



ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO
FACULTAD DE CIENCIAS
CARRERA FÍSICA

**“ESTUDIO EXPERIMENTAL DE LAS PROPIEDADES FISICAS Y
ESPECTROSCOPICAS DE NANOMATERIALES BASADO EN
GRAFENO”**

Trabajo de Integración Curricular

Tipo: Proyecto Integrador

Presentado para optar al grado académico de:

FÍSICO

AUTOR: DENNYS ALEXANDER COLCHA CHAVARREA

DIRECTOR: Dr. RICHARD WILLIAMS PACHACAMA CHOCA Mgs.

Riobamba – Ecuador

2021

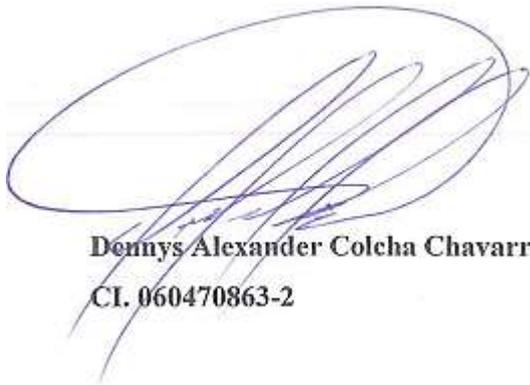
© 2021, **Dennys Alexander Colcha Chavarrea**

Se autoriza la reproducción total o parcial, con fines académicos, por cualquier medio o procedimiento, incluyendo cita bibliográfica del documento, siempre y cuando se reconozca el Derecho de Autor.

Yo, Dennys Alexander Colcha Chavarrea, declaro que el presente trabajo de titulación es de mi autoría y los resultados del mismo son auténticos. Los textos en el documento que provienen de otras fuentes están debidamente citados y referenciados.

Como autor asumo la responsabilidad legal y académica de los contenidos de este trabajo de integración curricular; el patrimonio intelectual pertenece a la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo.

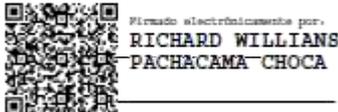
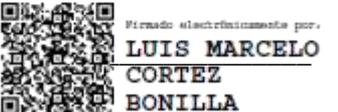
Riobamba, 27 de agosto del 2021



Dennys Alexander Colcha Chavarrea
CI. 060470863-2

ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO
FACULTAD DE CIENCIAS
CARRERA FÍSICA

El Tribunal del Trabajo de Integración Curricular certifica que: El Trabajo de Integración Curricular; tipo: Proyecto Integrador, “**ESTUDIO EXPERIMENTAL DE LAS PROPIEDADES FÍSICAS Y ESPECTROSCÓPICAS DE NANOMATERIALES BASADOS EN GRAFENO**”, realizado por el señor: **DENNYS ALEXANDER COLCHA CHAVARREA**, ha sido minuciosamente revisado por los Miembros del Tribunal del Trabajo de Integración Curricular, el mismo que cumple con los requisitos científicos, técnicos, legales, en tal virtud el Tribunal Autoriza su presentación.

	FIRMA	FECHA
<p>Biof. Vilma Yanchapanta Bastidas Mgs. PRESIDENTE DEL TRIBUNAL</p>	 <p>VILMA NOHEMI YANCHAPANTA A BASTIDAS</p>	2021-08-27
<p>Dr. Richard Pachacama Choca Mgs. DIRECTOR DEL TRABAJO DE INTEGRACIÓN CURRICULAR</p>	 <p>RICHARD WILLIANS PACHACAMA CHOCA</p>	2021-08-27
<p>Mat. Luis Marcelo Cortez Bonilla Mgs. MIEMBRO DEL TRIBUNAL</p>	 <p>LUIS MARCELO CORTEZ BONILLA</p>	2021-08-27

DEDICATORIA

El presente Trabajo de Integración Curricular está dedicado a mis padres por su constante apoyo, a mis compañeros, amigos y docentes con los que he llegado a formar una relación de amistad y compañerismo incondicional.

Dennys

AGRADECIMIENTO

En primer lugar, a Dios y a la Virgen Santísima, por todas las bendiciones y protección que me brindaron en mi vida universitaria.

A mis padres, por su apoyo incondicional en todo momento.

A mis compañeros y amigos, por compartir momentos gratos y momentos difíciles durante los años de formación académica.

A la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo y sus docentes de la Escuela de Física y Matemática, quienes brindaron de su experiencia, paciencia y profesionalismo a la formación académica de excelentes profesionales entusiastas y apasionados por las diversas ramas de la Física.

Dennys

TABLA DE CONTENIDOS

ÍNDICE DE TABLAS.....	ix
ÍNDICE DE FIGURAS.....	x
ÍNDICE DE GRÁFICOS.....	xi
RESUMEN.....	xiii
SUMMARY	xiv
INTRODUCCIÓN	1

CAPÍTULO I

1. MARCO TEÓRICO REFERENCIAL	2
1.1. Antecedentes de la Investigación	2
1.2. Planteamiento del problema.....	3
1.3. Justificación	3
1.4. Objetivos	4
1.4.1. <i>Objetivo General</i>	4
1.4.2. <i>Objetivos Específicos</i>	4
1.5. Marco Teórico	5
1.5.1. <i>Grafeno</i>	5
1.5.2. <i>Grafito</i>	5
1.5.3. <i>Disolvente</i>	6
1.5.4. <i>Dimetilformamida</i>	6
1.5.5. <i>Etanol</i>	6
1.5.6. <i>Campana de extracción de gases</i>	6
1.5.7. <i>Sonicación</i>	6
1.5.8. <i>Centrifugación</i>	7
1.5.9. <i>Óxido de Grafeno</i>	7
1.5.10. <i>Reducción de óxido de grafeno</i>	7
1.5.11. <i>Microscopia electrónica de barrido (SEM) y EDS</i>	8
1.5.12. <i>Espectroscopia infrarroja (FTIR)</i>	8
1.5.13. <i>Espectroscopia UV-vis</i>	8
1.5.14. <i>Espectroscopia Raman</i>	9
1.5.15. <i>Propiedades Físicas</i>	9

CAPÍTULO II

2.	MARCO METODOLÓGICO.....	10
2.1.	Hipótesis y especificación de las variables	10
2.1.1.	<i>Hipótesis General</i>	10
2.1.2.	<i>Hipótesis Específica</i>	10
2.1.3.	<i>Identificación de variables</i>	10
2.1.4.	<i>Operacionalización de variables</i>	11
2.1.5.	<i>Matriz de consistencia</i>	12
2.2.	Tipo y Diseño de Investigación.....	13
2.2.1.	<i>Tipo de investigación: Experimental</i>	13
2.2.2.	<i>Diseño de Investigación: Factorial</i>	13
2.3.	Unidad de Análisis.....	15
2.4.	Población de Estudio.....	15
2.5.	Tamaño de Muestra	15
2.6.	Selección de muestra	15
2.7.	Preparación de muestras	15
2.7.1.	<i>Sonicación de grafito en disolvente</i>	16
2.7.2.	<i>Centrifugación de muestras de grafeno en etanol o DMF</i>	16
2.8.	Técnicas de Recolección de Datos	16
2.8.1.	<i>Determinación de absorbancias de las suspensiones de grafeno mediante espectroscopia UV-Visible</i>	17
2.8.2.	<i>Determinación de la concentración de grafeno en la suspensión</i>	17
2.8.3.	<i>Determinación de los grupos funcionales presentes en la suspensión de grafeno mediante espectroscopia de infrarrojo</i>	18
2.8.4.	<i>Microscopia electrónica de barrido</i>	18
2.9.	Optimización de la fase experimental mediante tratamiento hidrotérmico	19

CAPÍTULO III

3.	MARCO DE RESULTADOS Y DISCUSIÓN DE LOS RESULTADOS	20
3.1.	Óxido de Grafeno y óxido de grafeno reducido.....	20
3.2.	Grafeno exfoliado en NMP	21
3.3.	Grafeno exfoliado en solución de agua surfactante.....	22
3.4.	Análisis de resultados obtenidos para el estudio de las Propiedades Espectroscópicas	23
3.4.1.	<i>Análisis EDS de GO y rGO</i>	23

3.4.3.	<i>Análisis UV de GO y rGO</i>	24
3.4.4.	<i>Análisis Raman de GO y rGO</i>	26
3.5.	Análisis de resultados obtenidos para el estudio de las Propiedades Físicas	28
3.5.1.	<i>Análisis Termogravimétrico de GO y rGO</i>	28
3.5.2.	<i>Análisis SEM y TEM de GO y rGO</i>	29
3.5.3.	<i>Caracterización eléctrica de nanomateriales</i>	31
3.5.4.	<i>Caracterización de Resistencia de nanomateriales</i>	32
CONCLUSIONES		34
RECOMENDACIONES		35
BIBLIOGRAFÍA		
ANEXOS		

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1-1: Métodos de obtención de Oxido de Grafeno	7
Tabla 1-2: Variables dependientes e independientes para el estudio de las propiedades físicas y espectroscópicas de nanomateriales basados en grafeno	10
Tabla 2-2: Optimización de Variables	11
Tabla 3-2: Matriz de consistencia	12
Tabla 4-2: Número de Análisis	13
Tabla 5-2: Factores y unidades de cada análisis	13
Tabla 6-2: Combinaciones de Tratamientos del Diseño Experimental 3k.....	14
Tabla 7-2: Modelo factorial de tres factores	14

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1-1.	Estructura de Grafeno monocapa.	5
Figura 2-1.	Estructura de Grafito	5
Figura 1-3.	Imagen de rGO en suspensión en tres lapsos de centrifugación 0.5, 1 y 1.5 horas	20
Figura 2-3.	Instrumentos y reactivos utilizados para la obtención de rGO.....	21
Figura 3-3.	Ruta esquemática del proceso de exfoliación de grafeno en NMP	22
Figura 4-3.	Muestras obtenidas de grafeno obtenido a través el proceso de exfoliación en solución de agua surfactante.....	22
Figura 5-3.	Morfología SEM a), b), Imágenes TEM c), d)	29
Figura 6-3.	Caracterización SEM de grafeno de pocas capas a alto tensoactivo concentración, cambiando la aceleración voltaje de 5 a 30 kV	30
Figura 7-3.	Morfología SEM de escamas de grafito no exfoliado que interactúan con Z4A.	31
Figura 8-3.	Electrodos interdigilizados	31

ÍNDICE DE GRÁFICOS

Gráfico 1-3.	Análisis EDS, composición elemental.....	23
Gráfico 2-3.	Análisis EDS, espectro de GO y espectro de rGO respectivamente.....	24
Gráfico 3-3.	Espectro FTIR de GO y rGO	24
Gráfico 4-3.	Espectros UV-visible registrados en soluciones acuosas relación 0.1 mg/ml, a) GO y b),c),d) rGO para diferentes tiempos de reducción (0,5 h, 1,0 h y 1,5 h).	25
Gráfico 5-3.	Espectro UV-Visible en solución acuosa a concentración 0.1 mg/ml de GO y rGO.....	26
Gráfico 6-3.	Espectros Raman registrados utilizando excitaciones laser de 532 nm y montaje - según las funciones de Lorentz de los picos de resultados en 2D.....	26
Gráfico 7-3.	Análisis Termogravimétrico de GO y rGO	28
Gráfico 8-3.	Medidas de las muestras I - V	32
Gráfico 9-3.	Medidas de resistencia (Ω) de cada muestra.. ¡Error! Marcador no definido.	32

ÍNDICE DE ANEXOS

ANEXO A: CERTIFICADO DE REVISIÓN DE BIBLIOTECA

RESUMEN

El presente trabajo tuvo como finalidad realizar el estudio experimental de las propiedades físicas y espectroscópicas de los nanomateriales basados en grafeno. Para ello, fue necesario obtener varias muestras de nanomateriales basados en grafeno a partir del grafito y exfoliarlos con disolventes orgánicos y soluciones acuosas para obtener muestras de óxido de grafeno (GO) y muestras de óxido reducido de grafeno (rGO). Obtenidos estos productos, mediante el método modificado de Cheng, las muestras fueron reducidas químicamente para obtener el grafeno. La identificación de este producto en las muestras se realizó mediante a una serie de análisis como: Espectroscopia UV-Visible, Espectroscopia Infrarroja y Microscopia Electrónica de Barrido. Estos métodos permitieron detectar la presencia de grafeno en las muestras preparadas y analizar las propiedades físicas y espectroscópicas. Como resultado de la experimentación, los nanomateriales basados en grafeno fueron libres de defectos basales y de borde, que fueron verificados por mediciones Raman, confirmando la presencia de pocas capas en su morfología y una buena calidad de cada nanomaterial y se concluye que las muestras analizadas poseen características físicas excepcionales como resistencia, morfología, conducción eléctrica y las propiedades espectroscopias definen de manera clara las diferencias entre cada nanomaterial. Se recomienda para este tipo de investigación, que todos los procesos que involucre la obtención de las muestras sean realizados meticulosamente para evitar la presencia de trazas de las materias primas con el fin de obtener muestras limpias y datos seguros en los análisis de tipo espectroscópico.

