



ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO
FACULTAD DE CIENCIAS
CARRERA FÍSICA

**“OBTENCIÓN DE GRAFENO A PARTIR DE GRAFITO POR EL
MÉTODO DE ELECTRÓLISIS PARA FABRICAR UN POLÍMERO
CONDUCTOR”**

Trabajo de Integración Curricular

Tipo: Proyecto Investigación

Presentado para optar al grado académico de:

FÍSICO

AUTOR: JORGE JAVIER GARCÍA JIMÉNEZ

DIRECTORA: ING. GABRIELA VIVIANA TUBÓN USCA PhD.

Riobamba - Ecuador

2022

© 2022, **Jorge Javier García Jiménez**

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

Yo, JORGE JAVIER GARCÍA JIMÉNEZ declaro que el presente Trabajo de Integración Curricular es de mi autoría y los resultados de este son auténticos, Los textos del documento que provienen de otras fuentes están debidamente citados y referenciados.

Como autor asumo la responsabilidad legal y académica del contenido de este Trabajo de Integración Curricular. El patrimonio intelectual le pertenece a la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo.

Riobamba, 6 de octubre del 2022



Jorge Javier García Jiménez

020214059-6

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 de Investigación, **“OBTENCIÓN DE GRAFENO A PARTIR DE GRAFITO POR EL MÉTODO DE ELECTRÓLISIS PARA FABRICAR UN POLÍMERO CONDUCTOR”**, realizado por: **JORGE JAVIER GARCÍA JIMÉNEZ**, 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

Biof. Rosa Maricela Ormaza Hugo MSc.
PRESIDENTE DEL TRIBUNAL



2022-10-06

Ing. Gabriela Viviana Tubón Usca PhD
**DIRECTORA DEL TRABAJO DE
INTEGRACIÓN CURRICULAR**



2022-10-06

Biof. María Fernanda Heredia Moyano MSc
**ASESOR DEL TRABAJO DE
INTEGRACIÓN CURRICULAR**



2022-10-06

DEDICATORIA

A mis padres por haberme apoyado en todo momento, a mis maestros que me inspiraron en el aprendizaje y conocimiento y seguir mis metas propuestas.

Jorge

AGRADECIMIENTO

Mi eterno agradecimiento a la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo, a mis docentes y en especial a mi tutora por su ayuda, paciencia, y dedicación, que me guiaron en el proceso para obtener mi título universitario.

Agradecerle también a toda mi familia por darme ánimo durante todo este proceso. En especial a mi tía Augusta Jiménez el principal apoyo emocional para mí en el periodo de realización de este trabajo. A Linet y Ammy quienes fueron una gran ayuda y guía.

Jorge

ÍNDICE DE CONTENIDO

ÍNDICE DE TABLAS.....	x
ÍNDICE DE ILUSTRACIONES.....	xi
ÍNDICE DE ABREVIATURAS	xv
RESUMEN	xvi
ABSTRACT.....	xvii
INTRODUCCIÓN	1

CAPÍTULO I

1. MARCO TEÓRICO REFERENCIAL	3
1.1. Antecedentes	3
1.2. Justificación	6
1.3. Planteamiento del Problema.....	6
1.4. Base teórica	7
1.4.1. <i>Grafito</i>	7
1.4.2. <i>Grafeno</i>	7
1.4.3. <i>Estructura del Grafeno</i>	10
1.4.4. <i>Propiedades extrínsecas del Grafeno</i>	10
1.4.5. <i>Propiedades Electrónicas del Grafeno</i>	11
1.4.6. <i>Propiedades Mecánicas del Grafeno</i>	11
1.5. Métodos de obtención.....	13
1.5.1. <i>Exfoliación Electroquímica o Electrólisis</i>	17
1.6. Parámetros en el proceso de electrólisis.....	18
1.7. Polímeros.....	19
1.7.1. <i>Propiedades y características de los polímeros</i>	20
1.7.2. <i>Polímeros conductores.</i>	20
1.8. Bases conceptuales.....	22
1.8.1. <i>Grafeno</i>	22
1.8.2. <i>Resistencia Eléctrica</i>	22
1.8.3. <i>Electrólisis</i>	22
1.8.4. <i>Electrolito</i>	22
1.8.5. <i>Electrodo</i>	23

1.8.6.	<i>Poliuretano</i>	23
1.9.	Técnicas de Caracterización	24
1.9.1.	<i>Análisis Ultravioleta-Visible (UV-Vis)</i>	24
1.9.2.	<i>Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR-ATR)</i>	26
1.9.3.	<i>Microscopía electrónica de barrido (SEM)</i>	27
1.10.	Impregnación de un polímero con un material conductor	29
1.11.	Aplicaciones de polímeros impregnados con materiales conductores	29

CAPÍTULO II

2.	MARCO METODOLÓGICO	31
2.1.	Hipótesis y Variables	31
2.2.1.	<i>Hipótesis General</i>	31
2.1.2.	<i>Hipótesis Específicas</i>	31
2.3.	Identificación de variables	31
2.2.1.	<i>Variables Independientes</i>	31
2.3.1.	<i>Variables Dependientes</i>	32
2.4.	<i>Operacionalización de las Variables</i>	33
2.5.	Matriz de Consistencia	36
2.6.	Tipo y Diseño de Investigación	38
2.6.1.	<i>Tipo de Investigación</i>	38
2.6.2.	<i>Materiales y Equipos</i>	38
2.6.3.	<i>Unidad de Análisis</i>	39
2.6.4.	<i>Tamaño de muestra</i>	40
2.6.5.	<i>Selección de la muestra</i>	40
2.6.6.	<i>Obtención de la tinta de grafeno de pocas capas</i>	40
2.6.6.1.	<i>Preparación de electrolito</i>	40
2.6.6.2.	<i>Montaje del equipo de electrólisis</i>	41
2.6.6.3.	<i>Obtención de la tinta de grafeno de pocas capas</i>	41
2.6.7.	<i>Diseño de Investigación</i>	42
2.6.8.	<i>Caracterización de la tinta de GPC</i>	43
2.6.8.1.	<i>Análisis de la tinta de grafeno de pocas capas por UV-Visible</i>	43
2.6.8.2.	<i>Concentración de la tinta de GPC</i>	44
2.6.8.3.	<i>Cantidad de masa y rendimiento del GPC</i>	44

2.6.8.4.	<i>Análisis de la tinta de GPC por FTIR.....</i>	45
2.6.8.5.	<i>Procedimiento para el Microscopía Electrónica de Barrido.....</i>	45
2.6.9.	<i>Diagrama de flujo para la impregnación de la tinta de GPC en las esponjas de poliuretano.....</i>	45
2.6.10.	<i>Impregnación de la tinta de GPC en las esponjas de poliuretano</i>	46
2.6.11.	<i>Medición de la resistencia en las esponjas de poliuretano impregnadas</i>	47
2.6.12.	<i>Medición del voltaje de salida en las esponjas de poliuretano impregnadas.....</i>	48
2.6.13.	<i>Rendimiento de voltaje</i>	48
2.6.14.	<i>Costeo de la tinta de GPC.....</i>	48

CAPÍTULO III

3.	RESULTADOS Y DISCUSIÓN	50
3.1.	Obtención de la tinta de GPC.....	50
3.1.1.	<i>Preparación de la disolución de ácido sulfúrico</i>	50
3.1.2.	<i>Equipo de electrólisis.....</i>	50
3.1.3.	<i>Procedimiento de obtención de la tinta de GPC.....</i>	51
3.1.4.	<i>Resultados de la caracterización de la tinta de GPC</i>	51
3.1.5.	<i>Espectroscopía Ultravioleta Visible</i>	52
3.1.6.	<i>Concentración de la tinta</i>	54
3.1.7.	<i>Modelo del diseño de cribado: masa vs. S; Vo; Vf; vol.....</i>	55
3.1.7.1	<i>Resumen del modelo.....</i>	55
3.1.7.2.	<i>Ecuación de regresión en unidades no codificadas</i>	56
3.1.8.	<i>Optimización experimental propuesta para incremento de masa y concentración</i>	57
3.1.9.	<i>Gráficas de superficie de concentración</i>	59
3.2.	Espectroscopía Infrarroja por transformada de Fourier	60
3.3.	Microscopía Electrónica de Barrido	62
3.4.	Resultados de esponjas.....	67
3.4.1.	<i>Impregnación de las esponjas</i>	67
3.4.2.	<i>Resistencia de las esponjas impregnadas</i>	68
3.4.3.	<i>Voltaje aplicado y voltaje medido en las esponjas.....</i>	68
3.4.3.1.	<i>Voltaje en esponjas sin impregnar</i>	68
3.4.3.2.	<i>Voltaje en esponjas impregnadas</i>	69
3.4.3.3.	<i>Rendimiento.....</i>	69

3.4.4.	<i>Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier de las esponjas</i>	70
3.5.	Cálculo del Costo de producción	71
3.6.	<i>Comparación con el mercado</i>	72

BIBLIOGRAFÍA

ANEXOS

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1-1: Investigaciones recientes que han utilizado electrólisis en grafito.	3
Tabla 2-1: Métodos de obtención/preparación de grafeno en diferentes campos.	13
Tabla 3-1: Recopilación de trabajos en síntesis de polímeros conductores.	20
Tabla 1-2: Operacionalización de las variables independientes.....	33
Tabla 2-2: Operacionalización de las variables dependientes.....	34
Tabla 3-2: Matriz de consistencia.	36
Tabla 4-2: Propuesta del diseño experimental en orden a las variables de estudio.....	42
Tabla 5-2: Propuesta del diseño experimental con las variables de estudio.....	43
Tabla 1-3: Resultados del UV-Vis de los experimentos respectivos.	53
Tabla 2-3: Concentración de pequeñas láminas de grafeno según el número de ensayo.	54
Tabla 3-3: Coeficientes codificados.	55
Tabla 4-3: Análisis de Varianza	55
Tabla 5-3: Parámetros de respuesta.....	57
Tabla 6-3: Predicción de respuesta múltiple.....	57
Tabla 7-3: Resistencia medidas de las esponjas A, B y C.	68
Tabla 8-3: Tabla de voltaje inicial y voltaje medido en esponjas	68
Tabla 9-3: Tabla de voltaje inicial y voltaje efectivo aplicado en las esponjas correspondientes.....	69
Tabla 10-3: Tabla comparativa del rendimiento de las esponjas de poliuretano impregnadas con tinta de GPC.....	70
Tabla 11-3: Costo de la materia prima para la producción de 60 mL de tinta.	71
Tabla 12-3: Costos para la producción de 60mL de tinta.	71
Tabla 13-3: Precios por miligramo de distintas presentaciones de grafeno.	72

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES

Ilustración 1-1:	Modelo ideal de lámina de grafeno	8
Ilustración 2-1:	Tipos de hibridación.....	9
Ilustración 3-1:	Láminas de grafeno formando una estructura de grafito.....	10
Ilustración 4-1:	Configuración de bandas de distintos elementos	11
Ilustración 5-1:	Configuraciones del carbono (variantes del grafeno) (a) Fullerenos (b) Nanotubo de Carbono (c) Grafeno.	12
Ilustración 6-1:	Representación simple del proceso de electrólisis	17
Ilustración 7-1:	Proceso de polimerización.....	19
Ilustración 8-1:	Modelo de poliuretano.....	23
Ilustración 9-1:	Transiciones electrónicas de los orbitales.....	26
Ilustración 10-1:	SEM de GPC suspendido en agua.	28
Ilustración 1-2:	Esquema metodológico general de la investigación	39
Ilustración 2-2:	Montaje del equipo de electrólisis.	41
Ilustración 3-2:	Proceso de impregnación de tinta de GPC en esponjas de poliuretano.....	46
Ilustración 4-2:	Modelo de esponja base.....	47
Ilustración 5-2:	Circuito guía para la medición de la resistencia de la esponja.	47
Ilustración 6-2:	Circuito guía para la medición del voltaje efectivo de la esponja.	48
Ilustración 1-3:	Equipo de electrólisis formado para las diferentes pruebas.	50
Ilustración 2-3:	El procedimiento estandarizado de obtención de la tinta.	51
Ilustración 3-3:	10.5mL de tinta de GPC	
Ilustración 4-3:	Espectro UV-Vis de las muestras E4, E5, E6, E7 y E8.....	53
Ilustración 5-3:	Diagrama de Pareto de las muestras.	56
Ilustración 6-3:	Cuadro de predicción de respuesta.	58
Ilustración 7-3:	Graficas de superficie de concentración.	59
Ilustración 8-3:	FTIR de la muestra 6 de la tinta secada.	60
Ilustración 9-3:	FTIR de la muestra 6 de tinta.	61
Ilustración 10-3:	Comparación FTIR de grafito, GPC y tinta de GPC.....	62
Ilustración 11-3:	SEM de GPC obtenido de tinta tras un proceso de secado.	63
Ilustración 12-3:	a) Lámina de GPC b) Lámina de GPC delgada	63
Ilustración 13-3:	Partículas de nanotubos de carbono y grafito	64

Ilustración 14-3:	Imagen SEM de nanolámina de GPC cultivada en sustrato de Cu por ECR-PECVD (a) a 1 min de deposición, (b) a los 3min de deposición y (c) a los 5min de deposición. (d) Espesor de GNS. (Todas las deposiciones se llevaron a cabo a una potencia de microondas de 500 W, 700 °C y C ₂ H ₂ :H ₂ = 1:2).....	65
Ilustración 15-3:	Imágenes SEM del GPC preparado. (a) La vista lateral muestra la estructura en capas. El área roja en el rectángulo se usó para la prueba EDS. (b) La vista frontal muestra la superficie del GPC.....	66
Ilustración 16-3:	Imagen SEM de grafeno en 3d	66
Ilustración 17-3:	Esponjas de poliuretano impregnadas con tinta de GPC.....	67
Ilustración 18-3:	FTIR de las esponjas correspondientes y el polvo de grafito.....	70

ÍNDICE DE ANEXOS

- ANEXO A:** TOMA DE MEDIDA DE LA RESISTENCIA DE LA ESPONJA
- ANEXO B:** PESO DE LA MASA DE GRAFENO
- ANEXO C:** PINZAS PICO DE LAGARTO
- ANEXO D:** BARRA DE GRAFITO EXFOLIADA SUSPENDIDA EN EL ELECTROLITO DE H₂SO₄
- ANEXO E:** ÁCIDO SULFÚRICO
- ANEXO F:** POLVO DE GRAFENO EN AGUA
- ANEXO G:** CARACTERÍSTICAS DEL ÁCIDO SULFÚRICO
- ANEXO H:** CUBETA DE VIDRIO
- ANEXO I:** BARRAS DE GRAFITO UTILIZADAS
- ANEXO J:** MODELO DEL SISTEMA DE ELECTRÓLISIS
- ANEXO K:** MODELA DE ELECTRÓLISIS CON BARRAS DE MENOR TAMAÑO
- ANEXO L:** BARRAS DE GRAFITO SUMERGIDAS EN LA DISOLUCIÓN
- ANEXO M:** BARRAS DE GRAFITO TRAS 60 MINUTOS DE ELECTRÓLISIS
- ANEXO N:** BARRAS DE GRAFITO TRAS 60 MINUTOS DE ELECTRÓLISIS
- ANEXO Ñ:** FUENTE DE ENERGÍA
- ANEXO O:** SISTEMA DE ELECTROLISIS
- ANEXO P:** SONICADOR
- ANEXO Q:** PROCESO DE SONICACIÓN
- ANEXO R:** BARRAS DE GRAFITO TRAS TRES HORAS DE ELECTRÓLISIS
- ANEXO S:** BARRAS CONSUMIDAS
- ANEXO T:** LAGARTOS EN CONTACTO CON LA DISOLUCIÓN TRAS LA ELECTRÓLISIS
- ANEXO U;** LAGARTOS EN CONTACTO CON LA DISOLUCIÓN TRAS LA ELECTRÓLISIS
- ANEXO V:** RESTO DE LA BARRA DE GRAFITO
- ANEXO W:** RESTO DE LA BARRA DE GRAFITO CON ÓXIDO

- ANEXO X:** GRAFENO OBTENIDO DESPUÉS DE LA ELECTRÓLISIS
- ANEXO Y:** GRAFENO SUSPENDIDO EN AGUA DESTILADA
- ANEXO Z:** FILTRACIÓN DE LA MUESTRA DEL MEJOR PROCESO
- ANEXO AA:** REPETICIÓN DEL MEJOR PROCESO

ÍNDICE DE ABREVIATURAS

A:	Absorbancia
ATR:	Reflectancia total Atenuada
C:	concentración
CIG:	compuestos interlaminares
CVD:	deposición química de vapor
D:	densidad
DGU:	ultracentrifugación por gradiente de densidad
FTIR:	espectroscopia infrarroja por transformada de fourier
GAP:	banda de energías prohibida
GNP:	plaquetas de grafeno funcionalizado
GPC:	grafeno de pocas capas
HOPG:	Highly Oriented Pyrolytic Graphite
I_i:	Radiación incidente
L:	camino óptico
M:	mol
Min:	minutos
OG:	óxido de grafeno
P_m:	masa molar
PU:	poliuretanos
R:	resistencia
R_i:	riqueza
Rpm:	revoluciones por minute
S:	superficie
SEM:	microscopía electrónica de barrido
STM:	microscopio de efecto túnel
T:	Transmitancia
UV-Vis:	ultravioleta visible
V:	voltio
V_f:	voltaje final
V_o:	voltaje inicial
E:	Coefficiente de absorptividad o absorción molar
Ω:	ohmio

RESUMEN

El objetivo de este Trabajo de Integración Curricular fue obtener grafeno de pocas capas con el fin de impregnarlo en un polímero para darle así la capacidad de conducir electricidad, en primer lugar, se produjo tinta de grafeno a través del método de electrólisis y se realizó el control de calidad respectivo, se realizaron diversas pruebas de caracterización con el propósito de conocer las propiedades de la tinta y las capacidades eléctricas de las esponjas de poliuretano por medio de la medición del potencial de entrada y el potencial efectivo al formar un circuito sencillo y se tomaron datos en un margen de tres minutos. Se fabricó la tinta de grafeno basado en bibliografía previa utilizando ácido sulfúrico en la mezcla de la electrólisis con molaridad de 0.1M y se utilizaron barras de grafito como electrodos. La verificación de calidad de la tinta de grafeno se llevó a cabo mediante Espectroscopia Ultravioleta Visible (UV-Visible), Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR) y Microscopía Electrónica de Barrido (SEM). La calidad de la tinta de grafeno resultó en los estándares propuestos por los trabajos anteriores teniendo una mejora poco significativa, mientras que las esponjas de poliuretano presentaron un rendimiento menor al 1%. Se concluye que la electrólisis es un método adecuado para obtener tinta de grafeno de pocas capas debido a que cumplió los estándares propuestos por los métodos de caracterización, además que el método de impregnación de la tinta, aunque no fue eficiente debido a que no cumplió con las expectativas, se pudo fabricar un polímero conductor. Se recomienda utilizar tinta de grafeno de mayor concentración, además de utilizar alternativas en relación al método de impregnación.

Palabras clave: <GRAFENO>, <ELECTRÓLISIS>, <TINTA DE GRAFENO>, <GRAFITO>, <IMPREGNACIÓN>



2433-DBRA-UTP-2022

ABSTRACT

The aim of this curricular integration work was to obtain graphene of few layers in order to impregnate it in a polymer to give it the ability to conduct electricity, firstly, graphene ink was produced through the electrolysis method and the respective quality control was carried out, several characterisation tests were performed in order to know the properties of the ink and the electrical capabilities of the polyurethane sponges by measuring the input potential and the effective potential when forming a simple circuit and data were taken in a margin of 3 minutes. Graphene ink was fabricated based on previous literature using sulphuric acid in the electrolysis mixture with molarity of 0.1M and graphite rods were used as electrodes. The quality verification of the graphene ink was carried out by ultraviolet visible spectroscopy (UV-Visible), Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) and Scanning Electron Microscopy (SEM). The quality of the graphene ink was within the standards proposed by the previous work, with an insignificant improvement, while the polyurethane sponges showed a yield of less than 1%. It is concluded that electrolysis is a suitable method to obtain graphene ink of few layers because it met the standards proposed by the characterisation methods, and that the ink impregnation method, although it was not efficient because it did not meet the expectations, it was possible to manufacture a conductive polymer. It is recommended to use graphene ink of higher concentration, in addition to using alternatives in relation to the impregnation method.

Keywords: <GRAPHENE>, <ELECTROLYSIS>, <GRAPHENE INK>, <GRAPHITE>, <IMPREGNATION>



Lic. Carmita Rojas Castro MSc.

0602890469

INTRODUCCIÓN

El grafeno es un nanomaterial que cuenta con excepcionales propiedades mecánicas, térmicas y electrónicas, brindándonos infinitas posibilidades en el ámbito industrial. La dificultad del grafeno radica en que no es un material que se encuentre de forma natural, es necesario fabricarlo. Sin embargo, esto no ha detenido la búsqueda de métodos de producción, aumentando drásticamente el registro de patentes a nivel mundial a partir del 2007 (Amor, 2017, p.32). Según Cambridge IP, a fines de 2012 se contabilizaron 7.351 patentes de grafeno y de aplicaciones vinculadas con él. Estados Unidos, Asia y Europa se han vuelto potencias a nivel mundial en la investigación de grafeno y el registro de patentes, tanto en la industria de la microelectrónica como en las aplicaciones que este tiene en la medicina, siendo Medical Care la única compañía con patente en el mundo para uso médico (Mujal et al., 2020: pp.72-76).

Desde su síntesis en el 2004, muchos métodos han sido planteados en la obtención del grafeno, de tal forma, que en la actualidad se está produciendo una acelerada actividad investigadora para encontrar nuevas vías de síntesis o mejorar las ya existentes. Entre estos métodos se incluye la exfoliación de grafito, la deposición química de vapor (CVD), crecimiento epitaxial de descomposición térmica en superficies aisladas eléctricamente, descomposición de nanotubos de carbono, método de Hummers, descarga de arco, ablación láser y técnicas de base química (Horiuchi et al., 2004) (Novoselov et al. 2012; Aigner et al., 2008) (Kataria et al. 2021) (Wu et al., 2009; Juang et al., 2009) (Cano et al., 2009) (Zaaba et al., 2017) (Antisari et al., 2010) (Yang, Hao, 2016)). Sin embargo, de estos y otros se busca la ruta más viable en términos de costo, idoneidad y sustentabilidad para la producción comercial de grafeno (Agudosi et al., 2020, p.14).

La que se considera como mejor técnica de obtención de grafeno es el clivaje de grafito, en términos de propiedades fisicoquímicas y bajo costo de obtención; no obstante, no puede ser escalable, volviendo el método CVD más atractivo. Se considera que estas dos metodologías son las más importantes para la obtención de grafeno (Urcuyo et al., 2021: pp. 52-53). Dentro de estos métodos destacables se encuentra la electrólisis, el cual no requiere instrumentación sofisticada, sin embargo, existen variables como voltaje de operación, concentración del electrolito, volumen del electrolito, dimensiones de las barras de grafito, tiempo de exfoliación, etc., que son necesarios conocer para lograr un proceso de obtención adecuado. Al partir de un grafeno esperado, se podría generar nuevos productos con calidades y características diferentes y mejoradas.

En esta investigación se busca obtener tinta de GPC mediante un método sencillo de bajo costo, como es la electrólisis. Además, verificar la calidad de esta y elaborar una esponja conductora a través de la impregnación de la tinta en poliuretano.

OBJETIVOS

Objetivo General

Aplicar la electrólisis como un método sencillo de bajo costo con el fin de obtener tinta de grafeno.

Objetivos Específicos

- Evaluar la tinta de grafeno obtenido por electrólisis.
- Caracterizar física y químicamente el grafeno obtenido.
- Impregnar el grafeno en poliuretano con el fin de analizar sus capacidades conductoras.

CAPÍTULO I

1. MARCO TEÓRICO REFERENCIAL

1.1. Antecedentes

Konstantin Novoselov y Andrew Geim mientras estudiaban las propiedades del grafito dieron con el grafeno, puesto que para obtener una muestra de grafito limpia para ser observada por el microscopio de efecto túnel (STM), se utiliza una cinta adhesiva para eliminar la capa superior, una vez estudiados los restos adheridos a la cinta, se observaron por el STM y se encontraron capas super-delgadas de grafito (Amor 2017). Aislaron el grafeno en la Universidad de Mánchester, obteniendo el mayor reconocimiento en el ámbito científico mundial, el Premio Nobel de Física en 2010, iniciando la fiebre del grafeno, pues sus propiedades lo convirtieron en el material más necesitado en diferentes ramas de la ciencia y de la ingeniería (Menéndez, Blanco 2016).

En Ecuador se han estado buscando métodos de obtención de grafeno de diferente naturaleza y en diferentes universidades. En la Tabla 1-1. se presentan diferentes investigaciones sobre la obtención de grafeno por el método de exfoliación electroquímica alrededor del mundo y en Ecuador.

Tabla 0-1: Investigaciones recientes que han utilizado electrólisis en grafito.

Trabajo	Objetivo General	Conclusión	Referencias
Caracterización eléctrica de uniones moleculares usando grafeno obtenido mediante exfoliación electroquímica	Caracterización eléctrica de uniones moleculares usando grafeno obtenido mediante exfoliación electroquímica	Caracterización eléctrica de uniones moleculares usando grafeno obtenido mediante exfoliación electroquímica	(Yépez 2021).
Production and processing of graphene and Related materials	Presentar una descripción general de las principales técnicas para la producción y el procesamiento de grafeno y materiales relacionados (GRM), así como los	Presentamos las principales técnicas de producción, transferencia y funcionalización de grafeno, materiales en capas relacionados y heteroestructuras.	(Backes et al. 2020).

	procedimientos clave de caracterización	También resumimos las técnicas clave de caracterización. Brindamos detalles y procedimientos prácticos clave para ayudar al lector a reproducir los resultados.	
Obtención de grafeno monodisperso mediante exfoliación electroquímica y centrifugación en cascada y su uso para la fabricación de películas delgadas	Obtener grafeno monodisperso mediante exfoliación electroquímica de grafito y LCC para la fabricación de películas delgadas	La exfoliación electroquímica es un método sencillo y rápido para la obtención de grafeno y dispersarlo en etanol permite obtener grafeno disperso a concentraciones aproximadamente de 0.323 mg*ml ⁻¹	(Narváez 2019).
Oxidación electroquímica de grafito y su aplicación como soporte de nanopartículas de pt para la reacción de reducción de oxígeno (rro) en celdas de combustible	Obtener un grafito exfoliado y ligeramente oxidado como soporte de Nanopartículas catalíticas de Pt y evaluar su respuesta electrocatalítica hacia La RRO en celdas de combustible.	Mediante la aplicación de cronoamperometría se logró oxidar/exfoliar grafito. Las micrografías por SEM muestran láminas de GEO muy amplias, comprobando una buena exfoliación al usar los electrolitos H2SO4 y H3PO4. Por el contrario, las micrografías de SEM para el GEO-HNO3 se	(Terán 2019).

		observa hojas traslapadas, posiblemente faltó sonicar por más tiempo.	
Obtención de grafeno mediante exfoliación electroquímica de grafito para fabricar sensores de presión usando esponjas de poliuretano	Obtención de grafeno mediante exfoliación electroquímica de grafito para fabricar sensores de presión usando esponjas de poliuretano	La exfoliación electroquímica es un método efectivo para la obtención de grafeno en solución mediante el control de parámetros como el voltaje y concentración del electrolito	(Sumba 2018).
Electrochemical synthesis of graphene and its application in Electrochemical sensing of glucose	Informar sobre la exfoliación electroquímica de grafito a grafeno y su aplicación en la detección de glucosa no enzimática.	El análisis espectroscópico y microscópico confirmó la formación de láminas de grafeno de una sola capa. El sensor desechable mostró muy buena sensibilidad.	(Resmi et al. 2018).
High-quality thin graphene films From fast electrochemical exfoliation	Encontrar los parámetros adecuados para sintetizar películas de grafeno de alta calidad usando exfoliación electroquímica	Se demostró un método para obtener láminas de grafeno mediante exfoliación electroquímica de grafito. Las láminas de grafeno exfoliadas exhiben un tamaño lateral de hasta 30 μm .	(Su et al. 2011).

Realizado por: García, Javier, 2022.

El grafeno ha traído un cambio revolucionario en el campo de la nanoelectrónica, expandiéndose en la ciencia médica, nano robótica y fabricación comercial de productos sintetizados con grafeno (Bhuyan et al. 2016, p.65).

1.2. Justificación

El uso de grafeno para la creación de nuevos materiales ha crecido en los últimos años y es debido a sus extraordinarias y únicas propiedades (Agudosi et al., 2020, p.3). Una de esas áreas es la microelectrónica que requiere materiales de respuesta rápida y de mejor rendimiento electrónico.

La vida acelerada del hombre y sus necesidades busca obtener productos con mejores características y a menor costo. Entre estos productos está el grafeno que es más fuerte que el acero, con una conductividad térmica de $5000 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$, transparente y antimicrobiano. Es por ello, que existen varias metodologías para la obtención de este material, sin embargo, el método de electrólisis requiere instrumentación sencilla, es amigable con el medio ambiente y se podría obtener grafeno de alta calidad (Backes et al., 2020, p.42).

El desarrollo de esta investigación permitirá contribuir al establecimiento de procedimientos de obtención de tinta de grafeno de pocas capas (GPC), los parámetros de obtención, así como de la impregnación de la misma en esponjas de poliuretano para la fabricación de un polímero conductor. En Chimborazo-Riobamba se han presentado estudios sobre la producción de grafeno, pero no se ha desarrollado alguno hasta la fecha con el método de electrólisis. La obtención de información sobre la elaboración de tinta de grafeno de pocas capas (GPC) contribuirá al conocimiento de los investigadores nacionales enfocados en esta temática y en esta metodología viable que requiere instrumentación básica.

1.3. Planteamiento del Problema

El grafeno es el material del futuro, sin embargo, su principal problema es que las cantidades producidas son muy bajas y resultan insuficiente para usarlo en la industria lo cual frena a las aplicaciones comerciales.

La fabricación de grafeno a gran escala conlleva una alta complejidad, esta converge en dos aspectos, el precio y la cantidad. La fabricación de grafeno de alta calidad tiene la condición de ser excesivamente cara, mientras que la fabricación de grafeno de baja calidad puede ser fabricado en mayor volumen. Para ambos casos se utilizan distintos métodos de fabricación (Amor, 2017, p.33). A

nivel mundial muchos países trabajan sin descanso para dar con un método más rentable en la producción de grafeno y su uso en la microelectrónica (Catania, 2021: 1A).

Ecuador también ha estado incursionando en el desarrollo de grafeno y su aplicación en diferentes campos, sin embargo, la producción en masa y la distribución hacia universidades para su estudio ha sido limitado por la escasez de este material. Por tanto, es necesario el desarrollo de técnicas de producción de grafeno de bajo costo.

Por tanto, se plantea como método para la obtención de grafeno a la electrólisis, con una solución acuosa de ácido sulfúrico como electrolito con molaridad 0,1 M y barras de grafito de tres dimensiones y diferentes voltajes iniciales y finales de operación.

1.4. Base teórica

1.4.1. Grafito

Mineral compuesto de carbono con alto nivel de pureza. Se caracteriza por tener estructura compacta. Su color es negro con brillo metálico, graso al tacto y es considerado como un buen conductor de la electricidad y el calor. El grafito se forma en la naturaleza en ambientes de alta presión y temperatura. Está constituido por agregados cristalinos, pudiendo variar considerablemente la forma y tamaño. Sus propiedades dependen en gran medida de las imperfecciones que presente en su estructura, las cuales suelen ser frecuentes (Zappettini et al., 2011, p.3).

1.4.2. Grafeno

El grafeno se ha definido como un “hidrocarburo aromático policíclico infinitamente alternante de anillos de solo seis átomos de carbono, con una hibridación tipo sp^2 (Menéndez, Blanco 2016) distribuido como una lámina de carbono de un solo átomo de espesor (Solís, 2011, p.5). Ilustración 1-1.

