



ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO
FACULTAD DE CIENCIAS
CARRERA FÍSICA

**EFFECTOS DE LA RADIACIÓN NO IONIZANTE EN LOS GRUPOS
FUNCIONALES PRESENTES EN EL ÓXIDO DE GRAFENO**

Trabajo de Integración Curricular

Tipo: Proyecto de Investigación

Presentado para optar al grado académico de:

FÍSICO

AUTORES:

DANIEL ISAAC ESPINOZA GAONA

ANABEL ANDREA ANALUIZA CARRERA

DIRECTORA: ING. GABRIELA VIVIANA TUBÓN USCA, PhD.

Riobamba – Ecuador

2023

© 2023, Daniel Isaac Espinoza Gaona, Anabel Andrea Analuiza Carrera

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.

Nosotros, Daniel Isaac Espinoza Gaona y Andrea Anabel Analuiza Carrera, declaramos que el presente trabajo de integración curricular es de nuestra autoría y los resultados de este son auténticos. Los textos en el documento que provienen de otras fuentes están debidamente citados y referenciados.

Como autores asumimos la responsabilidad legal y académica de los contenidos de este trabajo de integración curricular. El patrimonio intelectual pertenece a la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo.

Riobamba, 01 de junio de 2023



Daniel Isaac Espinoza Gaona

172182727-5



Anabel Andrea Analuiza Carrera

185001761-5

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, **EFFECTOS DE LA RADIACIÓN NO IONIZANTE EN LOS GRUPOS FUNCIONALES PRESENTES EN EL ÓXIDO DE GRAFENO**, ha sido minuciosamente revisado por los Miembros del Tribunal de Trabajo de Integración Curricular, el mismo que cumple con los requisitos científico, técnicos, legales, en tal virtud el Tribunal autoriza su presentación.

FIRMA

FECHA

Dr. Fabian Ernesto Arias Arias
PRESIDENTE DEL TRIBUNAL



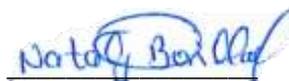
2023-06-01

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



2023-06-01

Biof. Azucena Nataly Bonilla García, Msc.
ASESORA DEL TRABAJO DE INTEGRACIÓN CURRICULAR



2023-06-01

DEDICATORIA

El presente trabajo va dedicado a mi madre, Margarita Gaona por su apoyo incondicional en todas las etapas de mi vida y por sus oraciones que siempre me mantuvieron de pie, a mi hermana, Abigail Espinoza por siempre creer en mí y jamás dudar de lo que soy capaz, y por último a mi pareja Andrea Analuiza por motivarme a no rendirme en los momentos más difíciles.

Daniel

Este trabajo de titulación lo dedico a mis padres, Davith Analuiza y Cecilia Carrera por ser el pilar fundamental en mi vida y mi apoyo incondicional en cada etapa, a mis hermanos, Michelle Analuiza y Samuel Analuiza por sus palabras de aliento, y finalmente a mi pareja Isaac Espinoza por creer en mí y apoyarme a lo largo de este recorrido.

Anabel

AGRADECIMIENTOS

Expreso mi agradecimiento a mis padre y hermanos, por brindarme su apoyo, su consejo, y amor incondicional a lo largo de toda mi vida, por enseñarme valores que no se aprenden en la vida estudiantil, y formarme como el hombre que soy hoy en día. A mi tutora de tesis Dra. Gabriela Tubón, al Dr. Cristian Vacacela y a todos los docentes que conformaron mi educación, por todo su esfuerzo y apoyo para el desarrollo de este proyecto, solventando con su conocimiento las dificultades que encontramos a la hora de realizarlo, finalmente a todas las personas que dedican su tiempo día a día al desarrollo de la ciencia.

Daniel

Agradezco primero a Dios, por guiarme a lo largo de este camino y por permitirme llegar a culminar esta etapa universitaria. A mis queridos padres, por el apoyo que me han brindado para salir adelante, por sus enseñanzas y consejos que me permitieron no rendirme, y a mis hermanos que de igual forma fueron parte de este proceso. Y como no expresar un agradecimiento a nuestra tutora Dra. Gabriela Tubón, por su paciencia y enseñanza, al Dr. Christian Vacacela por compartir sus conocimientos en este trabajo, muchas gracias a todos los docentes, técnicos que de una u otra manera pusieron su granito para la elaboración de este proyecto.