Palabras clave: <FÍSICA>, <NANOMATERIALES>, <GRAFENO>, <GRAFITO>, <OXIDO DE GRAFENO>, <OXIDO DE GRAFENO REDUCIDO>, <ESPECTROSCOPIA>.

LEONARDO
FABIO MEDINA
NUSTE

Firmado digitalmente
por LEONARDO FABIO
MEDINA NUSTE
Fecha: 2021.10.20
09:42:00 -05'00'



1923-DBRA-UTP-2021

SUMMARY

The aim of this work was to carry out an experimental study of the physical and spectroscopic properties of graphene-based nanomaterials. For this purpose, it was necessary to obtain several samples of graphene-based nanomaterials from graphite and exfoliate them with organic solvents and aqueous solutions to obtain graphene oxide (GO) and reduced graphene oxide (rGO) samples. Once these products were obtained, using Cheng's modified method, the samples were chemically reduced to obtain graphene. The identification of this product in the samples was carried out by means of a series of analyses such as: UV-Visible Spectroscopy, Infrared Spectroscopy and Scanning Electron Microscopy. These methods allowed to detect the presence of graphene in the prepared samples and to analyse the physical and spectroscopic properties. As a result of the experimentation, the graphene-based nanomaterials were free of basal and edge defects, which were verified by Raman measurements, confirming the presence of few layers in their morphology and a good quality of each nanomaterial and it is concluded that the analysed samples possess exceptional physical characteristics such as resistance, morphology, electrical conduction, and the spectroscopic properties clearly define the differences between each nanomaterial. It is recommended for this type of research that all the processes involved in obtaining the samples are carried out meticulously to avoid the presence of traces of the raw materials to obtain clean samples and reliable data in the spectroscopic analysis.

Keywords: <PHYSICS>, <NANOMATERIALS>, <GRAPHENE>, <GRAPHITE>, <GRAPHENE OXIDE>, <REDUCED GRAPHENE OXIDE><SPECTROSCOPY>.

CARMITA
EULALIA
ROJAS
CASTRO

Digitally signed by
CARMITA EULALIA
ROJAS CASTRO
Date: 2021.12.10
14:27:50 -05'00'

INTRODUCCIÓN

El grafeno es una capa bidimensional, que se encuentran unidas mediante interacción de adhesiones microscópicas que detallan una formación lineal que forma ángulos proporcionales a un polígono de seis lados. El grafeno es constituido por un tipo especial de hibridación no igual a la de origen del Carbono con espines de tipo 2, logra la formación de uniones covalentes al momento de interactuar con otros elementos y compuestos. Por otro lado su forma es de aspecto casi llana por lo cual manifiesta excelentes características físicas, electrónicas y espectroscópicas muy grandes.

El grafeno ha generado un gran interés debido a su estructura bidimensional y su singularidad conjunto de propiedades físicas y químicas. En los últimos años, sin embargo, tanto los investigadores académicos como los industriales se han concentrado en ampliar el conocimiento de las aplicaciones prácticas para el grafeno, desde la electrónica de alta frecuencia hasta los revestimientos inteligentes. El grafeno se puede preparar mediante variados métodos como exfoliación mecánica, oxidación-reducción, exfoliación en fase líquida, exfoliación electroquímica rápida, etc. Gracias a sus propiedades tanto físicas como espectroscópicas mantiene importantes de aplicaciones, como los revestimientos conductores y la electrónica impresa requerirán acceso a dispersiones o tintas de grafeno.

En el primer capítulo se detalla el problema, así como sus causas más probables para dar con el origen de los objetivos a lograr en el proyecto. En el capítulo segundo se desarrollan la información que se ha obtenido por otras publicaciones que argumentaran el anterior capítulo. En el capítulo tres se propone una fundamentación a ideas que definen una propia hipótesis como puntos a demostrar y se mantienen las variables que se propusieron por mostrar varias de las condiciones óptimas para el progreso de toda la investigación y como capítulo final se realiza la correspondiente exposición de resultados conjuntamente con su propio análisis de las propiedades físicas y espectroscópicas propias de cada muestra de nanomateriales obtenidas.

CAPÍTULO I

1. MARCO TEÓRICO REFERENCIAL

1.1. Antecedentes de la Investigación

Los nanomateriales basados en grafeno tal como el GO, rGO, presentan grandes propiedades, por ende su producción e industrialización es algo de gran importancia, ya que son extremadamente necesarios para la optimización de sensores que son empleados en procesos variados. La medida de nanomateriales entre tienen una dispersión nanométrica, que son analizados por instrumentos de microscopia SEM y Raman.

Normalmente, la oxidación-reducción del grafito utiliza agentes oxidantes fuertes para producir grafeno, óxido (GO), cuyas propiedades dan lugar a un material de carbono por propiedades aislante. Hasta la fecha, la estructura básica de GO sigue siendo ambigua debido al gran número de grupos funcionales y las posibilidades isoméricas implicadas. Es bien sabido que, dependiendo del grado de oxidación, la red aromática del grafeno exhibe diferentes niveles de oxígeno grupos funcionales, como grupos hidroxilo, epoxi, carboxilo y carbonilo, que aumentan el espaciado entre capas de 0,33 nm (grafito) a 0,87 nm (GO). A un bajo grado de oxidación, hidroxilo grupos pueden convertirse químicamente en grupos epóxido y viceversa, lo que permite el uso de GO para aplicaciones tecnológicas.

Debido a las propiedades mecánicas químicas y eléctricas de los nanomateriales obtenidos a base de grafeno, son múltiples los campos de aplicación en los que se ven requeridos ejemplos de cada tipo de estos óptimos nanomateriales pero por su escases de producción a nivel de propiedades de alta calidad. Los nanomateriales basados en grafeno contienen un módulo de elasticidad promedio y la mayor resistencia a la fractura son de ~32 GPa y ~120 MPa respectivamente, a comparación del grafeno que su módulo de Young y su resistencia a la fractura son de 1.0 TPa y 130 GPa respectivamente. Estos derivados han atraído intenso interés investigador, debido a su gran superficie, excelentes propiedades térmicas y eléctricas, movilidad extendida del portador de carga, alto comportamiento elástico y sintonía óptica.

1.2. Planteamiento del problema

Según varios estudios locales, existen algunos factores que favorecen la innovación tecnológica nacional a través de la cooperación del sistema educativo, las líneas de investigación de los Institutos Superiores de Educación, el financiamiento, desgravámenes fiscales, subvenciones económicas y cooperación entre sector público y privado.

El “Plan de Investigación ESPOCH 2017-2021” contempla 8 líneas macro de investigación: 1 gestión sustentable de los recursos naturales ,2 arte, cultura y patrimonio, 3 energías alternativas, renovables y protección ambiental; 4 seguridad y soberanía alimentaria, 5 tecnologías de la información, comunicación y procesos industriales, 6 salud y nutrición, 7 administración y economía, 8 movilidad y transporte (Mendez, 2012, p. 20-23).

Dentro de la línea de investigación 5, la Facultad de Ciencias de la ESPOCH, está comprendida con el desarrollo de la investigación e innovación de procesos y/o nuevos materiales. Para cumplir con este objetivo, la Facultad de Ciencias con los grupos de Investigación: Physics Research Group-ESPOCH (PRG) ha invertido tanto en equipos, como en diferentes tipos de experimentaciones de nanomateriales para poder formar publicaciones de alto impacto.

Investigaciones como esta han hecho a la ESPOCH una de las pocas instituciones que incursionan en el novedoso campo de la Nanotecnología, por ello la producción de nanomateriales basados en grafeno cuyo estudio experimental de sus propiedades físicas y espectroscópicas abren las puertas para el desarrollo de aplicaciones con grandes innovaciones en diferentes campos como el de la electrónica, mecánica, telecomunicaciones, etc.

1.3. Justificación

Este tipo de investigación ayudara a conocer de una manera parametrizada las propiedades físicas y espectroscópicas propias de nanomateriales basados en grafeno, lo cual ayudará con un conocimiento más profundo sobre el nanomaterial más innovador de la actualidad, este tipo de investigación en la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo y Ecuador, se alinea con el interés de fomentar el desarrollo de la ciencia y tecnología en concordancia con el “Plan de Investigación ESPOCH 2014-2020”.

El particular interés en el grafeno es debido a sus propiedades químicas y físicas únicas: es cinco veces más ligero que el aluminio, flexible y 100 veces más resistente que el acero y además tiene otras cualidades, como gran conductividad del calor y electricidad. En la práctica esto significa que con él se pueden construir muchos de los elementos que ya conocemos, pero con menor coste, impacto y con mayores prestaciones

Los procesos para producción de grafeno como de nanomateriales basados en su estructura primaria han ido evolucionando tanto en metodología como en técnica de industrialización, pero la producción de los nanomateriales en monocapas limpias a gran escala no tienen viabilidad económica, por su apreciación como producto de investigación y de innovación implica un desarrollo a gran escala pero, los productos obtenidos por escalas industriales aunque mantienen propiedades de monocapas sus niveles de vestigios en las mismas son altos y por ende muchas de sus propiedades intrínsecas bajan. Aunque estos nanomateriales producidos industrializadamente a gran escala son de alta comercialidad porque son parte de aplicaciones que mantienen un equilibrio de necesidad con las propiedades de los mismos.

Las aplicaciones de los nanomateriales basada en grafeno, por sus grandes propiedades se ven focalizadas en la conformación de producción de energía eléctrica que no necesitarán tiempos altos de carga y por otro lado mantendrán niveles de duración de carga más amplios, que mantendrá un tipo de energía ecológica y renovadora. Una de sus propiedades más admirable es la permeabilidad hacia el agua, lo cual hace posible desarrollo de tecnologías para poder hacer del agua de mar un agua de consumo humano. Algunos datos obtenidos a partir de estos proyectos predicen que se podrá realizar esta tarea a corto plazo. Estudiando sus propiedades espectroscópicas, se puede obtener información acerca de comportamiento atómico, con la aplicación de análisis UV, y estudio IR, que mostrará las características vibracionales dependiendo de un rango establecido de longitud de onda a la que es expuesto cada muestra de grafeno. Las características espectroscópicas de los materiales obtenidos ayudarán a una identificación individual de cada proceso.

1.4. Objetivos

1.4.1. Objetivo General

Realizar el estudio Experimental de las características físicas y espectroscópicas de nanomateriales basados en grafeno.

1.4.2. Objetivos Específicos

- Exfoliar el grafeno de pocas capas usando disolventes orgánicos y soluciones acuosas.
- Exfoliar el grafeno mediante procesos de óxido-reducción para la obtención de óxido de grafeno y óxido de grafeno reducido.
- Describir las características físicas y morfológicas de los materiales obtenidos.
- Describir las características espectroscópicas de los materiales obtenidos.

1.5. Marco Teórico

1.5.1. Grafeno

Es una estructura de características bidimensional que se encuentra conformada por átomos de carbono, con un tipo de hibridación nivel sp^2 , ubicados de manera hexagonal ubicados de una forma plana y se encuentra cada átomo por enlaces, con un nivel máximo de 10 capas, de formación óptima cuando se encuentra en monocapas. Presenta transparencia, de capa extremadamente delgada, peso depreciable, hidrofóbico, con alto nivel de elasticidad, con propiedades de resistencia y conductividad eléctrica muy grandes. El grafeno contiene propiedades de auto reparación, lo que implica que al momento de romperse o rasgarse la micro capa, los átomos de carbono se regresan a autocompletar (Mayorga, 2015, p. 344-347).



