

**CENTRO DE INVESTIGACION CIENTIFICA Y DE EDUCACION  
SUPERIOR DE ENSENADA**



**FÍSICA APLICADA: FISICA DE MATERIALES**

**OPTIMIZACION DE LA IRRADIACION CON ELECTRONES PARA LA  
PRODUCCION DE NANOTUBOS DE MoTe<sub>2</sub>.**

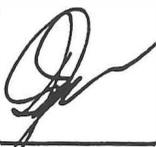
**TESIS**

que para cubrir parcialmente los requisitos necesarios para obtener el grado de  
**MAESTRO EN CIENCIAS**

**PRESENTA:  
ERIC FLORES AQUINO**

Ensenada, Baja California, México. Diciembre de 2002.

TESIS DEFENDIDA POR  
**Eric Flores Aquino**  
Y APROBADA POR EL SIGUIENTE COMITÉ



---

Dr. Donald Homero Galván Martínez

*Director del Comité*



---

Dr. Miguel Avalos Borja

*Miembro del Comité*



---

Dr. Enrique Gómez Treviño

*Miembro del Comité*



---

Dr. Donald Homero Galván Martínez  
Coordinador del postgrado en Física de  
Materiales



---

Dr. Luis Alberto Delgado Argote  
*Director de Estudios de Posgrado*

Lunes 9 de diciembre de 2002

**CENTRO DE INVESTIGACION CIENTIFICA Y DE EDUCACION  
SUPERIOR DE ENSENADA**



**FÍSICA APLICADA: FISICA DE MATERIALES**

**OPTIMIZACION DE LA IRRADIACION CON ELECTRONES PARA LA  
PRODUCCION DE NANOTUBOS DE MoTe<sub>2</sub>.**

**TESIS**

que para cubrir parcialmente los requisitos necesarios para obtener el grado de  
**MAESTRO EN CIENCIAS**

**PRESENTA:  
ERIC FLORES AQUINO**

Ensenada, Baja California, México. Diciembre de 2002.

**RESUMEN** de la Tesis de **ERIC FLORES AQUINO**, presentada como requisito parcial, para la obtención del grado de **MAESTRO EN CIENCIAS** en **FISICA DE MATERIALES**. Ensenada, Baja California, México. Diciembre de 2002.

**“OPTIMIZACION DE LA IRRADIACION CON ELECTRONES PARA LA PRODUCCION DE NANOTUBOS DE MoTe<sub>2</sub>”**

Resumen aprobado por:



---

Dr. Donald Homero Galván Martínez.  
Director de tesis

El descubrimiento de la molécula de C<sub>60</sub> y la llegada de la química de materials, el desarrollo de la investigación en este rubro es dirigida al estudio de las diferentes formas de grafito. En un corto periodo de tiempo, a partir de 1985, se han identificado diferentes formas de carbono: tipo-nanotubos (t-NT), nanopartículas y tipo-cebollas. Estas nuevas estructuras causaron un gran interés entre la comunidad científica debido a su inusual estructura y sus posibles aplicaciones en la industria.

La irradiación de hollín de carbono produce estructuras tipo-cebolla dentro de un flujo alto de electrones en un Microscopio de Transmisión de Electrones (TEM). Se sabe que los compuestos que presentan la forma MX<sub>2</sub> en su mayoría presentan la estructura tipo grafito (M = Mo, W, Nb, etc. y X = S, Se, Te, etc.), por lo que se pensó en tratar de obtener formas similares con dicalcogenuros y esperar estructuras semejantes a las obtenidas con grafito. En nuestro caso, presentamos un estudio de la producción de nanotubos (NT) de diteluro de molibdeno (MoTe<sub>2</sub>) irradiados con altas dosis de electrones y la optimización de dicha dosis. Para esto se utilizó un acelerador Van de Graaff de 2.0 MeV para irradiar las muestras a las siguientes condiciones: voltaje de 1.3 MeV, corriente de 5 mA, razón de dosis de 2.5 kGy/min. Dichas condiciones se mantienen fijas y lo que varía es la dosis de irradiación de 500, 1000, 2000 y 5000 KGy. La idea de variar la dosis de irradiación es para explorar la producción óptima de nanotubos. Al examinar las muestras en un Microscopio de Transmisión de Electrones de Alta Resolución (HRTEM), se observó que la producción óptima (para este rango de dosis de irradiación), de nanotubos ocurre a las dosis de 500 y 5000 KGy. Por otra parte se realiza un análisis por Espectroscopia de Electrones Auger (AES) para poder descartar la posibilidad de que las muestras se hayan contaminado con carbono.

Key Works: MoTe<sub>2</sub>, C<sub>60</sub>, nanopartículas, nanotubos (NT), nanocebollas, acelerador Van de Graaff, HRTEM y AES.

**SUMMARY** of Eric Flores Aquino's thesis submitted in partial fulfillment of the requirements for the degree of **MAESTRO EN CIENCIAS EN FISICA DE MATERIALES**. Ensenada, Baja California, México. December 2002.

**“Optimization of the Electron Irradiation in the Production of MoTe<sub>2</sub> Nanotubes”**

Approved by



---

Dr. D. Homero Galván Martínez  
Thesis Director

Following the discovery of C<sub>60</sub> molecule, and the advent of fullerene chemistry, a considerable attention has been directed toward different forms of graphite such as, nanotubes, nanoparticles and bucky onions were identified. Carbon nanotubes first identified by Iijima in 1991, caused much interest in the scientific community as a result of their unusual structure and their potential for industrial applications.

In 1992, Ugarte and other researcher reported that electron irradiation of carbon soot produce structures like onion-like. Ugarte obtained such structures under a high flux of electrons in a Transmission Electron Microscope (TEM). Searching in the literature, it is possible to find many reports about fullerene like structures, as well as on WS<sub>2</sub> and MoS<sub>2</sub>. Carbon nanotubes (NT) are microtubules with a hollow internal cavity. Each layer is formed of a cylindrical graphene sheet, with interlayer spacing of 0.34nm. The layers are arranged helically with respect to the NT axis. The graphite structures is also shown by metal dichalcogenides, represented by MX<sub>2</sub> (M = Mo, W, Nb, etc., while X = S, Se, Te, etc.). In our special case, MoTe<sub>2</sub>, which belongs to the family of the transition metal dichalcogenides. All the members of this family might present similar behavior and possible formation of NT structures.

We report the study of the production MoTe<sub>2</sub> (Molybdenum ditelluride) sample after being irradiated with a high dose of electron irradiation. A 2 MeV Van de Graaff accelerator was used to irradiate the sample at the following conditions: 1.3 MeV voltage, 5 μA current, dose rate 25 kGy/min. These conditions are maintain fixed while irradiation dosage were changed from 500, 1000, 2000 and 5000 kGy. The optimization of the dosage used for the production of MoTe<sub>2</sub> NT was obtained from the analysis of the samples that were examined in a High Resolution Transmission Electron Microscope (HRTEM). The most efficient production of MoTe<sub>2</sub> NT was obtained at 500 and 5000 kGy. Finally we report a study of Auger Electron Spectroscopy (AES)

Key Words: MoTe<sub>2</sub>, C<sub>60</sub>, nanoparticles, nanotubes (NT), nano-onions, acelarator Van de Graaff, HRTEM y AES.

**IN MEMORIA DE:**

**Gabriela Loaiza González**

*Siempre te llevaré en mi corazón...*

## **DEDICATORIA**

**A MI ESPOSA MARIA DE JESÚS GRAJEDA CORONADO**

**A MIS PADRES:**

**TERESA AQUINO P.  
JOSÉ E. FLORES M.**

**A TODOS Y CADA UNOS DE MIS HERMANOS; JULIAN, ASCERIO, ROLANDO,  
ELEOINA, JOSÉ M. (PEPE), EDITH, BELÉM Y ELIAS.**

**A LA FAMILIA LOAIZA GONZÁLEZ.**

**A MIS AMIGOS Y AMIGAS.**

Agradezco muy notablemente al Dr. Donald H. Galván M. por la dirección de este trabajo y por los comentarios que han ayudado a que este trabajo se hiciera posible.

También, agradezco al CONACYT por otorgarme la beca, ya que sin ésta, no hubiera podido llevar a cabo la conclusión de mi trabajo de tesis.

Asimismo, quiero agradecer al CICESE por permitirme egresar de la Maestría en Física de Materiales. De igual manera, quiero externar mi agradecimiento al Centro de Ciencias de la Materia Condensada-UNAM, por albergarme en sus instalaciones durante mis estudios de Maestría.

A los miembros del comité de tesis, al Dr. Miguel Ávalos Borja y al Dr. Enrique Gómez Treviño por tomarse el tiempo necesario para la revisión, comentarios, sugerencias y discusiones en torno a las reuniones de avance de tesis.

A los coordinadores del postgrado del CICESE-CCMC, UNAM, Dr. Noboru Takeuchi y al actual coordinador Dr. D. Homero Galván M. por su amable disposición y su espíritu cooperativo.

Por las opiniones y sugerencias atinadas a mi trabajo de tesis, agradezco al Dr. Oscar Edel Contreras y al Dr. Wencel de la Cruz.

El apoyo técnico es sin duda, una herramienta vital para el desarrollo de cualquier proyecto científico, por lo que de no haber contado con el apoyo de Francisco Ruiz, Eloisa Aparicio, Margot Sainz, Israel Gradilla y G. Vilchis, no se hubiera llevado a cabo dicho proyecto.

En general, a todo el personal del CCMC, UNAM, desde intendencia, administración, académicos, secretarías y técnicos académicos y alumnos, creo que todos han contribuido con su granito de arena para mi mejor desempeño.

# Contenido

	Página
I Introducción	
I.1 Antecedentes	1
I.2 Propiedades	4
I.3 Posibles aplicaciones	5
II Material y métodos	
II.1 Material	7
II.2 Métodos de síntesis de nanotubos (NT) de MoTe <sub>2</sub>	7
II.3 Método experimental	12
II.4 Método para abrir nanotubos (NT) de MoTe <sub>2</sub>	13
II.5 Caracterización de nanotubos (NT)	14
II.5.1 Microscopia de transmisión de electrones de alta resolución (HRTEM)	14
II.5.2 Espectroscopia de electrones Auger (AES)	18
III Resultados y discusión	20
IV Conclusión	42
Literatura citada	43



## LISTA DE FIGURAS

Figura		Página
1	Celda unitaria del $\text{MoTe}_2$	3
2	Formación del patrón de difracción. Un haz de electrones se hace incidir sobre una muestra; los electrones difractan a través de la red cristalina. Los electrones difractados que atraviesan la muestra se colectan en una placa fotográfica, produciendo un arreglo geométrico de puntos	16
3	Relación entre la geometría experimental del patrón de difracción grabado en la placa fotográfica (izquierda) y su geometría equivalente en la red recíproca (Ashcroft y Mermin, 1976).	17
4	Vista de un posible modelo estructural para un tubo de grafito. Cada cilindro, representa una hoja coaxial cerrada de hexágonos de carbono. En difracción, el apilamiento de las capas en la dirección C (normal al eje del tubo) realiza las fuertes manchas de difracción; la difracción en el plano (002) esta indicado con la flecha.	21
5	Producción de NT de $\text{MoTe}_2$ por el método de irradiación electrónica	22
6	Imágenes de HRTEM de NT de $\text{MoTe}_2$ , podemos observar la formación de un conjunto de franjas, lo cual pertenece a la formación de NT. Las mediciones interplanares en las regiones A, B, C y D señaladas por las flechas, nos da como resultado el plano (002). La longitud de los NT es del orden de 90.0 nm	24
7	En estas imágenes de HRTEM, podemos observar en la imagen de arriba, el inicio de la formación de NT de $\text{MoTe}_2$ . En la micrografía de abajo, podemos observar NT más grandes, que van de 4.0 a 5.0 nm de longitud. El plano encontrado es el (002).	25
8	En esta imagen de HRTEM, tenemos NT del orden de 34.0 nm. Las flechas indican el plano (002).	26
9	En esta imagen de HRTEM, tenemos NT que van de 5.6 a 56.0 nm de longitud. Las flechas indican el plano (002) encontrado según las mediciones.	27
10	En esta imagen de HRTEM, tenemos NT del orden de 56.6 nm. Las flechas indican el plano (002).	28

## LISTA DE FIGURAS (CONTINUACIÓN)

Figura		Página
11	En estas imágenes de HRTEM, podemos observar (imagen de arriba) NT de MoTe <sub>2</sub> de diferentes tamaños. En la micrografía de abajo, podemos observar NT más grandes. El plano encontrado es el (002).	29
12	En esta imagen de HRTEM observamos un tubo de MoTe <sub>2</sub> del orden de 63.0 nm de longitud. La escala es de 3.0 nm. El plano medido, a diferencia de las micrografías anteriores es el (004).	30
13	En estas imágenes de HRTEM, podemos observar (imagen de arriba) NT de MoTe <sub>2</sub> que tienden a cerrarse por la derecha. En la micrografía de abajo, podemos observar NT mejor definidos. El plano encontrado es el (002) como lo indican las flechas.	31
14	En estas imágenes de HRTEM, podemos observar (imagen de arriba) NT de MoTe <sub>2</sub> . En la micrografía de abajo, podemos observar NT grandes y muy bien definidos. El plano encontrado es el (002), el cual es el mismo en las diferentes regiones señaladas por las flechas.	32
15	En estas imágenes de HRTEM, podemos observar (imagen de arriba) NT de MoTe <sub>2</sub> de diferentes tamaños. En la micrografía de abajo, podemos observar NT más grandes. El plano encontrado es el (002).	33
16	En esta imagen de HRTEM, tenemos NT abiertos. Las flechas indican la parte del NT se va abriendo. Esta manera de formarse el NT es muy similar a la forma en que reportan en la sección 33 del libro Carbon Nanotubes, Editado por Thomas w. Ebbesen (Ebbesen, 1997).	35
17	Imagen de HRTEM, la cual hay evidencia clara de la formación de NT. Los NT señalados por flechas a simple vista podemos decir que están formados por tres capas. La separación entre capas es de (0.56 nm) y para este caso el diámetro es de (3.80 nm).	36
18	Patrón de difracción de cristales de MoTe <sub>2</sub> sin irradiar. Los planos medidos corresponden correctamente a dicho compuesto, según la carta No. 15-0658 (Knop y McDonald, 1961).	37
19	Micrografía de de MoTe <sub>2</sub> (99.98%) sin irradiar	37