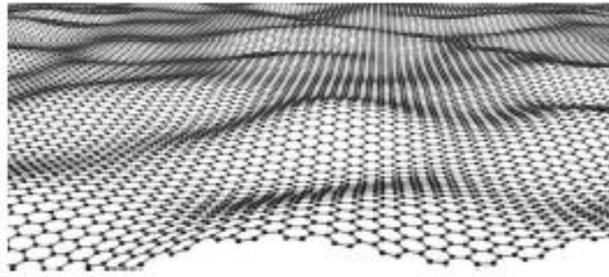


Ilustración 1-1: Modelo ideal de lámina de grafeno

Fuente: García et al., 2013, p.2.

El carbono es parte de la estructura del grafeno, éste está presente en diferentes estructuras cristalinas, entre las estructuras más destacadas están el diamante, fullerenos, nanotubos y grafito. El carbono amorfo se ha considerado como otra forma del elemento (Menéndez y Blanco 2016; citados en Pérez, 2021). Estas diferencias son debido a la capacidad de impregnación (interacción de orbitales atómicos dentro de un átomo para formar nuevos orbitales híbridos). “Los orbitales atómicos híbridos son los que se superponen en la formación de los enlaces, dentro de la teoría del enlace de valencia, y justifican la geometría molecular) de los orbitales atómicos, generando tres tipos de enlaces: sp^3 , sp^2 y sp (García et al. 2013, p.1). (Ilustración 2-1).

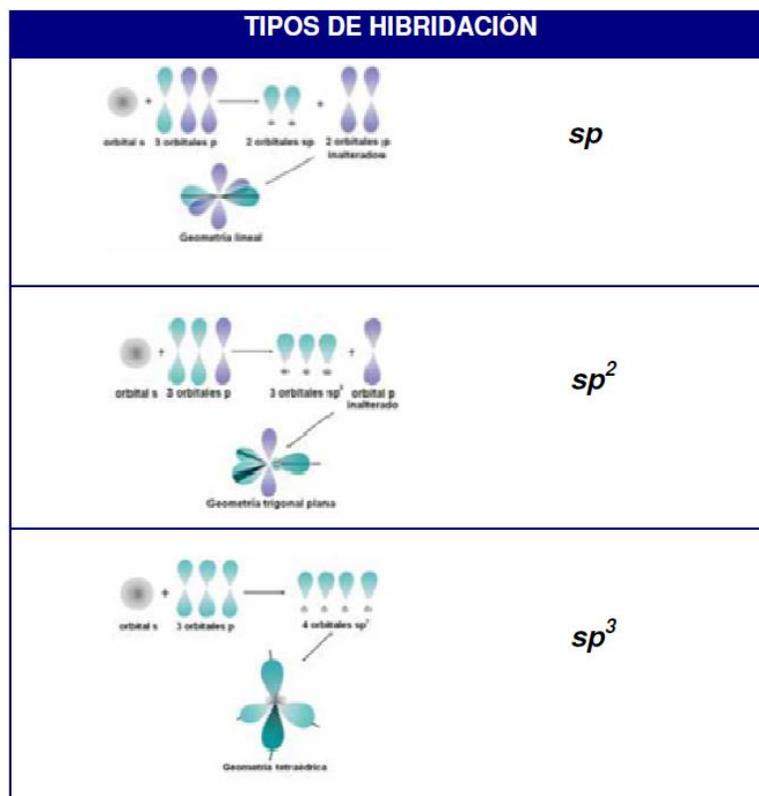


Ilustración 2-1: Tipos de hibridación

Fuente: García et al., 2013, p.4.

Las propiedades del grafeno son únicas ya que su estructura es la de un cristal bidimensional. Los electrones se mueven como si no tuvieran masa, comportándose como fotones (Gómez, 2013, p.10). Existen, además, grafenos de distintas calidades (materiales sintetizados tipo grafeno de muy diversa estructura y propiedades). Estas propiedades pueden ser importantes para algunas aplicaciones prácticas como: resistencia mecánica, conductividad eléctrica, almacenamiento de energía. El grafeno es muy atractivo debido a su transparencia óptica con apenas un 2.3 % de la luz blanca absorbida. A menudo los defectos mejoran el rendimiento de los materiales de carbono. (Amor, 2017: pp. 30-31).

No es lo mismo una agrupación de cuatro capas de grafito unidas debido a las fuerzas de Van der Waals, que cuatro láminas de grafeno apiladas. Al estar presentes las fuerzas de Van der Waals estas hacen que sus propiedades cambien debido a que, si se le aplica energía, parte de esta se verá afectada por las fuerzas de Van der Waals (Ilustración 3-1). Una forma muy sencilla de identificar el tipo de material es suspenderlo en un disolvente y someterlo a ultrasonidos para comprobar si se dispersan las láminas, en cuyo caso se trataría de grafeno (Potts et al., 2011, p.18).

La estructura laminar hace que el grafito sea un material marcadamente anisótropo (materiales cuyas cualidades como elasticidad, temperatura, conductividad, velocidad de propagación de la luz, varían

según la dirección en que son examinadas). Se han previsto o demostrado una variedad de usos para las plaquetas de grafeno funcionalizado (por sus siglas en inglés GNP) y los materiales a base de grafeno, y su uso como relleno compuesto ha atraído un interés considerable (Potts et al., 2011, p.6).

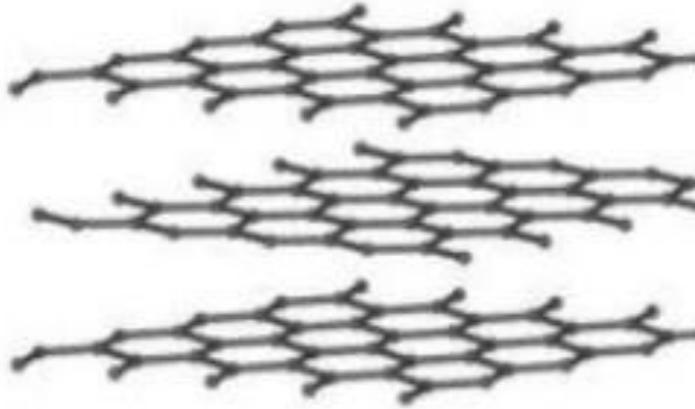


Ilustración 3-1: Láminas de grafeno formando una estructura de grafito

Fuente: Guacho et al. 2019, p.5.

1.4.3. Estructura del Grafeno

El grafeno es una estructura de carbono bidimensional y ligero. Tiene una gran superficie específica (2600 m²/g) constituida por una sola capa de átomos de carbono sp² en una red hexagonal. Posee alta densidad e impermeabilidad, impidiendo la penetración de moléculas tan pequeñas como las del gas de helio. Sin embargo, deja pasar el agua sin dificultad. Esta propiedad abre las puertas a muchas posibilidades, como la separación y filtración de sustancias, destilación de ciertos líquidos, la producción de biocombustible, la eliminación de tóxicos en el agua o la purificación de ciertos productos químicos (Geim y Kim, 2008, p.93).

1.4.4. Propiedades extrínsecas del Grafeno

El grafeno es considerado un objeto donde todo su cuerpo es su superficie. Debido a dicha característica este es mucho más propenso a las perturbaciones ambientales que otros materiales. Como consecuencia, los procesos de síntesis a presión atmosférica y temperatura ambiente son poco precisos y son más propenso a errores (González et al., 2010, p.44).

1.4.5. Propiedades Electrónicas del Grafeno

El grafeno presenta propiedades de un material semimetálico ya que cuenta con una banda de energías prohibidas (por sus siglas en inglés GAP) de cero como el de los metales. Sin embargo, la densidad de estados en el nivel de Fermi es nula. Los semiconductores presentan esta característica por lo que se considera un semiconductor de GAP nula (Ilustración 4-1). En tanto que su estructura electrónica de bandas presenta una dispersión lineal respecto al momento para bajas energías, semejante a la que proporciona la ecuación de Dirac para los fermiones de masa nula Ecuación 1.1.

$$E = v_F p$$

Ecuación 1.1.

Por tanto, convierte al grafeno monocapa en un sistema bidimensional de fermiones de Dirac de masa nula, siendo de suma importancia para comprender sus propiedades inusuales (Solís, 2011, p.9).

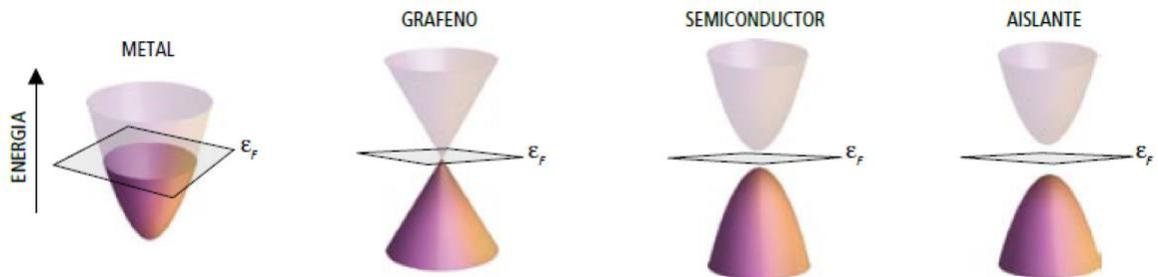


Ilustración 4-1: Configuración de bandas de distintos elementos

Fuente: Amor, 2017, p.19.

Algunas de las propiedades que tiene el grafeno es la alta movilidad de electrones a temperatura ambiente ($250,000 \text{ cm}^2/\text{Vs}$), conductividad térmica excepcional (5000 Wm/K) (Singh et al., 2011, p. 1181). Alta capacidad para enlazarse con otros átomos (Arenas, 2017; citado en Pérez et al., 2021, p. 135) y es un semiconductor de brecha cero con excelentes propiedades de transporte a temperatura ambiente (Novoselov et al., 2000, p.666). Se ha prestado mucha atención al grafeno debido a su capacidad de retardar electrostáticamente las moléculas mediante la aplicación de fuertes fuerzas de Van Der Waals e interacciones entre partículas (Wang et al., 2016, p. 295).

1.4.6. Propiedades Mecánicas del Grafeno

La impregnación presente en los enlaces de carbono incide directamente en las propiedades de dureza y rigidez del grafeno (Ilustración 5-1), confirmándolo como el material más fuerte jamás medido. Una capa de grafeno presenta flexibilidad siendo capaz de soportar una deformación elástica en exceso del

20%. Mediante técnicas de microscopía de fuerza atómica se ha llegado a determinar la resistencia a la tracción, 130 GPa, y el módulo de Young, 1 TPa, que se encuentra entre los valores más altos de todos los materiales (Amor, 2017, p.30). Estas propiedades dan al grafeno una estructura maleable.



Ilustración 5-1: Configuraciones del carbono (variantes del grafeno) (a) Fullerenos (b) Nanotubo de Carbono (c) Grafeno.

Fuente: Castro, 2013, p. 6.

La mayor parte de los trabajos publicados en esta área se centran en el uso de óxido de grafeno y óxido de grafeno reducido, aunque también se trabaja con grafeno prístino (Amor, 2017, p. 15).

1.5. Métodos de obtención

Tabla 2-1: Métodos de obtención/preparación de grafeno en diferentes campos.

<i>Tema</i>	<i>Objetivos</i>	<i>Metodología</i>	<i>Principales Resultados</i>	<i>Referencia</i>
Obtención de grafeno a partir de <i>Shewanella oneidensis</i> para desalinización del agua	Obtener grafeno mediante la reducción de OG con la bacteria <i>S. oneidensis</i>	Síntesis de OG. Cultivo de <i>S. oneidensis</i> Solución OG y <i>S. oneidensis</i> .	Se obtuvo grafeno mediante la reducción de OG con la bacteria <i>S. oneidensis</i> . Del material obtenido se puede elaborar una membrana para ser utilizada en la desalinización del agua mediante osmosis inversa.	(Pérez et al. 2021).
Ultra-large sized graphene nano-platelets (GnPs) incorporated polypropylene (PP)/GnPs composites engineered by melt compounding and its thermal, mechanical, and electrical properties	Incorporar GnP de tamaño muy grande (~150 μm) en PP mediante extrusión por fusión seguida de moldeo por inyección.	Mezcla y derretimiento	Se incorporaron GnP de tamaño muy grande (~150 μm) en PP mediante extrusión por fusión seguida de moldeo por inyección. Aunque era probable que la nucleación inicial para la cristalización de la matriz polimérica fuera promovida por la introducción de GnP, el grado de cristalinidad y los tipos de cristalino permanecieron sin cambios con el aumento de la concentración de rellenos.	(Jun et al. 2018).
Free-standing fluorine and nitrogen co-doped	Sintetizar ánodos de FNGP independientes mediante un proceso	Técnica hidrotérmica (método de 2 pasos)	Los ánodos de FNGP independientes se sintetizaron mediante un proceso solvotérmico, en el que la cantidad de	(An et al. 2017).

graphene paper as a high-performance electrode for flexible sodium-ion batteries	solvotérmico, en el que La cantidad de dopaje de F y N y sus configuraciones podían ajustarse mediante la temperatura solvotérmica.		dopaje de F y N y sus configuraciones podían ajustarse mediante la temperatura solvotérmica. Las muestras de FNGP preparadas se usaron como ánodos independientes en SIB sin ningún aglutinante ni aditivo. FNGP-120 exhibió un mejor rendimiento de almacenamiento de Na+	
Nitrogen doped graphene quantum dots: Efficient fluorescent chemosensor for the selective and sensitive detection of 2,4,6 trinitrophenol	Fabricación de N-GQD altamente luminiscentes y solubles en agua.	Técnica hidrotérmica asistida con microondas	se utilizó un procedimiento de pirólisis térmica fácil, verde y eficaz para la fabricación de N-GQD altamente luminiscentes y solubles en agua.	(Kaur et al. 2017).
A facile method for preparing nitrogen-doped graphene and its application in supercapacitors	Desarrollar grafeno N-dopado de alto rendimiento mediante un método sencillo con los DDGS como precursores de carbono y nitrógeno.	Tratamiento térmico	La temperatura de carbonización se encuentra como el factor clave para las propiedades del grafeno dopado con N. La observación más importante es que la muestra N-700 presentó una alta capacitancia específica (324 F g ⁻¹) y una resistencia interna extremadamente baja	(Jin et al. 2015).

			(0,1 U) mientras se usa como electrodo para supercondensadores.	
Upconversion and Downconversion Fluorescent Graphene Quantum Dots: Ultrasonic Preparation and Photocatalysis	Sintetizaron GQD con excelentes propiedades de PL mediante un proceso de reacción ultrasónico directo y simple.	Deshidratación de grafeno con catálisis ácida	los GQD con excelentes propiedades de PL convenientemente mediante un proceso de reacción ultrasónico directo y simple. Los GQD preparados exhibieron un extraordinario comportamiento de PL independiente de la excitación.	(Zhuo et al. 2012).
Mechanical properties of graphene papers	Ensamblar láminas de grafeno capa por capa y estudiar mediante cálculos de primeros principios y un modelo analítico de cizallamiento de tensión deformable.	Oxidación Química	Se estudió la mecánica de los materiales de papel a base de grafeno donde se ensamblan láminas de grafeno capa por capa mediante cálculos de modelo analítico de cizallamiento de tensión deformable. En comparación con el modelo de cadena de tensión-corte, incluimos además la deformación elástica de las láminas de grafeno que tiene un impacto clave en las propiedades mecánicas generales de los papeles basados en grafeno	(Liu et al. 2012).
Thermal properties of the hybrid graphene-metal nano-micro-composites:	Mejorar la conductividad térmica al hibridar compuestos	Agitación mecánica y ultrasonidos	Se observó una mejora extremadamente fuerte de conductividad térmica en los compuestos híbridos de partículas de	(Goyal, Balandin 2012).

Applications in thermal interface materials	de partículas de grafeno-metal.		grafeno-metal. Los procesos físicos que conducen a tal mejora se explicaron cualitativamente. Los resultados obtenidos pueden conducir al desarrollo de una nueva generación de TIM de alta eficiencia para la gestión térmica de la electrónica avanzada.	
Fabrication of exfoliated graphene-based polypropylene nanocomposites with enhanced mechanical and thermal properties	Fabricar c PP/grafeno nanocompuesto con nanoláminas de grafeno exfoliadas bien dispersas utilizando un método ecológico.	Mezcla mecánica	Se fabricó con éxito nanocompuestos de PP/grafeno con nanoláminas de grafeno exfoliadas bien dispersas utilizando un método ecológico, es decir, primero usando la técnica de látex y luego mediante la técnica de mezcla por fusión.	(Song et al. 2011).
Graphene based materials: Past, present and future	Discusión sobre el impacto del grafeno y materiales relacionados en el medio ambiente	La exfoliación mecánica	Las separaciones DGU de dicha mezcla producen láminas de grafeno con espesores medios que aumentan en función de su densidad de flotación.	(Singh et al. 2011).

Realizado por: García, Javier, 2022.

1.5.1. Exfoliación Electroquímica o Electrólisis

Se denomina electrólisis a los fenómenos que se efectúan en la interfase electrodo-electrolito bajo la acción de una corriente eléctrica. Se realizan en dos electrodos: ánodo y cátodo. Este proceso produce una reacción redox que de otra forma no ocurriría, por ser no espontánea. La electrólisis es uno de los métodos de producción más importantes en la industria, en específico de la galvanoplastia (González y Montagut, 2015, p. 244).

En general, la electrólisis se realiza empleando corriente continua, aunque existen casos en que se realiza con corriente alterna como en el bióxido de manganeso por electrólisis del nitrado de manganeso en electrodos de platino (Ilustración 6-1). La corriente alterna se emplea para el ataque electroquímico de piezas metálicas disuelva los metales del grupo del platino con el fin de preparar electrolitos (Holguín et al., 2010, p. 169).

La estructura del grafito base y su pureza, están fuertemente relacionados con la oxidación/exfoliación electroquímica de grafeno, usando como electrodo grafito pirolítico altamente orientado, siendo el material de características cristalinas más destacables, también se han usan hojuelas, papel, barras de grafito y polvo de grafito.

El experimento más común cuya configuración de síntesis fue eficiente con velocidad de exfoliación alta es en el que se utilizan barras de grafito extraídas de lápices. (Terán, 2019, p. 29) .

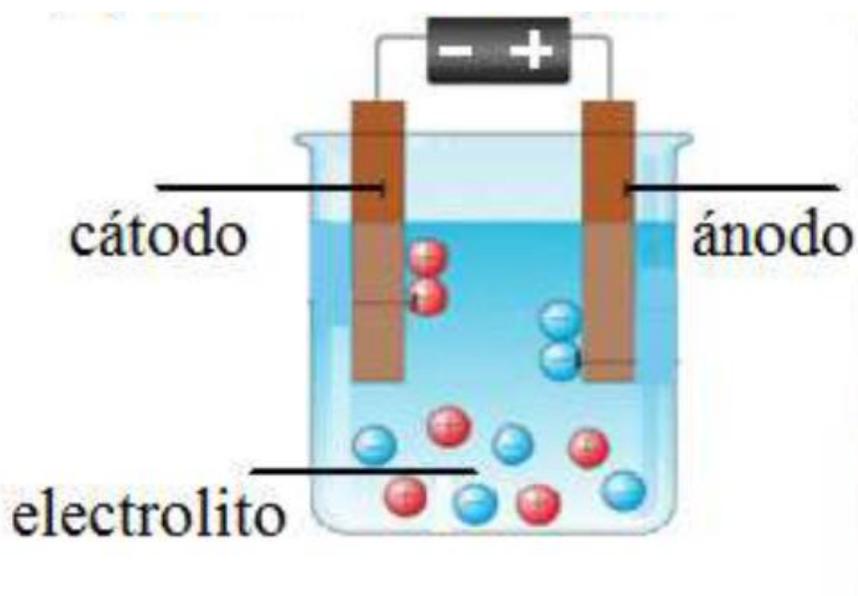


Ilustración 6-1: Representación simple del proceso de electrólisis

Fuente: Narváez, 2019, p. 13.

La composición de la celda o pila electrolítica consta de un electrolito (en disolución o en estado fundido), donde se colocan dos electrodos que se conectan a cada uno de los polos de una corriente continua, como una batería, para establecer un circuito eléctrico completo. Los electrones trasladan la corriente desde la batería por medio de alambres (conducción metálica). Los cationes y los aniones del electrolito llevan la corriente (conducción electrolítica) en el interior de la celda. Los electrones actúan como punto de cambio de conducción metálica a electrolítica, o viceversa. Este cambio en el tipo de conducción implica una reacción química en cada electrodo, en la cual los iones (cationes) en la disolución en un electrodo aceptan electrones, mientras que en el otro electrodo (aniones), alguna especie libera electrones que son devueltos a la batería por medio de alambres conectores (Sumba, 2018: pp 15-17).

El proceso de electrólisis consiste en aplicar un potencial a un electrodo de grafito que está sumergido en una solución electrolítica donde ocurre formación de compuestos interlaminares (por sus siglas en inglés CIG). Esto sucede al aplicar un voltaje positivo haciendo que la corriente que pasa a través del electrodo, el cual retira electrones del grafito, cree una carga positiva, permitiendo una intercalación de aniones entre las capas de grafito creando los CIG y aumentando el espacio entre las capas. Luego, entre las capas se intercalan moléculas y lleva a la descomposición química de CIG para dar paso a la formación de grafeno. La configuración experimental que se usa para este método contiene: un electrodo de trabajo que puede ser barras de grafito, láminas, HOPG (Highly Oriented Pyrolytic Graphite), un contraelectrodo (barra de grafito o malla de platino), electrolito (acuoso u orgánicos) y finalmente una fuente de alimentación (Terán, 2019, p. 29).

1.6. Parámetros en el proceso de electrólisis

El electrolito es un parámetro importante para la oxidación. Se han utilizado líquidos iónicos, ácidos acuoso como ácido bromhídrico (HBr), ácido clorhídrico (HCl), ácido sulfúrico (H_2SO_4), ácido perclórico ($HClO_4$), ácido nítrico (HNO_3) o sales inorgánicas acuoso como sulfato de amonio ($(NH_4)_2SO_4$), sulfato de sodio (Na_2SO_4), sulfato de potasio (K_2SO_4). Su *et al*, utilizaron una solución electrolítica mezclando H_2SO_4 e KOH aplicando un voltaje de 2.5 V durante los primeros segundos para humedecer la superficie del electrodo y después, para activar y oxidar al grafito aumentaron el voltaje hasta 10 V. Como resultado obtuvieron hojas de óxido grafeno con un tamaño de 30 μm . Al optimizar los parámetros, observaron que a un pH extremadamente bajo el H_2SO_4 produce una gran cantidad de defectos sobre la hoja de grafeno, pero al adicionar el KOH para aumenta el pH la velocidad de oxidación disminuye (Terán, 2019, p.29).

Narváez (2019) aplicó una diferencia de potencial inicial de 2V donde se formaron iones OH^- cuyo tamaño es de 0,25 nm. Estos pueden ingresar entre las capas de grafito debido a que el espacio entre capas es de 0,335 nm generando igualdad de espacio entre capas. Al aumentar el voltaje a 10 V, los iones de SO_4^{2-} cuyo tamaño es de 0,460 nm, moléculas de agua, CO y O_2 , se infiltran en los espacios entre capas provocando así una separación de capas de 0.5 nm, debilitando las fuerzas de Van der Waals y produciendo así la exfoliación. Como resultado en la mezcla se forman especies gaseosas como SO_2 , CO y O_2 . Una vez ocurrida la exfoliación estos se liberan en el líquido y finalmente en el aire (Sumba, 2018, p.19). En este caso se usará H_2SO_4 .

1.7. Polímeros

Los polímeros son un tipo de macromoléculas constituidas por cadenas de unidades más simples llamadas monómeros que se encuentran unidas entre sí mediante enlaces covalentes. Generalmente son moléculas orgánicas importantes tanto en el mundo natural como en el industrial. Entre estas moléculas se incluyen el ADN en las muestras con células, el almidón de las plantas, el nailon y la mayoría de los plásticos (Ilustración 7-1) (PUCP, 2011: 1A).

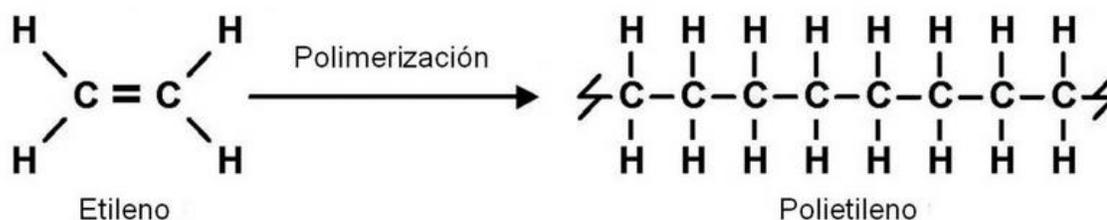


Ilustración 7-1: Proceso de polimerización

Fuente: PUCP, 2011: 1A.

Los electrones que forman enlaces en los polímeros tienen la particularidad de estar asociados a un par de átomos en específico dentro de la molécula y por lo tanto no se pueden desplazar, esto quiere decir que se encuentran localizados. Esta es la razón por la cual la mayoría de los polímeros son aislantes (PUCP, 2011: 1A).

1.7.1. *Propiedades y características de los polímeros*

Los polímeros no poseen buenas propiedades de conducción eléctrica por lo que suelen emplearse como aislantes en la industria eléctrica, un ejemplo es el recubrimiento utilizado en los cables. Sin embargo, existen polímeros conductores, creados en 1974. La temperatura es un factor importante de los polímeros. A bajas temperaturas se tornan duros y frágiles, mientras que a temperaturas normales tienen mayor elasticidad y maleabilidad. Cuando la temperatura aumenta hasta su punto de fusión, empiezan a perder su forma o descomponerse (Ondarse, 2021:1A).

1.7.2. *Polímeros conductores.*

Los polímeros conductores al poseer características de plásticos, (bajo peso, resistencia a la corrosión, flexibilidad y versatilidad en la formación) con la conducción de corriente han sido objeto de una gran cantidad de estudios dando paso a incontables aplicaciones, como revestimientos anticorrosivos y el desarrollo de biosensores (Tkach et al., 2013, p.9).

Un polímero conductor consiste básicamente en una cadena carbonada muy larga que presenta una conjugación muy extendida, esto quiere decir que posee alternancia de enlaces simples y dobles. Consiguiendo así, que sus electrones tengan cierta libertad de movimiento. El poliacetileno es uno de los polímeros conductores más simple en el cual es fácil de observar este tipo de estructura (Shirakawa et al., 1977, p. 579).

La conductividad en los polímeros conductores puede alcanzar valores metálicos, pero debido a los procesos externos como dopado y preparación, la naturaleza de la conducción es diferente (Tkach et al. 2013, p.13).

Tabla 3-1: Recopilación de trabajos en síntesis de polímeros conductores.

Trabajo	Objetivo Principal	Conclusión	Bibliografía
Sensores electroquímicos de ácidos ascórbico basado en electrodos modificados con polianilinas autodopadas	Caracterización de los copolímeros de anilina con ácido 2-aminobenzoico PANI-co-ABA, y anilina con ácido 2-aminobencenosulfónico, PANI,-co-ABSA,	Se obtuvieron electrodos de carbón vítreo modificados con los copolímeros PANI-ci-ABA (copolímero conjugado de anilina y ácido 2 aminobenzoico) y PANI-co-ABSA	(Rivero 2012).

	mediante técnicas espectroscópicas y electroquímicas	(copolímero conjugado de anilina y ácido 2-aminobenzenosulfónico)	
Síntesis y caracterización de polímeros conductores basados en anilinas sustituidas y su aplicación en electrocatálisis.	Síntesis de nuevo polímeros conductores por métodos químicos y electroquímicos	Mediante métodos electroquímicos se han generado depósitos de Pt homogéneos y con alta dispersión a través de distintos programas de potencial en dos tipos distintos de soportes carbonosos, como grafito y carbón vítreo, y electrodos modificados con películas de polímeros como PANI y POAP	(Arias 2007).
Synthesis of Electrically Conducting Organic Polymers: Halogen Derivatives of Polyacetylene, (CH),	Sintetizar películas flexibles de color cobre de alta calidad del isómero cis y películas plateadas del isómero trans	La aleatoriedad del poliacetileno halogenado puede estar jugando un papel importante, el comportamiento general es como el de una serie de semiconductores con energías de activación que varían con el contenido de halógeno.	(Shirakawa et al. 1977).

Realizado por: García, Javier, 2022.

1.8. Bases conceptuales

1.8.1. Grafeno

El grafeno es una capa bidimensional de átomos de carbono con estructura hexagonal. Los enlaces de carbono tienen hibridación sp^2 , donde el enlace σ C-C en el plano es uno de los enlaces más fuertes en los materiales y el enlace π fuera del plano, que contribuye a una red deslocalizada de electrones, esto permite conducción de electrones en la estructura, y proporciona interacción débil entre capas de grafeno o entre el grafeno y el sustrato. Por estas características estructurales únicas, el grafeno posee unas características físicas excepcionales, llegando a ser uno de los materiales más codiciados en la comunidad científica (Huang et al., 2011, p.1877).

1.8.2. Resistencia Eléctrica

La Resistencia eléctrica (R) determina la intensidad de la corriente producida por un voltaje dado. Esta depende de las dimensiones geométricas del conductor, del material con que está constituido y de la temperatura. La unidad de medición es el ohmio (Ω) (Edminister y Nahvi, 1997: pp.9-15).

1.8.3. Electrólisis

Consiste en aplicar corriente eléctrica a través de un electrolito, entre dos electrodos conductores denominados ánodo(positivo) y cátodo(negativo). Donde los cambios ocurren en los electrodos. Al conectar los electrodos a una fuente de energía (generador de corriente directa) los iones negativos (aniones) se sienten atraídos eléctricamente por los ánodos, y los iones positivos (cationes) se sienten atraído por el cátodo. Una reacción de electrólisis puede ser considerada como el conjunto de dos medias reacciones, una oxidación anódica y una reducción catódica (Díaz, 2008, p.2).

1.8.4. Electrolito

El electrolito es la sustancia iónica que en solución se descompone al pasar la corriente eléctrica (Díaz, 2008, p.3).

1.8.5. Electrodo

Es el extremo de un conductor eléctrico el cual recibe o transfiere corriente eléctrica de un medio. Los medios más comunes son electrolitos, semiconductores, gases y otros elementos no metálicos

Desde la importante aplicación de los electrodos de grafito para la producción electroquímica de metales alcalinos, los materiales de carbono se han utilizado ampliamente tanto en electroquímica analítica como industrial. Los beneficios citados a menudo de los electrodos de carbono incluyen un costo razonable, una amplia ventana potencial, electroquímica relativamente inerte y actividad electrocatalítica para una variedad de reacciones redox (Tiwari et al., 2016, p.4).

1.8.6. Poliuretano

Polímero obtenido de bases hidrofílicas combinadas con diisocianatos. Su origen es de poliésteres (tipo de resinas elaboradas mediante la polimerización del estireno (hidrocarburo insaturado)), es el responsable de hacer de este un material plástico en diversas presentaciones, debido a que dependiendo de su configuración estas pueden ser desde un elemento poroso y flexible a una rígida, todo depende del proceso de producción (Alba, 2019: p.205-206). Los poliuretanos (PU) por regla general se caracterizan por contener la agrupación de la Ilustración 8-1.

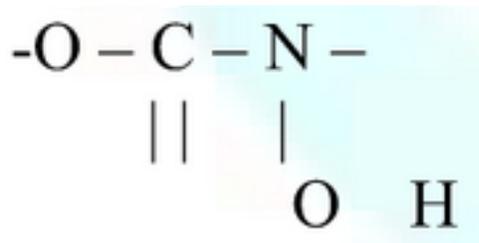


Ilustración 8-1: Modelo de poliuretano

Fuente: Alba, 2019, p.204.

1.9. Técnicas de Caracterización

1.9.1. Análisis Ultravioleta-Visible (UV-Vis)

Todos los métodos ópticos se basan en la interacción entre la energía electromagnética con la materia. (Castro-Beltrán et al., 2011, p.39). La espectrofotometría UV-Visible es una técnica de medición de la relación de concentración de masa presente tanto en elementos como compuestos. Está fundamentada en la medición de la radiación monocromática absorbida por el causante de desplazamientos electrónicos a capas superiores, estas transiciones determinan la región del espectro en la que tiene lugar la absorción (Sumba, 2018: pp.24-25).