Figura 1-1: Estructura de Grafeno monocapa.

Realizado por: Colcha, D, 2021.

1.5.2. Grafito

Elemento de estructura plana con formada por una red poli hexagonal de medida no superior a 1.42 \AA y de color plata metalizado. Es considerado como semiconductor, aunque presenta un nivel de conductividad eléctrica bastante aceptable. Se lo puede encontrar en la naturaleza en cualquiera de sus tres formas ya sea cristalino en escamas, cristalino de vela y amorfo. En condiciones térmicas altas, sus propiedades anteriormente mencionadas se incrementan (Georgakilas, 2015, p. 4744-4746).

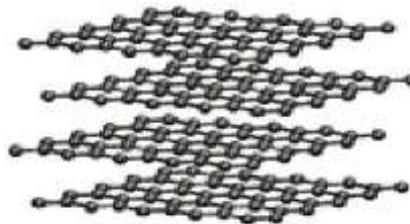


Figura 2-1: Estructura de Grafito

Realizado por: Colcha, D, 2021.

1.5.3. Disolvente

Solución química que tiene como objetivo separa, elevar a fase de nivel molecular o ionico, y extraer una sustancia de otra, se la encuentra en proporción superior al soluto en comparación a la de la disolución. Existen dos tipos, polares y apolares los primeros con bajo punto de ebullición y los siguientes con un punto más alto de ebullición.

1.5.4. Dimetilformamida

Con pureza cerca al 100%, de formula empírica C_3H_7NO , se lo encuentra comúnmente en estado líquido de color incoloro casi en su totalidad, con olor muy desagradable en forma natural, es de grado inflamable por lo que su punto de ebullición es igual a los $153^{\circ}C$, es de tipo polar, de características hidrofóbicas con aroma de tipo amoniaco. Muy útil para la absorción de gases.

1.5.5. Etanol

Sustancia química que se encuentra en estado líquido, de carácter demasiado volátil, sin color y presenta un aroma demasiado característico y propio de su grupo funcional. Su fórmula es C_2H_6O , con un punto de ebullición no superior a los $73^{\circ}C$ pero con una pureza regular de 99.5%. Es extremadamente inflamable y de carácter antisépticas a reacciones orgánicas.

1.5.6. Campana de extracción de gases

Es un equipo de uso esencial para el trabajo con reactivos de emanación toxica, se compone de ventiladores como sistema de ingreso de aire y ductos que componen el sistema de exhalación de aire, Está considerado como una protección física al momento de la manipulación de varios reactivos. Comúnmente mantiene una forma cuadrática y con bases ergonómicas para evitar derrames. La campana de extracción de gases logra realizar una transformación de grave a leve los gases nocivos.

1.5.7. Sonicación

Proceso por el cual se logra tener una transformación de energía eléctrica a energía mecánica. El equipo principal mantiene un principio de generación de ondas ultrasónicas por la oscilación de transductores piezoeléctricos. Regularmente mantiene una frecuencia de 40 KHZ, producidas por los transductores.

1.5.8. Centrifugación

Proceso que permite mediante la utilización de fuerza centrífuga separar por método de sedimentación partículas en una suspensión, teniendo en cuenta la densidad de las partículas y de los líquidos, en donde también intervienen la viscosidad del líquido. La condición de las partículas para ser sometidas en la sedimentación y que floten es que si la fuerza centrífuga es menor que las fuerzas de arrastre y flotación, caso contrario se posarán en la base de la muestra.

1.5.9. Óxido de Grafeno

Denotado comúnmente por sus siglas en inglés GO, es un nanomaterial que presenta un espesor de muy poca extensión planteada en la unidad de los nanómetros, que contrarresta su extensión superficial que conlleva una mayor dimensión. Para la obtención de este producto se da gracias al proceso de oxidación del producto base que es el grafito, aunque su composición fundamental está establecida por elementos esenciales como el carbono, hidrógeno y oxígeno; en síntesis todo este proceso se enfoca en la descomposición del cuerpo propio del grafito, logrando una desfragmentación externa por interacciones logrando capas muy finas conocidas como monocapas. Los modelos comunes de síntesis del óxido en cuestión no han permitido plantear propiedades químicas normalizadas, logrando una descripción de zonas producidas en los modelos de obtención (Hossain, 2014, p. 90-92).

Método de Brodie
Grafito + KClO ₄ => +HNO ₃ (60 °C) => H ₂ O => Exfoliación => GO
Método de Staudenmaier
Grafito + H ₂ SO ₄ /HNO ₃ + KClO ₄ (5 °C) => H ₂ O => Exfoliación => GO
Método de Marciano
Grafito + H ₂ SO ₄ /H ₃ PO ₄ (mezcla 9:1) + KMnO ₄ (5 °C) => H ₂ O => Exfoliación => GO
Método de Hummers-Offerman
Grafito + H ₂ SO ₄ /NaNO ₃ (6 °C) + KClO ₄ (< 30 °C) => H ₂ SO ₄ (5%) + H ₂ O ₂ => Exfoliación (HCL) => GO
Método de Hummers-Offerman Modificado
Grafito + H ₂ SO ₄ (0 °C) + KMnO ₄ (< 20 °C) => H ₂ O (90 °C) => Exfoliación (HCL) => GO

Tabla 1-1: Métodos de obtención de Óxido de Grafeno

Realizado por: Colcha, D, 2021.

1.5.10. Reducción de óxido de grafeno

Tratamiento dado al grafito en donde intervienen surfactantes y agentes oxidantes de características de alta concentración y de punto de regulación química alto, el proceso definido

logra una estructura con mayor distancia entre las láminas, esto gracias a la presencia de la reacción de oxidación en los bordes y superficie del óxido de grafeno (Coleman, 2013, p. 15).

1.5.11. Microscopia electrónica de barrido (SEM) y EDS

La microscopia electrónica de barrido es considerada una de las técnicas más comunes en el proceso de caracterización química- física. El SEM se fundamenta en la focalización de haces de electrones, que se emplea con ángulos directas en la superficie de los materiales a analizar. El EDS es uno de los métodos más comunes de aplicación del SEM, conjuntamente con las SEI o imágenes electrónicas secundarias y las BSE que son las imágenes electrones retro dispersas. Es considerada como una de las técnicas que más información proporciona, es decir los datos cuantitativos y cualitativos obtenidos tienen más precisión. Su funcionalidad como técnica radica en el estudio minucioso de la superficie que se estudia gracias a la aplicación de la espectroscopia propia del haz expuesto sobre la muestra. Lo elemental de esta técnica es que se basa en la detección y espectroscopia de radiación cuando el haz de electrones incide sobre el material que está siendo analizado (Kalashnikov, 2016, p. 99-100).

1.5.12. Espectroscopia infrarroja (FTIR)

Estudio mediante el cual con la determinación de los grupos funcionales de cada muestra se logra una determinación de especies moleculares, esta detección puede ser cuantitativa y cualitativa. Este análisis se basa en el nivel de absorción de radiación infrarroja que tiene la muestra, lo que conlleva una codificación de las vibraciones provocadas en cada átomo de la muestra en análisis, los datos obtenidos logran expresarse en manera de un espectro que identifica las características de los enlaces que mantienen los átomos (Kim, 2013, p. 3889-3896).

1.5.13. Espectroscopia UV-vis

Mediante la aplicación de radiación ultravioleta a una muestra se puede identificar la presencia de especies orgánicas e inorgánicas, por la aplicación de un análisis cualitativo y cuantitativo que se da gracias a la determinación de la absorción que presenta las muestras examinadas. La fundamentación de esta técnica se halla en la excitación de electrones que se logra al aplicar la radiación ultravioleta, con lo cual los resultados se expresan como picos en la morfología de la longitud de onda establecida, cada pico determina un único grupo funcional (Kobayashi, 2015, p. 22510).

1.5.14. Espectroscopia Raman

Los diferentes tipos de vibraciones que se producen por efecto de la radiación infrarroja aplicada, pero sin contacto directo a la muestra analizar se considera como un análisis de espectroscopia Raman, la espectroscopia Raman es fundamental en el análisis de materiales con base de carbono, los ángulos de dispersión que contempla estos espectros son de igual a 90° en la mayoría de muestras expuestas en su preferencia de cubas de cristal y cuarzo.

1.5.15. Propiedades Físicas

Son las características visibles y propias de una sustancia que pueden ser medidas y no producen nuevas sustancias químicas, se basa principalmente en la estructura del objeto, sustancia o materia, que es visible y medible.

CAPÍTULO II

2. MARCO METODOLÓGICO

2.1. Hipótesis y especificación de las variables

2.1.1. Hipótesis General

Se espera experimentalmente estudiar características físicas y espectroscópicas de nanomateriales basados en grafeno.

2.1.2. Hipótesis Específica

- Exfoliar el grafeno de pocas capas usando disolventes orgánicos y soluciones acuosas.
- Exfoliar el grafeno mediante procesos de óxido-reducción para la obtención de óxido de grafeno y óxido de grafeno reducido.
- Describir las características físicas y morfológicas de los materiales obtenidos.
- Describir las características espectroscópicas de los materiales obtenidos.

2.1.3. Identificación de variables

Tabla 1-2: Variables dependientes e independientes para el estudio de las propiedades físicas y espectroscópicas de nanomateriales basados en grafeno.

VARIABLES		
Dependientes	Independientes	Intervinientes
Nanomateriales basados en Grafeno	Espectrometro IR	Condiciones del Laboratorio
	Espectrómetro UV-V	
	Espectrómetro Raman	
	Conductimetro	Materia Prima: Grafito,
	SEM	Surfactantes y Reactivos

Realizado por: Colcha, D, 2020.

2.1.4. Operacionalización de variables

Tabla 2-2: Optimización de Variables

VARIABLE	CONCEPTO	INDICADOR	INSTRUMENTO
Variable Independiente: Espectrómetro IR, Espectrómetro Uv. Espectrómetro Raman, Conductímetro, SEM	Son instrumentos que nos permiten cuantificar vibraciones intermoleculares y características físicas primordiales para poder identificar las propiedades de los nanomateriales	En el caso de los espectrómetros son codificadas las interacciones vibracionales intermoleculares, mientras que en el caso del SEM maximiza el tamaño de la muestra.	La amplificación de todas las características intrínsecas del nanomaterial, con el fin de poder apreciarlos y transformarlos en datos cuantificables.
Variable Dependiente: Nanomateriales basados en grafeno	Son productos resultantes de procesos de oxidación, reducción y otros tipos de procesos que tienen como producto base el grafeno	La cuantificación de las propiedades tanto físicas como espectroscópicas de estos nanomateriales son únicas para cada tipo, ya que por el proceso de obtención va teniendo una modificación estructural diferente al inicial	Experimentalmente se desea demostrar las propiedades físicas y espectroscópicas de cada nanomaterial, para poder maximizar sus aplicaciones en diferentes campos.

Realizado por: Colcha, D, 2020.