Anabel

ÍNDICE DE CONTENIDO

ÍNDICE DE TABLAS	xi
ÍNDICE DE ILUSTRACIONES	xii
ÍNDICE DE GRÁFICOS	xiv
RESUMEN.....	xvi
ABSTRACT	xvii
INTRODUCCIÓN	1

CAPÍTULO I

1. PROBLEMA DE INVESTIGACIÓN.....	4
1.1. Planteamiento del problema.....	4
1.2. Limitaciones y delimitaciones	5
1.2.1. <i>Limitaciones</i>	5
1.2.2. <i>Delimitaciones</i>	5
1.3. Problema general de investigación.....	5
1.4. Problemas específicos de investigación.....	5
1.5. Objetivos	5
1.5.1. <i>Objetivo general</i>	5
1.5.2. <i>Objetivos específicos</i>	6
1.6. Justificación	6
1.6.1. <i>Justificación teórica</i>	6
1.6.2. <i>Justificación metodológica</i>	7
1.6.3. <i>Justificación práctica</i>	7
1.7. Hipótesis.....	7

CAPÍTULO II

2. MARCO TEÓRICO.....	8
2.1. Carbono.....	8
2.2. Grafeno.....	9
2.3. Propiedades del grafeno.....	10
2.3.1. <i>Propiedades electrónicas</i>	10

2.3.2.	<i>Propiedades ópticas</i>	11
2.3.3.	<i>Propiedades térmicas</i>	12
2.3.4.	<i>Propiedades mecánicas</i>	12
2.4.	Aplicaciones del grafeno	13
2.5.	Forma de obtención del grafeno	13
2.5.1.	<i>Método de top-down</i>	13
2.5.2.	<i>Método de bottom-up</i>	14
2.6.	Óxido de grafeno	14
2.7.	Estructura del óxido de grafeno	15
2.8.	Síntesis del óxido de grafeno	17
2.8.1.	<i>Método de Brodie</i>	17
2.8.2.	<i>Método de Staudernmair</i>	18
2.8.3.	<i>Método de Hummers y sus modificaciones</i>	18
2.9.	Reducción de óxido de grafeno	19
2.9.1.	<i>Reducción térmica</i>	20
2.9.2.	<i>Reducción empleando UV-Visible</i>	20
2.9.3.	<i>Reducción empleando ondas de microondas</i>	21
2.10.	Técnicas de caracterización	22
2.10.1.	<i>UV-Visible</i>	22
2.10.2.	<i>Espectrometría infrarroja (FTIR)</i>	23
2.10.3.	<i>Microscopía electrónica de barrido (SEM)</i>	24
2.10.4.	<i>Método de Kelvin o método de cuatro puntas</i>	25

CAPÍTULO III

3.	MARCO METODOLÓGICO	27
3.1.	Síntesis de óxido de grafeno	27
3.1.1.	<i>Materiales, reactivos y equipos para la síntesis de GO</i>	27
3.1.1.1.	<i>Materiales y reactivos</i>	27
3.1.1.2.	<i>Equipos</i>	29
3.1.2.	<i>Proceso de síntesis de óxido de grafeno</i>	29
3.2.	Síntesis de óxido de grafeno reducido	35
3.2.1.	<i>Reducción mediante ondas de microondas</i>	35
3.2.1.1.	<i>Materiales y reactivos</i>	35
3.2.1.2.	<i>Equipos</i>	36
3.2.2.	<i>Proceso de reducción mediante ondas de microondas</i>	37

3.2.3. Reducción mediante UV-Visible	40
3.2.3.1. <i>Materiales y reactivos</i>	40
3.2.3.2. <i>Equipos</i>	40
3.2.4. Proceso de reducción mediante luz ultravioleta	41
3.2.5. Proceso de reducción mediante luz visible	43
3.3. Conductividad eléctrica	45
3.3.1.1. <i>Materiales y equipos</i>	45
3.3.2. Conductividad eléctrica mediante método de Kelvin	45