La región del espectro electromagnético utilizada para la identificación y cuantificación de estructuras orgánicas comprende la región ultravioleta (1 a 400 nm) y la región visible (400 a 800 nm). La región ultravioleta cercano entre 200 a 400 nm es de mucha utilidad en la determinación estructural de insaturación conjugada, aromaticidad o de ciertos grupos insaturados con pares electrónicos libres como carbonilo, etc., mientras que la región visible que comprende entre 400 hasta 800 nm sirve para la determinación de grupos que posean transiciones electrónicas de muy baja energía, como sustancias que posean color, conjugados y ciertos complejos de metales de transición (Zumbado, 2015: pp.55-56).

En las moléculas, las transiciones electrónicas se presentan en forma de bandas de absorción, de las cuales interesa saber la posición de la máxima absorción, la intensidad y la anchura. La posición de la máxima absorción depende de la Energía de transición y se reporta como la longitud de absorción máxima ($\lambda_{\text{máx}}$) expresada en nm. Mientras que la intensidad conocida como coeficiente de extinción molar, coeficiente de absorción o coeficiente de absorptividad (ϵ) depende del momento dipolo de la transición al cuadrado. El valor de este coeficiente ϵ es directamente proporcional al cambio en la distribución de cargas, de tal forma que aumenta cuando existe un cambio en la distribución de cargas (Zumbado, 2015: pp.56-57).

El grafeno, motivo de estudio de este trabajo presenta un pico de mayor absorbancia en la región UV de 250 a 280 nm y un coeficiente ϵ que va desde 700 hasta 6600 dependiendo del tamaño de las hojas de grafeno y del medio en que esté disuelto. (Hernandez et al., 2008, p.12).

La absorbancia o densidad óptica de una solución está explicada con la ecuación:

$$A = -\text{Log } T = \frac{I_t}{I_i} \quad \text{Ec 1.1}$$

A = absorbancia

T = Transmitancia

I_i = Radiación incidente

I_t = Radiación transmitida

Una de las principales razones por la que utiliza el espectrofotómetro es su capacidad de proyectar un haz de luz monocromática (de una longitud de onda particular) a través de la muestra, midiendo la cantidad de luz que es absorbida por la muestra. Además, la relación de la intensidad del color y su relación a la cantidad de soluto dentro de la muestra.

Los métodos espectrofotométricos se basan en la ley de Lambert–Beer, la cual establece que existe una relación lineal entre la absorbancia y la concentración y el camino óptico (Zumbado, 2015: pp.58-59).

La cual se puede expresar en la siguiente fórmula:

$$A = \epsilon lc$$

Ec 2.1

A: absorbancia.

l: camino óptico en cm, m

ϵ : Coeficiente de absorción molar, extinción (L/mol.cm) o coeficiente de absorción (mL/mg.m)

c: concentración M, g/mL, mg/mL

Se producen transiciones de los electrones desde un orbital de enlace a un orbital antienlace excitado debido a la absorción de radiación electromagnética en la zona ultravioleta visible. Las transiciones energéticas asociadas a estos orbitales y responsables de la absorción, pueden ser de cuatro tipos fundamentales: $\sigma \rightarrow \sigma^*$, $n \rightarrow \sigma^*$, $n \rightarrow \pi^*$ y $\pi \rightarrow \pi^*$. Las energías necesarias para producir las transiciones electrónicas de los distintos tipos de orbitales moleculares difieren considerablemente (Ilustración 9-1) (Zumbado, 2015: p.57-60).

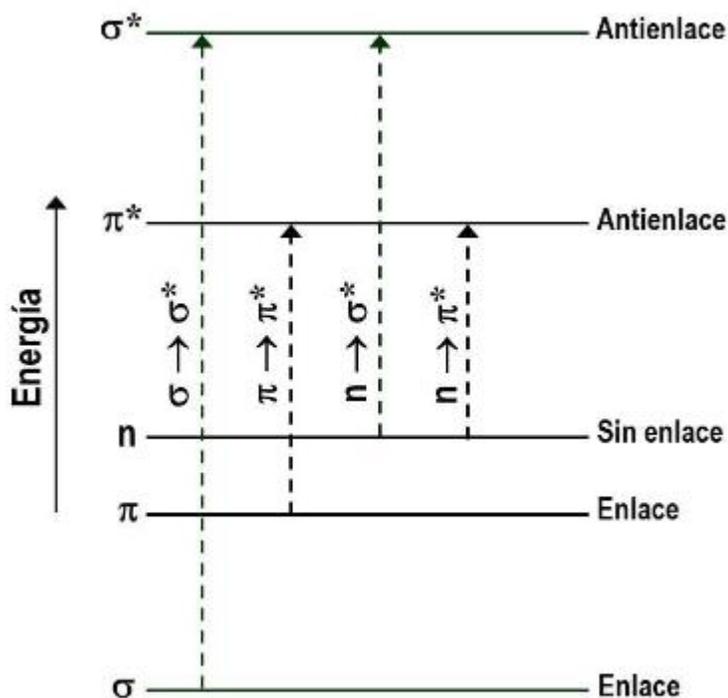


Ilustración 9-1: Transiciones electrónicas de los orbitales.

Fuente: Zumbado, 2015, p.63.

En el grafeno debido a su estructura de hibridación, contiene enlaces σ y π , abriendo paso a las transiciones $\pi \rightarrow \pi^*$ Figura 9.1. siendo características del espectro UV-Vis en la región de 200nm a 700nm (Zumbado, 2015, p.61).

1.9.2. Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR-ATR)

La absorción infrarroja (IR) es una de las técnicas fundamentales en el análisis cualitativo, puede dar información acerca de la naturaleza de los compuestos, de la existencia o no de grupos funcionales y de la estructura de las moléculas. (Narváez, 2019, p.18)

La espectroscopia IR es uno de los métodos de análisis que tienen una aplicación más general, puesto que todas las moléculas, orgánicas e inorgánicas absorben la radiación infrarroja con excepción del O_2 , Cl_2 y N_2 . La forma en que puede vibrar una molécula está relacionada con el número de enlaces y, por tanto, con el número de átomos que la componen debido a que la absorción molecular de la radiación IR lleva a una serie de transiciones con la más baja excitación

Además de las moléculas orgánicas, los compuestos inorgánicos simples como dióxido de azufre (SO_2), óxido de carbono (CO), ácido sulfhídrico (H_2S) y dióxido de nitrógeno (NO_2) también

absorben la radiación infrarroja, así como varios de complejos metálicos unidos por enlaces covalentes.

El método de Reflectancia Total Atenuada (ATR), es de las técnicas de mayor influencia y de gran versatilidad en la espectrometría de absorción infrarroja. Este método es de gran utilidad debido a que no se necesitan pre-tratar las muestras y en las mediciones no es necesario la alteración de estas. En esencia se dispara un haz de luz evanescente que atraviesa un prisma altamente refractivo permitiendo la incidencia del haz infrarrojo sobre la muestra en un ángulo de reflexión total, permitiendo que la luz se refleje totalmente en la interfaz entre el prisma y la muestra y cuya alteración genera el espectro de absorción correspondiente a la muestra.

Las regiones de distinción del espectro infrarrojo son: entre 4000 y 1300 cm^{-1} (región de grupos), donde las bandas de absorción están asociadas a los grupos funcionales presentes en la estructura molecular, estas tienden a tener influencia de fenómenos estructurales provocando así desplazamientos significativos en las frecuencias de vibración, relacionadas a grupos que contienen hidrógeno (C-H, O-H y N-H) o grupos con dobles o triples enlaces aislados. La región correspondiente a 1300-400 se denomina región de huella dactilar y está asociada a modos vibracionales característicos de los enlaces que conforman la estructura del analito en estudio, con la excepción de la presencia de dos enantiómeros, no existen dos moléculas con las mismas frecuencias vibracionales en esta región. (Melter Toledo, 2017, 1A).

Debido a que se analizará el FTIR-ATR del grafeno es necesario mencionar que, debido a la naturaleza del método, se pueden presentar diversos grupos funcionales relacionados a la oxidación del carbono. Cuando se obtiene una gran porción de grupos hidroxilos y carboxilos, es debido a que el óxido se formó a partir de un grafito poco cristalino, mientras que en un óxido de un grafito cristalino predominarán los grupos epóxidos. Es decir, el grafito base es un factor que definirá las características de los grupos funcionales oxigenados presentes en la estructura (Botas et al., 2012, p.9644).

1.9.3. Microscopia electrónica de barrido (SEM)

El Microscopio Electrónico de Barrido (por sus siglas en inglés SEM) utiliza un haz de electrones para formar una imagen. Permite el enfoque de la mayor parte de la muestra es una misma imagen. Tiene una gran profundidad de campo, lo que también es importante para producir imágenes de alta resolución en la muestra examinada con la posibilidad de magnificar la imagen sin perder resolución. El haz de electrones es medido por un detector de la zona de muestra midiendo la intensidad de este, siendo capaz de mostrar figuras en tres dimensiones. Su resolución depende del microscopio. Permite una aproximación profunda al mundo atómico (Ilustración 10-1) (Marín, 2020: pp.39-41).

El haz de electrones sale del cañón y cruza una lente magnética condensadora cuya función es concentrar aún más el ancho del haz, luego pasa a través de una bobina de barrida cuya función es redireccionar el haz para barrer la muestra punto por punto. Después a los electrones que llegan a la muestra pueden ser reflejados elásticamente sin pérdida de energía, pueden ser absorbidos y producir electrones secundarios de baja energía, y pueden ser absorbidos y producir rayos x, también pueden ser absorbidos y producir emisión de luz visible, incluso se puede dar la creación de corrientes eléctricas dentro de la muestra, todos estos efectos pueden usarse para producir una imagen, aunque lo más común es usar los electrones secundarios porque se presta a usarse con casi todo tipo de muestras. Los electrones secundarios que son emitidos por la muestra son captados por un colector de electrones, el cual registra la intensidad de electrones emitidos, después se amplifica la señal y se proyectó con un cinescopio de TV, el cañón de barrido está sincronizados de modo que cada punto que se ve en el cinescopio corresponde a un punto sobre la muestra.

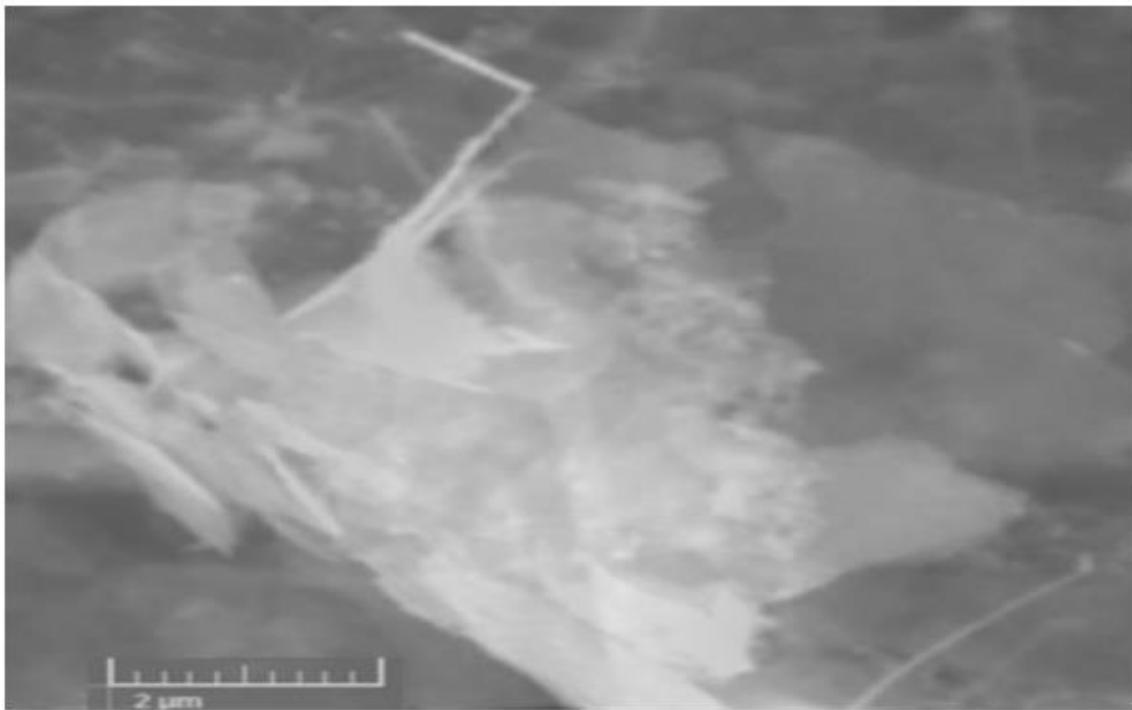


Ilustración 10-1: SEM de GPC suspendido en agua.

Fuente: Marín, 2020, p.39.

1.10. Impregnación de un polímero con un material conductor

Los factores que muestran resultados destacables al mejorar cualquier propiedad de un material son la dispersión (capacidad de un átomo de dispersar una onda electromagnética) y la relación de aspecto (relación largo ancho representada mediante una fracción) (Mohan et al., 2016, p.183).

A los compuestos, cuyo estudio es un análisis de partículas, la relación de aspecto no puede ser considerada ya que esta es aplicable solo a compuestos reforzados con fibra. Así que, en este caso, solo puede ser considerado el factor de dispersión. Sin embargo, es difícil evitar la formación de aglomeraciones o cúmulos presentar en los compuestos particulados, provocando partículas desconectadas en el sistema compuesto.

La conductividad eléctrica se puede mejorar con la adición de materiales de grafeno junto con un polímero secundario o relleno. La dispersión de las partículas de grafeno en una matriz polimérica es difícil y existe una restricción en la adición de grafeno por encima de cierto nivel (máximo del 10% en peso), debido a la formación de aglomerados, lo que da como resultado una mala conductividad (Mohan et al., 2016, p.181). Las propiedades mecánicas y la estabilidad térmica de los compuestos han presentado una mejora considerable y esta versatilidad de los nanocompuestos de grafeno/polímero apunta a su posible aplicación en automoción, aeroespacial, electrónica y embalaje (Mohan et al., 2016, p.182).

1.11. Aplicaciones de polímeros impregnados con materiales conductores

Las propiedades mecánicas dan una medida importante de la calidad del producto y las pruebas de tracción se pueden utilizar para evaluar el rendimiento de los compuestos reforzados con nanotubos de carbono. Se ha llevado a cabo un número significativo de investigaciones para mejorar las propiedades mecánicas de los nanocompuestos de grafeno/polímero. (Mohan et al., 2016, p.191).

El uso de impregnación de grafeno con polímeros para las creaciones de sensores permite que sean más sensibles, pequeños y ligeros, proporcionando varias posibilidades de diseño capaces de detectar cambios menores de la materia, trabajar de manera rápida y eficiente. Este producto se ha convertido en un objeto de uso cotidiano reemplazando a los sensores tradicionales por estos de menor coste y mayor efectividad, lo que ha abierto el camino a dispositivos de conversión y almacenamiento de energía, electrodos transparentes, celdas solares. En adición a esto, si se considera la posibilidad de tintas de grafeno, las posibilidades crecen aún más ya que dan lugar a procesos más sencillos y de menor costo, como lo son el drop cast (formación de una película sólida delgada al dejar caer una solución sobre una superficie plana seguida de la evaporación de la solución.), spray coating (la tinta

de impresión se fuerza a través de una boquilla por lo que se formará un aerosol fino) y spin coating (aplicar una película uniforme sobre una superficie sólida mediante el uso de fuerza centrífuga y utilizando una interfaz líquido-vapor). Estos métodos podrían dar lugar a la adición sencilla de aparatos electrónicos a objetos cotidianos como periódicos, fotografías impresas y cuadros pudiendo llegar así a las imágenes con movimiento en objetos ultradelgados (Sumba, 2018, p.12).

CAPÍTULO II

2. MARCO METODOLÓGICO

2.1. Hipótesis y Variables

2.2.1. *Hipótesis General*

Aplicando el proceso de electrólisis se podrá obtener tinta de GPC.

2.1.2. *Hipótesis Específicas*

- * Evaluando la tinta de grafeno de pocas capas (GPC) obtenida por el método de electrólisis se determinará si el porcentaje de rendimiento es óptimo.
- * La caracterización física y química del grafeno obtenido permitirá establecer si se produjo grafeno de pocas capas (GPC).
- * Impregnando tinta de grafeno de pocas capas (GPC) en las esponjas de poliuretano se podrá estimar las capacidades conductoras mediante los parámetros eléctricos resistencia y voltaje.

2.3. Identificación de variables

2.2.1. *Variables Independientes*

- * Concentración de los reactivos químicos.
- * Cantidad de voltaje.
- * Velocidad del centrifugado. (Rpm)
- * Tiempo de descomposición de las barras de grafito.
- * Tiempo de sonicación.
- * Tiempo de centrifugado.
- * Voltaje de entrada.

2.3.1. Variables Dependientes

- * Composición del filtrado.
- * Rendimiento de grafeno obtenido.
- * Concentración de la tinta.
- * Cantidad de grafeno obtenido.
- * Resistencia de la esponja impregnada.
- * Voltaje efectivo de la esponja impregnada.

2.4. Operacionalización de las Variables

Tabla 1-2: Operacionalización de las variables independientes.

Variable	Concepto	Unidad de medida	Indicador	Instrumento
Concentración de los reactivos químicos	Magnitud que permite conocer la proporción entre soluto y disolvente.	M (mol)	Soluciones químicas preparadas	Fórmulas y uso de proporciones de peso y volumen
Voltaje	Diferenciación de potencial eléctrico que existe entre dos puntos	V (voltios)	Lectura de instrumento de medida	Fuente de voltaje
Rpm del Centrifugado	Número de rotaciones completadas cada minuto por un cuerpo que gira alrededor.	Rpm	Lectura de instrumento de medida	Centrifugadora Branson 3510
Tiempo de descomposición de las barras de grafito.	Tiempo total en el que una barra de grafito se descompone en la solución de H ₂ SO ₄	Minutos	Lectura de instrumento de medida	Cronómetro
Tiempo de sonicación.	Tiempo total en el que la muestra después de ser filtrada y suspendida en agua es sonicada	Minutos	Lectura de instrumento de medida	Cronómetro
Tiempo de centrifugado	Tiempo total en el que la muestra después de ser	Minutos	Lectura de instrumento	Cronómetro

	filtrada y sonicada, es centrifugada			
Tamaño de la barra de grafito	Establecer las medidas específicas de las barras grafito empleadas	cm	Lectura de instrumento	Vernier
Voltaje de entrada	Energía aplicada directamente de la fuente de poder	V (voltios)	Lectura de instrumento	Multímetro

Realizado por: García, Javier, 2022.

Tabla 2-2: Operacionalización de las variables dependientes.

Variable	Concepto	Unidad de medida	Indicador	Instrumento
Composición del filtrado.	Polvo presente en el filtro el cual puede contener grafito, grafeno y contaminantes externos	g	Lectura de instrumento de medida	Balanza OHAUS EXPLORER
Rendimiento de Grafeno obtenido	Diferencia entre la masa de grafito y las GPC obtenido	g	Lectura de instrumento de medida	Balanza OHAUS EXPLORER
Concentración de la tinta.	Cantidad de grafeno presente con relación a la cantidad de agua destilada	g/mL	Lectura de instrumento de medida	Espectrofotómetro UV-VIS
Cantidad de grafeno obtenido	Masa total del polvo de GPC	g	Lectura de instrumento de medida	Balanza OHAUS EXPLORER.

Resistencia de la esponja impregnada	Oposición al flujo de corriente eléctrica a través de la esponja	Ω (ohm)	Lectura de instrumento de medida	Multímetro
Voltaje efectivo	Energía de salida	V (voltios)	Lectura de instrumento de medida	Multímetro

Realizado por: García, Javier, 2022.

2.5. Matriz de Consistencia

Tabla 3-2: Matriz de consistencia.

Tema: Obtención de grafeno a partir de grafito por el método de electrólisis		
Problema General	Objetivo General	Hipótesis General
¿Se podrá obtener grafeno de barras de grafito aplicando el método de electrólisis?	Aplicar la electrólisis como un método sencillo de bajo costo con el fin de obtener tinta de grafeno	Aplicando el proceso de electrólisis se podrá obtener tinta de GPC.

Problemas Específicos	Objetivos Específicos	Hipótesis Específicas	Variables Específicas	Método de análisis
¿La aplicación de métodos electroquímicos son adecuados para la obtención de grafeno?	Evaluar la tinta de grafeno de pocas capas obtenido por electrólisis.	Evaluando la tinta de grafeno de pocas capas obtenida por el método de electrólisis se determinará si el porcentaje de rendimiento es óptimo.	Cantidad de tinta de grafeno de pocas capas obtenida.	Medición de volumen
			Concentración de grafeno en la tinta	Medición de volumen y pesaje
¿Será posible obtener tinta de grafeno aplicando electrólisis a barras de grafito?	Caracterizar física y químicamente el grafeno obtenido.	La caracterización física y química del grafeno obtenido permitirá establecer si se produjo grafeno de pocas capas (GPC).	Composición química de la tinta	Observación en el microscopio de electrones
			Tamaño y forma de las láminas de grafeno	

<p>Se puede calcular el rendimiento de la tinta de grafeno de pocas capas (GPC) obtenida mediante la impregnación en una esponja de poliuretano y medir su resistencia y voltaje.</p>	<p>Impregnar el grafeno en poliuretano con el fin de analizar sus capacidades conductivas.</p>	<p>Impregnando tinta de grafeno de pocas capas (GPC) en las esponjas de poliuretano se podrá estimar las capacidades conductoras mediante los parámetros eléctricos resistencia y voltaje.</p>	<p>Resistencia</p>	<p>Medición por multímetro</p>
---	--	--	--------------------	--------------------------------

Realizado por: García, Javier, 2022.

2.6. Tipo y Diseño de Investigación

2.6.1. Tipo de Investigación

Esta investigación es de tipo experimental o cuantitativa. Ya que las barras de grafito se sometieron a determinadas condiciones, donde se identifican variables dependientes e independientes, que van a permitir obtener información contrastable, para mediante los resultados obtenidos de la manipulación de variables, inferir en una conclusión sobre la eficacia del tratamiento y método propuesto. Lo que conlleva a investigaciones anteriores con nuevas perspectivas en el ámbito de exfoliación electroquímica, y de acuerdo con los resultados, aceptar o rechazar las hipótesis planteadas.

De acuerdo con Hernández (2014, p.4) el enfoque de investigación cuantitativo se caracteriza por reflejar la necesidad de medir y estimar magnitudes de los fenómenos o problemas de investigación; además, el investigador plantea un problema de estudio delimitado y concreto sobre el fenómeno. Sus preguntas de investigación versan sobre cuestiones específicas. Esta investigación presenta un enfoque experimental o cuantitativa ya que las barras de grafito se someterán a determinadas condiciones, se identificarán variables dependientes e independientes, que permitirán cuantificar la información sobre la obtención de GPC y sobre la impregnación de la tinta de GPC en las esponjas de poliuretano con la finalidad de absolver los objetivos planteados en esta investigación.

Mientras que, de acuerdo con el tipo de investigación, este estudio es exploratorio y explicativo. Es exploratorio ya que para el planteamiento del problema y la presentación del marco teórico se realizó la revisión del estado del arte tema. Y también es explicativo debido a que este trabajo busca responder las relaciones de causa y efecto de las variables identificadas para su inferencia en ensayos similares.

2.6.2. Materiales y Equipos

Se usaron diferentes materiales de vidrio Pyrex como vasos de precipitación de 75, 100, 200, 300 y 500 mL, tubos de ensayo, probetas de 50, 200 y 500mL, kitsato de 300 mL, embudo, matraz, pipeta, además, pinzas de crisol barras de marco de acero inoxidable, embudo de Büchner de porcelana, cables de laboratorio de seguridad de 4mm 500mm, cinta adhesiva, soporte universal, espátula, papel filtro de grado 1 (Prolabor, Riobamba, Ecuador) y papel filtro (Albet) Número 5893-101, frascos de laboratorio de borosilicato color ámbar, pipeteador de precisión, desecador, *cuvettes* de cuarzo de 1cm (HACH 5600 Lindbergh Drive)

Además se utilizaron diferentes equipos como balanza analítica OHAUS EXPLORER EX623, bomba al vacío serie R FC-L.INV-010, sonicador Branson 3510, fuente eléctrica Kleinspannungsstelltrafo S 5910, multímetro PeakTech 2005 DMM, estufa ESCO OFA-54-8.

La caracterización de la tinta de GPC, grafito y esponjas se realizó con: Espectrofotómetro de Infrarrojo Jasco FT/IR-4700, Microscopio Electrónico de Barrido JEOL JSM-IT500HR, Espectrofotómetro UV-VIS HELIOS BETA UVB 140113.

Como reactivos se utilizó agua destilada tipo 2 PARACELSO (Prolabor, Riobamba, Ecuador), ácido sulfúrico de 95-97% de pureza N°CAS 7664-93-9.

2.6.2.1. Esquema metodológico

La metodología del trabajo de investigación se resume en la Ilustración 1-2

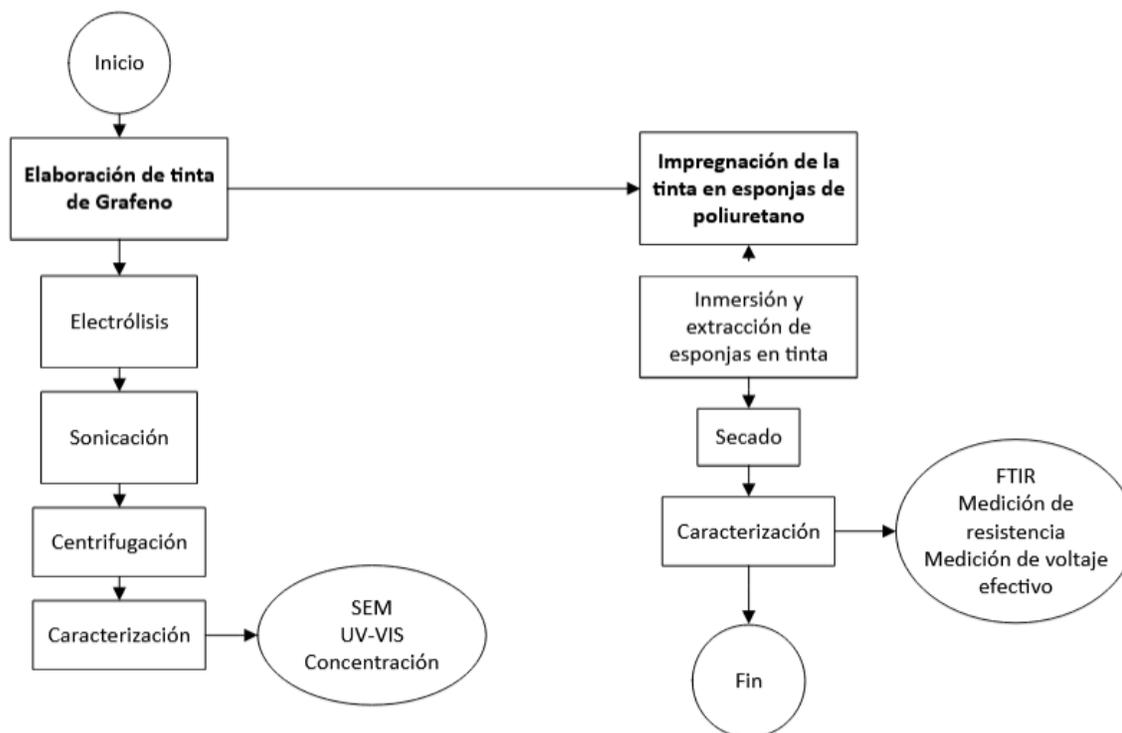


Ilustración 1-2: Esquema metodológico general de la investigación

2.6.3. Unidad de Análisis

Las unidades de análisis de esta investigación son: barras de grafito, tinta de GPC y esponjas de poliuretano impregnado. Se determinan las características de cada unidad de análisis siendo, el

tamaño de las barras de grafito, el análisis UV visible, la morfología de GPC usando el Microscopio Electrónico de Barrido (SEM) y los grupos funcionales de la tinta de GPC y de las esponjas

2.6.4. Tamaño de muestra

El número de muestras de acuerdo con el diseño experimental fueron 8.

2.6.5. Selección de la muestra

De acuerdo con Hernández (2014) la muestra es “un subgrupo de la población del cual se recolectan los datos y que debe ser representativo de ésta”. Para el caso que compete, las barras cilíndricas de grafito Walfront tienen características definidas como pureza al 99,9%, de 10 cm de largo y 1 cm de diámetro, cuyo acceso se realiza de forma directa. Por tanto, el acceso a la unidad de análisis barras de grafito fue muestreo no probabilístico por conveniencia.

2.6.6. Obtención de la tinta de grafeno de pocas capas

2.6.6.1. Preparación de electrolito.

La disolución se preparó dentro de la campana extractora de gases ya que el ácido es tóxico. Para ello, se midió el volumen calculado de ácido sulfúrico con ayuda de una pipeta, se colocó dentro del balón de aforo y se preparó 1L de disolución 0,1 M. Con ayuda de la fórmula de Molaridad y de dilución se determinó el volumen necesario.

$$M = \frac{D \cdot Ri}{100 \cdot pm} \quad \text{ec 1.2.}$$

Donde M = Molaridad (moles/L)

D = densidad en g/L

Ri = Riqueza (%)

pm = masa molar

$$C_1 V_1 = C_2 V_2 \quad \text{ec 2.2.}$$

C1 = Concentración inicial (M)

V1 = Volumen inicial (mL)

C2 = Concentración final (M)

V2 = Volumen Final (mL)

2.6.6.2. Montaje del equipo de electrólisis

En la ilustración 2-2 se presenta como los iones y moléculas interactúan.

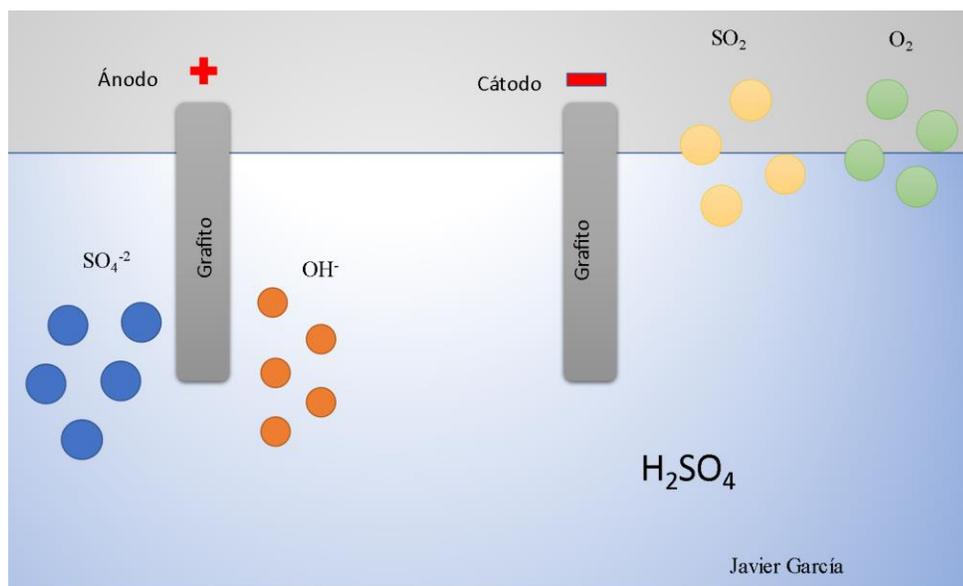


Ilustración 2-2: Montaje del equipo de electrólisis.

Realizado por: García, Javier, 2022.