2.1.5. Matriz de consistencia

Tabla 3-2: Matriz de consistencia

PROBLEMA	OBJETIVO	HIPOTESIS	VARIABLES
<p>Problema general: Falta de un estudio experimental registrado sobre las propiedades físicas y espectroscópicas de nanomateriales basado en grafeno en la ESPOCH.</p>	<p>Objetivo general: Realizar el estudio Experimental de las características físicas y espectroscópicas de nanomateriales basados en grafeno</p>	<p>Se espera experimentalmente estudiar características físicas y espectroscópicas de nanomateriales basados en grafeno</p>	<p>Variables Dependientes: Nanomateriales basados en Grafeno Indicadores: Demostrar experimentalmente sus propiedades físicas y espectroscópicas</p>
<p>Problema Específico: Obtener, caracterizar grafeno y nanomateriales basado en grafeno y analizar los resultados de la investigación de las propiedades físicas y espectroscópicas de los productos obtenidos</p>	<p>Objetivos específicos:</p> <ul style="list-style-type: none"> - Exfoliar el grafeno de pocas capas usando disolventes orgánicos y soluciones acuosas. - Exfoliar el grafeno mediante procesos de óxido-reducción para la obtención de óxido de grafeno y oxido de grafeno reducido. - Describir las características físicas y morfológicas de los materiales obtenidos. - Describir las características espectroscópicas de los materiales. 	<ul style="list-style-type: none"> -Se espera exfoliar el grafeno de pocas capas usando disolventes orgánicos y soluciones acuosas. -Se espera exfoliar el grafeno mediante procesos de óxido-reducción para la obtención de óxido de grafeno y oxido de grafeno reducido. -Describir las características físicas y morfológicas de los materiales obtenidos. -Describir las características espectroscópicas de los materiales obtenidos. Rango de absorbancia mínima de 200 nm y máxima de 700 nm -Los datos obtenidos luego de cada experimentación serán almacenados en una base de datos. Para obtener la incertidumbre de los datos se utilizará la teoría de errores. Además, los datos serán representados con la ayuda el paquete computacional OriginLab. 	<p>Variables Independientes: Espectrometro IR, Espectrometro Uv, Espectrometro Raman, Conductimetro, SEM. Indicadores: Cuantifican las características físicas y espectroscópicas de cada tipo de nanomaterial dependiendo su funcionalidad.</p>

Realizado por: Colcha, D, 2020.

2.2. Tipo y Diseño de Investigación

2.2.1. Tipo de investigación: Experimental

Esta investigación es experimental pues la refutación de la hipótesis establecida se da gracias al análisis de datos y resultados adquiridos en el estudio de las propiedades físicas y espectroscópicas de nanomateriales basados en grafeno.

2.2.2. Diseño de Investigación: Factorial

El presente estudio se divide en 8 análisis (Am) de Tipo Factorial, expresada de la siguiente manera:

Tabla 4-2: Número de Análisis

INSTRUMENTO	Muestras	Experimento (Am)
Conductímetro	GO	A1
	rGO	A2
UV- visible	GO	A3
	rGO	A4
FTIR	GO	A5
	rGO	A6
SEM	GO	A7
	rGO	A8

Realizado por: Colcha, D, 2020.

Los 8 análisis realizados tienden a mostrar las características físicas y espectroscópicas propias del GO y del rGO. Cada uno de los 8 análisis propuestos es de tipo 3K factorial. Tres factores con los siguientes niveles cada uno y una respuesta en común.

Tabla 5-2: Factores y unidades de cada análisis

Factores	Unidades
A. Conductímetro	$\mu S/cm^2$
B. UV - visible	Absorbancia
C. FTIR	Transmitancia

Realizado por: Colcha, D, 2020.

RESPUESTA: la Respuesta para cada análisis son todos los datos obtenidos en cada equipo. Cada experimento presenta un diseño experimental, que tiene el siguiente detalle:

Tabla 6-2: Combinaciones de Tratamientos del Diseño Experimental 3k

Corrida Experimental	Diseño			Combinación de tratamientos	Respuesta Y _{ijk}	No. de Réplicas
	A _i	B _j	C _k			
1	a1	b1	c1	a1 b1 c1	Y111	3
2	a2	b1	c1	a2 b1 c1	Y211	3
3	a3	b1	c1	a3 b1 c1	Y321	3
4	a1	b2	c1	a1 b2 c1	Y121	3
5	a2	b2	c1	a2 b2 c1	Y221	3
6	a3	b2	c1	a3 b2 c1	Y321	3
7	a1	b3	c1	a1 b3 c1	y131	3
8	a2	b3	c1	a2 b3 c1	y231	3

Realizado por: Colcha, D, 2020.

Cada una de las 8 filas de la Tabla 5.2 es una corrida experimental. La segunda, tercera y cuarta columnas constituyen las variables controlables. La quinta columna es una representación simbólica de cada combinación de niveles de los cuatro factores. Cada uno de sus elementos es una combinación de tratamientos. La sexta columna representa todos los resultados que emiten los equipos utilizados, como resultado de cada corrida experimental y la última columna representa el número de réplicas de cada tratamiento.

El modelo estadístico para este diseño es:

Para el diagnóstico y validación del método se construirá la siguiente tabla ANOVA.

Tabla 7-2: Modelo factorial de tres factores

F.V	S.C	G.L	C.M	F _{exp}
Factor A	SCA	a-1	CMA	CMA/CMR
Factor B	SCB	b-1	CMB	CMB/CMR
Factor C	SCC	c-1	CMC	CMC/CMR
AxB	SC(AB)	(a-1) (b-1)	CM(AB)	CM(AB)/CMR
AxC	SC(AC)	(a-1) (c-1)	CM(AC)	CM(AC)/CMR
BxC	SC(BC)	(b-1) (c-1)	CM(BC)	CM(BC)/CMR
AxBxC	SC(ABC)	(a-1) (b-1) (c-1)	CM(ABC)	CM(ABC)/CMR
Residual	SCR	abc(r-1)	CMR	
Total	SCT	abc(r-1)	CMT	

Fuente: (Diseño estadístico de experimentos, 2009).

Realizado por: Colcha, D, 2020.

2.3. Unidad de Análisis

El grafeno y sus nanomateriales basados en el mismo se obtuvieron a partir del grafito. La cantidad del GO y del rGO es proporcional a la absorbancia medida con el Espectrómetro UV-visible. Además, la morfología del grafeno obtenido será determinado mediante el Microscópico Electrónico de Barrido.

2.4. Población de Estudio

Los conjuntos de combinaciones válidas de los análisis son fijas, ya que imprimen datos específicos en cada análisis.

2.5. Tamaño de Muestra

Por razones de tiempo, recursos, uso de los laboratorios y principalmente tomando como referente a los resultados positivos reportados en literatura se prepararon 15 GO y 15 rGO como muestras base para los análisis y estudios.

2.6. Selección de muestra

El tipo de muestreo aplicado es de tipo no aleatorio de juicio, el cual se basa en un criterio específico y experiencia de los investigadores y tutores. Para cada cambio en la variable se analizarán 3 muestras, cuando la dispersión de los datos sea pequeña, si la dispersión es grande se analizarán 1 muestras adicionales con el fin de determinar si este fenómeno se debe al investigador o a las variables de medición.

2.7. Preparación de muestras

Se utilizó grafito en escamas (94.11 % de carbón fijo y 4.69 % de ceniza) adquiridos de Pingdu Huadong, etanol al 99,5 % de pureza y DMF al 99,8% de pureza estos últimos adquiridos de Labdin Instruments. Se preparan 54 muestras para cada disolvente en las siguientes relaciones 0,5:1 – 1:1 y 2:1 soluto-disolvente en cada una de las muestras y se varía el tiempo de sonicación, centrifugación y rpm. Paso siguiente mediante el Método de Modificado de Cheng para poder reducir el Óxido de Grafeno obtenido.

2.7.1. Sonicación de grafito en disolvente.

Los copos de grafito se exfolian gracias al crecimiento y colapso de vacíos de tamaño micrométrico debido a fluctuaciones de presión, de esta forma aumenta el área superficial del grafito para deslaminarlo y obtener grafeno de pocas capas. Es importante recalcar que la sonicación excesiva puede causar daños a la estructura del grafeno (Chen, 2013, p. 225-229).

1. En el sonicador (Branson modelo M8800, serie BGQ011704460B con una frecuencia de 40 kHz) se coloca agua destilada hasta el nivel de trabajo indicado (aproximadamente 20 litros).
2. Ubicamos dos gradillas una con 36 tubos de ensayo que tiene como disolvente DMF y la otra con 36 tubos de ensayo cuyo disolvente es etanol.
3. Según el diseño experimental propuesto cada 2, 5 y 7 horas se retiran del sonicador 12 muestras, 6 que contengan DMF y 6 etanol.
4. Cambiar el agua utilizada para la sonicación una vez que esta se vuelva turbia y verificar el nivel de agua asegurara el óptimo funcionamiento del equipo.

2.7.2. Centrifugación de muestras de grafeno en etanol o DMF

Después de la sonicación la dispersión presenta partículas gruesas de grafito las cuales precipitan gracias a la fuerza centrífuga que actúa sobre ella y se obtendrá de esta forma un medio uniforme (Ciesielski y Samori, 2014, p. 384).

1. Una vez que las muestras estén sonicadas las trasvasamos a tubos Hach.
2. Etiquetar las muestras dependiendo de las condiciones a las que serán expuestas.
3. Programar la centrifuga con la cantidad de rpm y tiempo de sonicación es decir 5, 10 y 20 min a 500 rpm y 5, 10 y 20 min a 1000 rpm.
4. Una vez terminado el proceso, con una pipeta volumétrica de 5 ml recolectar el sobrenadante, en tubos de ensayo de 10 ml (aproximadamente 85% en todas las soluciones) se almacena para análisis posteriores.

2.8. Técnicas de Recolección de Datos

Las muestras obtenidas después del diseño experimental son sometidas a una serie de análisis tales como: Espectroscopia UV-Visible, Espectroscopia Infrarroja y Microscopia Electrónica de Barrido los cuales nos proporcionarán una serie de datos que serán analizados mediante técnicas estadísticas y así se establecer los parámetros óptimos para la obtención de grafeno.

2.8.1. Determinación de absorbancias de las suspensiones de grafeno mediante espectroscopia UV-Visible

El grafeno presenta un pico característico que se encuentra en un rango de 260 y 270 nm región ultravioleta. Una vez que las muestras fueron sonicadas y centrifugadas estarán listas para leerse en el espectrofotómetro HDM (modelo: G10S, serie: 2L5S286229), utilizando una celda de vidrio de 1 cm, espacio por el cual es atravesada el haz de luz. Las absorbancias obtenidas de este análisis nos permitirán conocer la concentración de grafeno y seleccionar las condiciones adecuadas para su obtención (Li, 2008, p. 101-105).

1. Seleccionamos BARRIDO en la interface del equipo, llenamos los campos que se solicitan por ejemplo nombre del análisis, las longitudes de onda (mínima 200 y máxima 400), la velocidad del análisis que en este caso es medio y la resolución de 1 nm.
2. Realizamos la línea base, como tenemos dos disolventes nuestro blancos serán alcohol y DMF. Si las muestras a leer es grafeno/DMF el blanco será DMF, en cambio si leemos grafeno/etanol el blanco será etanol.
3. Después de realizar la línea base correctamente homogenizamos las muestras y en una celda de vidrio de 1 cm colocamos 3 mL de la suspensión, limpiamos la parte externa de la celda para evitar interferencias en el análisis.
4. Colocar la celda en el porta muestras y seleccionar análisis al finalizar se observará el espectro de absorptividad.
5. Ajustamos el gráfico para encontrar el pico característico, este procedimiento se aplica a todas las muestras para después ingresar los resultados a una base de datos para su posterior análisis estadístico.

2.8.2. Determinación de la concentración de grafeno en la suspensión

La ley de Lambert Beer nos va a permitir calcular la concentración de grafeno en la suspensión de alcohol y DMF esto gracias a la relación que existe entre la absorbancia y la concentración la cual se representa con la siguiente fórmula (Li, 2012, p. 3113-3116).

$$A = \alpha \cdot b \cdot c \quad (2.1)$$

Donde:

A= Absorbancia (adimensional)

α = absorptividad molar (mL/mg. m)

b = espesor de la cubeta que contiene a la muestra

c = concentración molar (mg/mL)

El coeficiente de absorción que se emplea para el cálculo de la concentración es 2460 mL/mg. m propuesto por Jonathan N Coleman en 2010.

2.8.3. Determinación de los grupos funcionales presentes en la suspensión de grafeno mediante espectroscopia de infrarrojo

Las múltiples aplicaciones del grafeno nos lleva a diseñar un proceso que asegure su estructura y descarten la presencia de grupos funcionales que puedan adherirse a él durante su obtención para ello se utilizó un espectrofotómetro IR (modelo: Helios Beta, serie: UVB 140113) el cual nos indicara un espectro en los rangos de 4000 a 400 cm^{-1} (Li, 2015, p. 119-127).