## LIST A DE FIGURAS (CONTINUACIÓN)

<b>Figura</b>		<b>Página</b>
20	Patrón de difracción tomado en el área donde fueron creados NT. Las flechas indican la difracción (002) y (004) respectivamente. El apilamiento de las capas en la dirección C (normal al eje del tubo) realza las fuertes manchas de difracción señaladas por la flechas (ver figura 4)	38
21	Patrón de difracción típico de tubos de una sola capa. Las flechas grandes indican la difracción de las posiciones (002) y (004) respectivamente. Los anillos ( $hk0$ ), consisten de un conjunto de seis manchas típicas, indicada por las flechas pequeñas, (tres en el patrón de difracción derecho y las otra tres en el izquierdo, respectivamente) de los cristales de grafito (Ebbensen, 1997).	38
22	Celda unitaria teórica, vista por el plano (100), la cual corresponde al arreglo Te – Mo – Te, Te – Mo – Te visto en la figura 1.	39
23	Análisis de la muestra de $\text{MoTe}_2$ . En la gráfica (color negro), observamos el pico característico del carbono y la señal correspondiente al Mo y Te es muy pobre. Sin embargo, en la gráfica (color rojo) corresponde al análisis después del recocido en la que podemos observar las señales características para el Mo y Te, claramente notamos la ausencia de carbono en nuestro análisis.	40

# Capítulo I

## Introducción

### I.1 Antecedentes

La formación de cajas poliédricas huecas ya habían sido discutidas durante los años treinta Pauling (Tenne *et al.*, 1998), quien investigó los mecanismos de formación de “cabellos” huecos de asbesto. Observó asimetrías en Kaolinita (compuesto de alúmina y sílica) y en otros minerales, que lo lleva a concluir que los compuestos de  $\text{MoS}_2$  (disulfuro de molibdeno) y  $\text{CdCl}_2$  (cloruro de cadmio) no exhiben asimetría, por lo que no son capaces de formar estructuras de “caja hueca”. No fue sino hasta 1985, cuando Richard Smalley y Harold Kroto descubren la molécula de  $\text{C}_{60}$  (Kroto y Smalley, 1985), que estimuló a los científicos a estudiar otras formas de carbono y reinterpretar los datos viejos en términos de los nuevos conceptos de la estructura de caja de carbono. Por su parte Iijima, observó en el microscopio de transmisión de electrones (TEM), que una muestra de carbono contenía tubos de medidas nanométricas (Iijima, 1991), los cuales son llamados NT. Lo más interesante es que los átomos en cada NT de cáscara o de hoja cerrada fueron arreglados con varios grados de helicidad: la ruta de los enlaces de carbono forman un espiral a lo largo del tubo (Ebbesen, 1996).

En 1992 las expectativas de los NT fueron muy altas, el problema fue que sólo estaban presentes en pequeñas cantidades.

En este mismo tiempo, el grupo de ciencia molecular en el NEC Fundamental Research Laboratory en Tsukuba, Japón se trataba de hacer modificaciones al  $C_{60}$  con boro (B), para lo cual encontraron que dentro de ciertas condiciones de operación de la máquina de arco se producen NT con alto rendimiento. De esta fecha en adelante, el estudio de los NT se disparó considerablemente tanto para el carbono como para los dicalcogenuros metálicos, los cuales presentan estructura tipo grafito (ver figura 1). Esto hace pensar que para los dicalcogenuros, debido a su gran parecido estructural, también se puedan obtener NT con propiedades y aplicaciones similares. Para nuestro caso estudiaremos el sistema diteluro de molibdeno ( $MoTe_2$ ).

Revisando en la literatura, observamos que en la mayoría de estos estudios se enfocan a la obtención de NT. La gran mayoría de los compuestos que presentan la forma  $MX_2$  pueden presentar la estructura tipo grafito, por lo menos los existentes en la literatura, (ver figura 1) [ $M = Mo, W, Nb, etc.$  y  $X = S, Se, Te, etc.$ ]. En la literatura se reportan estructuras tipo fullerenos, tales como  $WS_2$  (disulfuro de tungsteno) y  $MoS_2$  (Tenne, *et al.*, 1992 y Margulis, *et al.*, 1993). Galván (Galván *et al.*, 1998) irradió al  $WS_2$  con electrones y obtiene NT tipo grafito.

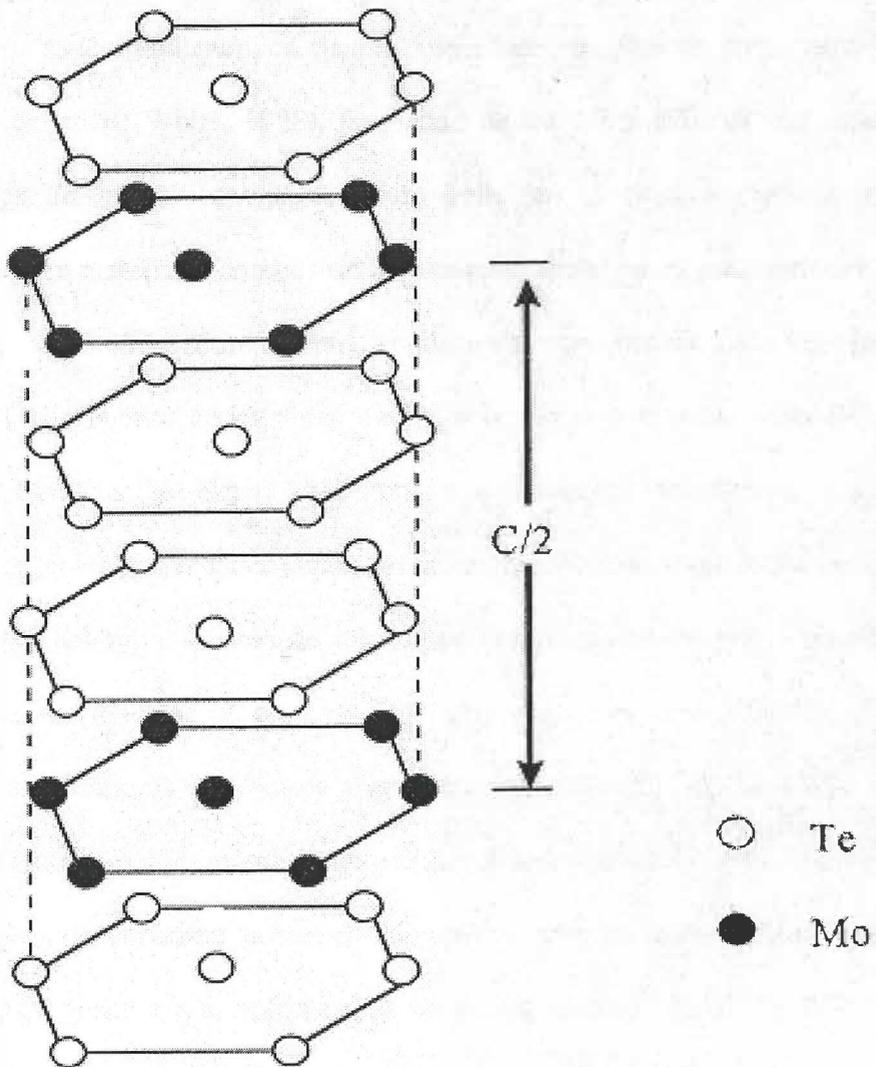


Figura 1: Celda unitaria del MoTe<sub>2</sub>

## II.2 Propiedades

Algunas de las propiedades de los NT son las siguientes:

Tienen la capacidad de discriminación química y biológica (Wong, *et al.*, 1998), son más fuertes que el acero y a su vez son ligeros. Son capaces de conducir electricidad y debido a su estabilidad química tienen propiedades mecánicas conjuntamente con el transporte balístico (White, 1998), propiedad de los NT metálicos. La riqueza de las propiedades de los tubos con diferente helicidad, hace a los nanotubos ideales candidatos para materiales compósitos de alta resistencia y para interacciones y aparatos funcionales en electrónica molecular), conducen la corriente eléctrica tan bien como el cobre (Cu), son buenos conductores del calor (mejores que otros materiales). Los NT libres de defectos se espera que tengan propiedades mecánicas, magnéticas y electrónicas. Tales propiedades dependen del diámetro, número de tubos concéntricos y la quiralidad del tubo. El uso de nanotubos como materiales prácticos requerirá de eliminación de defectos y productos de reacción, tales como carbono amorfo y partículas catalizadoras entre otros y así poder tener producción de alto rendimiento, control de síntesis del diámetro, longitud, quiralidad y número de anillos concéntricos. Por ejemplo, dependiendo sobre el número de paredes concéntricas y el método existente para enrollar una hoja de grafeno dentro de un cilindro, los NT de carbono pueden ser metálicos y semiconductores (Dresselhaus *et al.*, 1996).

Los cálculos teóricos sobre estructuras cilíndricas de carbono, predicen una fuerte dependencia de las propiedades sobre el detalle de la estructura geométrica de los NT (Hamada *et al.*, 1992; Dresselhaus *et al.*, 1992; Saito *et al.*, 1992; Galván *et al.*, 1998). Por ejemplo, un cambio pequeño en el diámetro, acompañado por un cambio en el ángulo quiral, puede ser suficiente para transformar un NT metálico en uno no metálico.

### **I. 3 Posibles aplicaciones**

El descubrimiento de los NT de carbono (Iijima, 1991) propició que hoy en día sean uno de los materiales más estudiados. Se esperan adelantos en el conocimiento de las propiedades físicas y químicas de este material así como sobre sus potenciales aplicaciones en diferentes campos (Ming *et al.*, 2000), tales como física, química, biología, así como también en nanoelectrónica y nanotecnología.

Los NT pueden ser empleados como punta de prueba en aplicaciones como el microscopio de fuerza atómica (AFM), como probadores de grietas profundas que ocurre en circuitos microelectrónicos, medios de absorción de gases, por ejemplo, adsorción de metano sobre planos  $WS_2$  y  $MoS_2$ , las muestras contienen fullerenos y NT (MacKie *et al.*, 2000), aparatos electrónicos a nanoescala, cables superduros, alambres

para dispositivos electrónicos a nanoescala (Sander, 1997). Experimentos revelan que los NT de una sola capa pueden actuar como alambres cuánticos (Tans *et al.*, 1997) y pueden incluso ser hechos transistores a temperatura ambiente (Wong *et al.*, 1997), para evitar el almacenamiento de electricidad estática en materiales aislantes, lubricantes sólidos (se usan en donde los lubricantes líquidos son inadecuados), tecnología espacial, transporte automotriz, almacenadores de información (como memorias) (Martín N. Cohen, investigación en desarrollo) y un sin fin de potenciales aplicaciones. De aquí la importancia de sintetizar NT de buena calidad y a gran escala.

# Capítulo II

## Material y Métodos

### II.1 Material

1. Materia prima: diteluro de molibdeno ( $\text{MoTe}_2$ ) al 99.98 %.
2. Película (Alfa-Aesar) JEOL 2010 (Nelson).
3. Rejillas (Holey Carbon Copper Grids).
4. Papel para fotografías.
5. Acido nítrico concentrado, agua desionizada.

### II.2 Métodos de síntesis de nanotubos (NT) de $\text{MoTe}_2$ .

Los métodos de producción que facilitan la sintonía del radio y el ángulo quiral, o que al menos sean selectivos para clases específicas de geometrías de NT, son convenientes para aplicaciones y estudios fundamentales de los mismos. Similarmente, las técnicas de observación complementaria, capaces de distinguir entre diferentes tipos de NT, son esenciales para complementar la caracterización de la estructura de los NT. La calidad de los NT depende del método de obtención y de las condiciones exactas del método en particular. Esto ha llevado a desarrollar diferentes técnicas para obtener NT.

El descubrimiento de un proceso de bajos costos, un método de alta productividad para la preparación de NT de una sola capa de alta calidad, ciertamente resolverá uno de los más grandes problemas que afrontó este campo en el pasado y abrirá nuevas oportunidades para una amplia variedad de aplicaciones. Hasta ahora, sólo se sabe de las diferentes técnicas para la producción de NT de grafito, sin embargo estudios revelan que estos métodos pueden ser aplicadas a los dicalcogenuros metálicos.

El Método de Descarga de Arco es conveniente para generar una variedad de materiales de carbono, porque la alta temperatura del plasma se aproxima a los 3700 °C (Ebbesen *et al.*, 1993). Este método fue usado para producir estructuras tales como “barbas” de carbono, hollín y fullerenos. Dicho método se empleó para generar NT multicapas para los cuales se obtienen altos rendimientos, sólo se requiere de cuidadoso control de las condiciones experimentales.

Otro método para hacer NT, es una variante de la técnica de bombardeo iónico de carbono, desarrollado por Cuomo y Harper (Cuomo y Harper, 1977) para hacer “barbas” de carbono. En este método, el carbono es vaporizado en vacío, con un haz de electrones o por calentamiento resistivo y recolectado en un sustrato frío. En el último caso, el vapor de carbono fue producido por calentamiento resistivo de una “laminita” de carbono bajo una presión base de  $10^{-8}$  torr.