2.6.6.3. Obtención de la tinta de grafeno de pocas capas

Para la obtención de la tinta de grafeno de pocas capas se siguió la metodología de Parvez et al. (2013: pp.7-8) e con modificaciones. Para ello, en el equipo de electrólisis se ubican las barras de grafito como ánodo y cátodo. La parte superior (20%) se sujetó en los lagartos provenientes de la fuente de poder y la inferior se sumergió en una disolución acuosa de H_2SO_4 a 0,1 M asegurándose que los lagartos no tengan contacto con la mencionada disolución. Según lo establecido en el diseño, se trabajó con voltajes iniciales (2, 5, 6, 20 V) durante 30 minutos por cada ensayo. Se aumentaron los voltajes (10, 15, 20, 25 V), hasta que la barra que actúa como ánodo sea consumida por completo. A continuación, se siguió la metodología de Sumba (2018: pp.15-23). La disolución sulfúrica con materiales exfoliados se filtró al vacío utilizando papel filtro grado 1 soportado en el embudo Büchner. Lo retenido en el papel filtro se lavó con agua destilada hasta eliminar el ácido sulfúrico. Seguidamente se suspendió en agua destilada cerciorándose de no sobresaturar la muestra, en este caso se usó desde 50 mL a 70 mL. Tras esto, se realizó la sonicación por 60 min, se pasó la muestra

a tubos falcón y se centrifugaron a 3800 rpm por 60 min. El líquido sobrenadante se recuperó (García 2019), debido a que los sedimentos más pesados de la muestra son pedazos de grafito que no lograron separarse exitosamente. Se centrifugó nuevamente hasta obtener el nivel más bajo posible de restos de sedimentos. Finalmente, se recuperó el líquido centrifugado y se obtuvo una muestra de tinta de grafeno de pocas capas, la cual se almacenó en un tubo falcon con tapa hasta su respectivo análisis.

2.6.7. *Diseño de Investigación*

Debido a la escasez de material referencial del método de electrólisis para la obtención de grafeno, es arriesgado definir los parámetros influyentes en la investigación, por esta razón, se ha optado por utilizar el diseño experimental de cribado definitivo en vista de la naturaleza de este de computar los parámetros individuales más influyentes en relación a los resultados de los ensayos, el método no requiere una gran cantidad de ensayos, por esta razón se propone la realización de 8 ensayos con cuatro variables.

Este software propuso el siguiente diseño de experimentación

Tabla 4-2: Propuesta del diseño experimental en orden a las variables de estudio.

OrdenEst	OrdenCorrida	Bloques	TipoPt
1	1	1	1
2	2	1	1
3	3	1	1
4	4	1	1
5	5	1	1
6	6	1	1
7	7	1	1
8	8	1	1

Realizado por: García, Javier, 2022.

Que traducido a las variables de estudio se tiene el diseño siguiente:

Tabla 5-2: Propuesta del diseño experimental con las variables de estudio

Barras superficie (cm ²)	Voltaje inicial (V)	Voltaje Final (V)	Volumen electrolito (mL)
28,274	5	10	500
12,566	10	20	500
6,283	20	25	500
3,142	5	15	300
3,142	2	10	300
3,142	2	10	250
3,142	2	10	250
3,142	2	10	250

Realizado por: García, Javier, 2022.

Las variables de respuesta seleccionada en la obtención de la tinta de GPC es la concentración de grafeno expresada en miligramos por mililitro (mg/mL) de tinta y la masa de GPC por ensayo.

Para la impregnación de las esponjas se desarrollaron 3 ensayos con una muestra de tinta, el proceso consistirá en sumergir la esponja en una cantidad de tinta específica y se medirá la cantidad de líquido que absorberá la esponja.

2.6.8. Caracterización de la tinta de GPC

2.6.8.1. Análisis de la tinta de grafeno de pocas capas por UV-Visible

El análisis de la tinta de grafeno de pocas capas utilizó como base la metodología de Marín (2020, p.24). Se colocaron los cuvettes en la interfaz del equipo, se introdujo la línea base usando la celda de cuarzo con el disolvente (agua-2mL) y se empezó el barrido. Realizada la línea base se colocó en la cuvette de cuarzo una disolución formada por 2.0 mL de agua destilada con 0,1mL de tinta de pocas capas

de grafeno. Esta se colocó en el equipo y se corrieron barridos de absorción de 200 a 500 nm. El software Thermo suministró los datos de absorbancia contra longitud de onda, una vez obtenidos los datos se determinó el pico característico de absorbancia y se comparó con bibliografía establecida para determinar si corresponde o no a la presencia de GPC. Posterior a esto se utilizaron estos datos para el cálculo de la concentración.

2.6.8.2. Concentración de la tinta de GPC

El cálculo de la concentración se hizo a través de la utilización de la ley de Lambert -Beer (ec 2.1.), para esto se usó la absorbancia obtenida en la región ultravioleta en el rango de absorbancia del grafeno. Además, se usará el coeficiente de absorción (ϵ) correspondiente a muestras suspendidas en agua tomado de Ojrzynska et al. (2020, p.7279) con un valor de $4400 \text{ mLmg}^{-1}\text{m}^{-1}$. En caso de que concentración sea muy alta y el equipo de espectrofotometría arroje datos inconcluyentes, se diluirá la muestra.

2.6.8.3. Cantidad de masa y rendimiento del GPC

La cantidad de masa de GPC de la tinta se realizó considerando la concentración de la tinta y el volumen total de la tinta obtenido por ensayo, siguiendo la ecuación 5.2.

Para el cálculo del rendimiento del proceso se partió de la masa del grafito base (7,5g) y la masa de GPC siguiendo la ecuación 6.2.

$$mt = c * VT \quad \text{ec 3.2.}$$

mt= masa del grafeno en la tinta

c=concentración

VT=volumen de la tinta

$$Rm = \frac{mt}{mg} \quad \text{ec 4.2.}$$

Rm= rendimiento de la masa

mg= masa del grafito

2.6.8.4. Análisis de la tinta de GPC por FTIR

Se analizaron muestras de grafito, polvo de GPC y tinta de GPC. Para el análisis de polvo de GPC se secó una parte de la tinta de GPC, se limpió el sensor del equipo con alcohol, después de que se secase se coloca la muestra y se procede a presionar el tornillo.

Para el análisis de la tinta de GPC se agita la muestra, se extrae una gota y se coloca en el sensor, en este caso debido a que es líquido no necesita ser presionado por el tornillo y se procede a hacer el análisis.

2.6.8.5. Procedimiento para el Microscopía Electrónica de Barrido

Se utilizó el procedimiento de Yue Liu et al. (2013, p.6) con modificaciones a los parámetros del GPC y no óxido de grafito reducido. Se utilizó un voltaje de escaneo de 15 KV. Se extrajeron 0,05 mL de tinta de GPC. Se dejó secar, se colocó en el porta-muestra y, debido a que el grafito es un buen conductor no se impregnó la muestra con un agente externo, se colocó el porta-muestra en el lugar correspondiente dentro del microscopio. Se realizó el análisis, una vez obtenida la imagen (5 imágenes en este caso) con aumento de hasta 5 μ , se utilizaron las herramientas del software del microscopio para observar los detalles necesarios. Se capturaron las imágenes correspondientes con la opción de captura de imagen. Se utilizó un disco en blanco para guardar las imágenes obtenidas.(Ortiz, 2018, p.29).

2.6.9. Diagrama de flujo para la impregnación de la tinta de GPC en las esponjas de poliuretano

Proceso de impregnación de tinta de GPC en esponjas de poliuretano de 3x2.5x0.5cm (Ilustración 3-2)

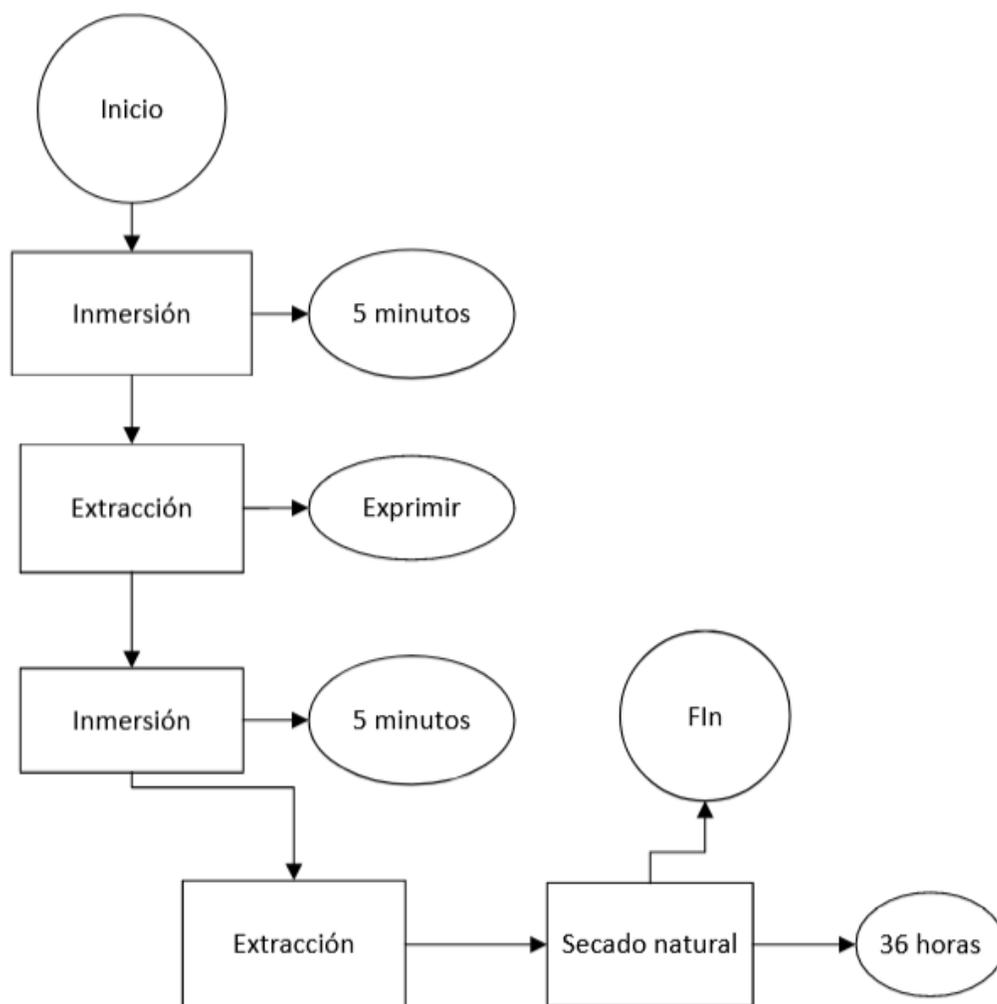


Ilustración 3-2: Proceso de impregnación de tinta de GPC en esponjas de poliuretano.

Realizado por: García, Javier, 2022.

2.6.10. Impregnación de la tinta de GPC en las esponjas de poliuretano

Las esponjas de poliuretano fueron cortadas en bloques de 0.5x2.5x2 cm. Se colocó la tinta de GPC en un vaso de precipitación procurando que haya suficiente líquido para una inmersión completa de las esponjas (en este caso fueron 5mL). Se sumergirá la esponja, es necesario mover la esponja dentro del líquido con el objetivo que la esponja absorba la mayor cantidad de líquido posible. Posteriormente, se presiona la esponja y se sumergirá. Se repetirá el proceso hasta observar un cambio de color completo en la esponja (Ilustración 4-2). Se extrajo sin presión para evitar la fuga de tinta y se dejó secar (en este trabajo se utilizó secado natural de aproximadamente 36 horas). Se midió la cantidad de líquido que absorbió la esponja midiendo el volumen final del vaso (1.3mL). Esto quiere

decir que la esponja absorbió 3.7 mL de tinta de GPC. Se verificó que la esponja se haya secado por completo (Sumba, 2018, p.42.).



Ilustración 4-2: Modelo de esponja base.

Realizado por: García, Javier, 2022.

2.6.11. Medición de la resistencia en las esponjas de poliuretano impregnadas

Se colocó la esponja entre dos cables con la ayuda de lagartos, la esponja impregnada actuó como medio conductor. Se colocó el multímetro en el parámetro correspondiente a la medida deseada, en este caso lo colocamos hasta una medida de $2\text{ M}\Omega$, la medición se realizó a los tres minutos de haber encendido el multímetro, tiempo establecido para que se estabilice la lectura. (Ilustración 5-2).

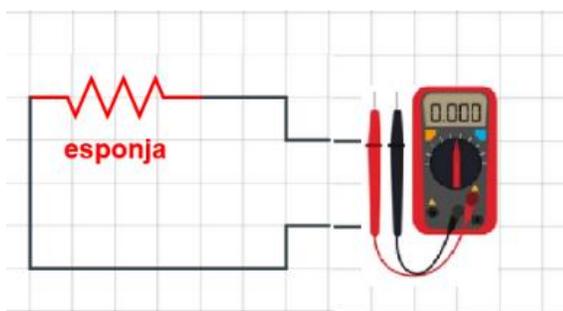


Ilustración 5-2: Circuito guía para la medición de la resistencia de la esponja.

Realizado por: García, Javier, 2022.

2.6.12. Medición del voltaje de salida en las esponjas de poliuretano impregnadas

Se colocó la esponja entre dos cables con lagartos, la esponja impregnada actuó como medio conductor. Después, se conectaron cables a la fuente, se encendió la fuente y se utilizó un voltaje diferente por medición, se midió el voltaje de salida desde la fuente hasta que el voltaje pase por la esponja que actúa como resistencia. La medición se realizó a los tres minutos de haber encendido la fuente, tiempo establecido para que se estabilice la lectura. (Ilustración 6-2).



Ilustración 6-2: Circuito guía para la medición del voltaje efectivo de la esponja.

Realizado por: García, Javier, 2022.

2.6.13. Rendimiento de voltaje

El rendimiento se realizó considerando la relación voltaje aplicado-voltaje final basado en la fórmula.

$$Rv = \frac{Vf}{Vo} * 100$$

ec 5.2.

Rv = Rendimiento del voltaje (%)

Vo = Voltaje aplicado (V)

Vf = Voltaje final (V)

2.6.14. Costeo de la tinta de GPC

El costeo se basó en el modelo de Hernández y Caldas (2022) teniendo en cuenta el costo del contenedor (galón de agua destilada o botella de ácidos sulfúrico), como el costo del paquete de 5 barras de grafito de 10 cm de largo por 0.5cm de radio y se calcularon los precios de las porciones utilizadas.

Para calcular la utilización de equipos y materiales se omitieron los precios de adquisición debido a que gran cantidad de los materiales utilizados están disponibles en los laboratorios y no son indispensables, cuentan con alternativas más baratas y estos se pueden reutilizar por lo que para tener un cálculo más preciso habría que analizar la cantidad de ensayos máximos que se podría realizar con los materiales.

En la utilización de equipos se utilizó la especificación de fábrica de consumo eléctrico, se tomó el precio estándar de Ecuador por cada Kilowatt junto con el tiempo de utilización del equipo.

Tomando en cuenta las especificaciones anteriores se hizo el cálculo sumando todos parámetros involucrados en la obtención de 60 ml de tinta de GPC y se comparó con el precio de mercado de un gramo de GPC en diferentes presentaciones.

CAPÍTULO III

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. Obtención de la tinta de GPC

3.1.1. Preparación de la disolución de ácido sulfúrico

Se emplearon 5.62 mL de ácido sulfúrico para preparar 1 L de la solución 0,1 M. Esta se realizó bajo campana extractora de gases debido a la peligrosidad del ácido.

3.1.2. Equipo de electrólisis

Montaje del equipo de electrólisis (Ilustración 1-3)



Ilustración 1-3: Equipo de electrólisis formado para las diferentes pruebas.

Realizado por: García, Javier, 2022.

3.1.3. Procedimiento de obtención de la tinta de GPC

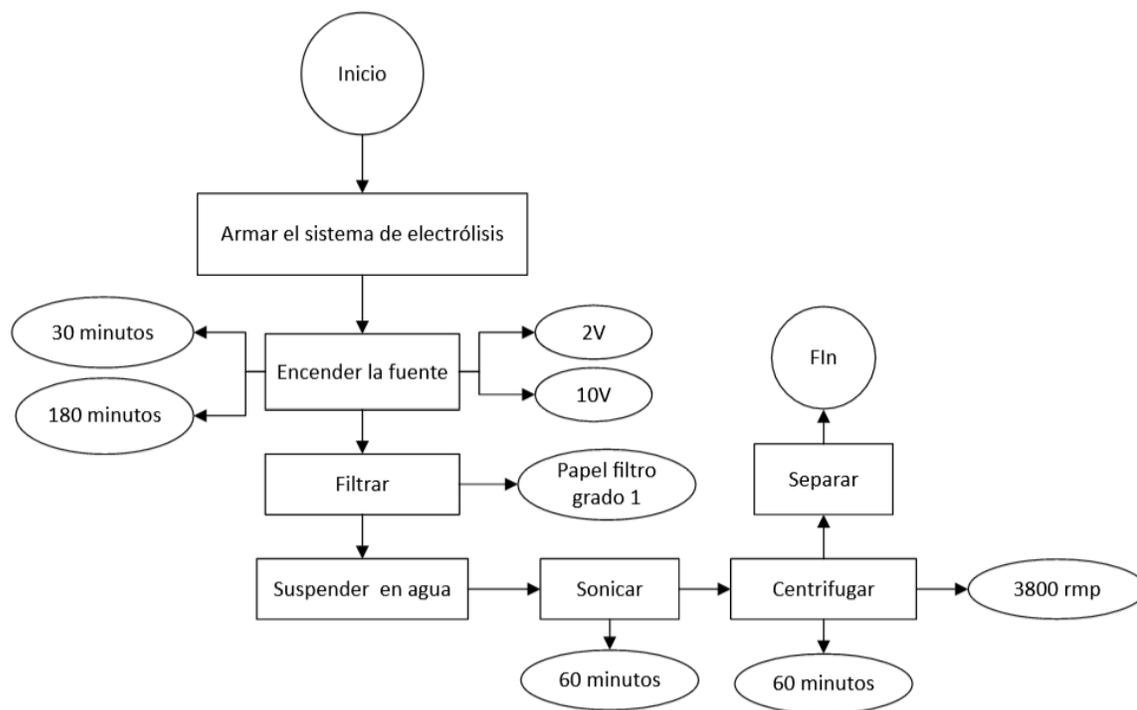


Ilustración 2-3: El procedimiento estandarizado de obtención de la tinta.

Realizado por: García, Javier, 2022.

3.1.4. Resultados de la caracterización de la tinta de GPC

El grafeno es casi transparente ya que solamente el 2,3% de la luz absorbe (Amor 2017), de acuerdo con la Figura 3-3. El color de la tinta de GPC obtenida tiende a un negro intenso, lo cual indicaría que existe gran cantidad de grafito no exfoliado (Ilustración 3-3).



Ilustración 3-3: 10.5mL de
tinta de GPC

Realizado por: García, Javier. 2022

3.1.5. Espectroscopía Ultravioleta Visible

La información obtenida de espectrofotómetro se graficó utilizando Origin (Ilustración 4-3)

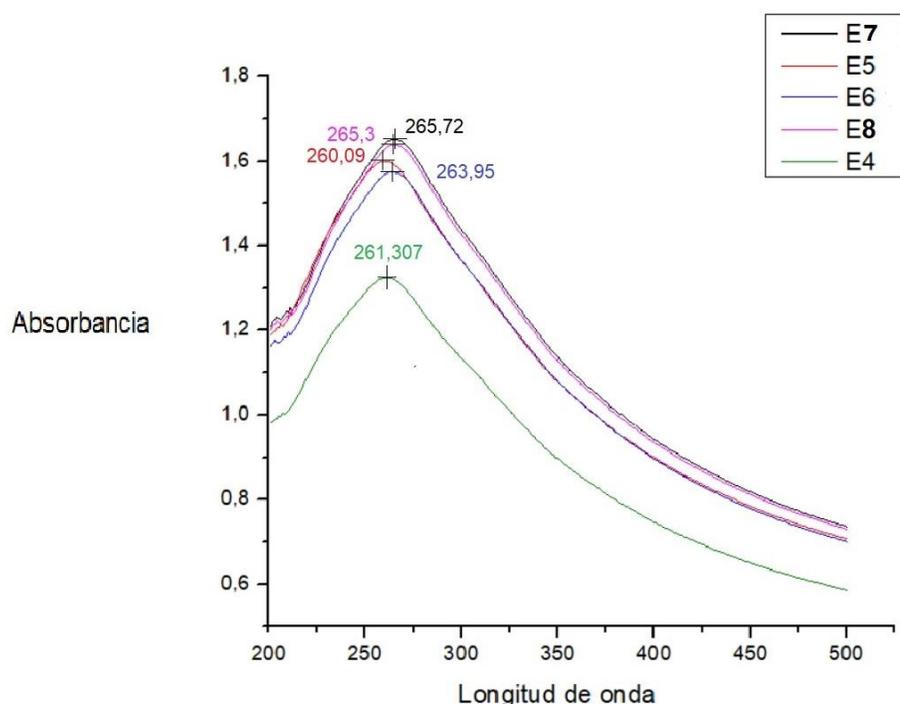


Ilustración 4-3: Espectro UV-Vis de las muestras E4, E5, E6, E7 y E8.

Realizado por: García, Javier, 2022.

Tabla 1-3: Resultados del UV-Vis de los experimentos respectivos.

<i>Experimento</i>	4	5	6	7	8
<i>Pico de Absorbancia</i>	1,324	1,587	1,574	1.651	1.637
<i>Longitud de onda del pico de absorbancia</i>	261,307	260,09	263,95	265,72	265,3

Realizado por: García, Javier, 2022.

El pico de absorbancia del grafeno ronda los 260 a 285 nm según Yang et al. (2013, p.363), se corrobora con (Çiplak et al., 2015, p.363) que indican que se encuentra alrededor de los 270 nm, mientras que (Narváez, 2019, p.31) presentó un pico de absorbancia en 268 nm. En esta investigación, el pico de absorbancia de las pruebas se encontró entre 260 a 266 nm.

El grafeno tiene orbitales con hibridación sp^2 , dando paso a enlaces de tipo σ y π , debido a la energía proporcionada por la radiación ultravioleta los orbitales se ven afectados dando paso a un estado de excitación de energía de tipo $\pi \rightarrow \pi^*$.

3.1.6. Concentración de la tinta

Al usar la ley de Lambert-Beer, se calcularon las concentraciones de las muestras, usando un índice de absorción de $6600 \text{ mLmg}^{-1}\text{m}^{-1}$ y una longitud constante de celda de cuarzo (0.01m), con la espectroscopía UV-Vis se obtuvieron los picos de absorbancia máxima en las muestras, con estos datos, se despejó la concentración de la ec 2.1, obteniendo la (ec 4.2.)

$$C = \frac{A}{l * \epsilon} \quad (\text{ec 4.2.}).$$

Debido a que la concentración de las muestras fue muy alta para una lectura exitosa, se diluyó 0.1ml de las muestras en 2ml de agua destilada, obteniendo una concentración más baja, esta concentración se utilizó para calcular la concentración real de las muestras originales con la ec 2.2.

Tabla 2-3: Concentración de pequeñas láminas de grafeno según el número de ensayo.

No.	Masa (mg)	C (mg/mL)
1	0	0,00
2	0	0,00
3	0	0,00
4	24,864	0,4144
5	30,3	0,5050
6	29,556	0,4926
7	32,052	0,5342
8	31,254	0,5209

Realizado por: García, Javier, 2022.

El modelo del diseño de cribado de la concentración de GPC (mg/mL) versus barras, voltaje inicial, voltaje final y volumen del electrolito dio como resultado un coeficiente de regresión de 99,38 % lo cual indicaría que el modelo se ajusta a los datos.

3.1.7. Modelo del diseño de cribado: masa vs. S; Vo; Vf; vol

* NOTA * Este diseño incluye algunas corridas divergentes.

Tabla 3-3: Coeficientes codificados.

Término	Coef	EE coef.	Valor T	Valor p	FIV
Constante	2,26	3,96	0,57	0,608	
S	-14,82	4,33	-3,42	0,042	19,64
Vo	4,79	3,75	1,28	0,292	14,48
Vf	-17,12	4,63	-3,70	0,034	27,06
vol	-0,93	4,31	-0,21	0,844	36,38

Realizado por: García, Javier, 2022.

3.1.7.1 Resumen del modelo

El análisis de este experimento parte de la hipótesis:

Ho: Los términos (S, Vo Vf, Vol) con una $p < 0,05$ tienen significancia sobre la obtención de grafeno.

H1: Los términos (S, Vo Vf, Vol) con una $p > 0,05$ no tienen significancia sobre la obtención de GPC.

A través de este análisis se buscó determinar la influencia que tiene cada factor en la obtención de la tinta de GPC. En el análisis de varianza (Tabla 4-3) se observa que el valor p es menor que 0,05 o al nivel de significancia lo cual indica que existe una influencia estadísticamente significativa con el factor de análisis.

Tabla 4-3: Análisis de Varianza

Fuente	GL	SC Ajust.	MC Ajust.	Valor F	Valor p
Modelo	4	1599,56	399,889	119,79	0,001
Lineal	4	1599,56	399,889	119,79	0,001
S (cm ²)	1	39,15	39,153	11,73	0,042
Vo (V)	1	5,44	5,438	1,63	0,292
Vf (V)	1	45,72	45,719	13,70	0,034
Vol (mL)	1	0,15	0,154	0,05	0,844

Error	3	10,01	3,338		
Falta de ajuste	1	9,39	9,393	30,21	0,032
Error puro	2	0,62	0,311		
Total	7	1609,57			

Realizado por: García, Javier, 2022.

La Ecuación de regresión explica el modelo considerando las barras, el voltaje final

3.1.7.2. Ecuación de regresión en unidades no codificadas

$$\text{masa} = 57,65 - 1,180 S + 0,532 V_o - 2,282 V_f - 0,0074 \text{ vol}$$

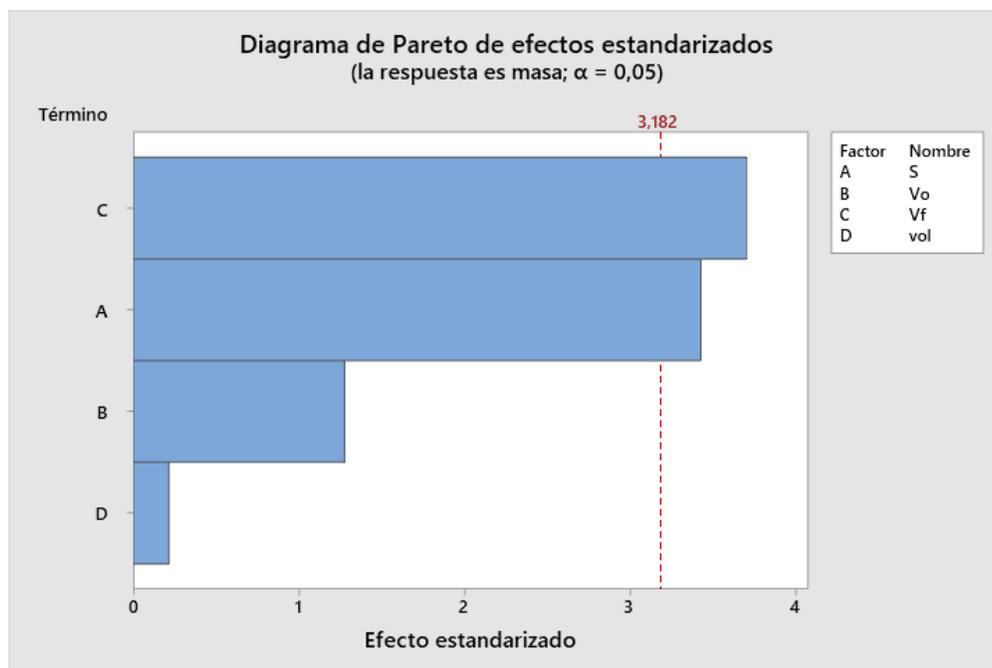


Ilustración 5-3: Diagrama de Pareto de las muestras.

Realizado por: García, Javier, 2022.

De acuerdo con el diagrama de Pareto (Ilustración 5-3.) los factores que influyen en la obtención de GPC son las barras y el voltaje final.

3.1.8. Optimización experimental propuesta para incremento de masa y concentración

Una vez establecido el modelo se busca la optimización del diseño y se considera como parámetro objetivo la concentración de 0,5253 mg/mL. El análisis de optimización determina que los mejores parámetros para la obtención de tinta de GPC son los expuestos en la tabla 5-3.

Tabla 5-3: Parámetros de respuesta

Respuesta	Meta	Inferior	Objetivo	Superior	Ponderación	Importancia
Masa (mg)	Máximo	0	31,5191		1	1
Concentración (mg/mL)	Máximo	0	0,5253		1	1

Realizado por: García, Javier, 2022.

Solución

Solución	S (cm ²)	Vo (V)	Vf (V)	Vol (ml)	concentración		Deseabilidad compuesta
					masa Ajuste	Ajuste (mg/mL)	
1	3,14159	4,36364	10	250	31,5938	0,524820	0,999526

Realizado por: García, Javier, 2022.

Tabla 6-3: Predicción de respuesta múltiple

Variable	Valor de configuración	EE de		
Respuesta	Ajuste	ajuste	IC de 95%	IP de 95%
S (cm ²)	3,14159			
Vo (V)	4,36364			
Vf (V)	10			
Vol (mL)	250			
Masa (g)	31,59	1,47	(26,90; 36,29)	(24,12; 39,07)
Concentración (g/mL)	0,5248	0,0212	(0,4575; 0,5921)	(0,4176; 0,6320)

Realizado por: García, Javier, 2022.

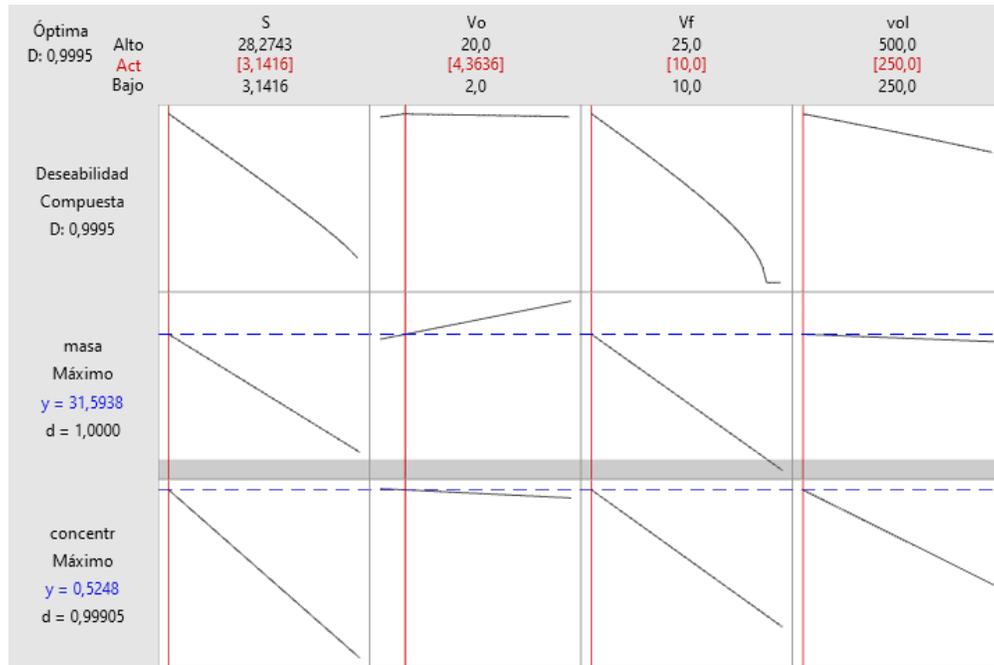


Ilustración 6-3: Cuadro de predicción de respuesta.

Realizado por: García, Javier, 2022.

La Ilustración 6-3 muestra en los gráficos superiores la deseabilidad compuesta, siendo esta el promedio de las deseabilidades de la masa y la concentración, mostrando una relación de menor a mayor correspondiente a una dirección de izquierda a derecha, además, se observan como gran parte de las líneas poseen pendientes negativas a excepción del cuadro correspondiente a la masa máxima con voltaje inicial, mostrando así que los factores con pendientes negativas más prominentes son los que tendrán mayor relevancia.