CAPÍTULO IV

4. MARCO DE RESULTADOS Y DISCUSIÓN DE LOS RESULTADOS	48
3.4. Cantidad de GO y rGO obtenido	48
3.5. Caracterización	49
3.5.1. UV-Visible	49
3.5.1.1. <i>Resultado UV-Vis de óxido de grafeno</i>	49
3.5.1.2. <i>Resultado UV-Vis de óxido de grafeno reducido por microondas 1</i>	50
3.5.1.3. <i>Resultado UV-Vis de óxido de grafeno reducido por microondas 2</i>	52
3.5.1.4. <i>Resultado UV-Vis de óxido de grafeno reducido por luz ultravioleta</i>	54
3.5.1.5. <i>Resultado UV-Vis de óxido de grafeno reducido por luz visible</i>	55
3.5.2. Espectroscopia infrarroja	57
3.5.2.1. <i>Resultado FT-IR de óxido de grafeno</i>	57
3.5.2.2. <i>Resultado FT-IR de óxido de grafeno reducido por microondas 1</i>	58
3.5.2.3. <i>Resultado FT-IR de óxido de grafeno reducido por microondas 2</i>	60
3.5.2.4. <i>Resultado FT-IR de óxido de grafeno reducido por luz ultravioleta</i>	61
3.5.2.5. <i>Resultado FT-IR de óxido de grafeno reducido por luz visible</i>	62
3.5.3. Microscopia electrónica de barrido (SEM)	63
3.5.3.1. <i>Resultado SEM de óxido de grafeno</i>	63
3.5.3.2. <i>Resultado SEM de óxido de grafeno reducido por microondas 1</i>	64
3.5.3.3. <i>Resultado SEM de óxido de grafeno reducido por microondas 2</i>	64
3.5.3.4. <i>Resultado FT-IR de óxido de grafeno reducido por luz visible</i>	65
3.5.4. EDS o Espectrometría de dispersión de energía	66
3.5.4.1. <i>Resultado EDS de óxido de grafeno</i>	66
3.5.4.2. <i>Resultado EDS de óxido de grafeno reducido por microondas 1</i>	67
3.5.4.3. <i>Resultado EDS de óxido de grafeno reducido por microondas 2</i>	67
3.5.4.4. <i>Resultado EDS de óxido de grafeno reducido por luz visible</i>	68

3.5.5. Caracterización eléctrica.....	69
3.5.5.1. Resultado conductividad GO y RGO.....	69

CONCLUSIONES

RECOMENDACIONES

BIBLIOGRAFÍA

ANEXOS

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 3-1: Materiales y reactivos utilizados para la producción de óxido de grafito.	27
Tabla 3-2: Equipos utilizados para la producción de óxido de grafito.....	29
Tabla 3-3: Reactivos principales para la producción de óxido de grafito.....	29
Tabla 3-4: Materiales y reactivos para reducir GO mediante ondas de microondas.....	36
Tabla 3-5: Equipos utilizados en la reducción de GO mediante ondas de microondas.	36
Tabla 3-6: Muestras de prueba para el microondas 2.	37
Tabla 3-7: Concentraciones para irradiación por ondas electromagnéticas, Microondas 1.	39
Tabla 3-8: Concentraciones para irradiación por ondas electromagnéticas, Microondas 2.	39
Tabla 3-9: Materiales y reactivos para reducir GO mediante UV-Visible.....	40
Tabla 3-10: Equipos para reducir GO mediante UV-Visible.....	41
Tabla 3-11: Concentraciones para irradiación por luz Ultravioleta.	41
Tabla 3-12: Concentraciones para irradiación por luz Visible.....	43
Tabla 3-13. Materiales y equipos para comprobar la conductividad del rGO.....	45
Tabla 4-1 Cantidad de GO recuperado.....	48
Tabla 4-2. Cantidad de GO preparado para irradiación.	48
Tabla 4-3: Resultado EDS óxido de grafeno.	66
Tabla 4-4: Resultado EDS óxido de grafeno reducido muestra M1.1 1200 w.....	67
Tabla 4-5: Resultado EDS óxido de grafeno reducido muestra M2.1 600 w.....	68
Tabla 4-6: Resultado EDS óxido de grafeno reducido muestra V2 700 nm.	68
Tabla 4-7: Propiedades eléctricas encontradas en GO y rGO.....	72

