apéndices del 14 al 23 puede observar los resultados de las mediciones.

**Tabla 5.**

*Impedancia de las tintas elaboradas para las diferentes energías de sonicación y dispersante.*

<b>Energía de sonicación</b>	<b>190 J/g</b>	<b>390 J/g</b>	<b>590 J/g</b>
	Impedancia [ $\Omega$ ]		
Tritón X-100	1009,19	679,82	728,41
Sikaplast 328	892,352	2041,802	1928,202
Eucon 37	57,399	452,249	440,645

Tanto para el estudio de las tintas como para las probetas se desarrolló un "modelo de circuito equivalente universal" más cuantitativo para describir la respuesta de impedancia de los compuestos con partículas conductoras (Wanson et al., 2006) con lo cual se pudo establecer que hay un efecto de los surfactantes en las propiedades eléctricas de las tintas y aún más importante, que este efecto se traduce en una mejora de las propiedades eléctricas de las probetas (Nan et al., 2016).

Lo anterior se debe gracias a que la impedancia, la cual está ligada a la resistencia eléctrica, es el inverso de la admitancia, la cual está compuesta por la conductancia, debido a estas relaciones se puede hacer un estudio de las propiedades eléctricas ya que la conductividad eléctrica no es otra cosa que la conductancia específica de un material, para este caso la de las tintas y probetas mejoradas con *CNT* (Rausch et al., 2010).

Para el tritón X-100, se observa que la mejor impedancia se obtuvo para la tinta sonicada con una energía de 390 J/g con un valor de 679  $\Omega$ , seguida de la tinta de 590 /g a una impedancia de 728  $\Omega$  y por último la tinta sonicada con una energía de 190 J/g alcanzando una impedancia de 1009  $\Omega$ .

Para el Sikaplast 328, se reporta que la mejor impedancia se obtuvo con una tinta sonicada con una energía de 190 J/g con un valor de 892  $\Omega$ , seguida de la tinta de 590 J/g con una impedancia de 1928  $\Omega$ , y el más alto valor de impedancia fue alcanzado por la tinta sonicada con una energía de 390 J/g con un valor de 2041  $\Omega$ .

En el caso del Eucon 37, se reporta que la mejor impedancia se obtuvo con una tinta sonicada con una energía de 190 J con un valor de 57  $\Omega$ , seguida de la tinta de 590J con una impedancia de 440  $\Omega$ , y el valor más alto de impedancia fue alcanzado por la tinta sonicada con una energía de 390 J/g reportando 452  $\Omega$ .

Podemos ver como las tintas dispersadas con Eucon 37 presenta los mejores resultados, las 3 muestras presentan impedancias más bajas que cualquier muestra de los otros dispersantes, se recomienda profundizar en la relación entre la impedancia y el potencial zeta de las muestras.

### 3.5.2. *Probetas*

Se reportan las impedancias de la probeta blanco, la cual solo está elaborada con cemento gris y agua tipo I cuyos resultados puede ver en los apéndices 1,2 y 3, y las fabricadas con Eucon 37 a 390 J/g que puede ver en los apéndices 4, 5 y 6, Sikaplast 328 a 190 J/g en los apéndices 7, 8 y 9, y tritón X-100 a 390 J/g cuyos resultados puede ver en los apéndices 10, 11 y 12. La tabla 6 presenta 3 resultados por muestra, pues se fabricaron tres probetas de cada tipo, acorde a la norma ASTM.

**Tabla 6.**

*Impedancia de las probetas preparadas por cada dispersante.*

<b>Impedancia [<math>\Omega</math>]</b>			
	P1	P2	P3
Blanco	5466	7697	4990
Tritón X-100	7206	4508	3995
Sikaplast 328	4360	5548	4420
Eucon 37	7467	5280	5195

Comparando el resultado de la impedancia del blanco con respecto a los resultados de las probetas funcionalizadas con las tintas sonicadas con tritón X-100, Sikaplast 328 y Eucon 37, se evidencia que hay un mayor efecto en las propiedades eléctricas del cemento por parte del Sikaplast 328 seguido del tritón y luego del Eucon, pero sin grandes diferencias entre estos últimos dos.

La tinta con mejor resultado fue la preparada con el Eucon 37, sin embargo, en las probetas el mejor resultado lo presentó el Sikaplast 328, mientras el Eucon 37 obtuvo los valores más altos de impedancia en las probetas, debe investigarse maneras de preparar la pasta de cemento

de manera que se aprovechen mejor las propiedades de los dispersantes lo que evidencia una gran dependencia de la matriz en la cual se encuentre el complejo *CNT*-surfactante.