-

3.1.9. Gráficas de superficie de concentración

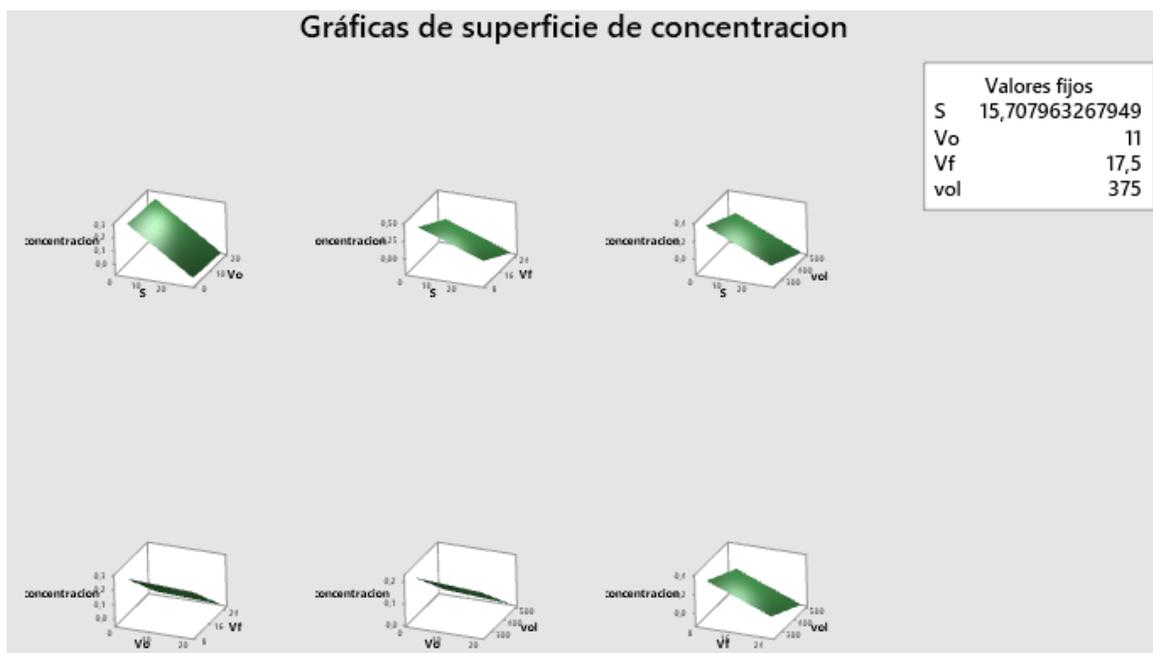


Ilustración 7-3: Graficas de superficie de concentración.

Realizado por: García, Javier, 2022.

En la Ilustración 7-3 se observa la relación entre las diferentes variables teniendo como respuesta a la concentración y como esta se ve modificado en relación con las variables que deseemos trabajar. La concentración de la tinta, (Sumba, 2018, p.22) utiliza parámetros similares de electrólisis con 0,1M de H_2SO_4 obteniendo una concentración de 1mg/mL de tinta de GPC, en esta investigación se obtuvo una concentración de 0,5mg/mL de tinta de GPC Tabla 1-3, sin embargo hay que tomar en cuenta que el material recolectado después de la centrifugación fueron los sedimentos de los tubos, dando paso a una mayor presencia de grafito mientras que en la presente investigación se recolecto el sobrenadante, Narváez (2019) que utilizó el método de exfoliación electroquímica, obtuvo concentraciones de tintas de GPC con una media de 0,212 mg/mL, demostrando que los parámetros utilizados en esta investigación fueron más eficientes.

3.2. Espectroscopía Infrarroja por transformada de Fourier

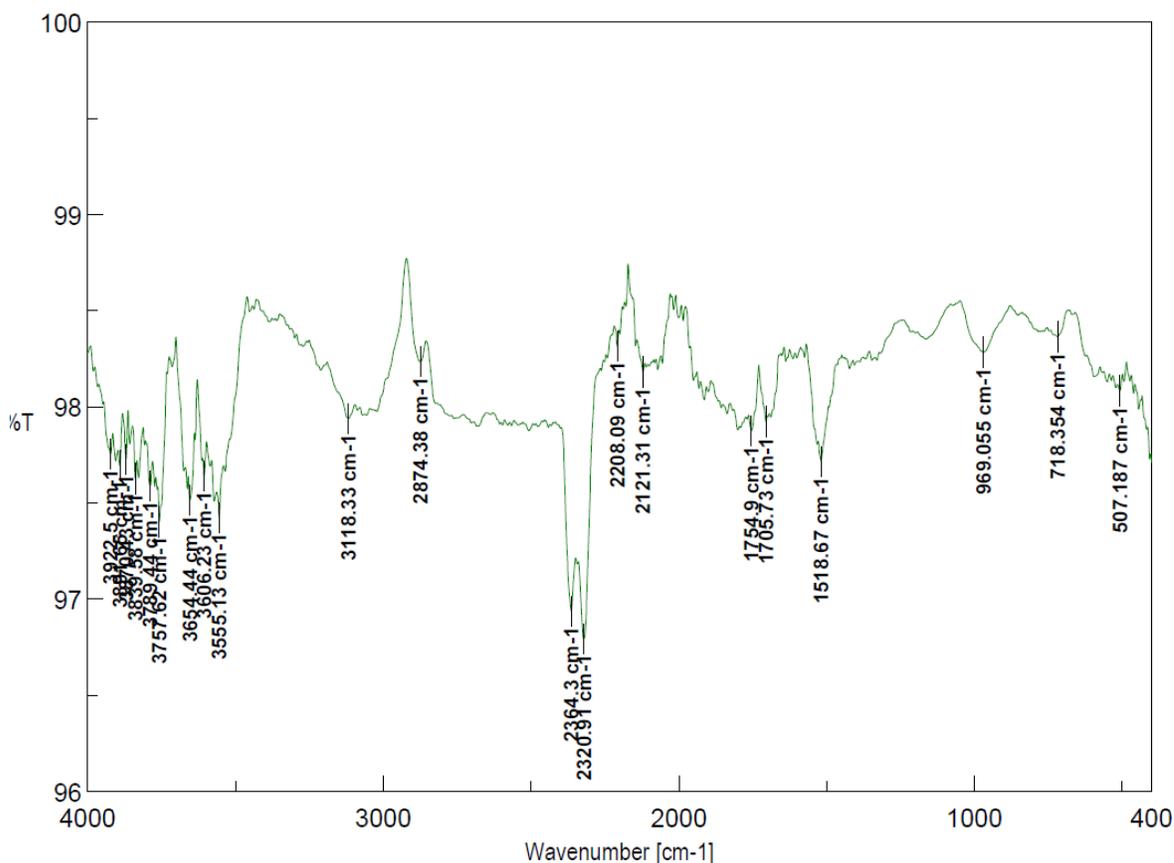


Ilustración 8-3: FTIR de la muestra 6 de la tinta secada.

Realizado por: García, Javier, 2022.

En la Ilustración 8-3 se observa como el pico a 3118.33 cm^{-1} presenta un ancho en el rango de 3000 a 3200 cm^{-1} correspondiente al grupo funcional alcohol o fenol (C-OH) (Marín, 2020: pp36-38). Por otro lado, también se observa un pico en 2874.86 correspondiente al enlace de estiramiento C-H (Narváez, 2019, p.33).

Los picos que más destacan en la Figura 8-3 son de 2364.3 y 2320.91 , esta zona es característica por la presencia de grupos con enlace triple, llegando a ser el grupo $\text{C}\equiv\text{C}$ característico en grafito y grafeno (Cayambe y Zambrano, 2018: pp.42-43). Los picos ubicados en $2121,3$ y $2208,09$ corresponden a $\text{C}\equiv\text{C}$ (Cayambe y Zambrano, 2018; pp.42-43). Mientras que los picos presentes en 1705.73 y 1754.9 correspondiente al estiramiento $\text{C}=\text{O}$ aromático. Llegando así al rango donde se encuentra el pico característico de los compuestos de carbono puro, ubicado en 1518.67 correspondiente al enlace

aromático C=C propio del grafeno (Narváez, 2019, p.34). El pico en 969.055 corresponde al grupo funcional anhídrido C-O, el pico en 718,354 corresponde a un modo vibracional de tensión en los enlaces C-C de borde (Bazan, 2016: pp.43-48).

La presencia de grupos funcionales con oxígeno indica la presencia de defectos (puntos de oxidación) formados en el proceso de oxidación.

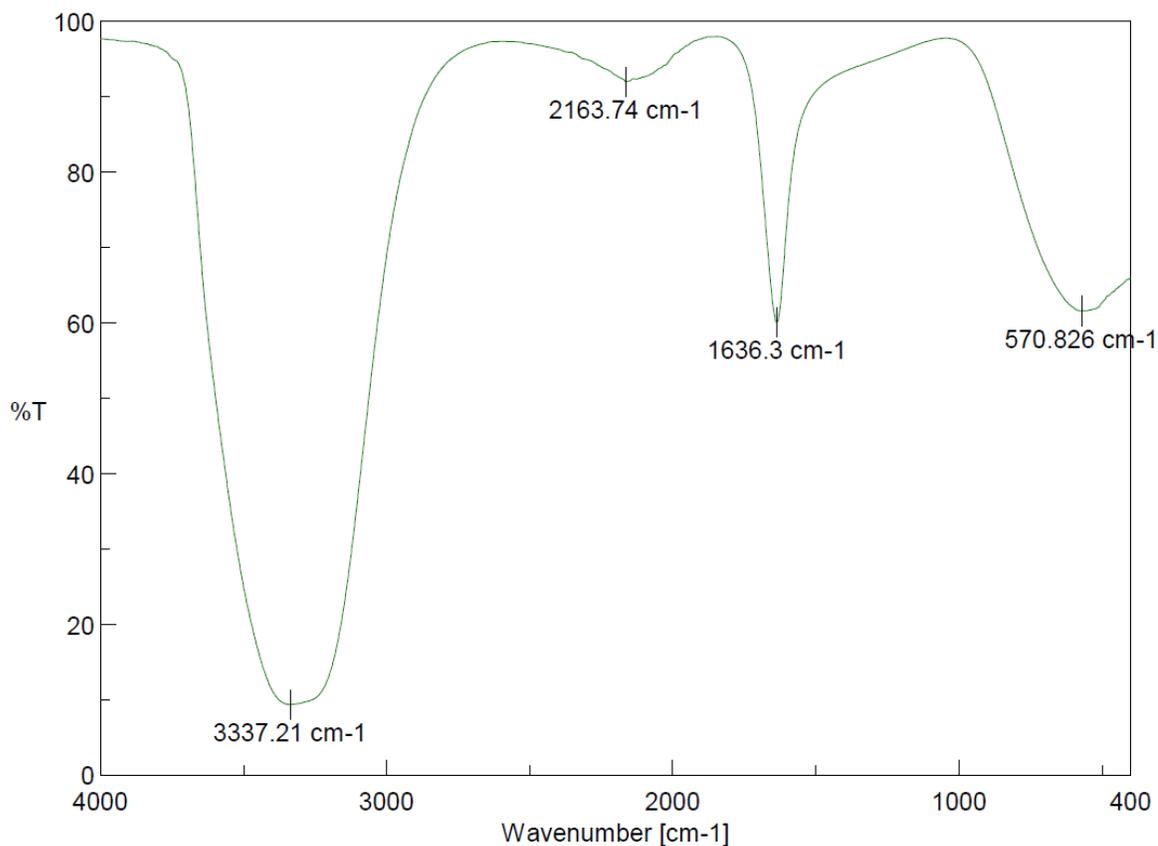


Ilustración 9-3: FTIR de la muestra 6 de tinta.

Realizado por: García, Javier, 2022.

En la Ilustración 9-3. Se observa el pico en 3337.21, este está relacionado con la presencia de agua con estiramientos O-H mostrando una gran concavidad, el pico ubicado en 2163.74 con un ancho en un rango corto corresponde al grupo de triple enlace C≡C este pico está presente tanto en grafito como grafeno (Cayambe y Zambrano, 2018: pp.42-43). Mientras que el pico situado en 1636.3 podría atribuirse a grupos que contienen oxígeno o H₂O absorbido, o dominios grafiticos no oxidados correspondientes al grupo funcional alqueno con enlace aromático C=C conjugado, característico del grafeno (Bazan, 2016, p.45).

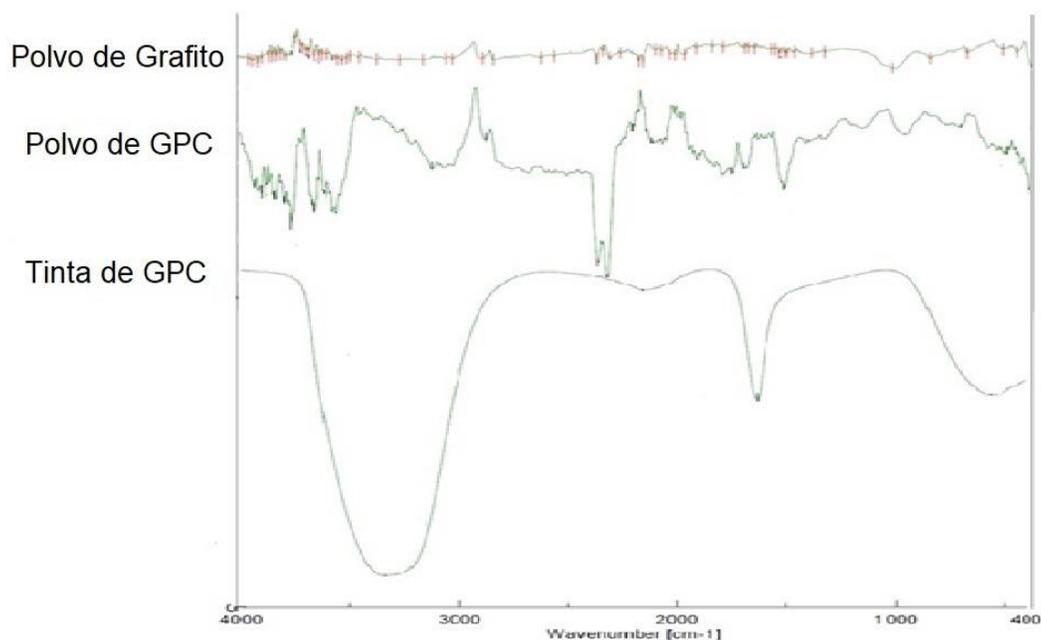


Ilustración 10-3: Comparación FTIR de grafito, GPC y tinta de GPC.

Realizado por: García, Javier, 2022.

En la Ilustración 10-3. Se observan tres barridos FTIR en una gráfica, se puede observar como en el grafito la línea es casi recta, trayendo como consecuencia poca presencia de grupos funcionales ajenas al grafito, el pico más destacable se encuentra en el rango entre 900 y 1100, al que se le atribuye la presencia de los grupos C=O y C-O-C (Bazan, 2016: pp.43-48).

Al comparar directamente el barrido correspondiente al polvo de GPC junto con el GPC suspendido, se puede notar la ausencia de varios picos, se cree que es debido a la gran cantidad de agua, presentando muchos picos atenuados, destacando la presencia de los picos en la región entre 2200 y 2100 relacionados al triple enlace C≡C, además del corrimiento del pico del polvo de GPC de 1518 al pico 1636 donde podría atribuirse a grupos que contienen oxígeno o H₂O absorbido, o al enlace aromático C=C.(Bazan, 2016: pp.43-48).

3.3. Microscopía Electrónica de Barrido

A continuación, se presentan imágenes SEM de las muestras de tinta de GPC.

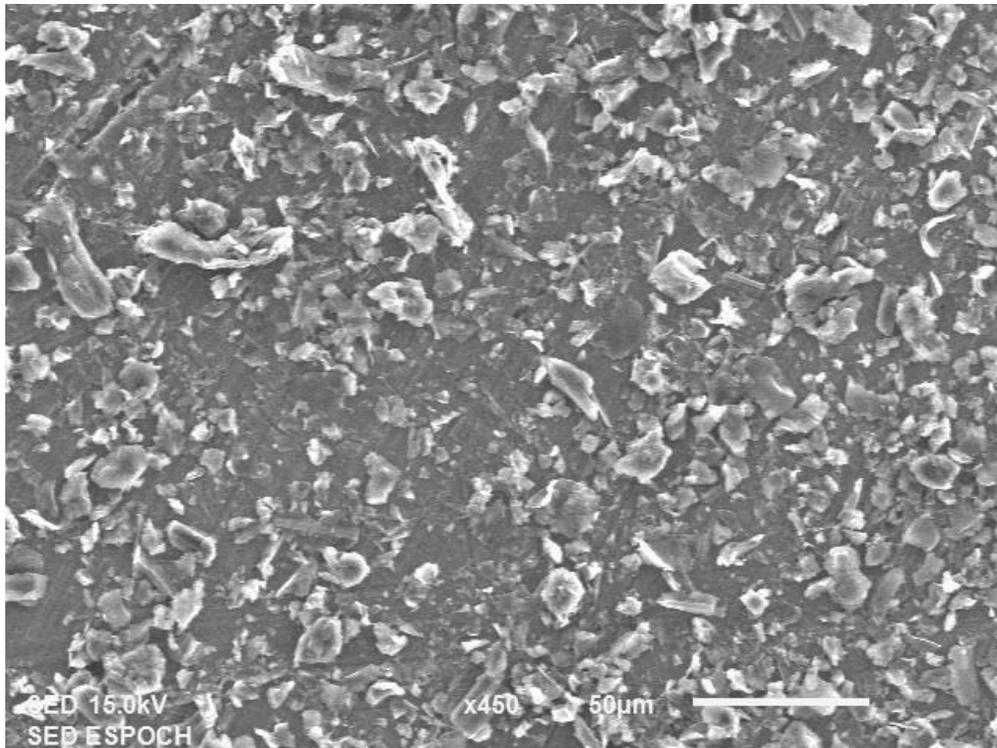


Ilustración 11-3: SEM de GPC obtenido de tinta tras un proceso de secado.

Realizado por: García, Javier, 2022.

En la Ilustración 11-3. Se observó una imagen del SEM con un aumento de x450. Presentaron abundantes partículas multicapa. Estas se interpretan como partículas de grafito no separadas completamente en láminas de grafeno. Se observaron láminas delgadas, es decir, láminas de GPC separadas exitosamente.

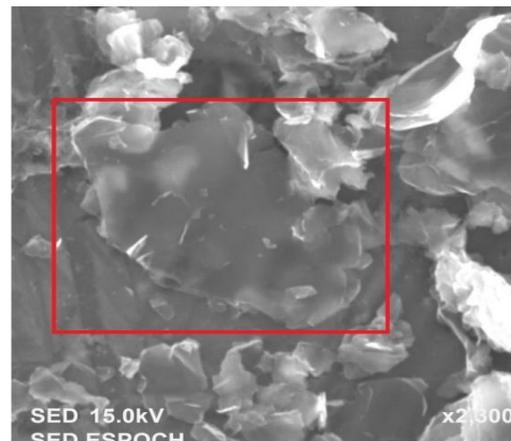
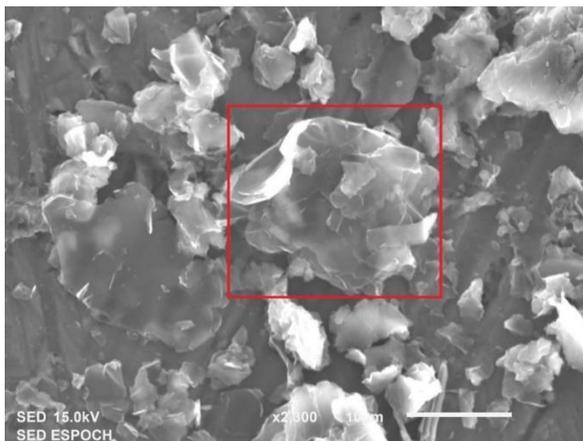


Ilustración 12-3: a) Lámina de GPC b) Lámina de GPC delgada

Realizado por: García, Javier, 2022.

La Ilustración 12-3 presenta un aumento de 2300x, se observó como aún se encuentran capas de GPC superpuestas. Sin embargo, debido a la transparencia de la hoja, se asume que es delgada en comparación a otras partículas.

Muchas de las capas de la Ilustración 12-3a presentan gran resistencia al método de exfoliación. Se observa como en la Ilustración 12-3b se observa una capa delgada de grafito, siendo este el grafeno de pocas capas que se buscaba.

En la Ilustración 13-3 se observan que las láminas de grafito no se han separado exitosamente, teniendo aspecto cristalino y conservando capas.

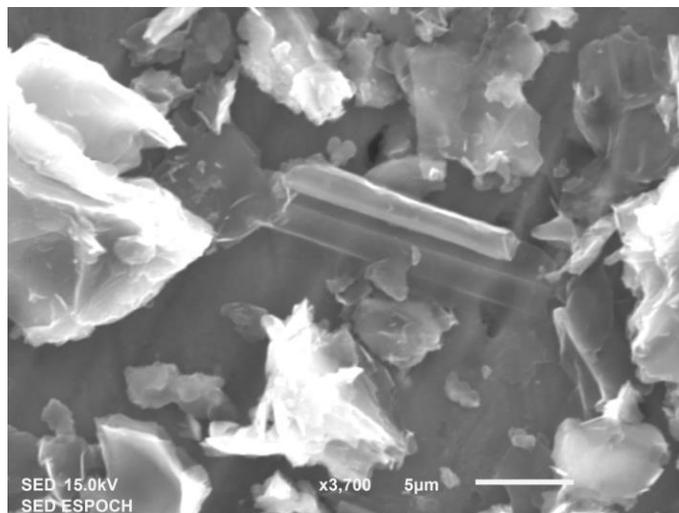


Ilustración 13-3: Partículas de nanotubos de carbono y grafito

Realizado por: García, Javier, 2022.

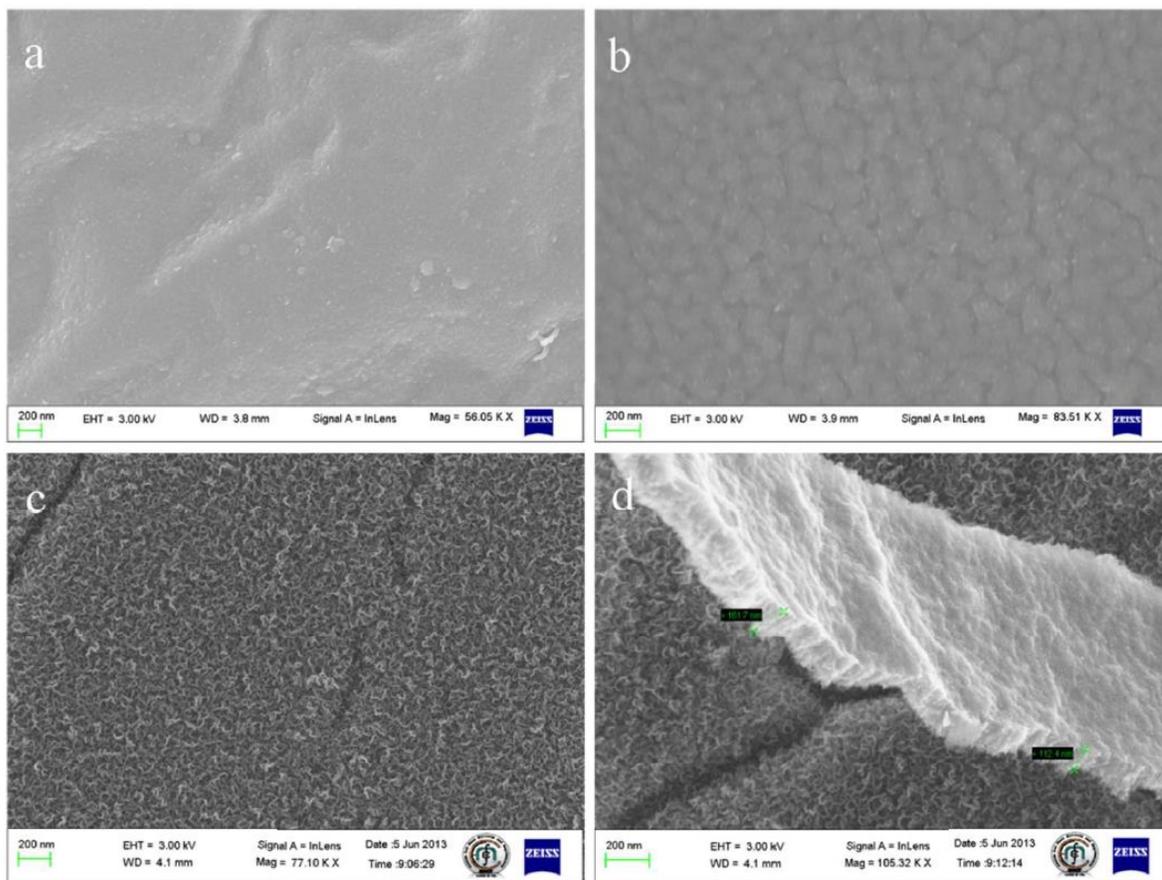


Ilustración 14-3: Imagen SEM de nanolámina de GPC cultivada en sustrato de Cu por ECR-PECVD (a) a 1 min de deposición, (b) a los 3min de deposición y (c) a los 5min de deposición. (d) Espesor de GNS. (Todas las deposiciones se llevaron a cabo a una potencia de microondas de 500 W, 700 °C y C2H2:H2 = 1:2)

Fuente: Thomas y Rao, 2015, p.15.

La Ilustración 14-3(a) muestra la formación de nanoláminas de GPC muy juntas, mostrando pocas señales de defectos de separación entre cada una de ellas, destacándose pocos bordes cristalizados similares a los bordes de las láminas de GPC obtenidos en esta investigación (Ilustración 11-3), además presenta láminas irregulares, super delgadas y con mayor separación (Ilustración 12-3), sin embargo, con menor superficie por cada lámina individual.

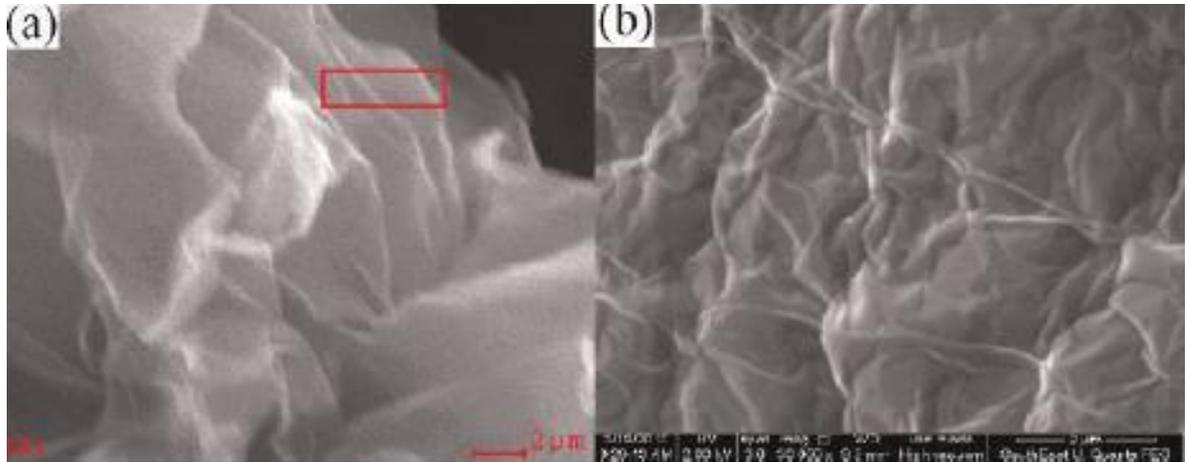


Ilustración 15-3: Imágenes SEM del GPC preparado. (a) La vista lateral muestra la estructura en capas. El área roja en el rectángulo se usó para la prueba EDS. (b) La vista frontal muestra la superficie del GPC

Fuente: Yan et al., 2011, p.2336.

La técnica utilizada por Yan et al., (2011) está basada en la reducción química de óxido de grafeno en solución (Ilustración 15-3), método similar a la electrólisis. Los resultados son muy similares destacando que en la Ilustración 15-3 b) se observa gran cantidad de defectos en forma de arrugas, mientras que en la Ilustración 12-3, las láminas destacan por tener superficie lisa, pero con defectos de borde.

En la Ilustración 12-3 b) se observan ejemplos de láminas sin separación exitosa con muchas irregularidades, estas no son tan presentes en los trabajos de Yan et al (2011) y Thomas y Rao (2015).

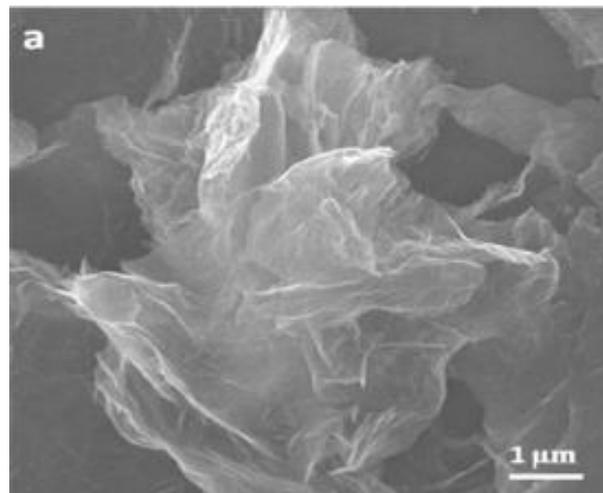


Ilustración 16-3: Imagen SEM de grafeno en 3d

Fuente: Liu et al., 2013, p.295.

Liu et al (2013) sintetizó un nanocompuesto 3D de grafeno/PANI mediante polimerización in situ, lo cual se observa en la Ilustración 16-3. Las láminas de GPC presentan morfología irregular, mostrando capas sin separación completa en los bordes, lo cual también se observó en esta investigación Figura 8.3. con partículas de características similares.

3.4. Resultados de esponjas

3.4.1. *Impregnación de las esponjas*

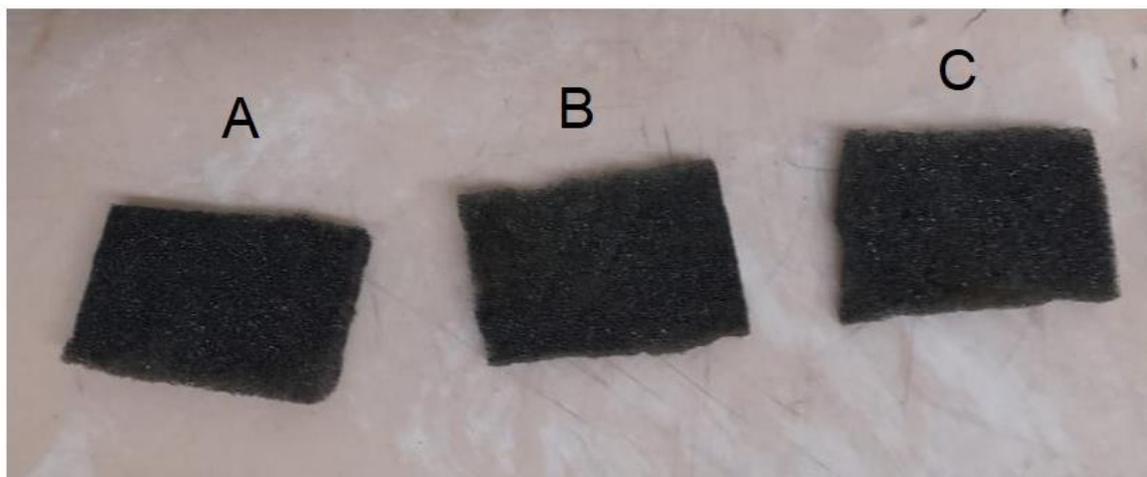


Ilustración 17-3: Esponjas de poliuretano impregnadas con tinta de GPC

Realizado por: García, Javier, 2022.

En la Ilustración 17-3 se observan esponjas de poliuretano impregnada con GPC después del proceso de secado, destaca por un color negro, este es debido al alto contenido de grafito en la tinta. Cada esponja absorbió una cantidad específica de tinta, esta se midió por la diferencia de líquido en el contenedor, la esponja A absorbió 2.9mL, la esponja B absorbió 2.4mL, la esponja C absorbió 2.3mL, la cantidad de tinta absorbida tuvo gran influencia en las capacidades eléctricas, estas se vieron reflejadas en la medición de resistencia y voltaje de las esponjas.

3.4.2. Resistencia de las esponjas impregnadas

Tabla 7-3: Resistencia medidas de las esponjas A, B y C.

Esponja	Resistencia MΩ	Tiempo (min)
A	1516	3
B	Excede límites	3
C	Excede límites	3

Realizado por: García, Javier, 2022.

La resistencia obtenida en las esponjas fue más alta de lo esperado, tanto así que las esponjas B y C llegaron a sobrepasar los límites de medición del instrumento utilizado.