1. Iniciar el programa **SpectraManager** y seleccionar **Quick-Start**.
2. Limpiar con algodón y alcohol el área de muestra ubicada en la parte interior central del equipo.
3. Realizar el *Background* al verificar la ausencia de sustancia en el área de muestra, cerrar la tapa del equipo y presionar el botón “*START*” ubicado en la parte frontal.
4. Realizar el barrido espectral colocando la muestra sobre el cristal del área de muestra cerrar la tapa y pulsar “*START*”.
5. Procesar el espectro utilizando el programa *Spectra Analysis*.
6. Identificar los picos más relevantes presentes en la gráfica.
7. Guardar los datos del espectro para su posterior análisis.
8. Desajustar el tortillo de ajuste, limpiar con algodón y alcohol el área donde se colocó la muestra.
9. Repetir los pasos 4, 5, 6,7 y 8 con todas las muestras.

2.8.4. Microscopia electrónica de barrido

Para estudiar la morfología de las muestras de grafeno suspendido en etanol y DMF se usa un microscopio electrónico de barrido (modelo: VEGA 3 SBU serie: VG13681479). Las suspensiones sin colocadas directamente sobre un stub de aluminio y secadas en un horno a una temperatura de 40 °C durante 2 h para quitar la humedad y así obtener una muestra seca adecuada para el análisis SEM. Por la presencia de carbono que es un buen conductor no se realiza el proceso de metalizado de las muestras (Liu, 2014, p. 12166-12170).

El estudio morfológico se lo realiza en modo bajo vacío por ser orgánicas y así evitar dañar las muestra en estudio, el voltaje usado para obtener las imágenes va de 5 a 15 kilo electrón voltios (KeV), la imagen se obtiene en modo de Resolución (Resolution) y en Profundidad (Deep) que nos permiten distinguir las estructuras presentes en cada muestra (Park, 2009, p. 217-224).

1. Preparación de la muestra
2. Colocación de la muestra en la cámara porta muestra del SEM
3. Generación del vacío (medio, alto o bajo).
4. Determinación del voltaje
5. Enfoque de la estructura de interés
6. Optimización de parámetros SEM
7. Adquisición de la imagen

2.9. Optimización de la fase experimental mediante tratamiento hidrotermico

Después del análisis estadístico se seleccionaron 2 muestras una por cada disolvente, las cuales reúnen los parámetros idóneos para conseguir una mejor concentración. A estas muestras se les aplico un tratamiento hidrotermico que mejora la concentración obtenida anteriormente.

Choque térmico

1. Se pesan 10 mg de grafito y se coloca en una capsula de porcelana.
2. Se adiciona 10 ml de agua destilada a la capsula con grafito.
3. La estufa debe estar a 250 °C antes de introducir la capsula.

CAPÍTULO III

3. MARCO DE RESULTADOS Y DISCUSIÓN DE LOS RESULTADOS

3.1. Óxido de Grafeno y óxido de grafeno reducido

Para la preparación de nanomateriales basados en grafeno uno de los procesos más efectivos es el proceso de la exfoliación oxidativa del grafito que es una técnica innovadora y prometedora para la producción a gran escala de grafeno. La oxidación convencional del grafito facilita esencialmente el proceso de exfoliación; sin embargo, el procedimiento de oxidación libera gases tóxicos y requiere pasos extensos que requieren mucho tiempo de lavado y reducción para convertir el óxido de grafeno exfoliado (GO) en óxido de grafeno reducido (rGO) (Lou, 2015, p. 23221-232130).



Figura 1-3. Imagen de rGO en suspensión en tres lapsos de centrifugación 0.5, 1 y 1.5 horas.

Realizado por: Colcha, D, 2021.

Los procesos de oxidación-reducción del grafito emplean agentes oxidantes fuertes para producir óxido de grafeno (GO), que es detalladamente un material derivado del carbono con propiedades totalmente aislante. Es importante recalcar una vez más que la síntesis de GO se basa en el desarrollo de algunas modificaciones obvias para hacer el proceso lo más simple posible (Parvez, 2014, p. 6083-6091).



Figura 2-3. Instrumentos y reactivos utilizados para la obtención de rGO.

Realizado por: Colcha, D, 2021.

3.2. Grafeno exfoliado en NMP

Se propone un método alternativo para preparar dispersiones de grafeno exfoliado en N-Metil-2-pirrolidona (NMP), cuyo proceso produce un efecto de cizallamiento asistida por zeolita usando un mezclador o “*shaker*” de capuchino para producir dicho cizallamiento. El NMP se utiliza como disolvente dispersante debido a su tensión superficial cercana a 40 mJm^{-2} , que previene la inmediata reposición y aglomeración de las escamas exfoliadas. Sin embargo, NMP se emplea en esta fase para enfatizar el papel de la zeolita en lugar del solvente. Con dichos antecedentes se propone el uso de cizalla para una exfoliación asistida por la zeolita 4A (Z4A), con el fin de mejorar el proceso de exfoliación y obtener nanohojas de grafeno. Cabe recalcar que se pueden usar zeolitas naturales o sintéticas para preparar suspensiones coloidales con una baja tasa de sedimentación, por lo tanto, es posible exfoliar el grafito para preparar dispersiones estables de grafeno distribuidas uniformemente (Paton, 2014, p. 624-630). El grafeno obtenido como resultado de este proceso muestra interesantes propiedades, con aplicaciones potenciales en electrónica impresa.



Figura 3-3. Ruta esquemática del proceso de exfoliación de grafito en NMP.

Realizado por: Colcha, D, 2021.

3.3. Grafeno exfoliado en solución de agua surfactante

Otro proceso de exfoliación en fase líquida viable se lleva a cabo en una solución acuosa a través de tensioactivos (y biosurfactantes) que reducen y optimizan la alta energía superficial del agua para coincidir con superficies gráficas altamente hidrofóbicas. Ya que los tensioactivos ofrecen las propiedades estéricas y electrostáticas y capacidad de repulsión que es necesaria para evitar que las láminas de grafito se agreguen debido a la sonicación agregada útil para romper el grafito en escamas de grafito de pocas capas (FLG) que están recubiertas por el surfactante moléculas. Los tensioactivos, son excelentes candidatos en la exfoliación directa del grafito, porque se utilizan como dispersante y estabilizador (Posudievsky, 2013, p. 1-9).



Figura 4-3. Muestras obtenidas de grafeno a través del proceso de exfoliación en solución de agua surfactante.

Realizado por: Colcha, D, 2021.

3.4. Análisis de resultados obtenidos para el estudio de las Propiedades Espectroscópicas

3.4.1. Análisis EDS de GO y rGO

Para investigar la composición elemental de GO y rGO, realizamos mediciones y análisis en EDS (Espectroscopia de Energía Dispersada), controlando la temperatura de reducción y probando diferentes tiempos de reducción

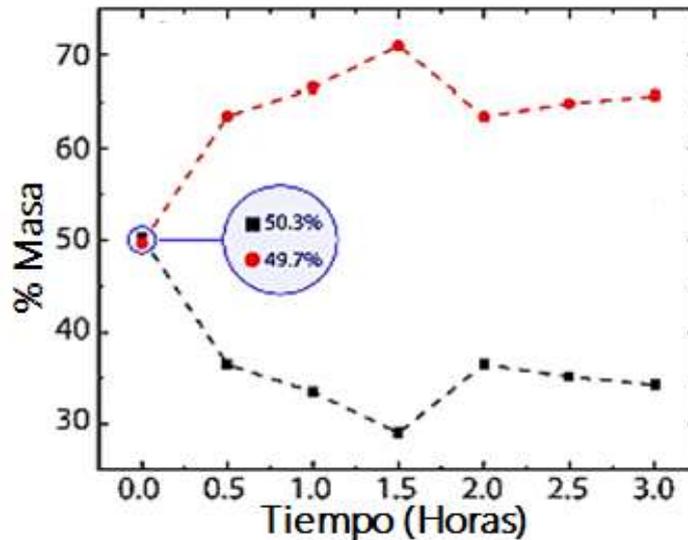


Gráfico 1-3. Análisis EDS, composición elemental

Realizado por: Colcha, D, 2021.

Teniendo en cuenta que la técnica EDS depende totalmente de la región bombardeada, el área investigada era lo suficientemente grande para garantizar la fiabilidad de los resultados. En análisis realizado se observó una ligera oxidación después de 2 h de los procedimientos para obtención de los nanomateriales a base de Grafeno. Este resultado podría atribuirse a una funcionalización parcial del oxígeno de las moléculas de agua porque la reducción se llevó a cabo a 95° C. En particular, la reducción observada de elemento de oxígeno fue de aproximadamente el 7% a las 0,5 h y el 13% a los 1,5 h (Tubon, 2016, p. 268-273).

Con el EDS realizado en el SEM nos revelo que el GO y rGO están compuestos principalmente de carbono y oxígeno elementos en la ventana de voltaje de aceleración de 0 a 5 keV, dando como aseveración la estructura definida de estos dos nanomateriales.

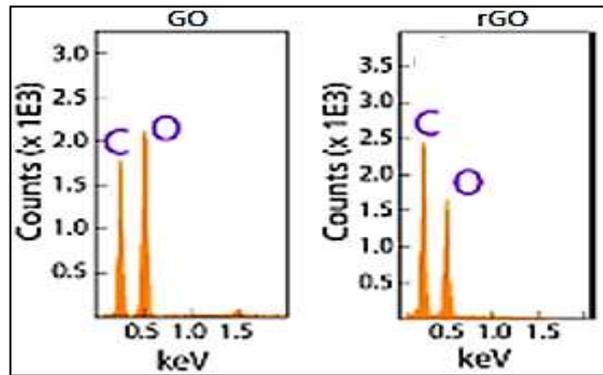


Gráfico 2-3. Análisis EDS, espectro de GO y espectro de rGO respectivamente

Realizado por: Colcha, D, 2021.

3.4.2. Análisis FTIR de GO y rGO

Aplicando la espectroscopia FTIR, fueron confirmados los grupos funcionales que contienen oxígeno

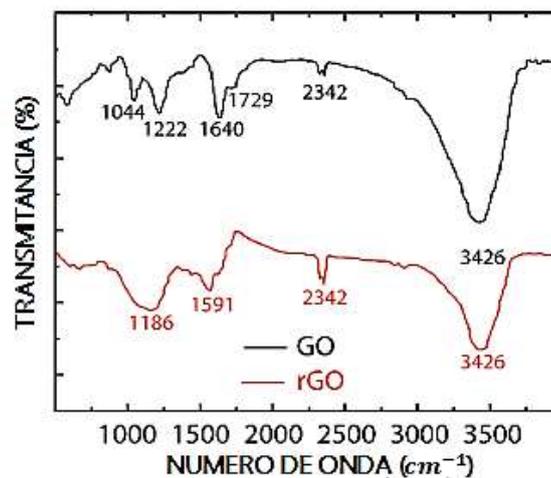


Gráfico 3-3. Espectro FTIR de GO y rGO

Realizado por: Colcha, D, 2021.

Saltan a la vista en los resultados los grupos hidroxilo y epóxido unidos al plano basal del grafeno y los grupos carboxilo y carbonilo ubicados en los bordes son los grupos funcionales dominante, que son muy comunes en los nanomateriales basados en grafeno.

3.4.3. Análisis UV de GO y rGO

El estudio de los análisis UV-Visible, nos ayuda a la confirmación de las propiedades espectroscópicas de las muestras de GO en rGO analizadas, en donde la muestra de GO exhibe

dos picos de absorción (línea negra) a 233 nm, y un pico alto de 303.98 nm, originadas por transiciones de tipo $\pi - \pi^*$ que forme un entrelazamiento carbono carbono, mostrando relaciones de tipo n hacia π^* que son naturales de los enlaces carbono, oxígeno (Vasu, 2016, p. 12168).