## 5. Conclusiones

Los nanotubos de carbono presentaron resultados independientes para cada surfactante y para cada energía de dispersión a la que fueron sometidos, lo que muestra que la selección de estos dos factores es crucial para el avance en la investigación, así mismo muestra que la relación *CNT*/Surfactante varía dependiendo de la naturaleza del surfactante, aunque se evidencio una mayor influencia del Eucon 37 tanto en la estabilidad de la tinta como en las propiedades eléctrica de la misma.

Se encontró que las tintas con Sikaplast dispersada a 190 J/g y 30 días de estabilización y con tritón y Eucon dispersada a 390 J/g y 15 días de estabilización presentan una mayor estabilidad electrostática de los nanotubos en su matriz acuosa.

Los resultados no representan una diferencia que pueda resultar significativa para la selección en términos de costos por energía y tiempo pensando en un proceso de industrialización a futuro, por lo que podría utilizarse cualquier opción dependiendo del criterio a considerar y disponibilidad de materiales.

Con el fin funcionalizar el concreto, la interacción *CNT*-surfactante-energía que mayor aporte le brindo a la pasta fue el Sikaplast 328 y la energía de sonicación de 190 J/g con 30 días de estabilización para la tinta con la que se preparó la probeta.

## 6. Recomendaciones

Se recomienda para estudios posteriores incluir temperatura en la plancha de calentamiento y probar colocando la muestra a diferentes temperaturas iniciales en la fase de sonicación, de igual manera vale la pena probar con baños térmicos durante el proceso de sonicado y analizar qué efecto tiene el disminuir la temperatura.

se recomienda profundizar en la relación entre la impedancia y el potencial zeta de las muestras.

Se recomienda investigar a fondo el proceso de preparación de las probetas de manera que se aprovechen mejor las propiedades de los dispersantes.

Para trabajar con Sikaplast 328 se recomienda agitar la mezcla con los *CNT* antes de llevarla a la punta de sonicación, pues la naturaleza del surfactante dificulta la mezcla de los *CNT* y hace que permanezcan suspendidos, por lo que sonicar en estas condiciones resulta poco efectivo.

Estudiar el proceso que ocurre en la fabricación de las probetas y el porqué de la diferencia de medidas de impedancia entre las tintas y las probetas.

### Referencias Bibliográficas

- Iijima, S. (1991). Synthesis of Carbon Nanotubes. *Nature*, 354(7) 56–58.
- Baughman, R., Zakhidov, A., y Heer, W. (2002). Carbon nanotubes — the route toward applications. *Science*, 297(5582), 787–92.
- Moniruzzaman, M. y Winey, K. (2006). Polymer nanocomposites containing carbon nanotubes. *Macromolecules*, 39(16), 5194–205.
- Don-Young, K., Yun, Y. S., Bak, H, Cho, S. Y. y Jin, H. (2009). Aspect ratio control of acid modified multiwalled carbon nanotubes. *Current Applied Physics*, 10(4), 1046-1052.
- Park, H., Park, M., Chang, J. y Lee, H. (2008). The effect of pre-treatment methods on morphology and size distribution of multi-walled carbon nanotubes. *Nanotechnology*, 19(33), 7-23.
- Ludvig, P., Calixto, J., Ladeira, L. y Gaspar, I. (2011). Using Converter Dust to Produce Low Cost Cementitious Composites by in situ Carbon Nanotube and Nanofiber Synthesis. *Materials*, 4(12), 575-584.
- Tyson, B., Abu, R., Yazdanbakhsh, A. y Grasley, Z. (2011). Carbon Nanotubes and Carbon Nanofibers for Enhancing the Mechanical Properties of Nanocomposite Cementitious Materials. *Journal of materials in civil engineering*, 23, 1028-1035.
- Jiang, L., Gao, L. y Sun, J. (2003). Production of aqueous colloidal dispersions of carbon nanotubes. *Journal of Colloid and Interface Science*, 260(1), 89-94.