3.4.3. Voltaje aplicado y voltaje medido en las esponjas

3.4.3.1. Voltaje en esponjas sin impregnar

Tabla 8-1: Tabla de voltaje inicial y voltaje medido en esponjas

Esponja	Voltaje aplicado (V)	Voltaje medido (mV)	Voltaje aplicado (V)	Voltaje medido (mV)	Voltaje aplicado (V)	Voltaje medido (mV)	Tiempo (min)
A	1,437	0	3,84	0	5,88	0	3
B	1,438	0	3,8	0	5,88	0	3
C	1,503	0	3,83	0	5,88	0	3

Realizado por: García, Javier, 2022

Debido a la naturaleza de las esponjas de poliuretano, estas son consideradas como un material aislante no permitiendo el paso de energía, esto se ve reflejado en la Tabla 8-3 donde se someten las esponjas a diferentes voltajes, pero al medir el voltaje de salida estas tienen respuesta de cero.

3.4.3.2. Voltaje en esponjas impregnadas

Tabla 9-3: Tabla de voltaje inicial y voltaje efectivo aplicado en las esponjas correspondientes

Ensayo	1		2		3		
Esponja	Voltaje aplicado (V)	Voltaje medido (mV)	Voltaje aplicado (V)	Voltaje medido (mV)	Voltaje aplicado (V)	Voltaje medido (mV)	Tiempo (min)
A	1,437	14,4	3,84	29,6	5,88	36,7	3
B	1,438	2,1	3,8	12,7	5,88	25,1	3
C	1,503	7,2	3,83	14,5	5,88	24,2	3

Realizado por: García, Javier, 2022.

Los resultados de las esponjas impregnadas se muestran en la Tabla 9-3. La esponja A tuvo voltajes efectivos de 14,4 mV, 29,6 mV y 36,7 mV, valores superiores a las otras esponjas, por tanto, la esponja A tuvo el mejor resultado. Estos bajos valores obtenidos podrían deberse a la naturaleza propia de la esponja, al insuficiente tiempo de impregnación, concentración de GPC, relación esponja tinta o método de impregnación. No obstante, Sumba (2018: pp.41-42) menciona en su trabajo que sus esponjas utilizadas como sensores de presión tuvieron buenos resultados debido a que en su trabajo la tinta que se obtuvo fue una mezcla de alta concentración de polvo de grafito el cual es un buen conductor junto con polvo de GPC, esto sumado al efecto túnel que sucede al aplicar presión y disminuir la distancia entre los vacíos, producto de la porosidad, dando como resultado paso de corriente eficiente, por tanto, la transmisión de electricidad fue superior a la obtenida en este estudio.

3.4.3.3. Rendimiento

Se obtuvo la relación del voltaje efectivo sobre el voltaje inicial medido en la esponja y se llevó a porcentaje.

Tabla 10-3: Tabla comparativa del rendimiento de las esponjas de poliuretano impregnadas con tinta de GPC.

Esponja	Rendimiento (%)			Media Rendimiento (%)
A	1,0020	0,770	0,624	0,784
B	0,146	0,334	0,426	0,275
C	0,479	0,378	0,411	0,421

Realizado por: García, Javier, 2022.

En la tabla 10-3 se observa como el porcentaje da como resultado valores menores al 1% en su mayoría, lo que indica que existe una baja impregnación de GPC sobre en las esponjas.

3.4.4. Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier de las esponjas

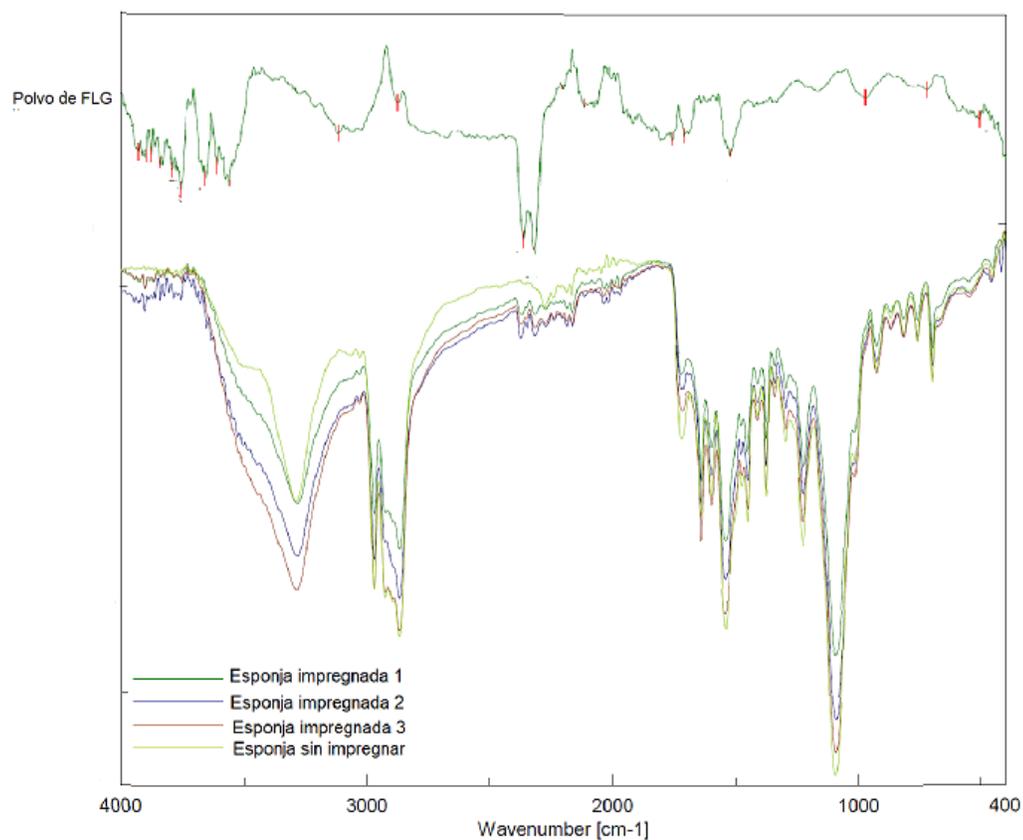


Ilustración 18-3: FTIR de las esponjas correspondientes y el polvo de grafito.

Realizado por: García, Javier, 2022.

Se observan en la Ilustración 18-3 una alta similitud en las cuatro muestras, algunos picos fueron desplazados de la esponja sin impregna. Los picos característicos más evidentes se identificaron de acuerdo con la literatura correspondiente.

Se observó un pico amplio en 3286 cm^{-1} con un rango entre $3200\text{-}3400\text{ cm}^{-1}$ que corresponde a la presencia de grupos de uretano con pico de vibración de estiramiento N-H, este es sensible al enlace de hidrógeno. Los picos obtenidos que rondan el rango de 3000 están relacionados con ácidos carboxílicos de grupo O-H. Los picos en el rango de 2364 y 2320 corresponden a la $\text{C}\equiv\text{C}$ (Cayambe y Zambrano, 2018: p.42-43) relacionados con la presencia de grafito y GPC, siendo este par de picos los que presentan un crecimiento en las esponjas impregnadas en comparación de la esponja sin impregnar. También se tiene un aumento en la región 2000 a 2200, perteneciente al grupo con triple enlace de carbono. Los picos que rondan los 1600 pertenecen a las amidas y aminas N-H d, también hay presencia de alqueno conjugado y aislado C-C, correspondientes a la impregnación de la tinta de GPC. El pico en 1091 corresponde al estiramiento de C-O.

3.5. Cálculo del Costo de producción

Modelo presupuestario basado en Hernández y Caldas (2022: pp.59-61).

Tabla 11-3: Costo de la materia prima para la producción de 60 mL de tinta.

Materia	Precio por paquete o contenedor (\$)	Cantidad utilizada	Precio por cantidad utilizada (\$)
Barras de grafito	12	7,5 g	0,3
H_2SO_4	12,60	1,7 mL	0,0214
Agua Destilada	2,50	300 mL	0,1953

Realizado por: García, Javier, 2022.

Tabla 12-3: Costos para la producción de 60mL de tinta.

Materiales o equipo	Precio del consumo eléctrico ($\text{\$kW}^{-1}\text{h}^{-1}$)	Tiempo de uso (h)	Consumo del equipo (W)	Precio neto (\$)
Fuente eléctrica		3,75	250	0,086
Sonicador		1	200	0,018

Centrífuga	0,092	1	250	0,023
Bomba de vacío		0,25	100	0,0023
Materiales de laboratorio				1,86
Total				2,51

Realizado por: García, Javier, 2022.

Es necesario mencionar que se considera la materia prima y el uso de los equipos, los equipos pueden ser reemplazados por alternativas más baratas, por ejemplo, en el caso del potencial eléctrico este no supera los 25V, por tanto, la fuente de poder podría ser reemplazada, disminuyendo así el precio establecido en el presente trabajo.

El precio del consumo eléctrico se rescató de Ministerio de Energía y Minas (2022, 1A), el costo total para producir 60 mL de tinta de GPC con una concentración de 0,5 mg/mL es de \$2,51, por tanto, para producir un gramo de GPC la inversión sería de \$78,44.

3.6. Comparación con el mercado

Tabla 13-3: Precios por miligramo de distintas presentaciones de grafeno.

Producto	Código del producto	Precio (\$/mg)
Grafeno de alta pureza	TNPRGO	200
Grafeno de plasma de alta conductividad eléctrica	TNHRGO	100
Grafeno de alta conductividad eléctrica	TNERGO-3	200
	TNERGO-10	
	TNERGO-50	
Grafeno	TNRGO	145
Grafeno de 3 dimensiones	TN3DRGO	84
Grafeno de 3 dimensiones	TN3DPRGO	133
Dispersión de grafeno (según el contenido del cálculo sólido)	TNWRGO	145
Pasta de NMP de grafeno	TNNPRGO	145
Pasta acuosa de grafeno	TNWPRGO	145

Pasta de Etanol de Grafeno	TNAPRGO	170
Pasta de DMF de grafeno	TNDPRGO	170
Grafeno industrial	TNIRGO	32

Fuente: Timesnano, 2022.

En la tabla 13-3 se observan los diferentes precios del grafeno disponible en el mercado de China sin considerar costos de envío, al comparar el polvo de GPC obtenido en esta investigación con el grafeno en tres dimensiones, al ser este el más parecido, se observa que por gramo el precio está en \$84, siendo un precio parecido al de la presente investigación. Si se considera además de la tinta sin ningún proceso de secado esta ronda los \$145 siendo aún más caro que el grafeno en tres dimensiones.

Hablando en términos de mayoreo Critchley (202, 1A) informa que el precio del grafeno según calidad y el método de síntesis ronda los \$67.000 a \$200.000 por tonelada utilizando maquinaria sofisticada con el mínimo de desperdicios, dando con un precio de \$0,2 el gramo, desde esta perspectiva el grafeno es sumamente barato sin embargo la cantidad de recursos que utiliza y los niveles de contaminación que implica animan a la búsqueda de métodos con menor impacto ambiental, como es el método de electrólisis.

Otra alternativa prometedora es el método del proceso flash de grafeno, este utiliza cualquier material rico en carbono y se lo trata con alta temperatura y alto voltaje, produciendo grafeno altamente puro y de 1 a 5 capas, debido a la alta temperatura los materiales que no son carbono pasan por un proceso de sublimación (de sólido a gas) abriendo paso a altos niveles de contaminación, sin embargo, si se pueden recuperar esos gases nocivos y usarlos para otros fines, el método del proceso flash tiene un gran futuro, puesto que presenta una alternativa al reciclaje de todos los materiales con alto contenido de carbono. La inversión inicial es enorme, no obstante, se estima que será la forma más barata de producir grafeno con impacto ambiental ambiguo dependiendo de la forma en que se traten los desperdicios, dejándonos al método de electrólisis como un método más amigable con el ambiente, puesto que la mayor preocupación es la neutralización del ácido, lo cual puede hacerse fácilmente con una base.

CONCLUSIONES

La aplicación de electrólisis resultó ser un método adecuado y de precio un poco menor al estándar para la obtención de tinta de GPC. Los voltajes aplicados y tamaño de las barras fueron los factores que más influyeron en la obtención de la tinta de GPC según el diseño de cribado definitivo, teniendo como factor más influyente al voltaje final, sin embargo, este resultado se basa en la concentración, mas no en la calidad de esta. Se trato de presentar una optimización de parámetros óptimos para la investigación, se alimentó este modelo con los parámetros que fueron experimentalmente probados. presenta la opción de optimización presentando un modelo que mejore la concentración con menor cantidad de material desperdiciado, siendo este una superficie de 3.14 cm², voltaje inicial de 4,36 V, voltaje final de 10 V y 250 mL de volumen de electrolito.

La caracterización de la tinta de GPC se llevó con espectroscopia UV-VIS, FTIR y SEM. En el Uv-Vis se determinó que la longitud de onda de mayor absorbancia fue de 265,72 nm similar a valores de referencias bibliográficas correspondiendo a las transiciones $\pi \rightarrow \pi^*$ del espectro ultravioleta en este material y obteniendo una concentración de 0,5mg/mL. El FTIR resultó con los picos característicos según bibliografías previas, mostrando los respectivos grupos funcionales. Esto se corrobora con la microscopía electrónica de barrido mediante observación de la morfología de las láminas de GPC la presencia de grafito y defectos de borde asociados a la presencia de grupos funcionales. Grafito de pocas capas con trazas de grafeno de pocas capas.

Para la caracterización de las esponjas, debido a la ausencia de equipos especializados se midieron los parámetros eléctricos. EL proceso de impregnación de tinta de GPC en las esponjas de poliuretano se corroboró mediante el FTIR, sin embargo, de acuerdo con los resultados, el método de impregnación no fue efectivo, debido a los factores de porosidad, baja concentración y la dispersión de las GPC en las esponjas. La resistencia de las esponjas resultó demasiado elevada como para afirmar una impregnación exitosa, así mismo, un bajo potencial eléctrico medido resultando en rendimiento menor al 1%.

El costo de obtención, a nivel de laboratorio de 60 mL de la tinta de GPC con una concentración de 0,5 mg/mL, fue de \$2,51, escalando a gramos se estima un precio de \$78,44 por gramo. Al comparar esto con el precio de mercado chino (mercado con mayor producción de grafeno por año) se concluye que la tinta de GPC obtenido en este trabajo es de menor costo. Por tanto, este trabajo proporciona un enfoque eficiente para obtener una producción escalable y rentable de tinta de GPC, debido a que este método ya es utilizado a gran escala en otras industrias y el precio de la materia prima no es elevado, pudiendo llegar a allanar el camino hacia futuras aplicaciones en electrónica flexible.

RECOMENDACIONES

A pesar de haber obtenido la tinta de GPC, sería conveniente ampliar la investigación considerando otros ácidos, concentraciones y además modificando voltajes en relación con la optimización propuesta por Minitab.

La investigación requiere de la utilización de tecnologías de vanguardia, por lo cual sería conveniente la utilización de equipos de alta gama, además de los utilizados, para consolidar los resultados.

Explorar diferentes métodos de impregnación y la utilización de tinta de GPC de mayor concentración para evitar espacios sin impregnar y que se produzca un paso de corriente continuo.

BIBLIOGRAFÍA

ACUÑA, Mónica; et al. “FORMULACIÓN DE *Metarhizium anisopliae* (METSCHNIKOFF) SOROKIN CON POLÍMEROS BIODEGRADABLES Y SU VIRULENCIA CONTRA *Heliothis virescens* (FABRICIUS)”. *Revista Internacional de Contaminación Ambiental*, vol 31, 2015, pp. 219-226

AGUDOSI, Elochukwu Stephen; et al. “A Review of the Graphene Synthesis Routes and its Applications in Electrochemical Energy Storage”. *Critical Reviews in Solid State and Materials Sciences*, vol 45 (2020), (England) pp.339-377.

ALBA, L; et al. “Vías de obtención de ésteres de sacarosa para la producción de poliuretano (PSU)”. *Revista Cubana de Química*. vol. 8, 2019, Cuba pp. 204-208.

AMOR, Mario. Grafeno: Biografía de un Material (Trabajo de titulación) (Licenciatura). Online. Universidad Nacional de Educación a Distancia. Facultad de Filosofía. Departamento de Lógica, Historia y Filosofía de la Ciencia, España. 2017. [Accessed 30 July 2022]. Retrieved from: https://www.google.com/url?sa=t&rct=j&q=&esrc=s&source=web&cd=&cad=rja&uact=8&ved=2ahUKEwiy29Kf16P5AhWdQjABHWyvCYoQFnoECE0QAQ&url=http%3A%2F%2Fespacio.uned.es%2Ffez%2Feserv%2Fbibliuned%3Agrado-Filosofia-Filosofia-Mamor%2FAMor_Garcia_Mario_TFG.pdf&usg=AOvVaw29Tw5j3NIIpqX8qZD5I_kr

AN, Haoran, et al. “Free-standing fluorine and nitrogen co-doped graphene paper as a high-performance electrode for flexible sodium-ion batteries”. *Carbon*. Vol. 116, 2017 pp. 338–346. DOI 10.1016/j.carbon.2017.01.101.

Propiedades mecánicas del grafeno [blog]- Applynano Solutions. Online. 2020. [Accessed 29 July 2022]. Retrieved from: <https://applynano.com/propiedades-mecanicas-del-grafeno/>

ARIAS, Joaquín. Síntesis y caracterización de polímeros conductores basados en anilinas sustituidas y su aplicación en electrocatálisis (Trabajo de titulación) (Doctorado). Online. Universidad de Alicante. Facultad de Ciencias. Departamento de Química Física., Alicante, España. 2007.

[Accessed 30 July 2022].

Retrieved

from:

https://rua.ua.es/dspace/bitstream/10045/7706/1/tesis_doctoral_joaquin_arias_pardilla.pdf

BACKES, Claudia, et al. “Production and processing of graphene and related materials”. *2D Materials*, Vol. 7, no. 2. January 2020. DOI 10.1088/2053-1583/ab1e0a.

BAZAN, A, Estudio Espectroscópico y Morfológico en el Grafeno Químicamente Modificado (Trabajo de titulación) (Licenciatura) Universidad Nacional de Ingeniería., Facultad de Ciencias, Escuela de Química. Lima-Perú :2016.

BHUYAN, et al. “Synthesis of graphene”. *International Nano Letters..* Vol. 6, no. 2 (June 2016) pp. 65–83. DOI 10.1007/s40089-015-0176-1.

BOTAS, Cristina, et al. “Tailored graphene materials by chemical reduction of graphene oxides of different atomic structure”. *RSC Advances..* Vol. 2, no. 25 21 October 2012, (United Kingdom) pp. 9643–9650. DOI 10.1039/c2ra21447d.

CASTRO, Andrés, MODIFICACIÓN DEL ÓXIDO DE GRAFENO REDUCIDO EN MEDIO ACUOSO CON POLIELECTROLITOS Y SURFACTANTES PARA LA OBTENCIÓN DE DISPERSIONES ESTABLES Y NANOCOMPOSITOS POLIMÉRICOS (Trabajo de titulación) (Doctorado). Universidad Autónoma de Nuevo León, Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica. Nuevo León-México. 2013.

CASTRO-BELTRÁN, Andrés A, et al. “Obtención de grafeno mediante la reducción química del óxido de grafito”. *Ingenierías.* Vol 14, nº52. (2011) (México) pp. 34-42.

CATANIA, Patricia, *¿Qué países son los principales exportadores de grafeno?* [blog]. Online. 18 October 2021. [Accessed 1 August 2022]. Retrieved from: <https://www.adslzone.net/noticias/tecnologia/top-paises-exportacion-grafeno-mundo/>

CAYAMBE, Mayra; & ZAMBRANO, Carlos. OBTENCIÓN DE GRAFENO MEDIANTE EXFOLIACIÓN EN FASE LÍQUIDA Y OPTIMIZACIÓN DE LA FASE EXPERIMENTAL A TRAVÉS DE TRATAMIENTO HIDROTÉRMICO (Trabajo de titulación) (Licenciatura). Escuela

Superior Politécnica de Chimborazo, Facultad de Ciencias, Escuela de Ingeniería Química. Riobamba-Ecuador. 2018.

ÇIPLAK, Zafer, et al. “Investigation of graphene/Ag nanocomposites synthesis parameters for two different synthesis methods”. *Fullerenes Nanotubes and Carbon Nanostructures*. Vol. 23, no. 4, 3 April 2015. pp. 361–370. DOI 10.1080/1536383X.2014.894025.

CRITCHLEY, Liam, *Using Waste to Cost-Effectively Produce Graphene* [blog]. Azonano. Noviembre 9, 2020. [Accessed 4 September 2022]. Retrieved from: <https://www.azonano.com/article.aspx?ArticleID=5589#:~:text=However%2C%20as%20graphene%20currently%20ranges,to%20an%20order%20of%20magnitude>

DÍAZ, Felipe. *Principios de Electrodeposición*. Cuautitlan-México. FACULTAD DE ESTUDIOS SUPERIORES CUAUTITLÁN, Departamento de Ingeniería. Laboratorio de Tecnología de Materiales. (2008).

EDMINISTER, Joseph; & NAHVI, Mahmood. *Schaum's outline of theory and problems of electric circuits*. Tercera edición. Madrid-España McGRAW-HILL INTERAMERICANA DE ESPAÑA, S. A. U. 1997. ISBN 0070189994.

GARCÍA, Eva María. *Aplicación de la ley de Lambert-Beer en espectroscopía UV-visible* [blog]. . Valencia-España 29 June 2012. [Accessed 1 January 2022]. Retrieved from: <https://riunet.upv.es/handle/10251/16360?show=full>

GARCÍA, Tomás. OBTENCIÓN DE GRAFENO POR MÉTODOS FÍSICOQUÍMICOS (Trabajo de titulación) (Licenciatura). Universidad Nacional de Tucumán, Departamento de Física. San Miguel de Tucumán-Argentina. 2019. Online. [Accessed 2 August 2022]. Retrieved from: <https://www.facet.unt.edu.ar/licfísica/wp-content/uploads/sites/57/2019/06/Tom%C3%A1s-Eugenio-Garc%C3%ADaDaFern%C3%A1ndez.pdf>

GARCÍA, Vanessa, et al. ESTUDIO DE LA ESTABILIDAD DEL ÓXIDO DE GRAFENO CON EL TIEMPO (Trabajo de titulación) (Maestría). Universidad de Oviedo, Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica. Oviedo-España. 2013.

GEIM, Andre K; & KIM, Philip. “Carbon wonderland”. *Scientific American*. Vol. 298, no. 4 (2008). pp. 90–97. DOI 10.1038/scientificamerican0408-90.

GÓMEZ, Wilfrido. FONONES FLEXURABLES: ECUACIÓN GENERALIZADA DE DIRAC PARA ELECTRONES MOVIÉNDOSE EN GRAFENO CURVO (Trabajo de titulación) (Licenciatura). Universidad Nacional Autónoma de México, Facultad de Ciencias. Ciudad de México-México 2013.

GONZÁLEZ, José, et al. “Grafeno” *Electrónica del Grafeno* 2010. Online. [Accessed 29 July 2022]. Retrieved from: <https://www.academia.edu/download/40258866/Grafeno.pdf>

GONZÁLEZ, Rosa María; & MONTAGUT, Pilar. *Química*. Online. Grupo Editorial Patria. 2015. pp. 193–235. [Accessed 29 July 2022]. ISBN 9786074389357. Retrieved from: <https://elibro.net/es/ereader/bibliotecauv/39463?page=205>

GOYAL, Vivek; & BALANDIN, Alexander A. “Thermal properties of the hybrid graphene-metal nano-micro-composites: Applications in thermal interface materials”. *Applied Physics Letters* Vol. 100, no. 7. . 13 February 2012. DOI 10.1063/1.3687173.

GUACHO GUADO, Edmundo, et al. “Obtención de capas de grafeno a través de la exfoliación mecánica del grafito”. *Ciencia Digital*. Vol. 3, no. 1, 21 February 2019. pp. 265–282. DOI 10.33262/cienciadigital.v3i1.294.

HERNÁNDEZ, Kaima; & CALDAS, Luis. EVALUACIÓN DEL USO DEL PSEUDOTALLO DE PLÁTANO CON ALMIDÓN DE MAÍZ TERMOPLÁSTICO PARA LA ELABORACIÓN DE PLATOS BIODEGRADABLES (Trabajo de titulación) (Licenciatura). UNIVERSIDAD DE GUAYAQUIL, Facultad de Ingeniería Química, Carrera de Ingeniería Química. Guayaquil-Ecuador.2022.

HERNÁNDEZ, Roberto, et al. *Metodología de la Investigación*. 6ta edición. México McGRAW-HILL / INTERAMERICANA EDITORES, S.A. DE C.V. 2014. ISBN: 978-1-4562-239

HERNANDEZ, Yenny, et al. “High-yield production of graphene by liquid-phase exfoliation of graphite”. *Nature Nanotechnology*. Vol. 3, no. 9, 5 September 2008. pp. 563–568. DOI 10.1038/nnano.2008.215.

HOLGUIN, Saul., et al. *Fundamentos de electroquímica*. Instituto Politécnico Nacional. 2010. ISBN 9781449225407.

HORIUCHI, Shigeo, et al. “Single graphene sheet detected in a carbon nanofilm”. *Applied Physics Letters*. Vol. 84, no. 13, 29 March 2004. pp. 2403–2405. DOI 10.1063/1.1689746.

HUANG, Xiao, et al. *Graphene-based materials: Synthesis, characterization, properties, and applications*. . 18 July 2011. 7, No. 14, 1876–1902

JIN, Hong, et al. 2015. “A facile method for preparing nitrogen-doped graphene and its application in supercapacitors”. *Journal of Power Sources*. Vol. 273, 1 January 2015. pp. 1156–1162. DOI 10.1016/j.jpowsour.2014.10.010.

JUN, Yun Seok, et al. “Ultra-large sized graphene nano-platelets (GnPs) incorporated polypropylene (PP)/GnPs composites engineered by melt compounding and its thermal, mechanical, and electrical properties”. *Composites Part B: Engineering*. Vol. 133, 15 January 2018 pp. 218–225. DOI 10.1016/j.compositesb.2017.09.028.

KAUR, Manjot, et al. “Nitrogen doped graphene quantum dots: Efficient fluorescent chemosensor for the selective and sensitive detection of 2,4,6-trinitrophenol”. *Sensors and Actuators, B: Chemical*.. Vol. 245, 2017. pp. 938–945. DOI 10.1016/j.snb.2017.02.026.

Ministerio de Energía y Minas, Online. s.f. [Accessed 7 August 2022]. Retrieved from: <https://www.recursoyenergia.gob.ec/las-tarifas-de-energia-electrica-no-se-incrementaran-en-el-2022/>

LIU, Huili, et al. “Three-dimensional graphene/polyaniline composite material for high-performance supercapacitor applications”. *Materials Science and Engineering B: Solid-State Materials for Advanced Technology*. Vol. 178, no. 5, 20 March 2013. pp. 293–298. DOI 10.1016/j.mseb.2012.12.002.

LIU, Yilun, et al. “Mechanical properties of graphene papers”. *Journal of the Mechanics and Physics of Solids*. Vol. 60, no. 4, April 2012. pp. 591–605. DOI 10.1016/j.jmps.2012.01.002.

LIU, Yue, et al. “Cost-effective reduced graphene oxide-coated polyurethane sponge as a highly efficient and reusable oil-absorbent”. *ACS Applied Materials and Interfaces*. Vol. 5, no. 20, 23 October 2013. pp. 10018–10026. DOI 10.1021/am4024252.

MARÍN, Luis. SÍNTESIS DE GRAFENO A PARTIR DE GRAFITO MEDIANTE UN ACELERADOR DE ELECTRONES CON DOSIS DE 50 Y 100 kGy (Trabajo de titulación) (Licenciatura). Escuela Superior Politécnica de Chimborazo, Facultad de Ciencias, Escuela de Biofísica. Riobamba-Ecuador. 2020.

MENÉNDEZ, Rosa; & BLANCO, Clara. *El Grafeno*. Online. Madrid, Spain: Los libros de la Catarata. 2016. [Accessed 30 July 2022]. Retrieved from: <https://www.perlego.com/book/2564654/el-grafeno-pdf>

MOHAN, Velram Balaji, et al. “Hybridization of graphene-reinforced two polymer nanocomposites”. *International Journal of Smart and Nano Materials*. Vol. 7, no. 3, 2 July 2016., pp. 179–201. DOI 10.1080/19475411.2016.1237389.

MUJAL, Ramón, et al. *Grafeno: El material del presente con mucho futuro* [blog]. Online. 2020. [Accessed 29 July 2022]. Retrieved from: <https://www.automaticaeinstrumentacion.com/texto-diario/mostrar/2735503/grafeno-material-presente-mucho-futuro>

NARVÁEZ, Jimmy. OBTENCIÓN DE GRAFENO MONODISPERSO MEDIANTE EXFOLIACIÓN ELECTROQUÍMICA Y CENTRIFUGACIÓN EN CASCADA Y SU USO PARA LA FABRICACIÓN DE PELÍCULAS DELGADAS (Trabajo de titulación) (Licenciatura). Escuela Politécnica Nacional, Facultad de Ciencias. (Quito-Ecuador). 2019. Online. [Accessed 28 July 2022]. Retrieved from: <https://bibdigital.epn.edu.ec/handle/15000/20540>

NOVOSELOV, K S, et al. “Electric Field Effect in Atomically Thin Carbon Films”. *Phys. Rev. Lett.* Vol 404, 2000. pp. 666-670. Online. Kluwer. Retrieved from: <http://science.sciencemag.org/>

OJRZYNSKA, Milena, et al. “Study of optical properties of graphene flakes and its derivatives in aqueous solutions”. *Optics Express*. Vol. 28, no. 5, March 2020. pp. 7274-7281.. DOI 10.1364/oe.382523.

ONDARSE, Dianelys, *Polímeros - Concepto, tipos, propiedades y características* [blog]. Online. 2021. [Accessed 29 July 2022]. Retrieved from: <https://concepto.de/polimeros/>

ORTIZ, Tania, Síntesis de esponjas de carbono dopadas con nitrógeno mediante deposición química de vapor y su aplicación en remediación ambiental (Trabajo de titulación) (Maestría). Instituto Potosino de Investigación Científica y Tecnológica. San Luis Potosí-México. 2018.

PARVEZ, Khaled, et al. “Electrochemically exfoliated graphene as solution-processable, highly conductive electrodes for organic electronics”. *ACS Nano*. Vol. 7, no. 4, 23 April 2013. pp. 3598–3606. DOI 10.1021/nn400576v.

PÉREZ, Héctor. *Física 2*. Primera edición. Online. Patria S. 2000. [Accessed 30 July 2022]. Retrieved from: https://books.google.com.ec/books/about/F%C3%ADsica_2.html?id=F6SEBgAAQBAJ&redir_esc=y

PÉREZ, Lisouli, et al. “Obtención de membrana de grafeno a partir de *Shewanella oneidensis*”. *Boletín Científico de Ciencias Básicas e Ingenierías del ICBI*. Vol. 9, no. 2, 12 December 2021. pp. 134–138. DOI 10.29057/icbi.v9iespecial2.7995.

POTTS, Jeffrey R, et al. “Graphene-based polymer nanocomposites” *Polymer*.. Vol 52, nº 1. 7 January 2011 pp. 5-25 Elsevier Ltd.

RESMI, E, et al. “Electrochemical synthesis of graphene and its application in electrochemical sensing of glucosa”. *Materials Today: Proceedings*. Vol 5, 2018. pp. 16487-16493. Online. Retrieved from: www.sciencedirect.com/www.materialstoday.com/proceedings2214-7853

RIVERO, Omar. Sensores electroquímicos de ácidos ascórbico basado en electrodos modificados con polianilinas autodopadas (Trabajo de titulación) (Doctorado). Universidad de Alicante. Instituto Universitario de Materiales. Alicante- España. 2012.

SHIRAKAWA, Hideki, et al. “Synthesis of Electrically Conducting Organic Polymers : Halogen Derivatives of Polyacetylene, (CH)”. *Laboratory for Research on the Structure of Matter*, 1977. pp. 578-580

SINGH, Virendra, et al. “Graphene based materials: Past, present and future”. *Progress in Materials*, Vol 56, n° 8, 10 October 2011, pp. 1178-1271. Elsevier Ltd.