Esta técnica parece prometedora y necesita más estudio para ser optimizada. Los NT resultantes parecen estar cortos en comparación a los formados con el método de descarga de arco. Esto podrá ser un ensayo útil para entender el mecanismo de

crecimiento de los NT dado que las condiciones experimentales pueden ser controlables con gran precisión. Esta técnica podría ser reescalada para generar cantidades macroscópicas de NT.

Otro método para hacer NT muy largos (arriba de 0.2 mm de longitud), aunque no de muy alto rendimiento, es desarrollado empleado un aparato “plasma-antorcha” (Hatta y Murata, 1994). Un chorro de plasma de arco-DC se genera de un plasma gaseoso compuesto de argón y helio fluyendo a pocos litros por segundo. Entonces, una mezcla de benceno y un oxidante, tal como el oxígeno, O<sub>2</sub>, alimentan al plasma a través de una boquilla. Los productos de esta descomposición incluyen NT muy largos.

Los métodos catalíticos para hacer NT tienen su origen en el correspondiente al trabajo sobre las fibras de carbono durante las décadas pasadas. Es sabido que las fibras de carbono huecas son formadas por pirólisis catalítica de hidrocarburos (Dresselhaus *et al.*, 1988; Oberlin *et al.*, 1976; Tebbetts, 1984; Rodríguez, 1993). Ajustando las condiciones, parece que las estructuras tipo-NT pueden ser hechas con catalizadores, tal como el Fe (José-Yacamán *et al.*, 1993). Sin embargo, muchas veces la estructura tubular es pobremente grafitizada en este método, debido a la temperatura relativamente baja en este proceso (menor a 1000 °C).

Un nuevo camino prometedor para hacer cantidades significativas de NT de una sola hoja, es una nueva variante catalítica del método de Arco de carbono, donde los catalizadores tales como Co, Fe o Ni, están presentes (Iijima y Ichihashi, 1993; Bethune *et al.*, 1993). Los NT se encuentran en una estructura tipo-membrana en la cámara, no

sobre el ánodo como en los NT multicapas. El promedio de diámetro de estos NT está entre 1 y 2 nm, lo cual potencialmente los hace muy interesantes para estudio de sus propiedades en caso de que pudieran ser purificados. El aumento necesario de catalizadores depende del catalizador mismo, pero hay una evidencia clara que más tubos se forman en presencia de aumentos grandes de catalizadores (Bethune *et al.*, 1993). La mezcla de catalizadores, tales como Fe/Ni, Co/Ni y Co/Pt dan mejor rendimiento de NT (Seraphin y Zhou, 1994; Lambert *et al.*, 1994), sin embargo, también metales como el Y y Gd dan NT de una sola hoja.

Ugarte, reporta por vez primera la creación de NT por medio de irradiación con electrones (Ugarte, 1992). La irradiación, según Ugarte y Burchell (Burchell, 1997), normalmente por exceso de adsorción de energía se rompen enlaces por excitación de electrones. Además, partículas de alta energía pueden transferir momentum hacia el núcleo desplazando átomos hacia sitios intersticiales de la red

La energía de enlace de los átomos de carbono en la celda del grafito es cerca de 7 eV. Partículas de rápido impacto, tales como neutrones, electrones o iones, pueden desplazar átomos de carbono de sus posiciones de equilibrio. Una vez que el desplazamiento de los átomos de carbono saltan hacia atrás a través de la celda del grafito, desplaza otros átomos de carbono y lo que queda de sitios vacantes de la celda. Sin embargo, no todos los átomos de carbono permanecen desplazados. El desplazamiento de los átomos de carbono se difunden entre las planas del grafito en dos dimensiones y una proporción alta se recombina con las vacancias de la celda (Burchell,

1997). Según esto, el efecto principal de la radiación sobre la estructura de grafito, es el cambio dimensional del cristalito, lo que puede ser muy grande (Buerchell, 1997), como demuestran estudios sobre material de grafito bien ordenado, tal como el grafito pyrolítico, el cual, frecuentemente es usado para estudios de irradiación con neutrons que inducen cambios dimensionales en el cristal de grafito (Engle y Eatherly, 1972; Kelly, 1981)

Actualmente los NT son sintetizados por tres diferentes técnicas: 1) descarga de arco entre dos electrodos de grafito (Iijima e Ichihashi, 1993; Iijima, 1994; Wang *et al.*, 1996); 2) deposición de vapor químico (CVD) a través de descomposición de hidrocarburo (Terrones *et al.*, 1997; Ren *et al.*, 1998; Fan *et al.*, 1999) y 3) el método de evaporación láser de tarjetas de carbono (Thess *et al.*, 1996; Yudasaka *et al.*, 1997). Los métodos láser y de descarga de arco, son métodos que brindan rendimientos de alta calidad en la síntesis de NT de una sola hoja. Sin embargo, ambos métodos sufren del problema que es difícil escalar la producción de NT a nivel industrial. El método CVD dentro de poco representará la mejor esperanza para la producción a gran escala de los NT. Con este método, ya se han reportado la creación de varios materiales de carbono con altos rendimientos y a gran escala (Su *et al.*, 2000).

En nuestro caso, para crear NT bombardeamos la muestra de  $\text{MoTe}_2$ , (en estado sólido) con electrones en un acelerador Van de Graaff. Sin embargo, a pesar del método CVD, el método por irradiación de electrones ha resultado ser muy bueno. Aquí probamos el método de irradiación con electrones a diferentes dosis, para así obtener la

mejor producción de NT. Esto nos abre un camino alternativo, ya que hay muy pocos trabajos referentes a la producción de NT de  $\text{MoTe}_2$  irradiados con electrones (Galván et al, 1998; íbid 1999).

### **II.3 Método experimental**

Para el proceso de irradiación de muestras se colocaron cuatro muestras de  $\text{MoTe}_2$  al 99.98 % (Alfa-Aesar) de 2.0 g cada una en bolsitas de polietileno en atmósfera de argón. Las muestras de  $\text{MoTe}_2$  son irradiadas con electrones en un acelerador de Van de Graaff (High Voltage Engineering Corporation) a 500, 1000, 2000 y 5000 KGy. Las condiciones de irradiación fueron las siguientes: voltaje 1.3 MeV, corriente 5  $\mu\text{A}$ , razón de dosis 25 kGy/min. Para las observaciones en HRTEM, se colocan las muestras sobre una rejilla de cobre. El microscopio empleado fue un JEOL JEM-2010 con resolución punto a punto de 0.19 nm.

Cabe mencionar que las muestras fueron irradiadas, a las dosis ya mencionadas, por expertos en el manejo del acelerador Van de Graff.

## II.4 Método para abrir nanotubos (NT) de MoTe<sub>2</sub>

Para abrir los NT, el procedimiento es el siguiente:

Se diluyen gota a gota 0.5 ml de ácido nítrico (HNO<sub>3</sub>) concentrado en 1.5 ml de agua destilada, posteriormente con mucho cuidado se agregan 0.40 g de MoTe<sub>2</sub>. Una vez agregado el MoTe<sub>2</sub>, se agita aproximadamente diez minutos. Luego de la agitación, se agrega 100 ml de agua destilada, dejamos que sedimente el MoTe<sub>2</sub>, y por decantación separamos la muestra. Mackie (Mackie *et al.*,2000) hace un tratamiento similar al nuestro, solo que aquí se controló la temperatura a 100 °C en presencia de vacío moderado.

## **II.5 Caracterización de nanotubos (NT)**

### **II.5.1 Microscopia electrónica de transmisión de alta resolución (HRTEM).**

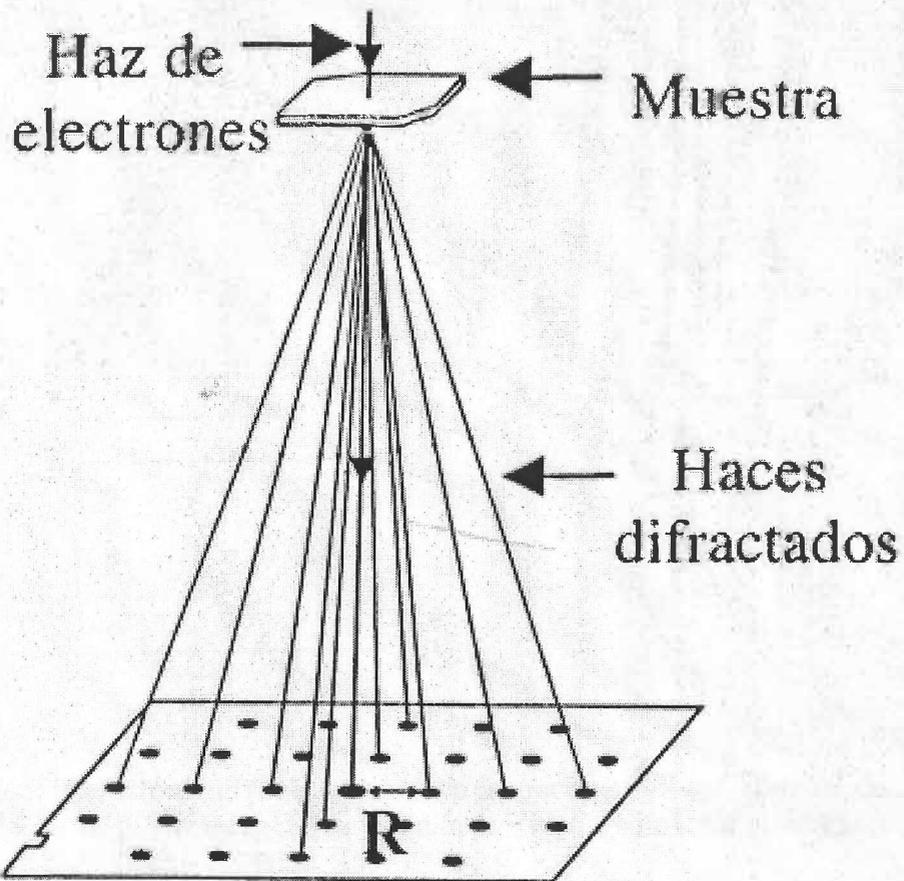
Las mediciones de las propiedades eléctricas de los NT de carbono individuales son difíciles debido al tamaño extremadamente pequeño de los NT (Longer *et al.*, 1994; Ebbesen *et al.*, 1996) dichas mediciones, idealmente son llevadas a cabo, sobre tubos que están estructuralmente caracterizados completamente. Experimentalmente la diferencia de las propiedades eléctricas de los NT sobre su estructura detallada, es idealmente llevada a cabo sobre muestras de alta pureza de NT de una sola capa. Los NT multicapas, en general contienen capas con diferentes quiralidades haciendo la correspondencia entre propiedades eléctricas y geométricas difíciles de examinar (Bernards *et al.*, 1998).

En un microscopio electrónico de transmisión de alta resolución (High Resolution Transmission Electron Microscope) se emiten electrones de un filamento caliente a voltajes de aceleración,  $V_0$ , de 100 a 2000 KV, dependiendo del tipo de microscopio. Los electrones se enfocan hacia la muestra por medio de lentes condensadores. Por debajo de la muestra están colocados las lentes objetivos que colectan los electrones que penetran y atraviesan la muestra. Se obtiene una imagen del

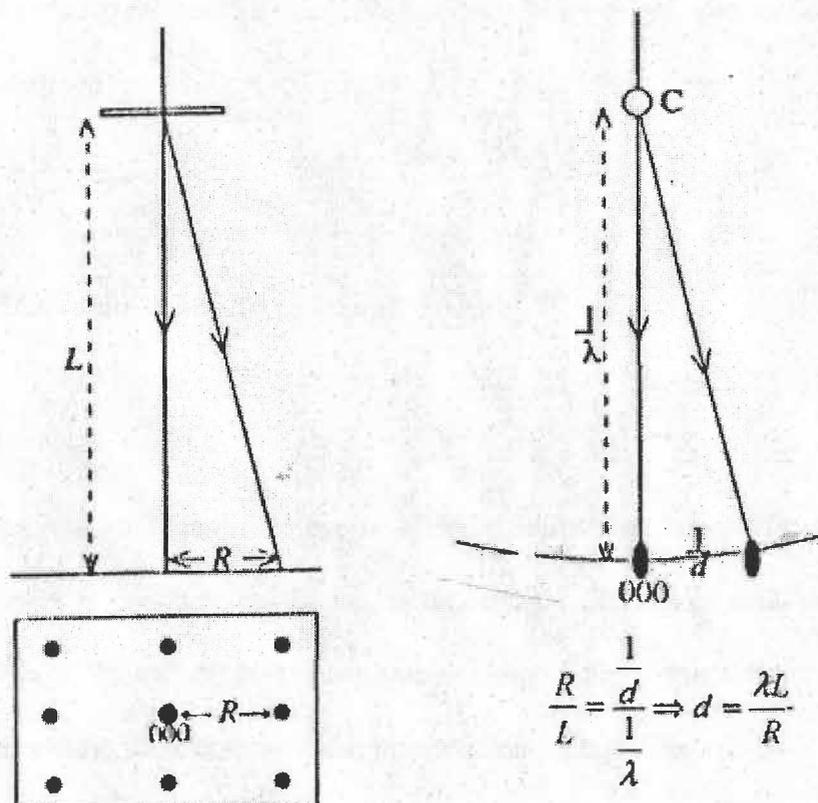
objeto cuando los electrones difractados se reenfozan nuevamente por medio de lentes proyectores (Putnis, 1992).

A diferencia de los fotones, los electrones interaccionan fuertemente con la red del cristal; por este motivo, la muestra bajo análisis por medio del HRTEM debe ser lo suficientemente delgada (espesor mucho menor a  $5 \mu\text{m}$ ) para permitir la difracción de electrones y de esta manera formar la imagen. Cuando la muestra es muy gruesa, los electrones experimentan múltiples eventos de dispersión inelástica; este tipo de eventos afectan las amplitudes y las fases de los haces difractados de electrones que atraviesan la muestra y por consiguiente, el patrón de difracción no representaría la transformada de Fourier de la muestra y de la imagen obtenida, no sería una representación directa de la estructura cristalina del objeto bajo análisis (Putnis, 1992).