- Mendoza, O., Arias, Y., Delgado, C., Ochoa, J., Quintero, J., y Toledo, R. (Octubre de 2017) Surfactants as dispersants for carbon nanotubes in water: hydration of cement. 10th ACI/RILEM International Conference on Cementitious Materials and Alternative Binders for Sustainable Concrete. Montreal.
- Wang, H. (2009). Dispersing carbon nanotubes using surfactants. *Current Opinion in Colloid & Interface Science*, 14(5), 364-371
- García, J., Martínez, C., Torres, C., Trejo, M., Martínez, H. y Torres, C. (2016) Magneto-conductivity and magnetically controlled nonlinear optical transmittance in multi-wall carbon nanotubes. *Optics Express*, 24(17), 19552-19557.
- Rosen, M. y Kunjappu, J. (2012). Surfactants and Interfacial Phenomena, 4th ed. Hoboken, EEUU: John Wiley & Sons.
- Espinosa, C., Ortiz, I., Carlos, J., Zapata, R. y Hoyos, L. (2017). Dispersión de nanotubos de carbono para aplicaciones in-vitro. *DYNA*, 84(203), 24-30.
- GRUPO EDITORIAL OCÉANO, ed. 1987. «Volumen 5». *Gran Enciclopedia de la Ciencia y la Técnica*. Barcelona: Ediciones Océano-Éxito S.A.
- Boylestad, R. (2004). Introducción al análisis de circuitos, 10ª ed. México D.F., México: Pearson Educación.
- Yu, J, Grossiord, N., C., Koning, E. y Loos, J. (2006). Controlling the dispersion of multi-wall carbon nanotubes in aqueous surfactant solution. *Carbon* 45(3), 618-623.
- Rausch, J., Zhuang, R. y Mäder, E. (2010). Surfactant assisted dispersion of functionalized multi-walled carbon nanotubes in aqueous media. *Composites Part A: Applied Science and Manufacturing*, 41(98), 1038-1046.

- Musso, S., Tulliani, J., Ferro, G. y Tagliaferro, A. (2009). Influence of carbon nanotubes structure on the mechanical behavior of cement composites. *Composites Science and Technology*, 69(11–12), 1985-1990.
- Rodriguez, B., Quintero, J., Arias, Y., Mendoza, O., Ochoa, J. y Toledo, R. (2017). Influence of MWCNT / surfactant dispersions on the mechanical properties of Portland cement pastes. *Journal of Physics: Conference Series*, 935, 23-26.
- Mendoza, O. (2013). Efecto Híbrido De Los Nanotubos De Carbono Y La Nanosílice Sobre Las Propiedades Mineralógicas Y Mecánicas De Morteros De Cemento Pórtland (Tesis de maestría). Universidad Nacional de Colombia, Bogotá D.C., Colombia.
- Echeverry, L. (2020). Energías de dispersión y surfactantes en una solución de nanotubos de carbono en agua: aplicaciones en pastas de cemento portland (Tesis de maestría). Universidad Nacional de Colombia, Manizales, Colombia.
- Castillo, J., Novoa, L., Ortega, F. y Escobar, P. (2011). Nanotubo de carbono-chitosan en células HOS y THP-1. *Revista de la Universidad Industrial de Santander. Salud* 43(1), 21-26.
- Torres, F. (2015). Tintas y materiales compuestos anisotrópicos basados en nanotubos de carbono (Tesis de doctorado). Université de Montpellier, Montpellier, Francia.
- Kim, H., Park, W., Kang, M. y Jin, H. (2007). Multiple light scattering measurement and stability analysis of aqueous carbon nanotube dispersions. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 69(5-6), 1209-1212
- Yaragalla, S., Anilkumar, G., Kalarikkal, N. y Thomas, S. (2015). Structural and optical properties of functionalized multi-walled carbon Nanotubes. *Materials Science in Semiconductor Processing*, 41, 491-496

- Kaur, I., Ellis, L., Romer, I., et al. (2017). Dispersion of Nanomaterials in Aqueous Media: Towards Protocol Optimization. *Journal of visualized experiments*, 130.
- ASTM International, Standard Practice for Making and Curing Concrete Test Specimens in the Laboratory, no. C192/C192M – 16a Standard. 2007, pp. 1–8.
- ASTM International, Standard Test Method for Compressive Strength of Hydraulic Cement Mortars (Using 2-in. or [50-mm] Cube Specimens), no. C109/C109M – 11b. 2010, 1–9.
- L., Cruz. (2017). Caracterización estructural y óptica de nanotubos de carbón funcionalizados con Ni y Ag”, Universidad Autónoma Metropolitana Azcapotzalco (Tesis de maestría). Universidad Autónoma Metropolitana, Ciudad de México, México.
- Diaz. C., Vallejo, W. y Puello, E. (2013). Distribución del tamaño de partícula por dispersión dinámica de luz de la tetracarboxifenilporfirina de cobre (II) anclada al dióxido de titanio. *ITECKNE: Innovación e Investigación en Ingeniería*, 10(2), 224-228
- Kumar, A., y Kumar, C. (2017). Methods for characterization of nanoparticles. *Advances in Nanomedicine for the Delivery of Therapeutic Nucleic Acids*, 43-58.
- Rodríguez, S. (2016). Estudio de dispersión de nanopartículas de grafeno en agua (Tesis de maestría). Universitat Jaume, Castellón de la Plana, España.
- Alafogianni, P., Dassios, K., Farmaki, S., Antiohos, S., Matikas T y Barkoula, N. (2015). On the efficiency of UV–vis spectroscopy in assessing the dispersion quality in sonicated aqueous suspensions of carbon nanotubes. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 495, 118-124.
- Rance, G., Marsh, D., Nicholas, R. y Khlobystov, A. (2010). UV–vis absorption spectroscopy of carbon nanotubes: Relationship between the  $\pi$ -electron plasmon and nanotube diameter. *Chemical Physics Letters*, 493(1–3), 19-23.