SOLÍS, Pablo. Modificación superficial de materiales de carbono: grafito y grafeno Memoria de Tesis Doctoral (Trabajo de titulación) (Doctorado). Universidad de Oviedo, Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica. Oviedo-España. 2011.

SONG, Pingan, et al. “Fabrication of exfoliated graphene-based polypropylene nanocomposites with enhanced mechanical and thermal properties”. *Polymer*. Vol. 52, no. 18, 18 August 2011. pp. 4001–4010. DOI 10.1016/j.polymer.2011.06.045.

SU, Ching Yuan, et al. “High-quality thin graphene films from fast electrochemical exfoliation”. *ACS Nano*. Vol. 5, no. 3, 22 March 2011. pp. 2332–2339. DOI 10.1021/nn200025p.

SUMBA, Cristhian. Obtención de grafeno mediante exfoliación electroquímica de grafito para fabricar sensores de presión usando esponjas de poliuretano (Trabajo de titulación) (Licenciatura). Online. Escuela Politécnica Nacional, Facultad de Ciencias. Quito-Ecuador: 2018 [Accessed 29 July 2022]. Retrieved from: <https://bibdigital.epn.edu.ec/handle/15000/19117>

TANG, Hao, et al. “High dispersion and electrocatalytic properties of platinum nanoparticles on graphitic carbon nanofibers (GCNFs)”. *Journal of Colloid and Interface Science*. Vol. 269, no. 1, 1 January 2004. pp. 26–31. DOI 10.1016/S0021-9797(03)00608-8.

TERÁN, Elvia. OXIDACIÓN ELECTROQUÍMICA DE GRAFITO Y SU APLICACIÓN COMO SOPORTE DE NANOPARTÍCULAS DE Pt PARA LA REACCIÓN DE REDUCCIÓN DE OXÍGENO (RRO) EN CELDAS DE COMBUSTIBLE (Trabajo de titulación) (Doctorado). Online. Universidad Autónoma del Estado de Morelos. Instituto de Investigación en Ciencias Básicas y Aplicada. 2019 [Accessed 29 July 2022]. Retrieved from: <http://riaa.uaem.mx/handle/20.500.12055/661>

THOMAS, Rajesh; & RAO, G. Mohan. “Synthesis of 3-dimensional porous graphene nanosheets using electron cyclotron resonance plasma enhanced chemical vapour deposition”. *RSC Advances*. Vol. 5, no. 103, 2015, pp. 84927–84935. DOI 10.1039/c5ra09087c.

TIMESNANO. Chengdu Organic Chemistry Co. Ltd. *Timesnano*. Online. 2022. [Accessed 2 September 2022]. Retrieved from: <http://www.timesnano.com/en/article.php?prt=4,34>

TIWARI, Ashutosh, et al. *Advanced electrode materials*. Advanced Materials Series. 2016. ISBN: 978-1-119-24252-9

TKACH, Volodymyr, et al. “Descripción matemática de la síntesis electroquímica de polímeros conductores en la presencia de surfactantes”. *Avances en Química*. Vol 9, n°1 Online. . 2013, pp. 9-.15 Retrieved from: www.saber.ula.ve/avancesenquimica

URCUYO, Roberto, et al. “Perspectivas y aplicaciones reales del grafeno después de 16 años de su descubrimiento”. *Revista Colombiana de Química*.. Vol. 50, no. 1, 25 March 2021 pp. 51–85. DOI 10.15446/rev.colomb.quim.v50n1.90134.

WANG, Bin, et al. “A highly selective electrochemical sensor for 4-chlorophenol determination based on molecularly imprinted polymer and PDDA-functionalized Graphene”. *Sensors and Actuators, B: Chemical*. Vol. 236, 29 November 2016. pp. 294–303. DOI 10.1016/j.snb.2016.06.017.

YAN, Jun, et al. “Growth and characterization of graphene by chemical reduction of graphene oxide in solution”. *Physica Status Solidi (A) Applications and Materials Science*. Vol. 208, no. 10, October 2011. pp. 2335–2338. DOI 10.1002/pssa.201084172.

YANG, H., et al. “A simple method for graphene production based on exfoliation of graphite in water using 1-pyrenesulfonic acid sodium salt”. *Carbon*. Vol. 53, March 2013. pp. 357–365. DOI 10.1016/j.carbon.2012.11.022.

YÉPEZ, E. Caracterización eléctrica de uniones moleculares usando grafeno obtenido mediante exfoliación electroquímica (Trabajo de titulación) (Licenciatura). Escuela Politécnica Nacional. Facultad de Ciencias. Quito-Ecuador 2021.

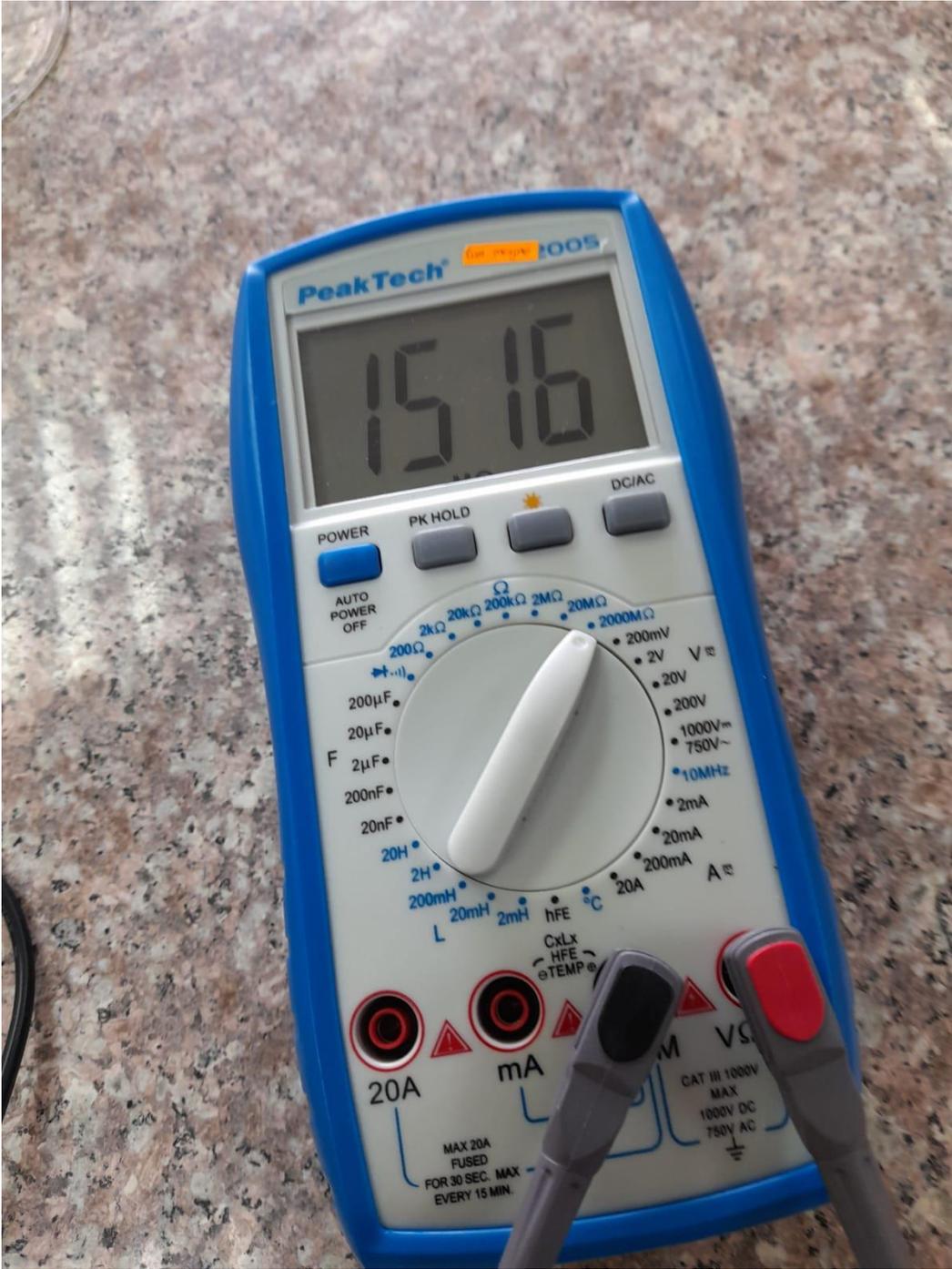
ZAPPETTINI, E, et al. *Grafito 17^{va} edición*. San Martín- Argentina SEGEMAR. 2011. ISBM 0329-5230

ZHUO, Shujuan, et al. “Upconversion and downconversion fluorescent graphene quantum dots: Ultrasonic preparation and photocatalysis”. *ACS Nano*. Vol. 6, no. 2, 28 February 2012. pp. 1059–1064. DOI 10.1021/nn2040395.

ZUMBADO, Héctor. *Análisis Instrumental de los Alimentos*. 1^{ra} edición. La Habana- Cuba 2015.

ANEXOS

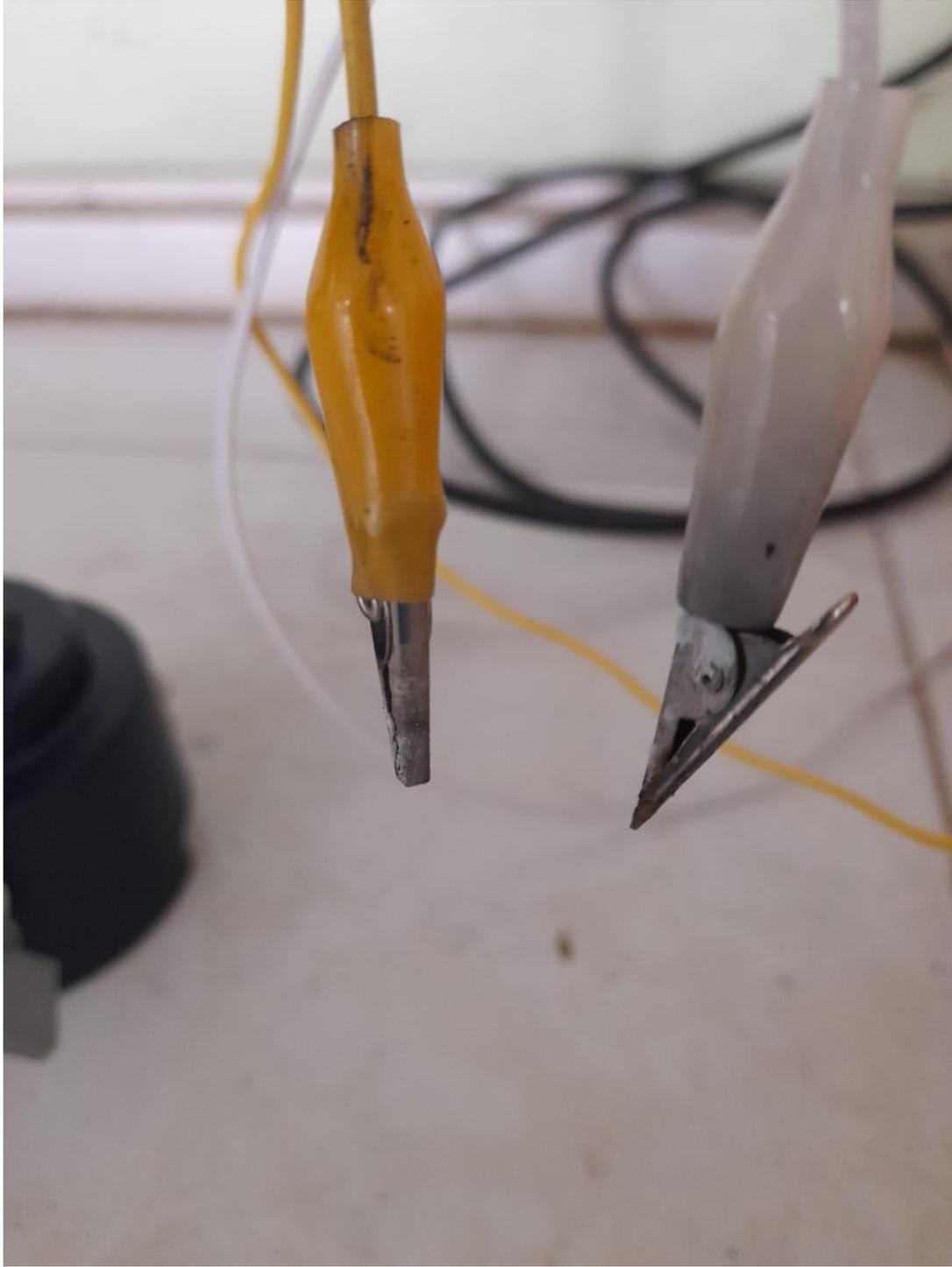
ANEXO A. TOMA DE MEDIDA DE LA RESISTENCIA DE LA ESPONJA



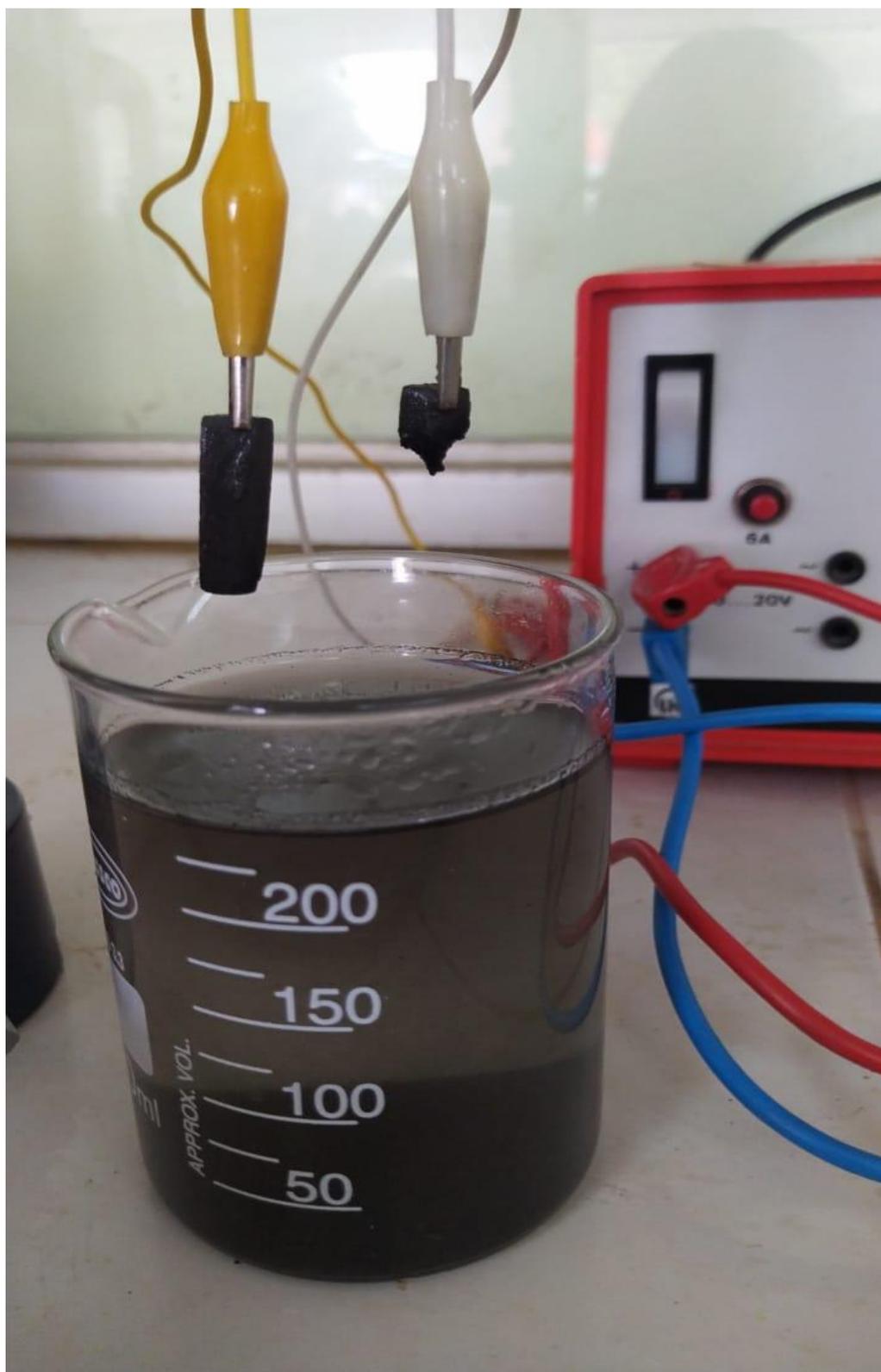
ANEXO B. PESO DE LA MASA DE GRAFENO



ANEXO C. PINZAS PICO DE LAGARTO



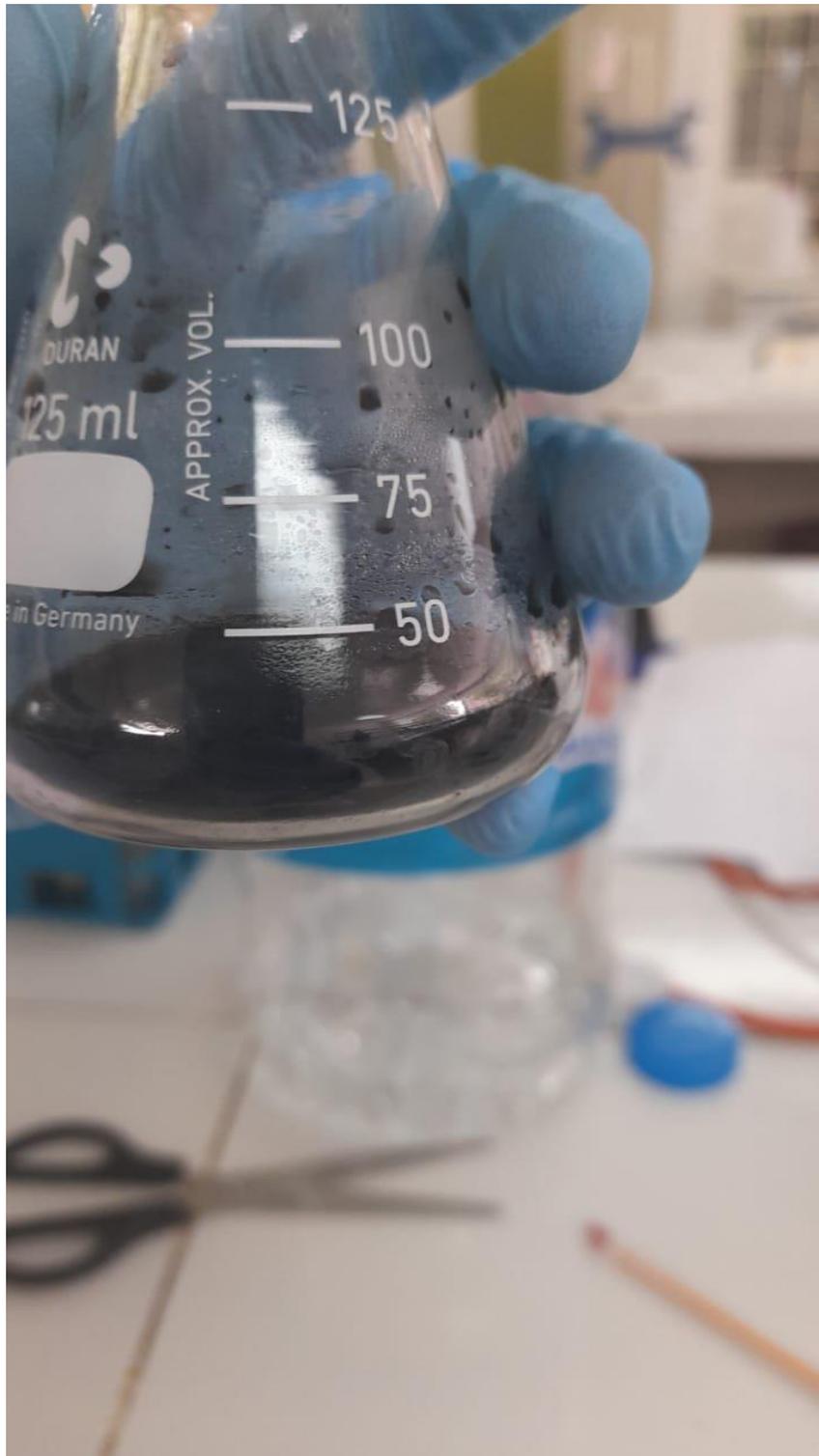
ANEXO D. BARRA DE GRAFITO EXFOLIADA SUSPENDIDO EN EL ELECTROLITO DE H₂SO₄



ANEXO E. ÁCIDO SULFÚRICO



ANEXO F. POLVO DE GRAFENO EN AGUA



ANEXO G. CARACTERÍSTICAS DEL ÁCIDO SULFÚRICO

Sustancia: Acido sulfúrico (H_2SO_4)	Nº CAS: 7664-93-9
Fecha de recepción: 2019-06-13	Fecha de apertura:
Expiración: 2021-02-28	Concentración real: 95-97%
Palabra de Advertencia : ATENCION	
Identificación del peligro: H318/H290/H371/EUH029	
Descripción del peligro: CORROSIVO, PROVOCA QUEMADURAS	
Medidas Preventivas/Prudencia:	
P281/P281/P305+P351/P302+P353+P361/P301+P331/P304+P340+P315/P312	
Condiciones de Conservación: TEMPERATURA AMBIENTE/AREA VENTILADA	
Identificación del Proveedor: ESPECTROCROM	

ANEXO H. CUBETA DE VIDRIO



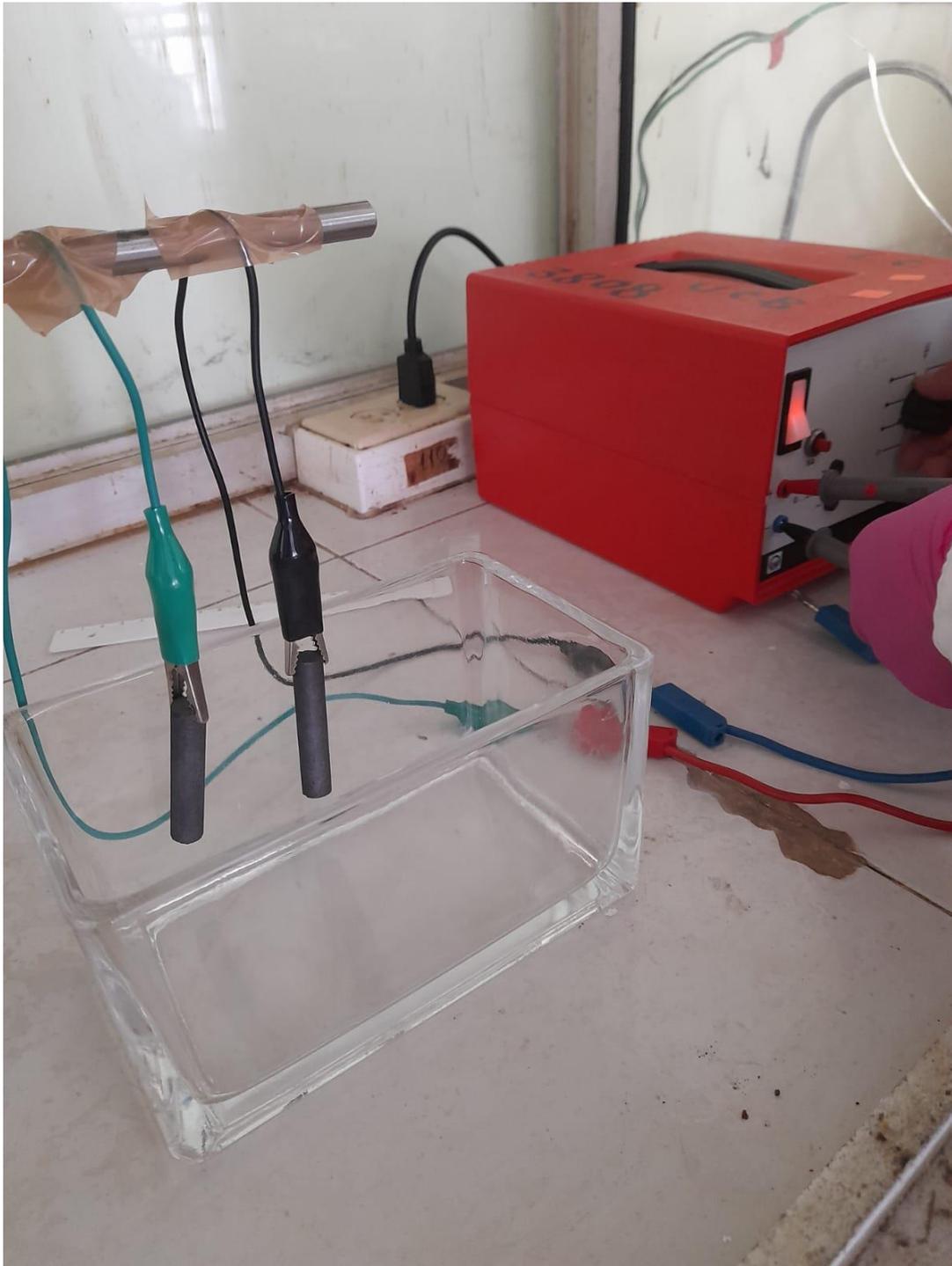
ANEXO I. BARRAS DE GRAFITO UTILIZADAS



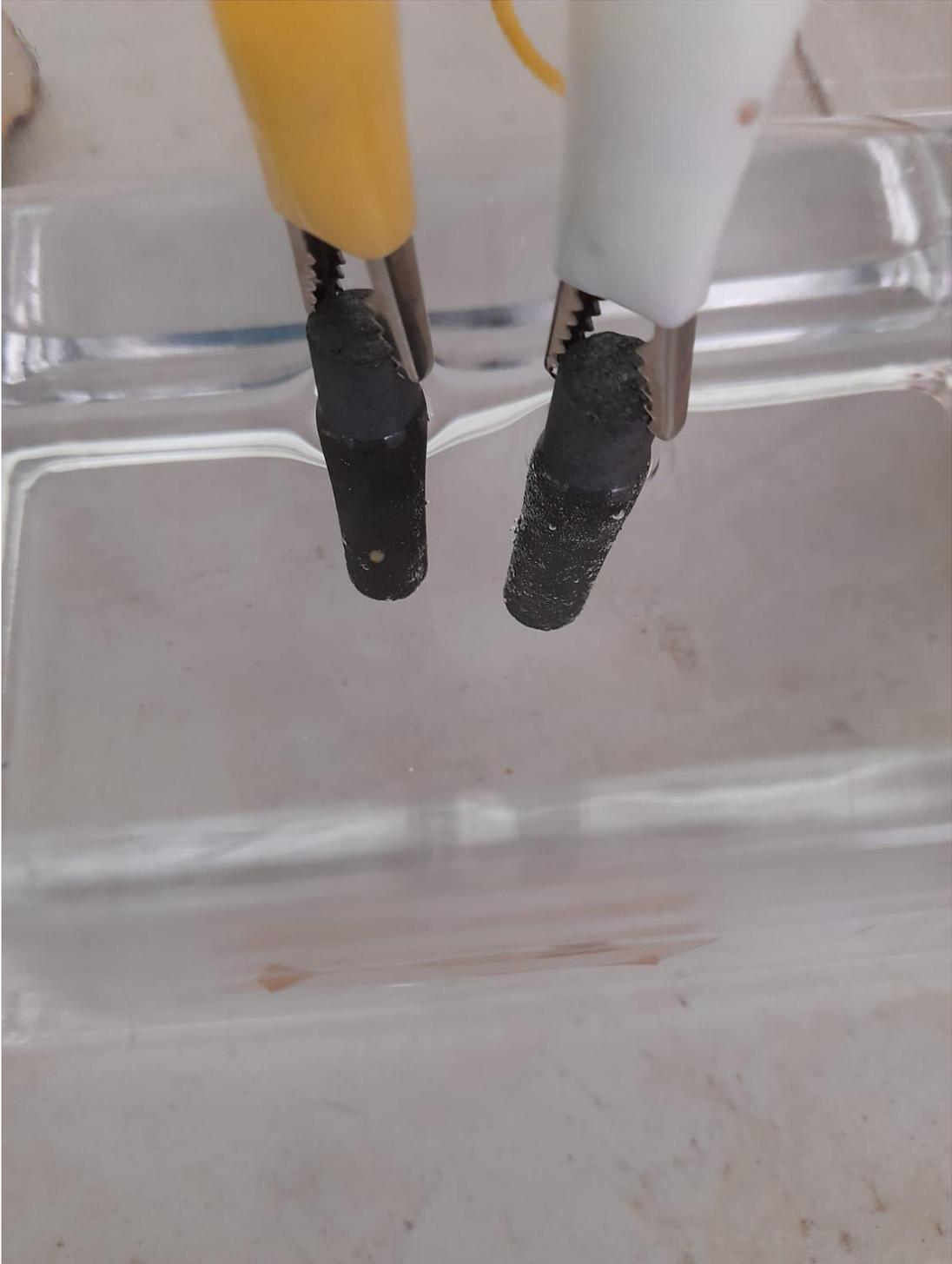
ANEXO J. MODELO DEL SISTEMA DE ELECTRÓLISIS