En un experimento de HRTEM, el patrón de difracción queda impreso en una placa fotográfica. Lo que se observa en la placa, es un arreglo geométrico de puntos, considerando que la muestra es perfectamente cristalina. Este arreglo es una sección en dos dimensiones de la red recíproca ubicada en el plano del cristal normal al haz de electrones (Ashcroft y Mermin, 1976). La dirección del haz de electrones incidente normal al plano del cristal se llama eje de zona (ver Figura 2). El tamaño del patrón de difracción que se graba en la placa fotográfica depende de la distancia  $L$  que existe entre el cristal y la placa (Putnis, 1992).



**Figura 2: Formación del patrón de difracción. Un haz de electrones se hace incidir sobre una muestra; los electrones difractan a través de la red cristalina. Los electrones difractados que atraviesan la muestra se colectan en una placa fotográfica, produciendo un arreglo geométrico de puntos.**



**Figura 3: Relación entre la geometría experimental del patrón de difracción grabado en la placa fotográfica (izquierda) y su geometría equivalente en la red recíproca (Ashcroft y Mermin, 1976).**

Para altas energías de aceleración  $V_0$ , como es el caso de las utilizadas en microscopía de transmisión, las propiedades ondulatorias y correcciones relativísticas de los electrones deben de tomarse en cuenta para efectos de cálculos experimentales.

En nuestro estudio no consideramos dichas correcciones ya que no son objeto de nuestro estudio.

### **2.5.2 Espectroscopia de Electrones Auger (AES).**

AES se usa para identificar la composición química de la superficie e interfaz de semiconductores y conductores. El ancho de análisis de más interés es de 1-5 nm. Alternativamente, el haz de electrones puede rastrear áreas grandes ( $0.5 \text{ mm}^2$ ) para obtener un promedio de la composición, información topográfica, etc.

El tamaño de la muestra para el análisis Auger, puede estar en un rango de milímetros a 1.0-2.0 cm. Se pueden usar materiales conductores, tales como los metales y semiconductores. Para aislantes (vidrios, polímeros, etc.) son más difíciles de analizar por efectos de carga.

La interacción del haz del electron primario con la superficie genera electrones Auger, con electrones secundarios.

El proceso Auger se inicia con electrones del haz primario que causa la expulsión de electrones cercanos al núcleo de la muestra. Aquí, se deja un hueco, por lo que un electron de un nivel más alto de energía puede ocupar este hueco. La energía de esta transición puede liberarse de dos formas: 1) liberación de rayos-X y 2) por la

expulsión de un segundo electron Auger. En general, se pueden tener diferentes electrones Auger, sólo que depende de los diferentes niveles energéticos. Los espectros Auger, generalmente se presentan con el modo de derivadas. Los electrones que se generan cerca de la superficie, pueden salir del sólido y ser detectados. Otros electrons que normalmente son producidos a mayor profundidad, pierden energía mediante interacciones con el plasma electrónico, por excitaciones de orbitales internos o por transiciones interbandas y al alcanzar la superficie ya no tienen una energía definida.

# Capítulo III

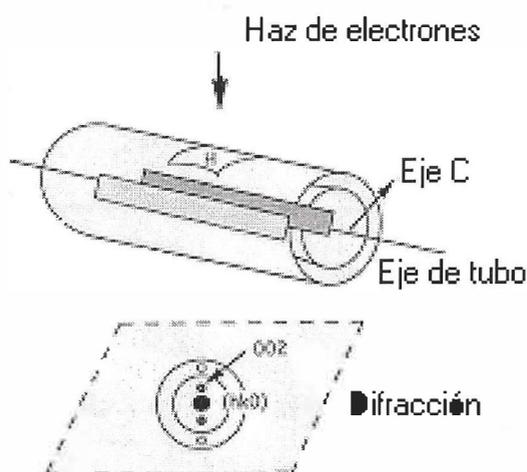
## III.1 Resultados y Discusión

La optimización de la irradiación electrónica para la producción de NT de  $\text{MoTe}_2$  nos lleva a irradiar muestras a 500, 1000, 2000 y 5000 KGy. En las micrografías que se presentan más adelante, muestran partes de un cristal tubular de  $\text{MoTe}_2$ . Los NT, están formados por multicapas, los cuales suponen que tienen una cavidad interna hueca, similarmente a los reportados por S. Iijima (Iijima, 1991) para el caso del grafito (ver figura 4). Para asegurarnos que los NT corresponden a los cristallitos de  $\text{MoTe}_2$ , se miden las distancias entre planos. La distancia medida, corresponde al espacio característico de la reflexión de planos de la estructura de  $\text{MoTe}_2$  [de acuerdo a la JCPDS de difracción de rayos X, carta No. 15-0658 (Knop y McDonald, 1961)]. Los planos que medimos son (002) y el (004).

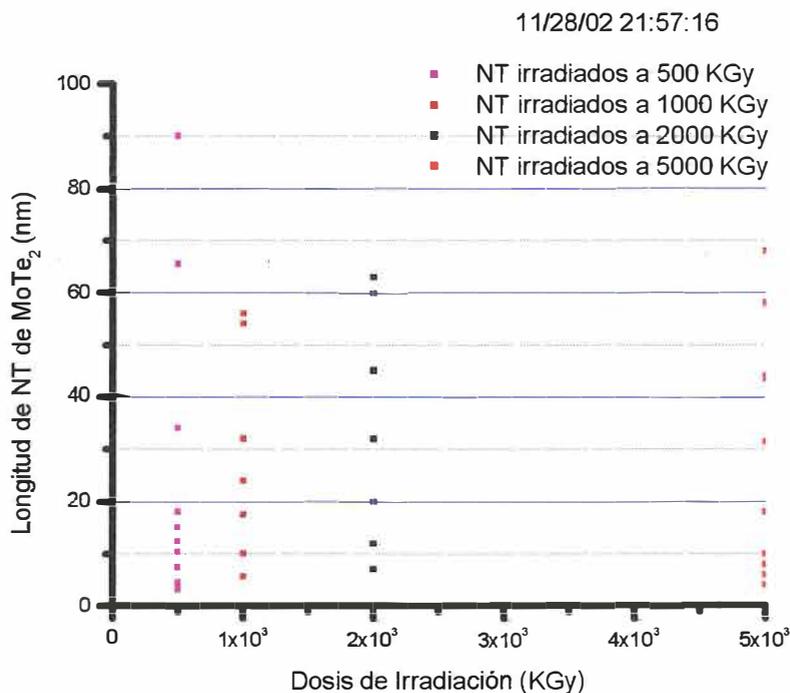
De la figura 5, podemos decir que la muestra irradiada a 500 KGy presenta una mayor longitud en comparación a las otras dosis. A esta dosis, los NT formados son de aproximadamente 90.0 nm de longitud.

A la dosis de 1000 KGy, los NT que aquí se observan no son uniformes ya que presentan distintas longitudes que oscilan entre 5.6 a 56.0 nm. A esta dosis la máxima longitud para los NT que pudimos medir fue de 56.0 nm (ver figura 5). Algo similar podemos decir para el caso de la muestra irradiada a 2000 KGy, ya que aquí la máxima

longitud de NT que pudimos medir fue de 63.0 nm sólo con siete unidades de diferencia. Observando los valores, podemos decir que a esta dosis, los NT producidos son mas uniformes en cuanto a longitud se refiere (ver figura 5). Los NT producidos a 5000 KGy son del orden de 68.0 nm de longitud. Estos valores estan representados en la figura 5.



**Figura 4: Vista de un posible modelo estructural para un tubo de grafito. Cada cilindro, representa una hoja coaxial cerrada de hexagonos de carbono. En difracción, el apilamiento de las capas en la dirección C (normal al eje del tubo) realiza las fuertes manchas de difracción; el (002) esta indicado con la flecha.**



**Figura 5: Producción de NT de MoTe<sub>2</sub> por el método de irradiación electrónica.**

En la Figura (5) mostramos una gráfica en la que se representan las mediciones de longitud de NT aproximada, lo cual nos confirma de manera sencilla que la dosis para obtener NT grandes de longitud, pero de tamaños diversos y mejor definidos está en 500 KGy. Si se quiere obtener NT de longitudes y de tamaños uniformes, pues se debe irradiar a 1000, 2000 y 5000 KGy.

Como ya hemos mencionado anteriormente, los NT irradiados a 1000, 2000 y 5000 KGy, están mejor definidos y el tamaño es más uniforme, la razón principal, es porque a esta dosis de irradiación se rompen más enlaces, creando así NT más uniformes.

A continuación presentamos las imágenes de HRTEM, las cuales obtuvimos experimentalmente. El orden en que presentaremos la micrografías es de acuerdo al aumento de la dosis de irradiación, es decir, 500, 1000, 2000 y 5000 KGy respectivamente.

Imágenes de HRTEM que presentan NT irradiados a 500 KGy.

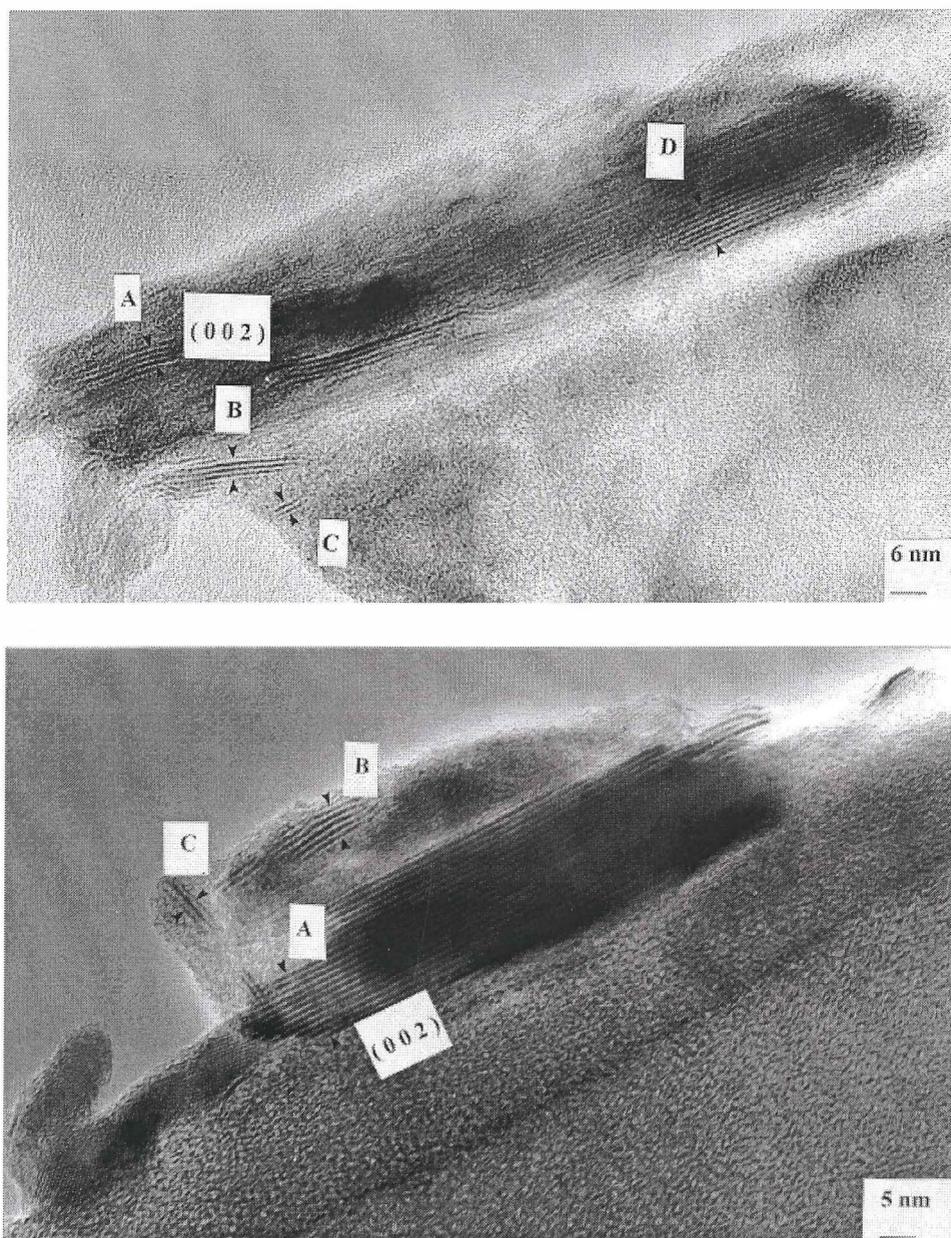
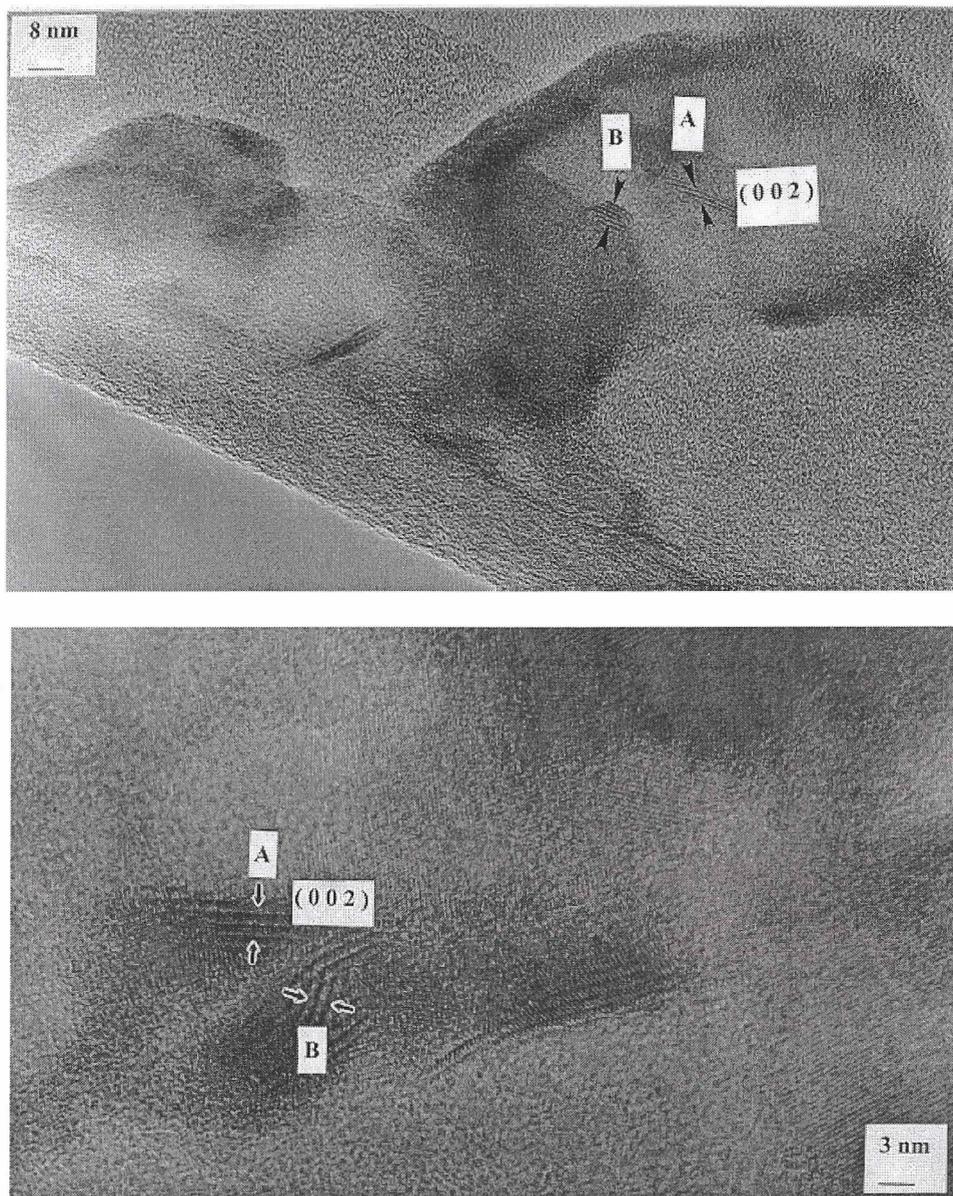
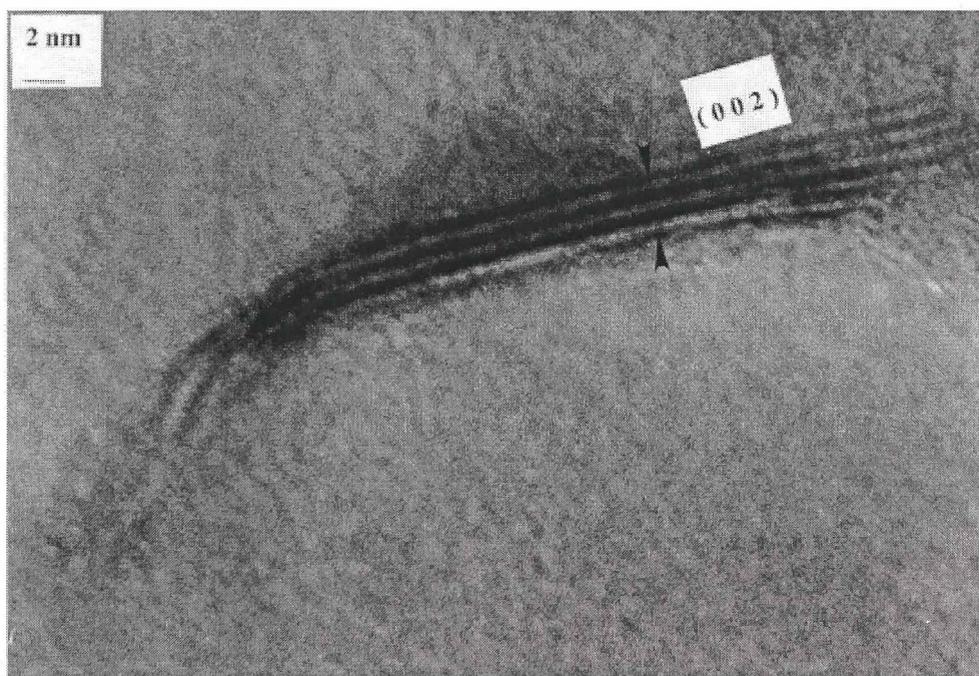