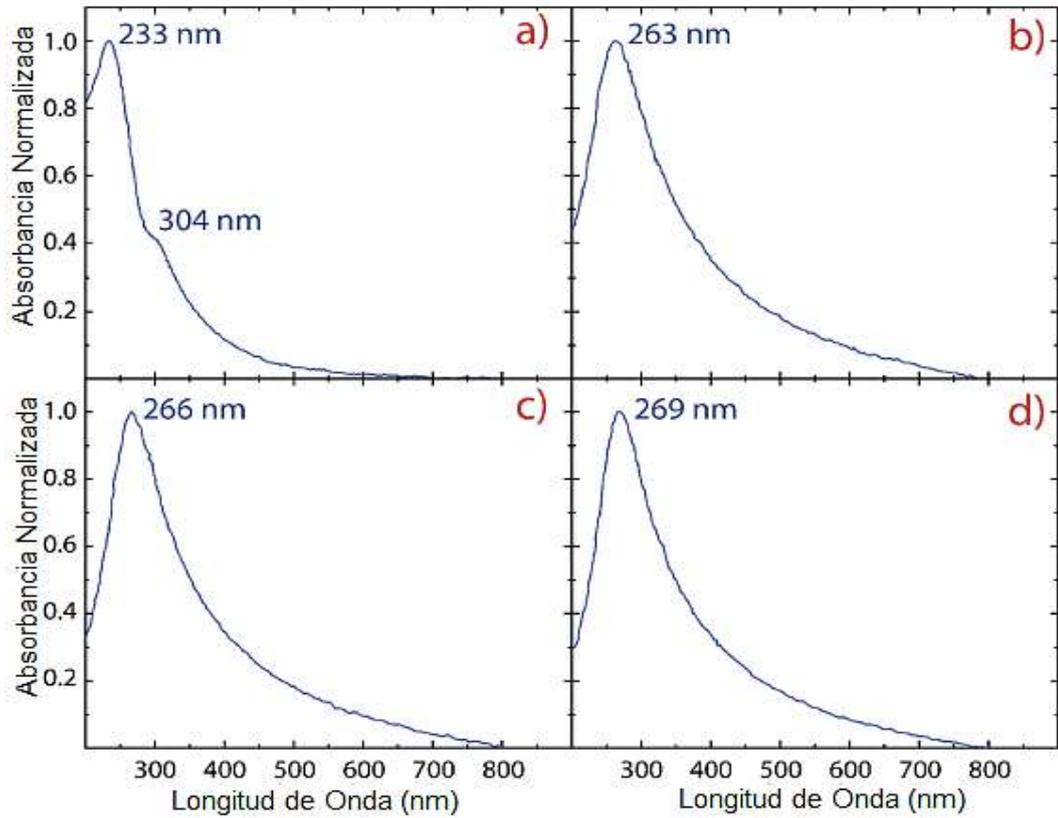


Gráfico 4-3. Espectros UV-visible registrados en soluciones acuosas relación 0.1 mg/ml, a) GO y b),c),d) rGO considerando diferentes tiempos de reducción (0,5 h, 1,0 h y 1,5 h).

Realizado por: Colcha, D, 2021.

El pico de absorción observado a 233 nm de GO se ha cambiado al rojo a 263 nm para rGO (línea roja), lo que sugiere que la conjugación electrónica de la estructura aromática podría restaurarse. Las características generales de estos espectros y sus picos de absorción son similares a los de GO y rGO establecidas en anteriores experimentos ya datados.

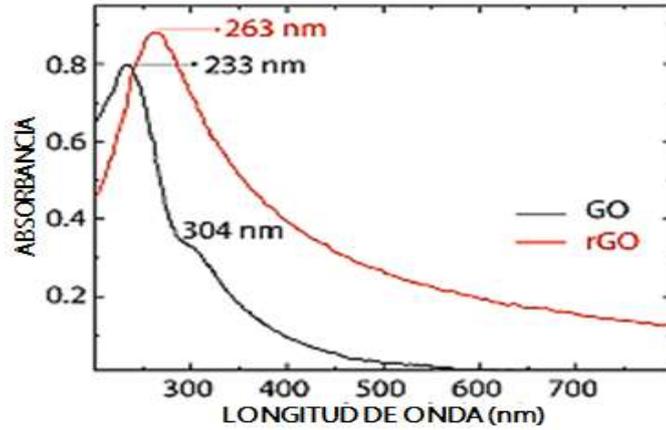


Gráfico 5-3. Espectro UV-Visible en solución acuosa a concentración 0.1 mg/ml de GO y rGO.

Realizado por: Colcha, D, 2021.

3.4.4. Análisis Raman de GO y rGO

La espectroscopia Raman se utilizó para examinar los cambios estructurales durante la oxidación y la reducción, como se detalla a continuación:

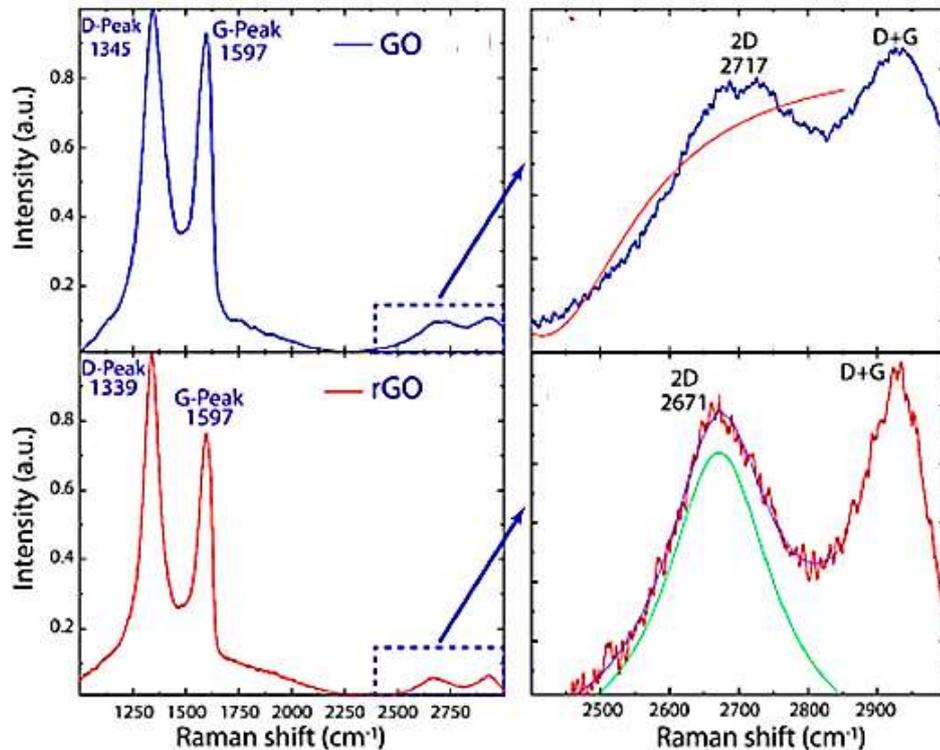


Gráfico 6-3. Espectros Raman registrados utilizando excitaciones láser de 532 nm y montaje según las funciones de Lorentz de los picos de resultados en 2D

Realizado por: Colcha, D, 2021.

Usualmente los datos de registro del GO en el análisis, se detectan dos picos prominentes: es decir, el pico D en $\sim 1345 \text{ cm}^{-1}$ y el pico G en $\sim 1597 \text{ cm}^{-1}$. También en el análisis se detectaron otros picos menos intensos: como el pico 2D a $\sim 2700 \text{ cm}^{-1}$ y el Pico D + G a $\sim 2920 \text{ cm}^{-1}$. Los picos D y D + G (la combinación de las bandas D y G) se atribuyen a imperfecciones estructurales de GO y rGO (vacantes, anillos del heptágono / pentágono, el efecto de borde mientras que el pico G está relacionado con el movimiento de estiramiento del enlace en el plano de los átomos de carbono hibridados sp^2 , en la red de grafeno / grafito.

En un segundo plano, se observa que el pico 2D se usa regularmente para estimar el número de capas en grafeno obtenido simétrico en rGO, lo que indica la presencia de óxido de grafeno reducido en pocas capas (Yi, 2013, p. 25301).

La relación de picos entre la intensidad de los picos D y G (I_D / I_G) es un índice común para la densidad de defectos en GO y rGO. Como se muestra en estudios anteriores, se encontró que la relación de intensidad de rGO (~ 1.29) es mayor que el de GO (~ 1.09), lo que indica que el tamaño de los dominios similares al grafeno es disminuyen después de la exposición a la reducción y la sonicación (Métodos propios para obtención de GO y rGO), pero son más numerosos en número. Curiosamente, los picos D y G de rGO están más separados entre sí y son claramente diferente de GO, donde los picos D y G son anchos y se superponen: es decir, el aumento de la intensidad del pico D al pico G se debe a la eliminación de defectos, lo que sugiere que rGO no sufrió graves disrupción estructural en comparación con GO. A diferencia del pico 2D de grafeno monocapa, que tiene alta intensidad, el pico 2D de GO y rGO tiene una forma compleja y evoluciona con el número de capas (Zheng, 2015, p. 1620-1636). La presencia de un pico D intenso y un pico 2D débil es una característica general del grafeno producido por métodos basados en la oxidación-reducción.

Se concluye que la intensidad del pico 2D también depende de la frecuencia del láser de excitación y, por lo tanto, no se puede confiar únicamente en este contexto, usamos el ancho completo a la mitad del máximo (FWHM) para la evaluación del pico 2D. Al ajustar el pico 2D con funciones de Lorentz, el pico 2D ($\sim 2671 \text{ cm}^{-1}$) de rGO se desplaza con respecto al pico 2D (2717 cm^{-1}) de GO. En el respectivo FWHM de se encontró que rGO era $183,6 \pm 7,0 \text{ cm}^{-1}$, además, el pico 2D según el análisis se muestra más simétrico en rGO, lo que indica la presencia de óxido de grafeno reducido en pocas capas (Yin y Shen, 2014, p. 622-626).

3.5. Análisis de resultados obtenidos para el estudio de las Propiedades Físicas

3.5.1. Análisis Termogravimétrico de GO y rGO

Aplicando análisis termogravimétrico (TGA) se obtuvieron datos sobre la pérdida de peso mínima (~ 5%) producidos a temperatura gradual de 100°C, a lo cual se atribuye la pérdida de moléculas de agua fisisorbidas, Realizando el análisis en el rango de 200°C y 250°C, se produjo la pérdida de peso significativa (~ 25%) y una pérdida de masa más débil (~ 10%) que se ocasiona en el rango de 250-600 ° C, a este efecto se atribuye el proceso de la pirólisis de grupos funcionales oxigenados menos estables (CO, CO₂, H₂O) y más estables, respectivamente.

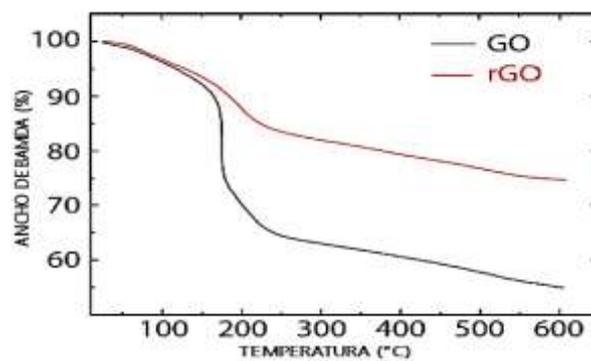


Gráfico 7-3. Análisis Termogravimétrico de GO y rGO

Realizado por: Colcha, D, 2021.

Por otro lado, rGO revela una mayor estabilidad térmica en comparación con GO debido a la grafitización y fuerzas de van der Waals promovidas entre las capas a través de la eliminación de oxígeno grupos funcionales. Las curvas TGA de GO y rGO reflejan una tendencia similar, lo que sugiere su cierre contenido de grupos oxigenados, como indicaron los datos de FTIR. (Varrla, 2014, p. 11810-11819).