ANEXO K. MODELA DE ELECTRÓLISIS CON BARRAS DE MENOR TAMAÑO



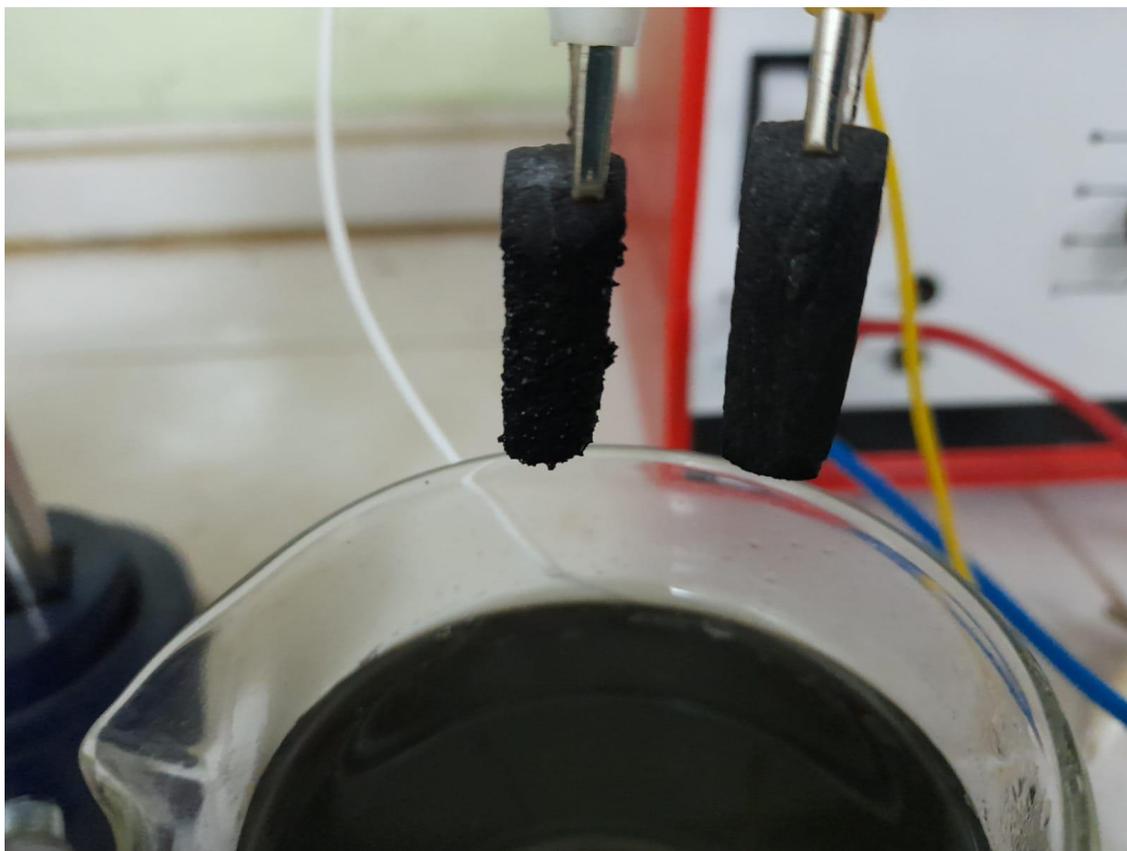
ANEXO L. BARRAS DE GRAFITO SUMERGIDAS EN LA DISOLUCIÓN



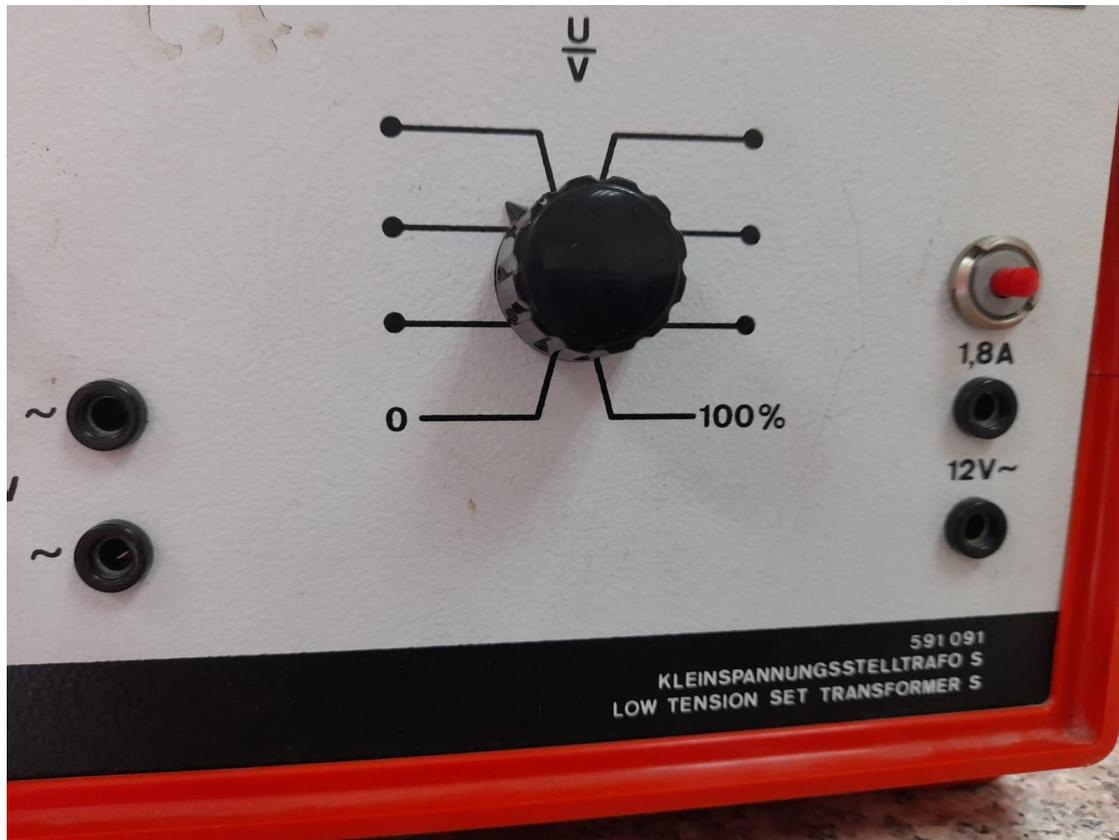
ANEXO M. BARRAS DE GRAFITO TRAS 60 MINUTOS DE ELECTRÓLISIS



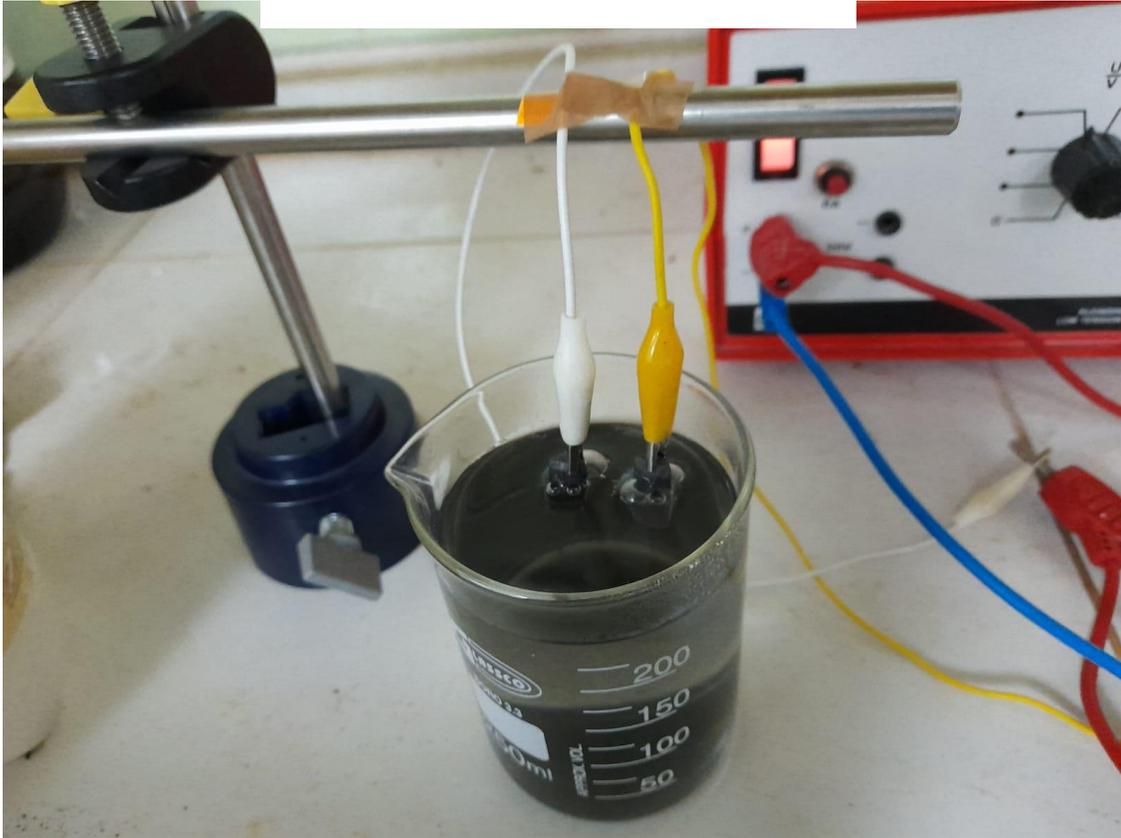
ANEXO N. BARRAS DE GRAFITO TRAS 60 MINUTOS DE ELECTRÓLISIS



ANEXO Ñ. FUENTE DE ENERGÍA



ANEXO O. SISTEMA DE ELECTROLISIS



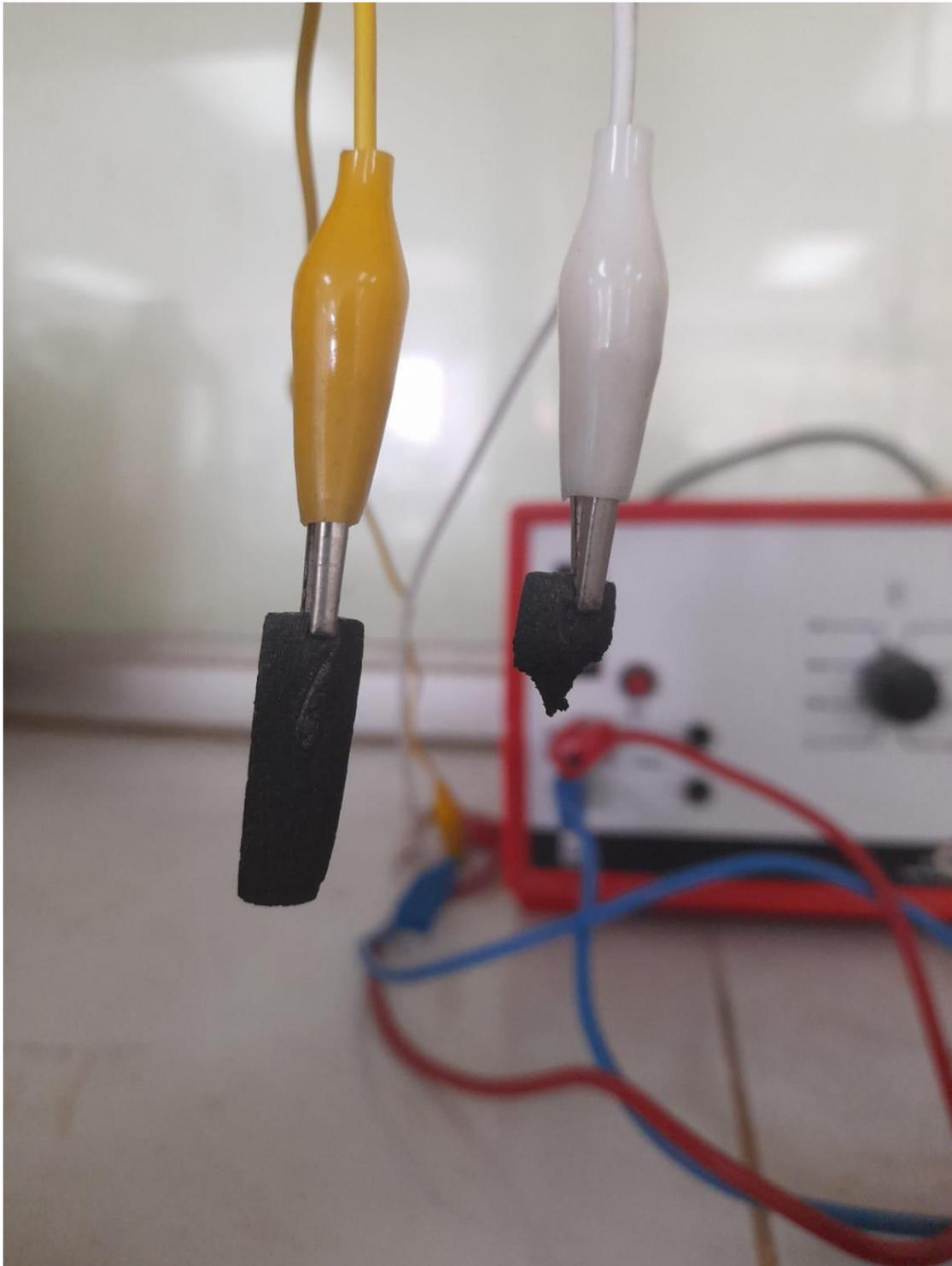
ANEXO P. SONICADOR



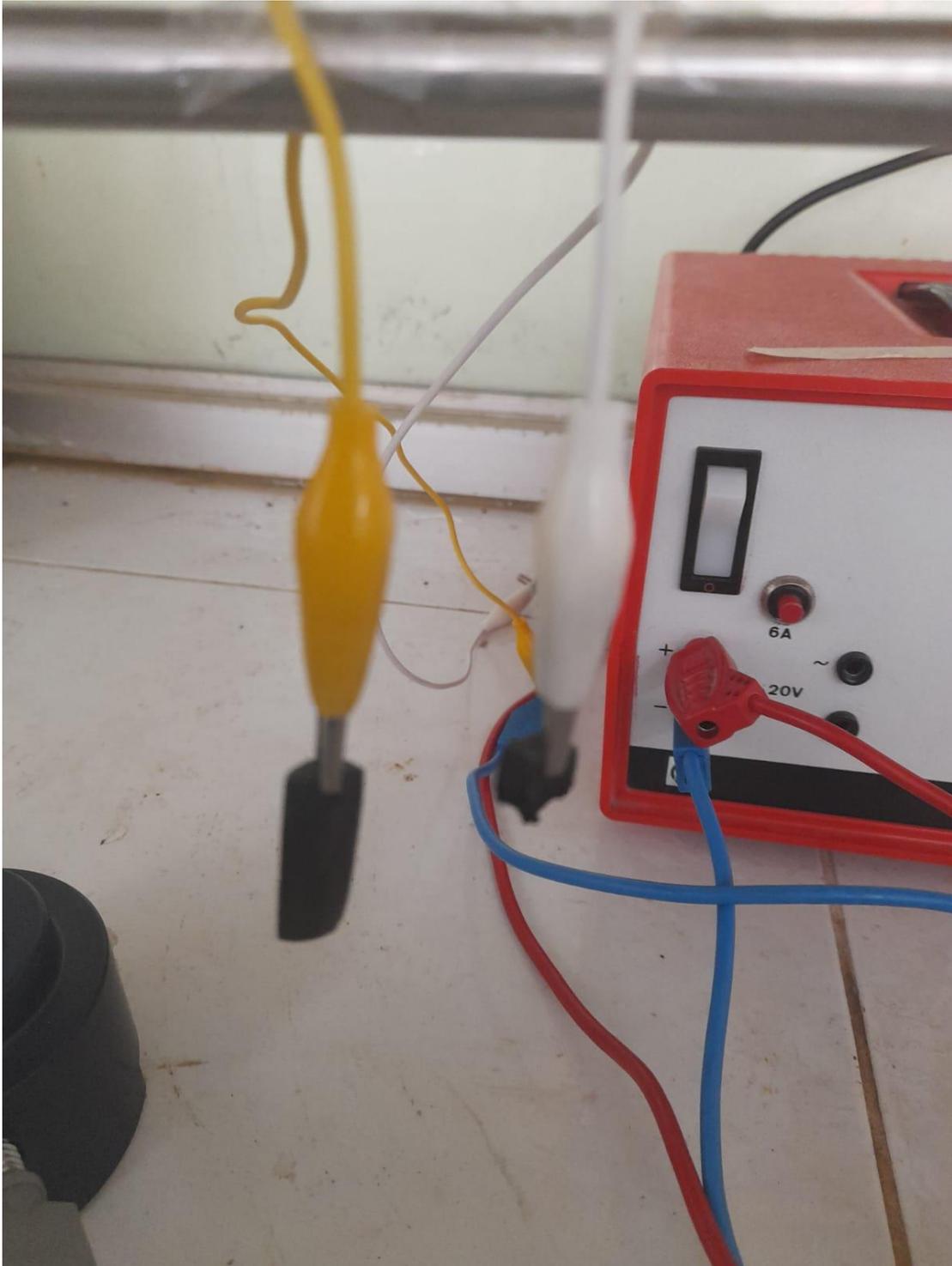
ANEXO Q. PROCESO DE SONICACIÓN



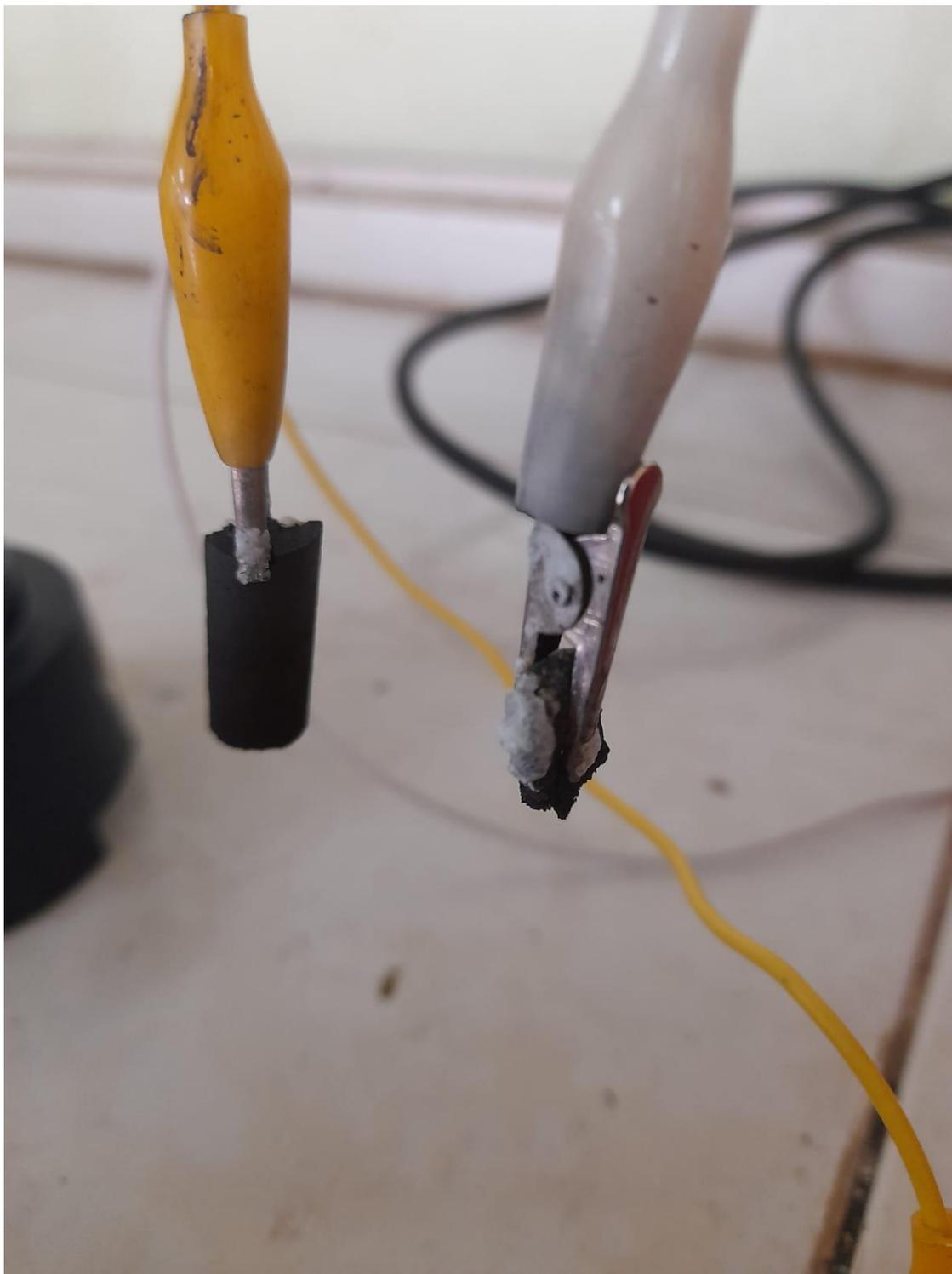
ANEXO R. BARRAS DE GRAFITO TRAS TRES HORAS DE ELECTRÓLISIS



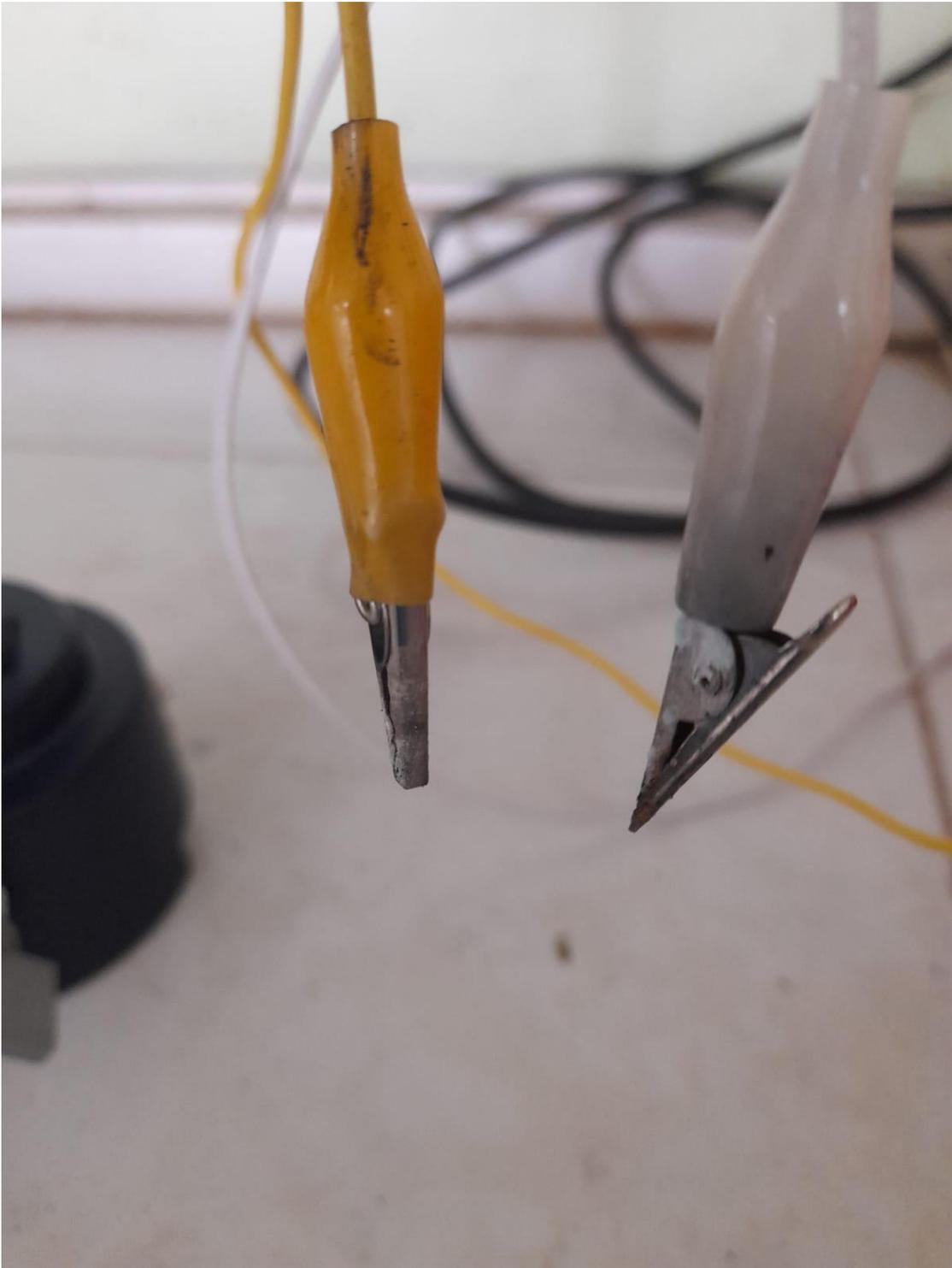
ANEXO S. BARRAS CONSUMIDAS



ANEXO T. LAGARTOS EN CONTACTO CON LA DISOLUCIÓN TRAS LA ELECTRÓLISIS



ANEXO U. LAGARTOS EN CONTACTO CON LA DISOLUCIÓN TRAS LA ELECTRÓLISIS



ANEXO V. RESTO DE LA BARRA DE GRAFITO



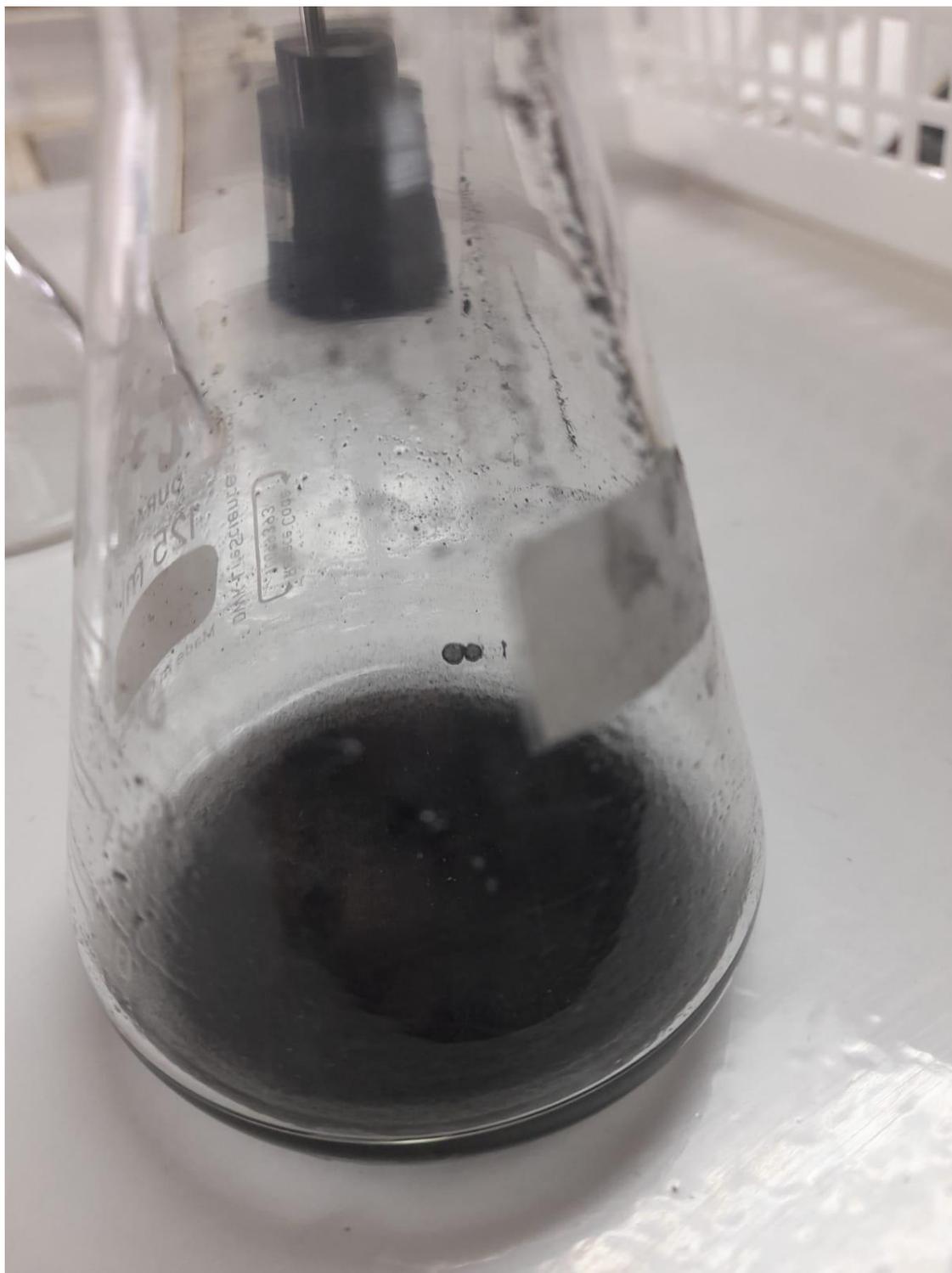
ANEXO W. RESTO DE LA BARRA DE GRAFITO CON ÓXIDO



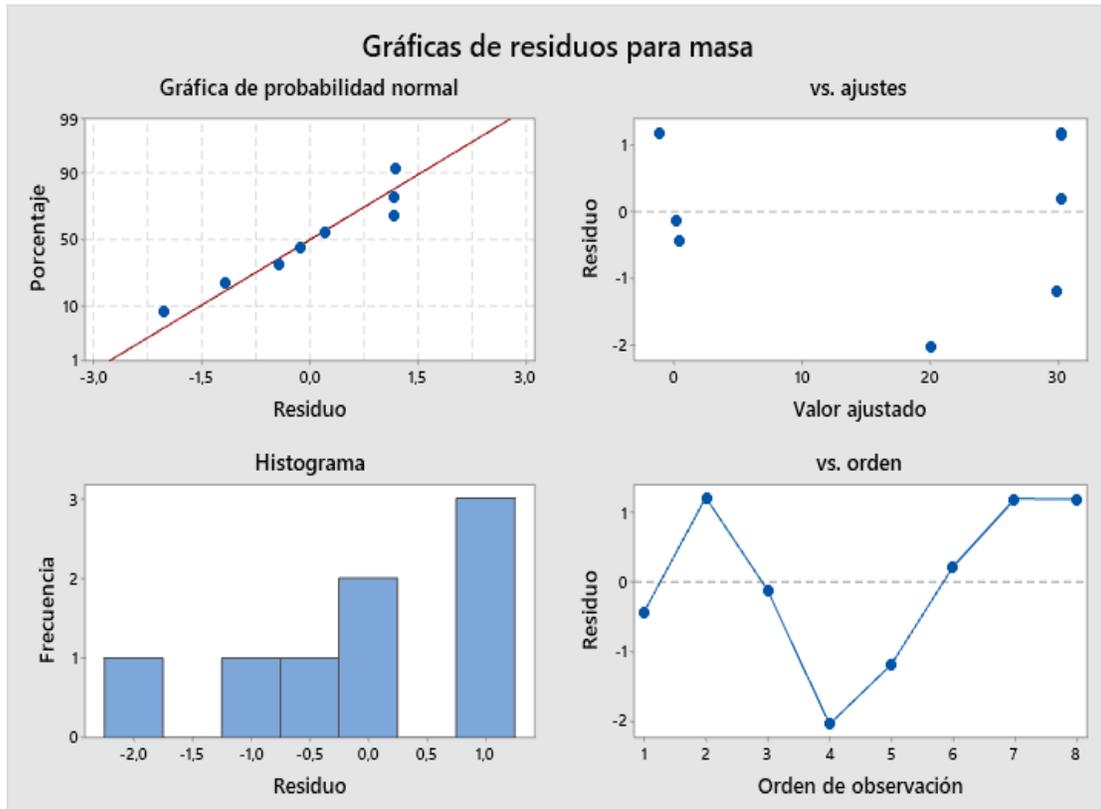
ANEXO X. GRAFENO OBTENIDO DESPUÉS DE LA ELECTRÓLISIS



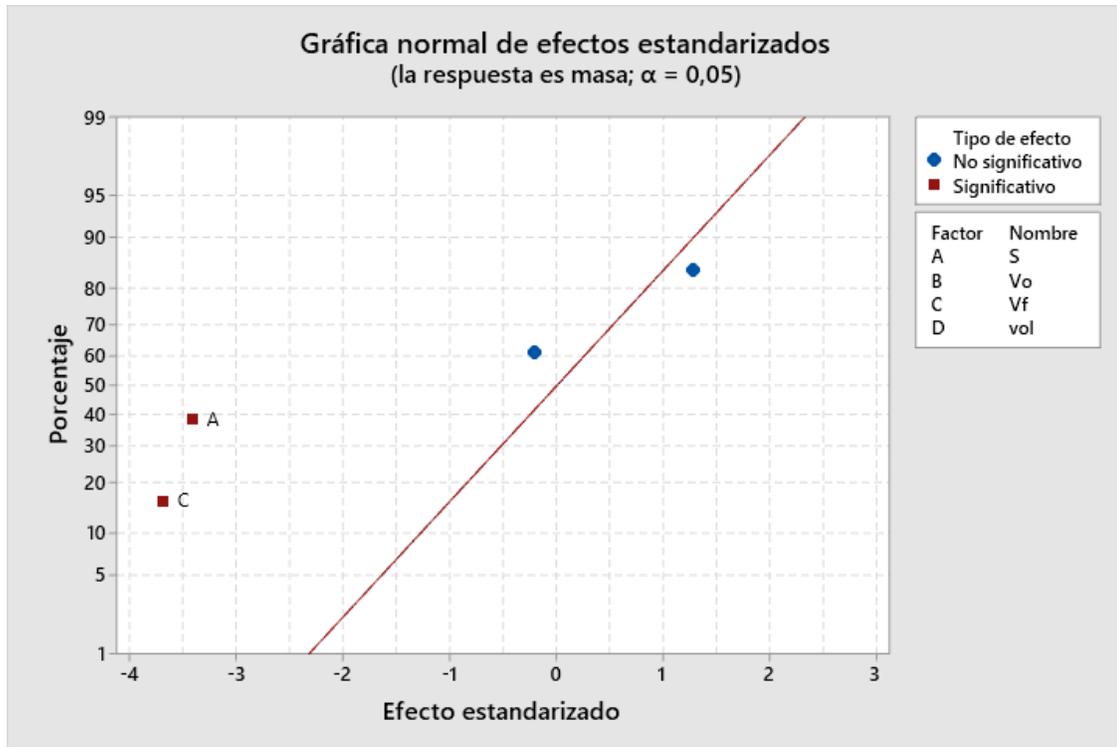
ANEXO Y. GRAFENO SUSPENDIDO EN AGUA DESTILADA



ANEXO Z FILTRACIÓN DE LA MUESTRA DEL MEJOR PROCESO



ANEXO AA. REPETICIÓN DEL MEJOR PROCESO





epoch

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: 07 / 02 / 2023

INFORMACIÓN DEL AUTOR/A (S)

Nombres – Apellidos: Jorge Javier García Jiménez

INFORMACIÓN INSTITUCIONAL

Facultad: Ciencias

Carrera: Física

Título a optar: Físico

f. Analista de Biblioteca responsable: Ing. Leonardo Medina Ñuste MSc.



2433-DBRA-UPT-2022