- Dastafkan, K., Khajeh, M., Bohlooli, M., Ghaffari, M. y Sheibani, N. (2015). Mechanism and behavior of silver nanoparticles in aqueous medium as adsorbent. *Talanta*, *144*, 1377-1386.
- Tardani, F. y La Mesa, C. (2013). Attempts to control depletion in the surfactant-assisted stabilization of single-walled carbon nanotubes. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, *443*, 123-128.
- Sun, Z. Nicolosi, V. Rickard, D. Bergin, S., Aherne, D. y Coleman, J. (2008). Quantitative Evaluation of Surfactant-stabilized Single-walled Carbon Nanotubes: Dispersion Quality and Its Correlation with Zeta Potential. *Journal of Physical Chemistry C*, *112*(29) 10692–10699.
- Krause, B., Mende, M., Pötschke, P. y Petzold, G. (2010). Dispersability and particle size distribution of CNTs in an aqueous surfactant dispersion as a function of ultrasonic treatment time. *Carbon*, *48*(10) 2746-2754.
- Wansom, S., Kidner, N., Woo, L. y Mason, T. (2006). AC-impedance response of multi-walled carbon nanotube/cement composites. *Cement and Concrete Composites*, *28*(6), 509-519.
- Nan, X., Ma, J., Liu, J., Zhao J. y Zhu, W. (2016). Effect of Surfactant Functionalization of Multi-walled Carbon Nanotubes on Mechanical, Electrical and Thermal Properties of Epoxy Nanocomposites. *Fibers and Polymers*, *17*, 1866–1874.

## Apéndices

“Los apéndices están adjuntos y puede visualizarlos en la base de datos de la biblioteca UIS”

Apéndice 1. Impedancia Probeta Blanco 1.

Apéndice 2. Impedancia Probeta Blanco 2.

Apéndice 3. Impedancia Probeta Blanco 3.

Apéndice 4. Impedancia Probeta Eucon 1.

Apéndice 5. Impedancia Probeta Eucon 2.

Apéndice 6. Impedancia Probeta Eucon 3.

Apéndice 7. Impedancia Probeta Sikaplast 1.

Apéndice 8. Impedancia Probeta Sikaplast 2.

Apéndice 9. Impedancia Probeta Sikaplast 3.

Apéndice 10. Impedancia Probeta Tritón 1.

Apéndice 11. Impedancia Probeta Tritón 2.

Apéndice 12. Impedancia Probeta Tritón 3.

Apéndice 13. Impedancia Probetas\_Blanco P3\_Eucon P3\_tritón P2\_Sika P3.

Apéndice 14. Impedancia Tinta EUCON\_190.

Apéndice 15. Impedancia Tinta EUCON\_390.

Apéndice 16. Impedancia Tinta EUCON\_590.

Apéndice 17. Impedancia Tinta SIKAPLAST\_190.

Apéndice 18. Impedancia Tinta SIKAPLAST\_390.

Apéndice 19. Impedancia Tinta SIKAPLAST\_590.

Apéndice 20. Impedancia Tinta TRITÓN\_190.

Apéndice 21. Impedancia Tinta TRITÓN\_390.

Apéndice 22. Impedancia Tinta TRITÓN\_590.

Apéndice 23. Impedancia Tintas de todas las muestras sonicadas.

Apéndice 24. Potencial zeta.

Apéndice 25. Tamaño de partícula.

Apéndice 26. Temperatura.

Apéndice 27. UV-Vis (Blanco agua tipo I).

Apéndice 28. UV-Vis (Blanco Mezcla agua tipo I y surfactante).