Figura 6: Imágenes de HRTEM de NT de MoTe<sub>2</sub>, podemos observar la formación de un conjunto de franjas, lo cual pertenece a la formación de NT. Las mediciones interplanares en las regiones A, B, C y D señaladas por las flechas, nos da como resultado el plano (002). La longitud de los NT es del orden de 90.0 nm



**Figura 7:** En estas imágenes de HRTEM, podemos observar en la imagen de arriba, el inicio de la formación de NT de MoTe<sub>2</sub>. En la micrografía de abajo, podemos observar NT más grandes que van de 4.5 15.0 nm de longitud. El plano encontrado es el (002).



**Figura 8:** En esta imagen de HRTEM, tenemos NT del orden de 34.0 nm. Las flechas indican el plano (002).

Imágenes de HRTEM que presentan NT irradiados a 1000 KGy.

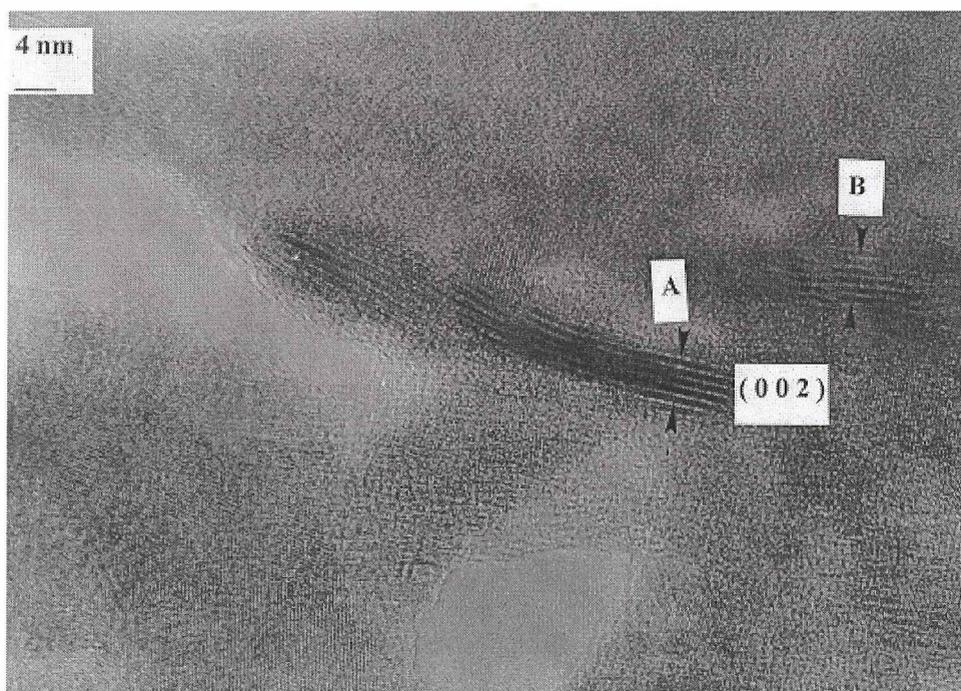
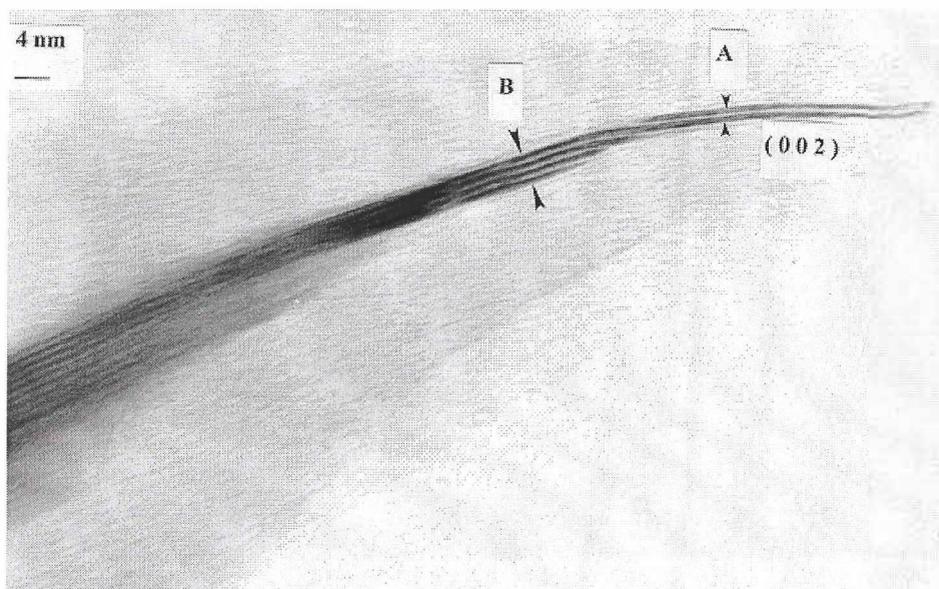
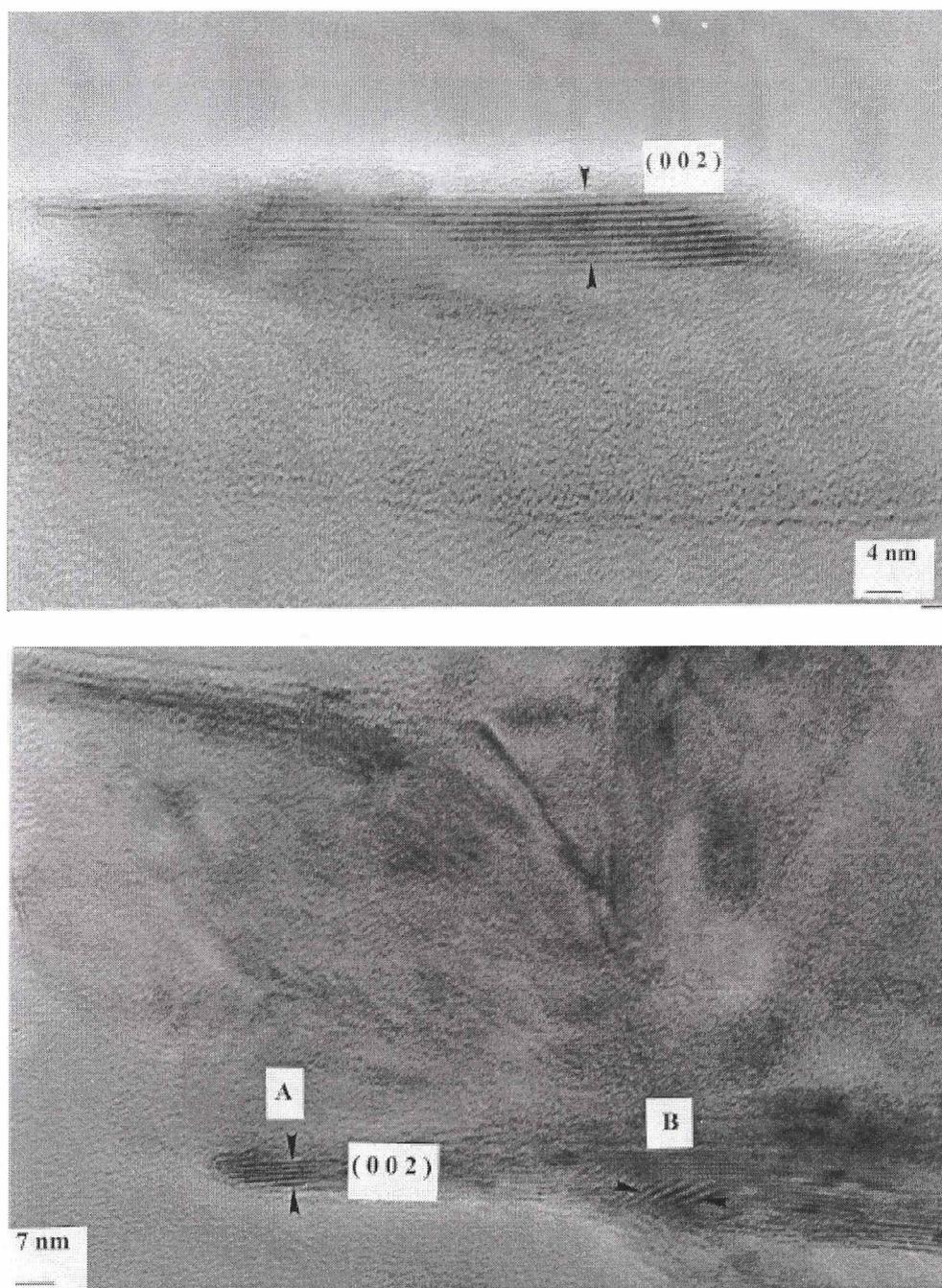


Figura 9: En esta imagen de HRTEM, tenemos NT que van de 5.6 a 56.0 nm. Las flechas indican al plano (002) encontrado según las mediciones.



**Figura 10:** En esta imagen de HRTEM, tenemos NT del orden de 56.6 nm. Las flechas indican el plano (002).

Imágenes de HRTEM que presentan NT irradiados a 2000 KGy.