3.5.2 Análisis SEM y TEM de GO y rGO

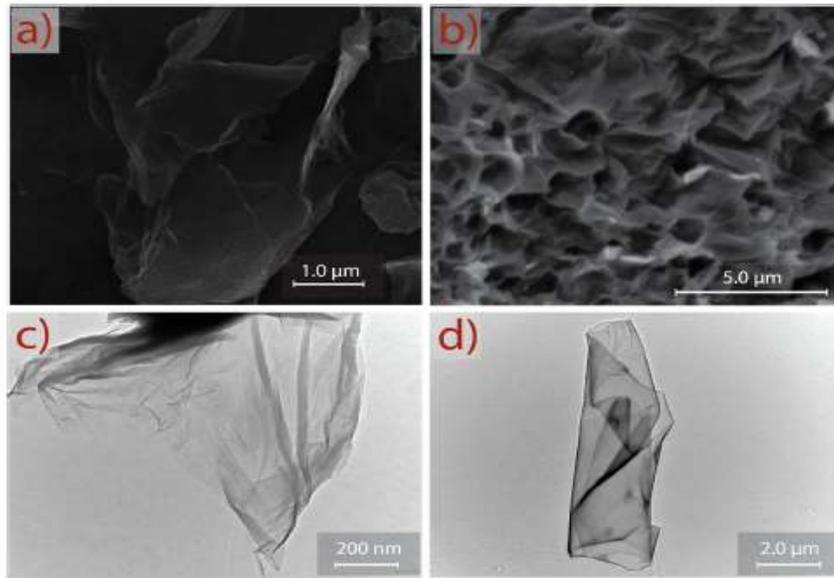


Figura 5-3. Morfología SEM a), b), Imágenes TEM c), d)

Realizado por: Colcha, D, 2021.

Con la ayuda de las micrografías de SEM y TEM de GO y rGO se muestran la morfología propia de cada elemento, consiste en hojas agregadas al azar, transparentes y en forma de escamas con arrugas y pliegues en la superficie de GO como (Figura 5-3a), así como apilamiento de hojas cara a cara. La morfología de la superficie de rGO muestra una diferencia significativa en comparación con GO. (Figura 5-3b).

Una superficie porosa (después de la reducción y sonicación), y rGO muestra una superficie muy distorsionada que puede evitar apilamiento de las capas de grafeno por la formación de mesoporos y macroporos. Las capas semitransparentes de GO y rGO parecen estar libres de impurezas, lo que puede interpretarse como un resultado importante para demostrar que los procesos de lavado extensos o que requieren mucho tiempo (por ejemplo, filtración, diálisis, ultrasonidos, sonicación) se pueden eludir a través de un enfoque confiable, tiempo de sonicación corto y pasos de lavado simples (Basov, 2014, p. 959-994).

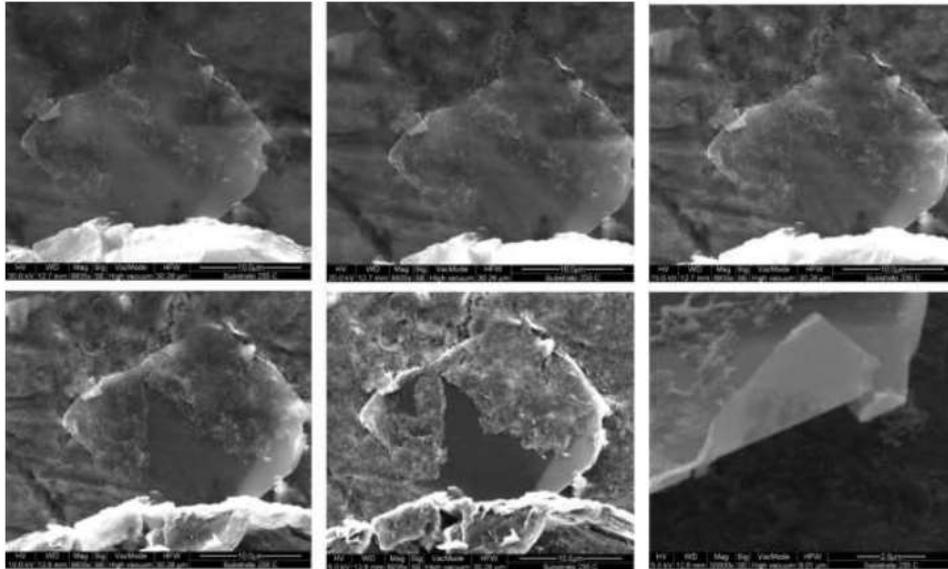


Figura 6-3. Caracterización SEM de grafeno de pocas capas a alto tensoactivo concentración, cambiando la aceleración voltaje de 5 a 30 kV.

Realizado por: Colcha, D, 2021.

Esta afirmación está respaldada por el análisis TEM. (Figura 5-3c), muestra una imagen TEM representativa de GO. Una nanohoja transparente y delgada con algunas arrugas y pliegues en la superficie y los bordes se logra divisar para GO. En una primera aproximación, la nanohoja de GO analizada parece ser muy similar a las muestras de GO preparadas mediante métodos convencionales basados en la oxidación-reducción; sin embargo, se observa una clara diferencia, es decir, los GO preparados por métodos de uso común son en su mayoría doblados o tienen un borde doblado debido a una fuerte oxidación producida en presencia de NaNO_3 , se visualiza una nanohoja de rGO bien definida obtenida después de la reducción, sonicación y lavado en donde la superficie regular observada sugiere que el método propuesto no induce un plano basal crítico con varios daños durante los procesos de oxidación o reducción (Figura 5-3d). Estos resultados confirman un protocolo completo de guía que se puede implementar para la producción a gran escala de grafeno oxidado a través de un enfoque confiable con la aplicación de tiempo de sonicación corto y pasos de lavado simples.

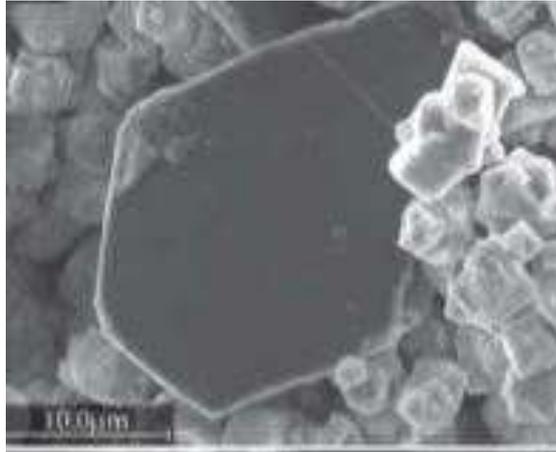


Figura 7-3. Morfología SEM de escamas de grafito no exfoliado que interactúan con Z4A.

Realizado por: Colcha, D, 2021.

3.5.3 Caracterización eléctrica de nanomateriales

La caracterización eléctrica macroscópica del FLG se realizó en electrodos de oro interdigitados, utilizando la técnica de medición de 4 hilos (Zhu, 2010, p. 3906). Cuatro muestras fueron preparadas mediante un sistema gota a gota de la dispersión (2 μL) y secado a temperatura de 100 °C durante 10 min, una relación homogénea se produce en la dispersión como se observa en la figura 8-3:

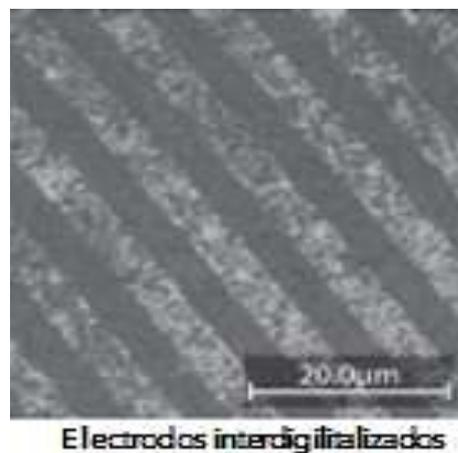


Figura 8-3. Electrodo interdigitados

Realizado por: Colcha, D, 2021.

A este hecho se atribuye al pequeño espacio entre los electrodos ($\sim 5 \mu\text{m}$) y el tamaño de las capas obtenidas alrededor de $\sim 1\text{--}5 \mu\text{m}$. Las medidas I-V detallan en forma de promedio los valores de cinco ciclos de medición y realizado en las cuatro muestras preparadas como se muestra en el gráfico 8-3:

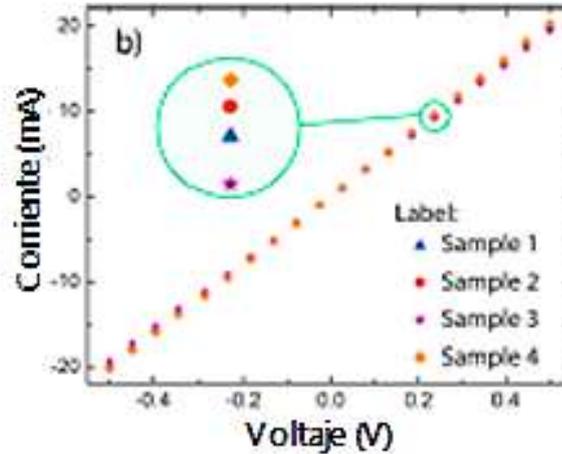


Gráfico 8-3. Medidas de las muestras I - V

Realizado por: Colcha, D, 2021.

Mostró un flujo lineal de corriente cambiando el voltaje de -0.5 V a 0.5 V . Curiosamente, notamos buena compatibilidad entre las muestras, lo que confirma que las muestras están cubiertas por capas homogéneas (Bae, 2010, p. 574).

3.5.4 Caracterización de Resistencia de nanomateriales

Las capas de nanomateriales bien dispersas y auto-interconectadas, también se demostraron analizando la resistencia promedio de cada muestra, que resultó ser de aproximadamente $25\ \Omega$.

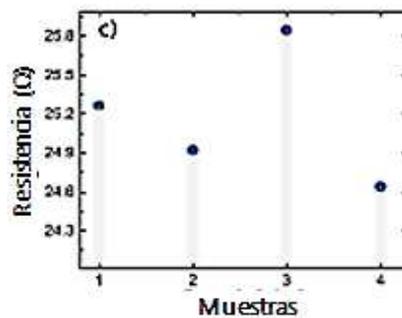


Gráfico 9-3. Medidas de resistencia (Ω) de cada muestra.

Realizado por: Colcha, D, 2021.

Este simple escrutinio eléctrico nos permite sugerir posibles aplicaciones en electroanálisis, flujo sistemas y biosensores. Aunque el *drop casting* es una técnica apropiada para estudios fundamentales.

Las aplicaciones reales necesitan una mecánica de adhesión eficaz para depositar el tanto el GO, como el rGO obtenido sobre sustratos. Sin embargo, el material adhesivo podría afectar las propiedades eléctricas del grafeno (Avouris y Dimitrakopoulos, 2012, p. 86-97).

CONCLUSIONES

En el presente trabajo se realizó el estudio experimental de las propiedades físicas y espectroscópicas de nanomateriales basados en grafeno; específicamente en GO (Óxido de grafeno) y rGO (Óxido reducido de grafeno), obteniendo resultados específicos gracias a los instrumentos y equipos utilizados para cada prueba y análisis. Las variables y opciones iniciales inducidas en los equipos fueron elegidas por previa lectura de artículos científicos y experimentos anteriormente realizados.

Las mediciones de EDS (Espectroscopia de Energía Dispersada) mostraron una reducción en la efectividad de 0.5 a 1.5 h en el caso del GO mientras esté en contacto con CA (Ácido cítrico) bajo agitación vigorosa. Mientras que en los análisis de UV-visible los espectros confirmaron la reducción de GO en rGO. El análisis FTIR demostró la presencia de oxígeno grupos funcionales, que disminuyeron en intensidad después de la reducción. La estabilidad térmica de rGO resultó ser más alto en comparación con GO. Los espectros Raman mostraron una alta intensidad del pico D en GO, indicando la presencia de defectos basales propios de característica de borde; sin embargo, el pico característico 2D de grafeno surgió en rGO. Las mediciones SEM mostraron que las capas semitransparentes estaban relativamente libres de impurezas.

El análisis TEM (Microscopia Electrónica de Transmisión) presentó características similares. Sin embargo, en las muestras de rGO se observó una apariencia más regular, transparente y delgada, es decir se mostró una nanohoja.

Lo más importante es que las capas de GO y rGO están libres de defectos basales y de borde, que son verificados por mediciones Raman, con ayuda del análisis FWHM, que es el análisis de la anchura a media altura que presenta un determinado pico de emisión. Confirmamos la presencia de pocas capas de cada nanomaterial, probablemente, no más de cinco capas. El análisis SEM y TEM mostró capas semitransparentes y nanoláminas de grafeno bien exfoliadas, respectivamente. Además, la caracterización eléctrica demostró que es posible preparar electrodos a base de grafeno con baja resistencia (25 Ω).