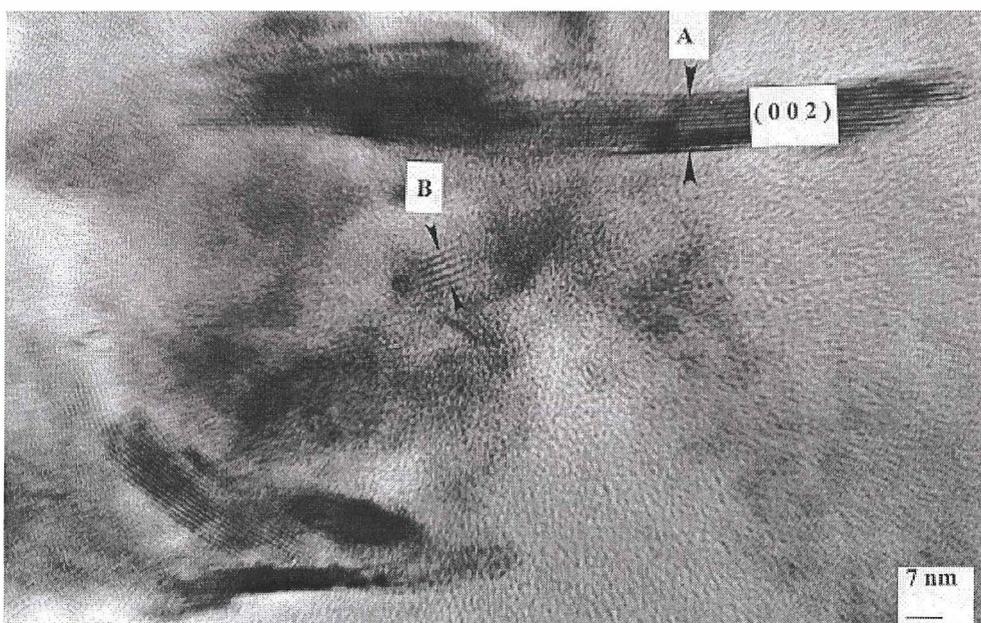
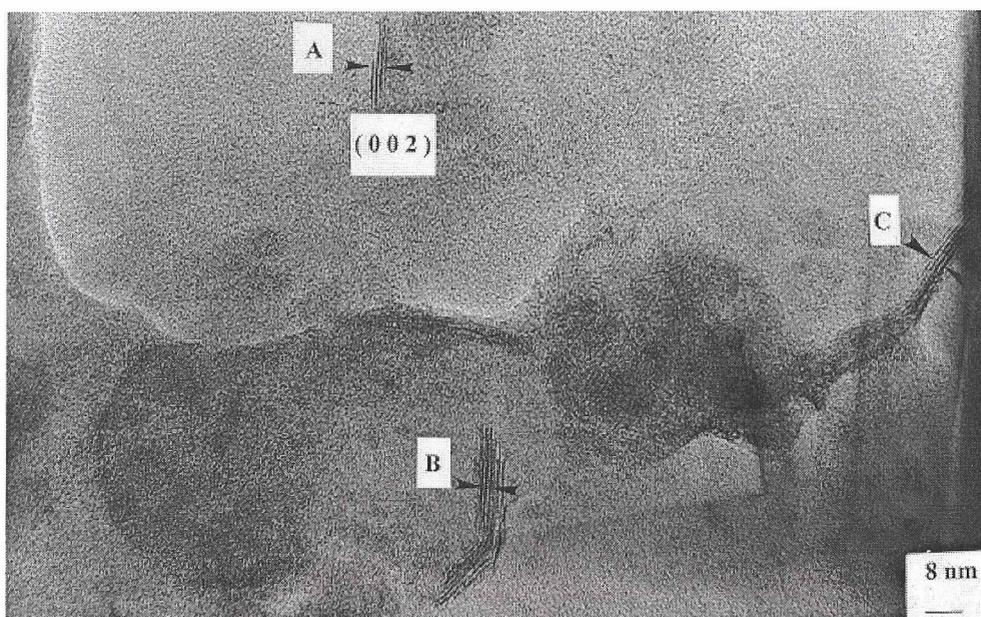
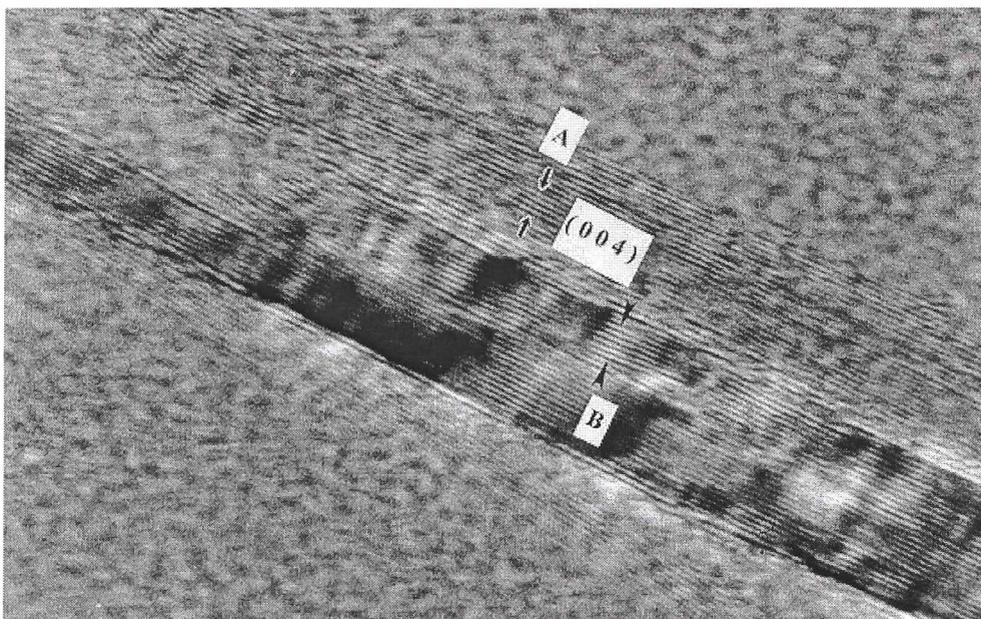


Figura 11: En estas imágenes de HRTEM, podemos observar (imagen de arriba) NT de  $\text{MoTe}_2$  en diferentes tamaños. En la micrografía de abajo, podemos observar NT más grandes. El plano encontrado es el (002).



**Figura 12:** En esta imagen de HRTEM observamos un tubo de MoTe<sub>2</sub> del orden de 63.0 nm de longitud. La escala es de 3 nm. El plano medido, a diferencia de las micrografías anteriores es el (004).

Imágenes de HRTEM que presentan NT irradiados a 5000 KGy.

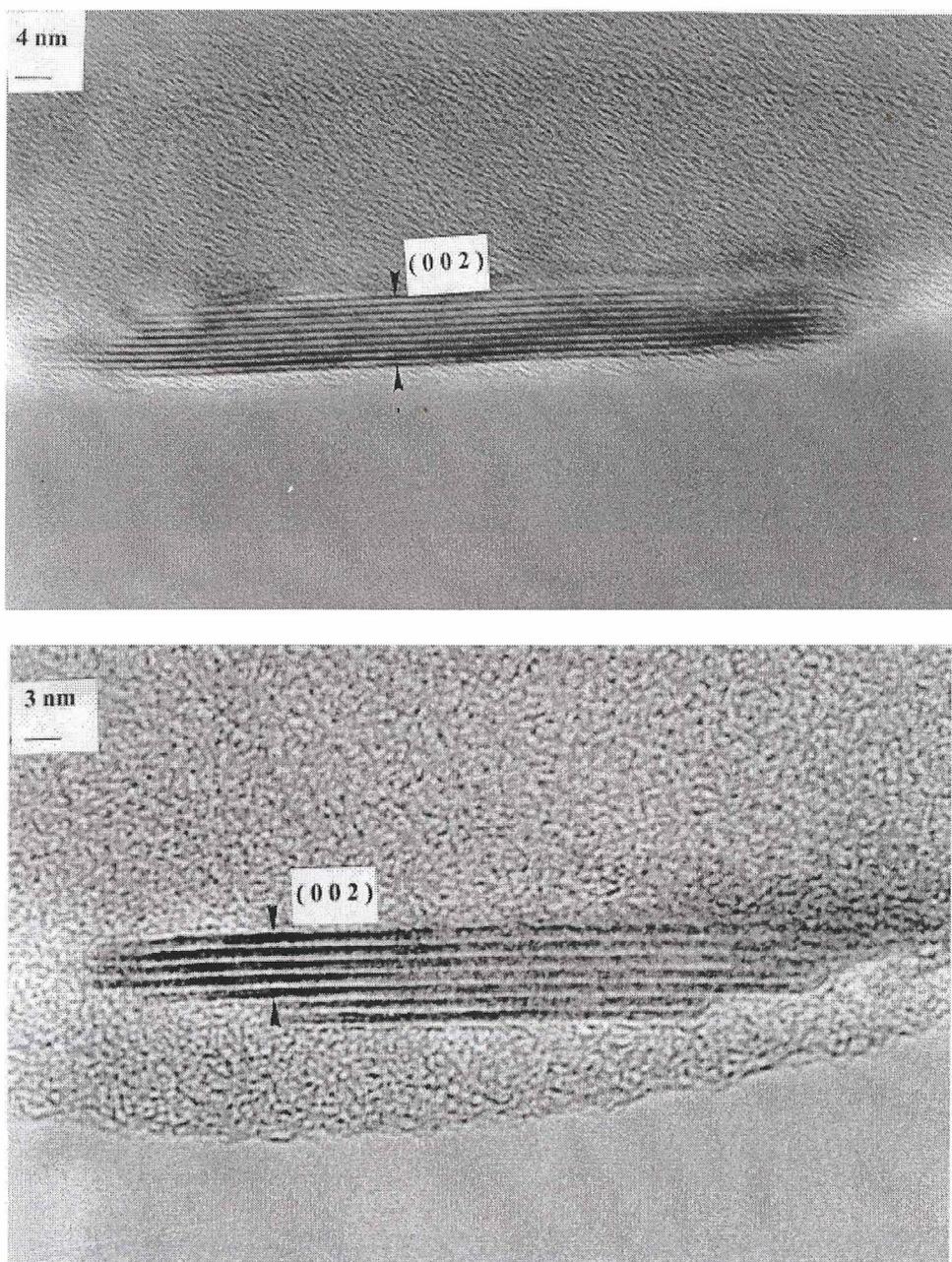
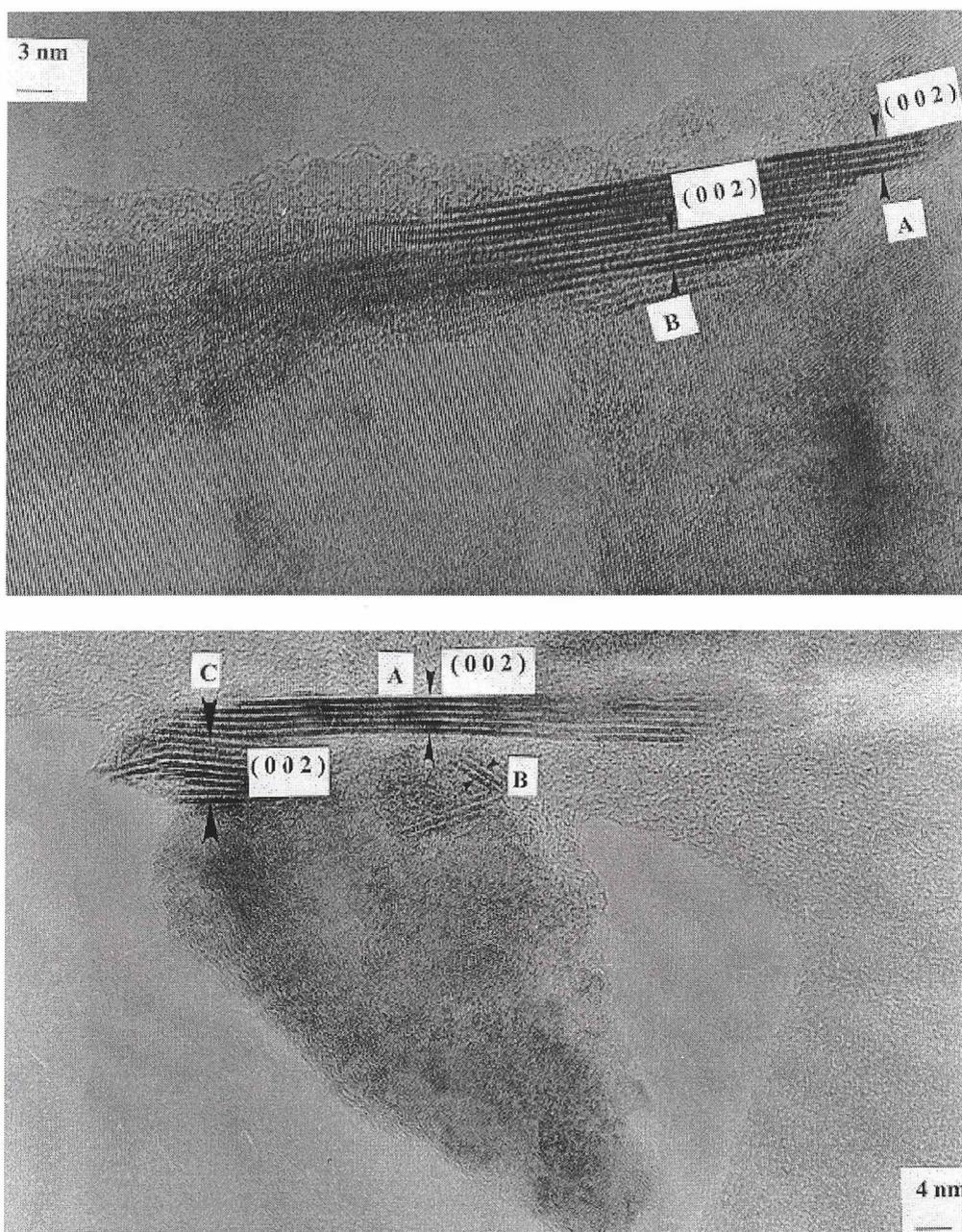
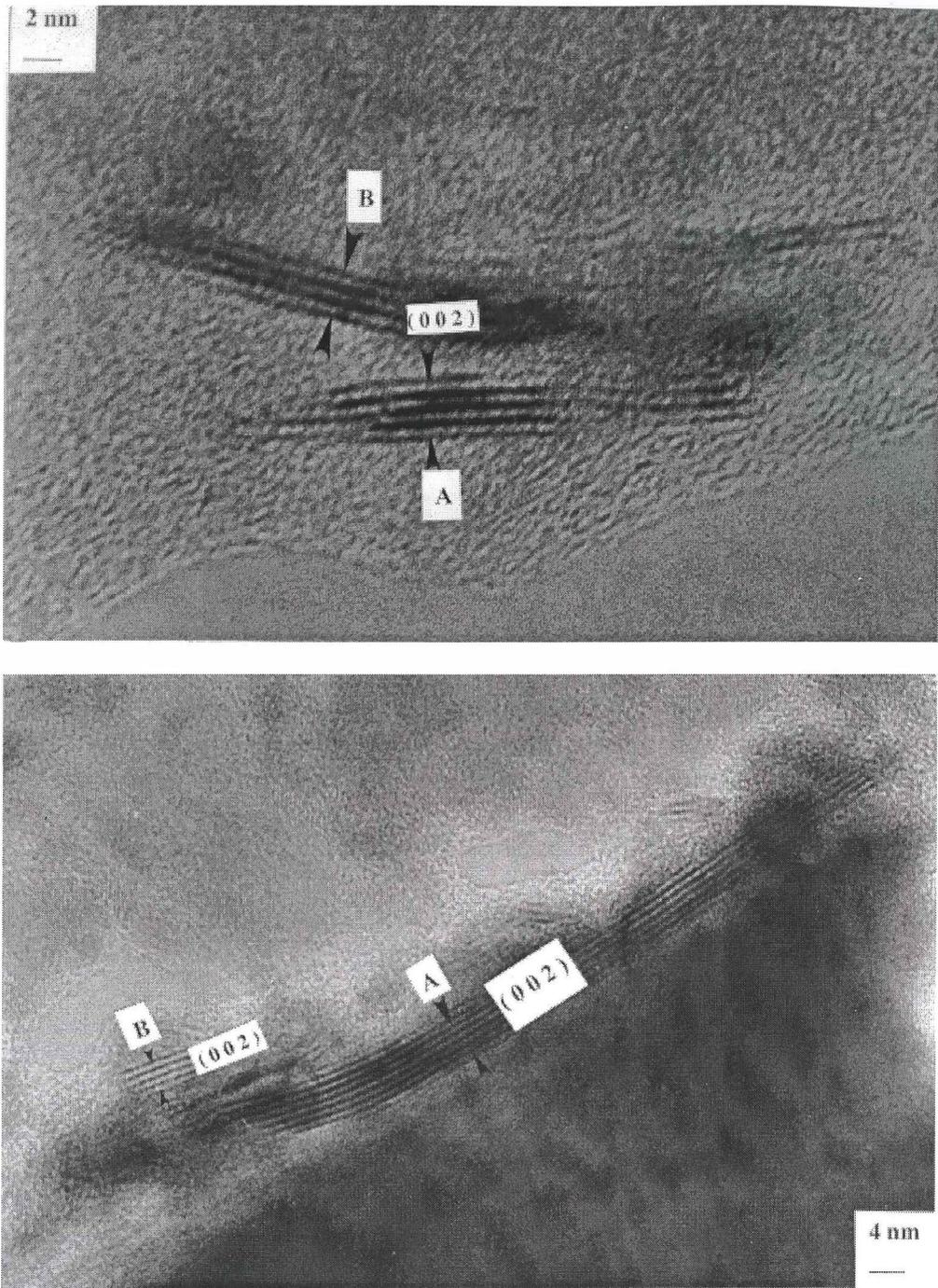


Figura 13: En estas imágenes de HRTEM, podemos observar (imagen de arriba) NT de MoTe<sub>2</sub> que tienden a cerrarse por la derecha. En la micrografía de abajo, podemos observar NT mejor definidos. El plano encontrado es el (002) como lo indican las flechas.



**Figura 14:** En estas imágenes de HRTEM, podemos observar (imagen de arriba) NT de MoTe<sub>2</sub>. En la micrografía de abajo, podemos observar NT grandes y muy bien definidos. El plano encontrado es el (002), el cual es el mismo en las diferentes regiones señaladas por las flechas.



**Figura 15:** En estas imágenes de HRTEM, podemos observar (imagen de arriba) NT de MoTe<sub>2</sub> en diferentes tamaños. En la micrografía de abajo, podemos observar NT más grandes. El plano encontrado es el (002).

Las Figuras 6, 7 y 8 muestran NT irradiados a 500 KGy de lo que se deriva el crecimiento de NT con diferentes tamaños. En la figura 13, podemos notar, en la micrografía de abajo, como se cierran dos tubos, lo que hace pensar que se trata de tubos de una sola hoja que están adheridos a un cúmulo de tubos.

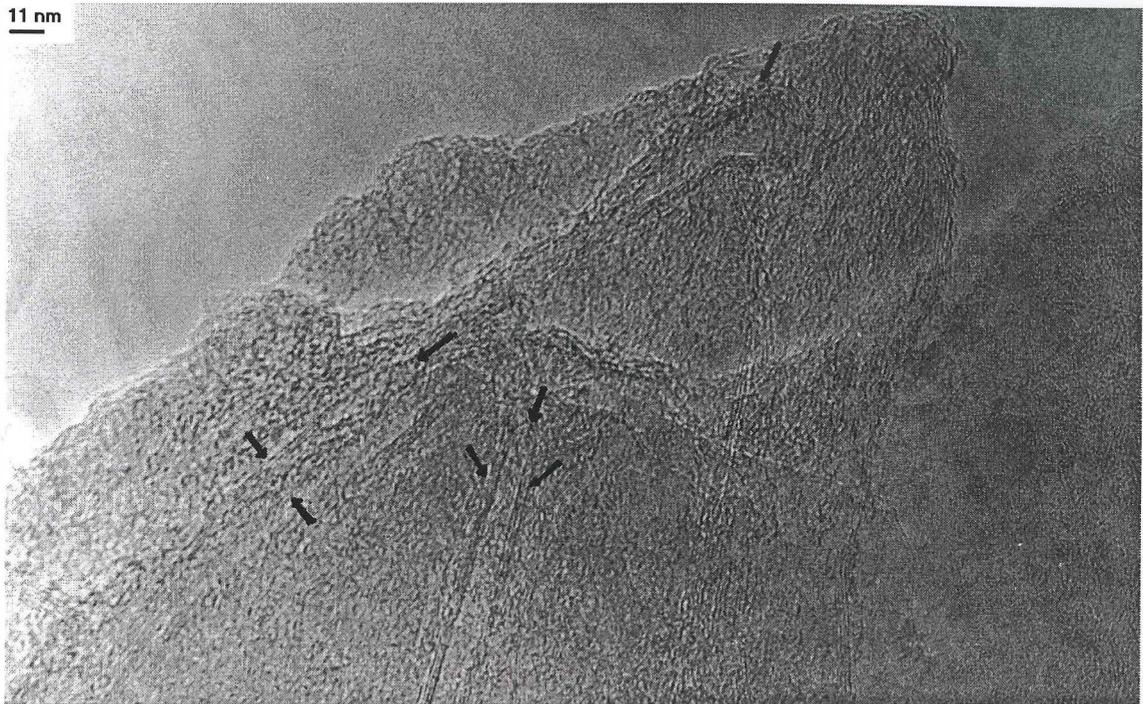
Como en las siguientes imágenes presentamos NT abiertos, los cuales fueron abiertos por medio de ácido nítrico diluido siguiendo el proceso reportado en la sección II.4. Aquí, podemos ver claramente NT abiertos como lo indica la figura 16. En esta las regiones marcadas con flechas indican claramente como el tubo se va curvando y como resultado de ellos podemos decir que alcanza un diámetro de 1.82 nm (indicado por las flechas opuestas). En la figura 17, mostramos otra parte de la formación de NT. Los NT formados en esta imagen de HRTEM son más evidentes, ya que podemos contar las capas de las que está formado dicho NT, es decir, los NT señalados por flechas están formados por tres capas. La separación entre capas es de 0.56 nm y un diámetro de 3.80 nm. Cabe mencionar, que las muestras a las que se les hizo el tratamiento con ácido nítrico, fueron irradiadas a 2000 y 5000 KGy ya que a esta dosis se presenta la formación de NT más uniforme (ver figura 6 y figura 13).

Con el fin de hacer una comparación entre muestras que contienen NT y muestras que no tienen NT, tal es el caso que se muestra en la figura 18. Aquí, puede verse que el patrón de difracción corresponde perfectamente a cristales de  $\text{MoTe}_2$ , según las mediciones hechas y corroboradas por la carta No. 15-0658 (Knop y McDonald, 1961). En la figura 19, se muestra una micrografía de  $\text{MoTe}_2$  sin irradiar, en este caso

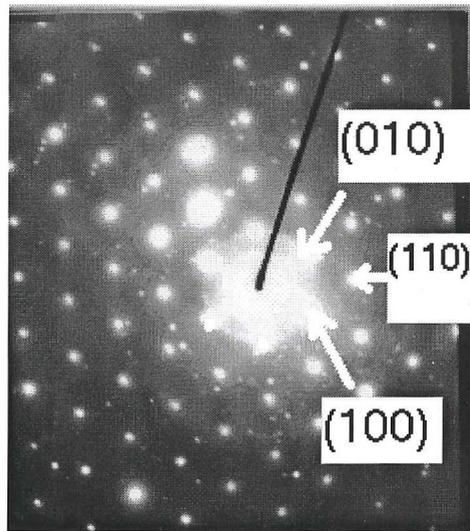
cabe hacer notar que en ningún momento es parecida a las micrografías con muestras irradiadas a las diferentes dosis, es decir, no presenta un conjunto de líneas bien definidas, como lo muestran las anteriores muestras irradiadas. En este caso pudimos identificar la celda unitaria del  $\text{MoTe}_2$  (ver figura 22) que se relaciona con la figura 1.



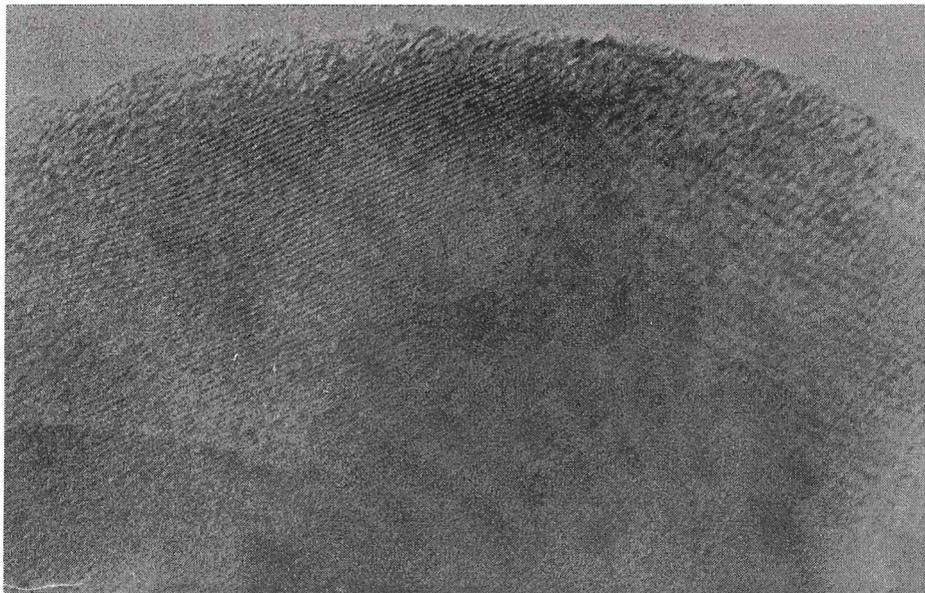
**Figura 16:** En esta imagen de HRTEM, tenemos NT abiertos. Las flechas indican la parte del NT se va abriendo. Esta manera de formarse el NT es muy similar a la forma en que reportan en la sección 33 del libro *Carbon Nanotubes*, Editado por Thomas W. Ebbesen (Ebbesen, 1997).



**Figura 17: Imagen de HRTEM, la cual hay evidencia clara de la formación de NT. Los NT señalados por flechas a simple vista podemos decir que estan formados por tres capas. La separación entre capas es de (0.56 nm) y para este caso el diámetro es de (3.80 nm).**



**Figura 18:** Patrón de difracción de cristales de  $\text{MoTe}_2$  sin irradiar. Los planos medidos corresponden correctamente a dicho compuesto, según la carta No. 15-0658 (Knop y McDonald, 1961)



**Figura 19 :** Micrografía de cristales de  $\text{MoTe}_2$  (99.98%) sin irradiar.

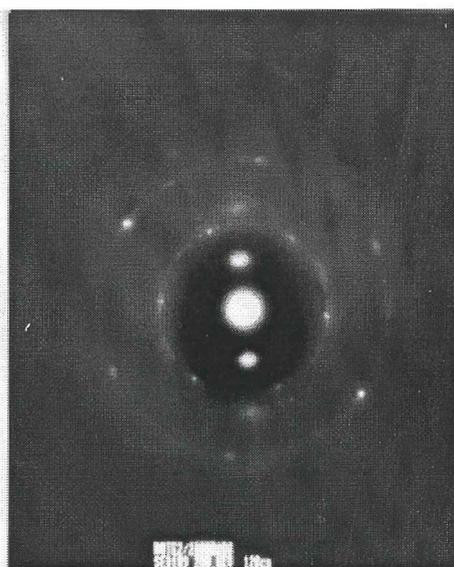


Figura 20: Patrón de difracción tomado en el área donde fueron creados NT. Las flechas indican la difracción (002) y (004). El apilamiento de las capas en la dirección C (normal al eje del tubo) realza las fuertes manchas de difracción señaladas por la flechas (ver figura 4).