RECOMENDACIONES

Las muestras tanto de rGO y GO, momento previo a realizar los análisis del SEM deben tener propiedades altamente conductivas. En el caso del rGO por no presentar propiedades conductivas, se procede a dar tratamiento a cada muestra antes del análisis.

Los Equipos para el análisis deben estar de la manera más posible, calibrados y con una ficha técnica actualizada, para al momento de tabular datos haya más fiabilidad en el tratamiento de datos.

La manera de transporte de todas las muestras debe ser en un ambiente herméticos, en condiciones fuera de humedad, y si se desea realizar la recuperación de la obtención GO y rGO, debemos optar por temperaturas que no superen los 90°C, esto ayudara a una recuperación con más eficiencia.

Optar por la recuperación de solventes con trazas de grafito para la reutilización de los mismos en estudio de nuevas aplicaciones por las propiedades que muestra luego de los procesos de obtención.

Al momento de las pruebas de conducción deben permanecer tanto las muestras con los equipos alejados de campos eléctricos que se pueden presentar, ya que pueden presentar grandes niveles de estática, que mancharían tanto resultados como a las mismas pruebas a analizar.

BIBLIOGRAFÍA

AVOURIS, Phaedon; & DIMITRAKOPOULOS, Cristos. “Graphene: synthesis and applications”. *Materials Today* [en línea], 2012, 15(3), pp. 86–97. doi: 10.1016/S1369-7021(12)70044-5. [Consultado: 15 agosto 2017]. Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S1369702112700445>

BAE, S; et al. “Roll-to-roll production of 30-inch graphene films for transparent electrodes”. *Nature Nanotechnology* [en línea], 2010, 5(8), pp. 574–578. doi: 10.1038/nnano.2010.132. [Consultado: 15 Agosto 2017]. Disponible en: <https://www.nature.com/articles/nnano.2010.132>

BASOV, D; et al. “Colloquium : Graphene spectroscopy”. *Reviews of Modern Physics* [en línea], 2014, 86(3), pp. 959–994. doi: 10.1103/RevModPhys.86.959. [Consultado: 18 Mayo 2018]. Disponible en: <https://arxiv.org/abs/1407.6721>

CHEN, J; et al. “An improved Hummers method for eco-friendly synthesis of graphene oxide”. *Carbon* [en línea], 2013, 64(1), pp. 225–229. [Consultado: 18 Mayo 2018]. Disponible en: https://www.researchgate.net/publication/273811700_An_improved_Hummers_method_for_eco-friendly_synthesis_of_graphene_oxide

CIESIELSKI, Artur; & SAMORÌ, Paolo. “Graphene via sonication assisted liquid-phase exfoliation”. *Chemical Society Reviews* [en línea], 2014, 43(1), pp. 381–398. [Consultado: 5 agosto 2017]. Disponible en: <http://pubs.rsc.org/en/content/articlelanding/2014/cs/c3cs60217f#!divAbstract>

COLEMAN, J. “Liquid exfoliation of defect-free graphene”. *Accounts of Chemical Research* [en línea], 2013, 46(1), pp. 14–22. [Consultado: 25 de agosto de Mayo 2017]. Disponible en: <https://pubs.acs.org/doi/abs/10.1021/ar300009f>

GEORGAKILAS, V; et al. “Broad Family of Carbon Nanoallotropes: Classification, Chemistry, and Applications of Fullerenes, Carbon Dots, Nanotubes, Graphene, Nanodiamonds, and Combined Superstructures”. *Chemical Reviews* [en línea], 2015, (United State of America) 115(11), pp. 4744–4822. [Consultado: 18 Mayo 2018] Disponible en: <https://pubs.acs.org/doi/abs/10.1021/cr500304f>

HOSSAIN, M; et al. “High yield and high concentration few-layer graphene sheets using solvent exfoliation of graphite with pre-thermal treatment in a sealed bath”. *Materials Letters* [en línea],

2014, (Republic of Korea) 123, pp. 90–92. [Consultado: 18 Mayo 2018]. ISSN 0167-577X. Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S0167577X14003620?via%3Dihub>

KALASHNIKOV, D; et al. “Infrared spectroscopy with visible light”. *Nature Photonics* [en línea], 2016, 10(2), pp. 98–101. [Consultado: 18 de enero de 2018]. Disponible en: <https://arxiv.org/abs/1506.07223>

KIM, J; et al. “Synthesis and properties of near IR induced self-healable polyurethane/graphene nanocomposites”. *European Polymer Journal* [en línea], 2013, (Republic of Korea) 49(12), pp. 3889–3896. [Consultado: 2 de noviembre de 2017]. Disponible en: <https://www.infona.pl/resource/bwmeta1.element.elsevier-c1a6a845-d6d9-38d6-a38b-ef460f571613>

KOBAYASHI, Y; et al. “Extreme ultraviolet and visible spectroscopy of promethiumlike heavy ions”. *Physical Review A*. [en línea], 2015, 92(2), p. 022510. [Consultado: 6 de agosto de 2017]. Disponible en: <https://journals.aps.org/pr/abstract/10.1103/PhysRevA.92.022510>

LI, D; et al. “Processable aqueous dispersions of graphene nanosheets”. *Nature Nanotechnology* [en línea], 2008, 3(2), pp. 101–105. [Consultado: 8 agosto de 2017]. Disponible en: <https://www.nature.com/articles/nnano.2007.451>

LI, J; et al. “A simple route towards high-concentration surfactant-free graphene dispersions”. *Carbon* [en línea], 2012, (Sweden) 50(8), pp. 3113–3116. [Consultado: 23 agosto de 2017]. Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0008622312002424>

LI, Q; et al. “Two-Dimensional Material Confined Water”. *Accounts of Chemical Research* [en línea], 2015, (Dinamarca) 48(1), pp. 119–127. [Consultado: 12 de agosto de 2017]. Disponible en: <https://pubs.acs.org/doi/abs/10.1021/ar500306w>

LIU, X; et al. “Microwave-assisted production of giant graphene sheets for high performance energy storage applications”. *Journal of Materials Chemistry A* [en línea], 2014, 2(31), pp. 12166–12170. [Consultado: 15 de agosto de 2017]. Disponible en: <http://pubs.rsc.org/en/content/articlelanding/2014/ta/c4ta01979b/unauth#!divAbstract>.

LOU, H; et al. “Fabrication of High-Concentration Aqueous Graphene Suspensions Dispersed by Sodium Lignosulfonate and Its Mechanism”. *Journal of Physical Chemistry C* [en línea], 2015,

119(40), pp. 23221–23230. [Consultado: 16 de agosto de 2017].
Disponible en: <https://pubs.acs.org/doi/abs/10.1021/acs.jpcc.5b06301>

MAYORA, C; et al. “El grafeno. Parte ii: procesos y viabilidad de su producción”. *Dyna ingeniería e industria* [en línea], 2015, (España) 90(4), pp. 344–347. [Consultado: 2 de agosto de 2017]. Disponible en: <https://upcommons.upc.edu/handle/2117/84921>

MÉNDEZ, G; et al. “Grafeno: El alótropo más prometedor del carbono”. *Acta Universitaria* [en línea], 2012, (México) 22(3), pp. 20–23. [Consultado: 5 de agosto de 2017].
Disponible en: <http://www.redalyc.org/html/416/41622592003/>

PARK, Sungjin; & RUOFF, Rodney. “Chemical methods for the production of graphenes”. *Nature Nanotechnology* [en línea], 2009, (United State of America) 4(4), pp. 217–224. [Consultado: 23 de noviembre de 2017]. Disponible en: <https://www.nature.com/articles/nnano.2009.58>

PARVEZ, K; et al. “Exfoliation of graphite into graphene in aqueous solutions of inorganic salts”. *Journal of the American Chemical Society* [en línea], 2014, 136(6), pp. 6083–6091. [Consultado: 7 octubre de 2017]. Disponible en: <https://pubs.acs.org/doi/abs/10.1021/ja5017156>

PATON, K; et al. “Scalable production of large quantities of defect-free few-layer graphene by shear exfoliation in liquids”. *Nature Materials* [en línea], 2014, 13(6), pp. 624–630. [Consultado: 3 agosto de 2017]. Disponible en: <https://www.nature.com/articles/nmat3944>

POSUDIEVSKY, O; et al. “High yield of graphene by dispersant-free liquid exfoliation of mechanochemically delaminated graphite”. *Journal of Nanoparticle Research* [en línea], 2013, (Ukraine) 15(11), pp. 1-9. [Consultado: 7 de agosto de 2017]. Disponible en: <https://link.springer.com/article/10.1007/s11051-013-2046-y>

TUBON, G; et al. “Liquid-phase exfoliated graphene self-assembled films: Low-frequency noise and thermal-electric characterization”. *Applied Surface Science* [en línea], 2016, (Italy) 380, pp. 268–273. [Consultado: 5 de agosto de 2017]. Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0169433216001525>

VARRLA, E; et al. “Turbulence-assisted shear exfoliation of graphene using household detergent and a kitchen blender”. *Nanoscale* [en línea], 2014, 6(20), pp. 11810–11819.

[Consultado: 22 de agosto de 2017]. Disponible en: <http://pubs.rsc.org/en/content/articlelanding/2014/nr/c4nr03560g/unauth>

VASU, K; et al. “Van der Waals pressure and its effect on trapped interlayer molecules”. *Nature Communications* [en línea], 2016, 7, p. 12168. [Consultado: 5 de agosto de 2017]. Disponible en: https://www.nature.com/articles/ncomms12168/fig_tab

YI, M; et al. “Achieving concentrated graphene dispersions in water/acetone mixtures by the strategy of tailoring Hansen solubility parameters”. *Journal of Physics D: Applied Physics* [en línea], 2013, (Republic of China) 46(2), p. 025301. [Consultado: 6 de agosto de 2017]. Disponible en: <http://iopscience.iop.org/article/10.1088/0022-3727/46/2/025301/meta>

YI, Min; & SHEN, Zhigang. “Kitchen blender for producing high-quality few-layer graphene”. *Carbon* [en línea], 2014, 78, pp. 622–626. [Consultado: 6 de agosto de 2017]. Disponible en: <https://www.sciencedirect.com/science/article/pii/S0008622314006733>

ZHENG, X; et al. “Glowing Graphene Quantum Dots and Carbon Dots: Properties, Syntheses, and Biological Applications”. *Small* [en línea], 2015, 11(14), pp. 1620–1636. [Consultado: 22 de agosto de 2017]. Disponible en: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/sml.201402648>

ZHU, Y; et al. “Graphene and graphene oxide: Synthesis, properties, and applications”. *Advanced Materials* [en línea], 2010, 22(35), pp. 3906–3924. [Consultado: 22 de agosto de 2017]. Disponible en: <https://onlinelibrary.wiley.com/doi/abs/10.1002/adma.201001068>

ANEXOS

ANEXO A: CERTIFICADO DE REVISIÓN DE BIBLIOTECA



ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO

*DIRECCIÓN DE BIBLIOTECAS Y RECURSOS DEL APRENDIZAJE
UNIDAD DE PROCESOS TÉCNICOS Y ANÁLISIS BIBLIOGRÁFICO Y DOCUMENTAL*

REVISIÓN DE NORMAS TÉCNICAS, RESUMEN Y BIBLIOGRAFÍA

Fecha de entrega: 16 / 12 / 2021

INFORMACIÓN DEL AUTOR/A (S)
Nombres - Apellidos: <i>Dennys Alexander Colcha Chavarra</i>
INFORMACIÓN INSTITUCIONAL
Facultad: <i>Ciencias</i>
Carrera: <i>Física</i>
Título a optar: <i>Físico</i>
f. Analista de Biblioteca responsable: <i>Ing. Leonardo Medina Nuste MSc.</i>

**LEONARDO
FABIO MEDINA
NUSTE**

Firmado digitalmente
por LEONARDO FABIO
MEDINA NUSTE
Fecha: 2021.12.16
10:06:56 -05'00'



1923-DBRA-UTP-2021