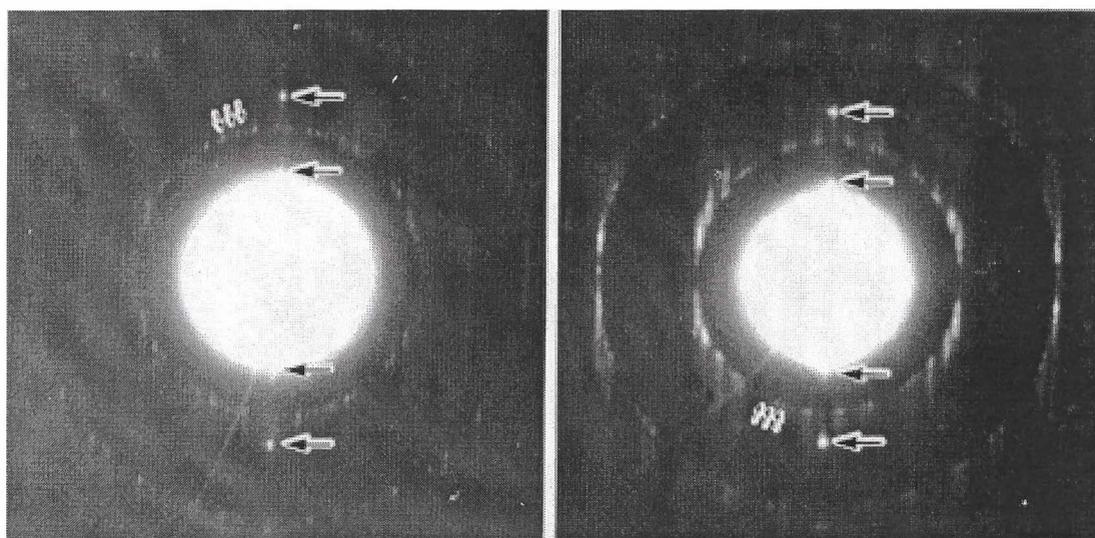
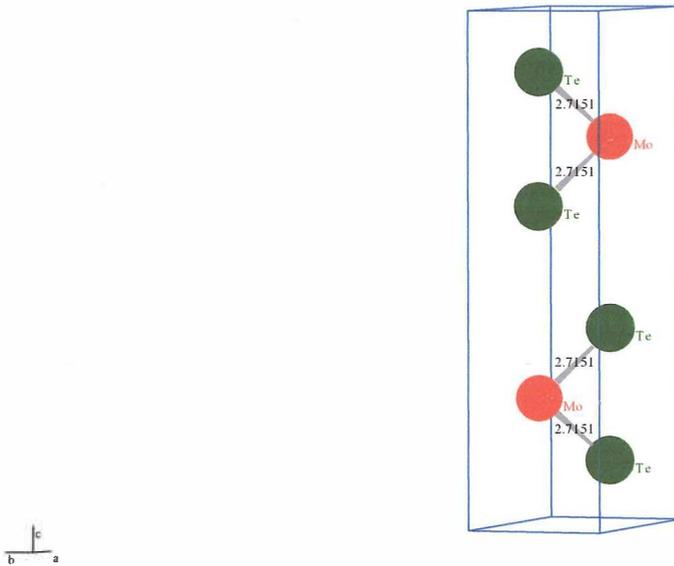
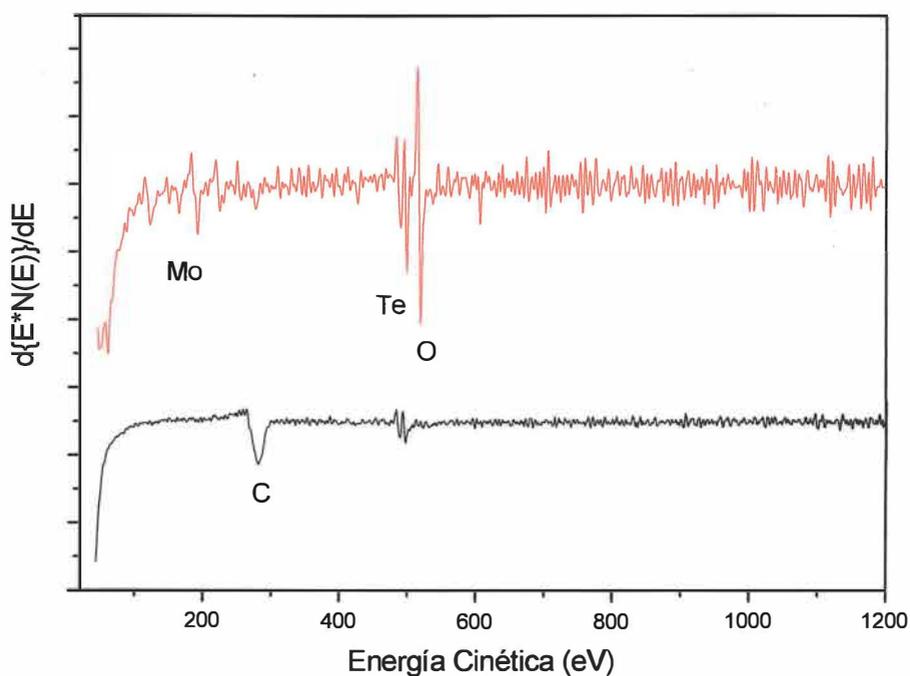


Figura 21: Patrón de difracción típico de tubos de una capa. Las flechas grandes indican la difracción aguda de las posiciones (002) y (004) respectivamente. Los anillos ( $hk0$ ), consisten de un conjunto de 6 manchas (flechas pequeñas) de los cristales de grafito (Ebbensen, 1997).

Si la celda unidad es identificada, como se muestra en la Figura 22, el arreglo que sigue es entonces, Te – Mo – Te, Te – Mo – Te, lo cual, esto nos lleva a decir que las capas corresponden a la celda unitaria de  $\text{MoTe}_2$  (ver figura 1).



**Figura 22: Celda unitaria teórica, vista por el plano (100), la cual corresponde al arreglo, Te – Mo – Te, Te – Mo – Te visto en la Figura 1.**



**Figura 23: Análisis de la muestra de  $\text{MoTe}_2$ . En la gráfica (color negro), observamos el pico característico del carbono y la señal correspondiente al Mo y Te es muy pobre. Sin embargo, en la gráfica (color rojo), la cual corresponde al análisis después del recocido, ya se observan las señales características para el Mo y Te y claramente notamos la ausencia de carbono.**

En la mayoría de las imágenes de alta resolución observamos una región amorfa independiente a los NT, por lo cual se llegó a pensar que pudiera tratarse de carbono amorfo presente como contaminante en el  $\text{MoTe}_2$  y así, al irradiarse con el alto flujo de

electrones provenientes del TEM (por sus siglas en inglés) éste pudiera formar NT grafíticos, por lo que se decidió hacer un estudio de la composición química del  $\text{MoTe}_2$  por medio de electrones Auger. Dicho estudio se hizo de la siguiente manera:

- Se analizó la muestra en Auger a temperatura ambiente, para poder determinar si hay presencia de carbono.
- Después el horneado de la muestra se hizo a  $650\text{ }^{\circ}\text{C}$  durante 12 hr. y se procedió a hacer el análisis.

El primer punto arroja el siguiente resultado: en la curva color negro, observamos el pico característico del carbono y la señal correspondiente al Mo y Te es muy pobre. Sin embargo, en la curva color rojo, corresponde al análisis después del horneado, para el cual ya se observan las señales características para el Mo y Te y claramente notamos la ausencia de carbono. Esto nos hace pensar que la presencia de carbono en la muestra de  $\text{MoTe}_2$  es superficial, por lo que cuando se hornea, éste se evapora como dióxido de carbono,  $\text{CO}_2$ . Es sabido que el carbono superficial, por el simple hecho de ser horneado, se evapora completamente, por lo que no puede formar NT grafíticos ya que para formar dichos tubos se necesitaría grafito en bulto.

Podemos decir con estos análisis, que la parte amorfa que se puede ver en las imágenes de alta resolución, corresponde al carbono de la rejilla y no al  $\text{MoTe}_2$ . Si nuestro sistema es cristalino, los NT formados pertenecen al  $\text{MoTe}_2$ . (ver Figuras 16 y 17).

## Capítulo 4

# Conclusiones

En este trabajo se obtienen NT de diferentes longitudes a distintas dosis de irradiación. A la dosis de 500 KGy se obtuvo una máxima producción de NT con la observación de que los NT obtenidos oscilan mucho de longitud (ver tabla 1). Si queremos obtener NT de longitud uniforme, entonces podemos irradiar muestras a 2000 y 5000 KGy (de acuerdo a la figura 5) y así obtener NT de longitud uniforme. Cabe mencionar, que obtenemos NT en “manojos” de diferentes longitudes, solo cuando empleamos métodos para “abrir” estos manojos, entonces obtenemos NT que presentan un diámetro definido y una forma más similar a las que se obtienen con el grafito.

La dosis de irradiación empleadas en este trabajo, no nos aseguran en ningún caso haber optimizado la dosis de irradiación para producir NT en grandes cantidades.

Logramos medir el diámetro y la separación entre capas de dichos NT (ver figura 16 y 17) directamente de las micrografías de HRTEM.

Por medio de los resultados de Auger, corroboramos que los NT formados corresponden al  $\text{MoTe}_2$  y no al grafito como se llegó a pensar.

**Bibliografía Citada**

Ando Y., *Fullerene Science & Technology*, 2 (2); 173-180 (1994).

Alfred T. Goble "Elements of modern physics", second edit. The Ronald Press Company, New York, 1962 pp.226.

Behune D.S., Kiang, C. H., de J Cryst. Growth 32, 335, 1976. Vires, M. S., Gorman, G., Savoy, R., Vazquez, J., Beyers, R., *Nature* 363, 605, 1993.

Burchel, T. D., *MRS Bulletin*; 29-35, 1997.

Cuomo, J. J., Harper, J. M. E., *IBM Tech. Disc. Bull.* 20, 775, 1977.

Dresselhaus, M. S., Dresselhaus, G., Sugihara, K., Spain, I. L., Goldberg, H. A., *Graphite Fibers and Filaments*, Springer-Verlag, New York, 1988.

Ebbesen T.W. and P.M. Ajayan, *Nature*, 358; 220-222 (1992).

Ebbesen T.W., Hiura, H., Fujita, J., Ochiai, Y., Matsui, S., Tanigaki, K., *Chem. Phys. Lett.* 209, 83, 1993.

Galván, D. H., R. Rangel, G. Alonso, *Fullerene Science and Technology*, 6(6), 10225-1035, (1998).

Galván, D. H., R. Rangel y E. Adem, *Fullerene Science and Technology*, 7(7), 421-426, (1999).

Galván, D. H., Garzón I. L., Santiago P., José-Yacamán M., *Fullerene Science and Technology*, 6(5), 867, (1998).

Hatta, N., Murata, K. *Chem. Phys Lett.* 217, 398, 1994.

Iijima S., *Nature*, 354; 56-58 (1991).

Iijima S. and Toshinari Ichihashi, *Nature*, 363; 603-605 (1993).

John P. Silva "A Guide to Materials Characterization and Chemical Analysis", 2<sup>nd</sup> ed., 1996.

José-Yacamán, M., Miki-Yoshida, M. Rendon, L., Santiesteban, J. G., *Appl. Phys. Lett.* 62, 657, 1993.

Joumet C., W.K Maser, P. Bernier, A. Loiseau, M. Lamy de la Chapelle, S. Kazuhiro Yamamoto, Yoshinori Koga, Shuzo Fujiwara y Mazaki Kubota, *Appl. Phys. Lett.*, 69 (27); 4174-75 (1996).

Kroto, H.W., Heath, J.R., O'Brien, S.C., Curl, R.F y Smalley, R.E., *Nature* 1985, 318, 162.

Lambert, J. M., Ajayan, P. M., Bernier, P., Planeix, J. M., Brotons, V., Coq, B., Caastaing, J., *Chem. Phys. Lett.* 226, 264, 1994

Lefrant, P. Deniard, R. Lee y J.E. Fisher, *Nature*, 388; 756-758, (1997).

Li Y.L., Y.D. Yu y Y. Liang, *J. Mater Res.*, Vol. 12, No. 7; 1678-80 (1997).

Margulis, L., Salitra, G., Talanker, M., y Tenne, R., *Nature*, 1993, 365 113.

Mackie E. B., D. H. Galván y A. D. Migone, *Adsorption*, 6 (2) 169.

Oberlin, A., Endo, M., Koyama, T., *J Cryst. Growth* 32, 335, 1976.

Reyes-Gasga, J., Tehuacanero S. and José-Yacamán., M., *J. Microsc. Tech* (en impresión).

Rodríguez, N. M., *J. Mater Res.* 8, 3233, 1993.

Seraphin, S., Zhou, D.; *Appl. Phys. Lett.* 64, 2087, 1994.

Thomas W. Ebbensen, Carbon Nanotubes, CRC Press, Boca Raton, New York, London, Tokyo, 1997.

Tenne, R., Margulis, L., Genut, M., y Hodes, G., Nature, 1992, 360 444.

Tibbetts, G. G., J Cryst. Growth 66, 632, 1984.

Ugarte D., Nature, 359; 707-709 (1992).