ÍNDICE DE ILUSTRACIONES

Ilustración 2-1: Alótropos de carbono y materiales relacionados. CNT, nanotubo de carbono..	8
Ilustración 2-2: La estructura cristalina del grafeno: átomos de carbono dispuestos en una red de panal.....	9
Ilustración 2-3: Dos subredes (rojo y azul), celda unitaria del grafeno (a) y un esquema de los enlaces σ y los orbitales π en las hojas del grafeno (b).....	11
Ilustración 2-4: Grafeno de una sola capa y grafeno de doble capa, suspendidos encima de una membrana porosa. Absorbancia óptica de 2.3% cada paca.	11
Ilustración 2-5: Principales propuestas de la estructura de grafeno (GO).....	15
Ilustración 2-6: Revisión moderna a modelos estructurales del GO, además, los anteriormente propuestos.	16
Ilustración 2-7: Interpretación morfológica del GO.....	16
Ilustración 2-8: Estructura GO y rGO.	19
Ilustración 2-9: Muestra sometida a UV-Visible.....	23
Ilustración 2-10: Espectro FTIR de reducción de óxido de grafeno por LAA, 1) GO, 2) rGO 12 horas, 3) rGO 24 horas y 4) rGO 48 horas.....	24
Ilustración 2-11: Determinación de la resistencia usando métodos de cuatro puntas.	25
Ilustración 2-12: Esquema método de cuatro puntas.....	26
Ilustración 3-1: A) 9 gramos de $KMnO_4$, 3 gramos de grafito. B) Mezcla de compuestos.....	30
Ilustración 3-2: Mezcla de ácido sulfúrico y permanganato de potasio.	30
Ilustración 3-3: Baño de aceite a temperatura de 50 °C en la solución.....	31
Ilustración 3-4: Agregado de agua destilada. A) 150 ml de agua destilada gota a gota. B) 500 ml de agua destilada.....	31
Ilustración 3-5: Óxido de grafito.....	32
Ilustración 3-6: Lavado de óxido de grafito.	32
Ilustración 3-7: Muestras de óxido de grafito densas, después de la mitad de los lavados requeridos.	32
Ilustración 3-8: pH de las muestras logradas de óxido de grafeno.....	33
Ilustración 3-9: Pyrex de 33 tubos falcon de óxido de grafito cada uno.	33
Ilustración 3-10: Muestras de óxido de grafito a 70°C por 48 horas.....	33
Ilustración 3-11: Muestras de óxido de grafito secado y pesado.....	34
Ilustración 3-12: Sonicación por ultrasonido, a dos preparados de óxido de grafito.	34
Ilustración 3-13: A) Sobrenadante de GO centrifugado, B) GO en pyrex para secado y C) Residuos de óxido de grafito.	34
Ilustración 3-14: Secado de GO y trasladado a porta muestras para su posterior	

experimentación.....	35
Ilustración 3-15: Concentraciones acuosas de prueba de GO.	37
Ilustración 3-16: Concentraciones acuosas de prueba de GO irradiadas con Ondas de microondas. A) 10 minutos, B) 15 minutos y C) 20 minutos.	38
Ilustración 3-17: Espectrometría UV-Visible concentraciones de prueba.	38
Ilustración 3-18: Concentraciones de GO, por proceso de sonicación por 35 minutos a temperatura ambiente.....	39
Ilustración 3-19: Concentraciones acuosas de GO de 100mg a 300nm y 350 nm respectivamente.	41
Ilustración 3-20: Irradiación luz ultravioleta a concentraciones de 0,16 mg/ml para cada longitud de onda 300nm y 350nm respectivamente.....	42
Ilustración 3-21: Irradiación luz visible a concentraciones de 0,16 mg/ml para cada longitud de onda 500nm y 700nm respectivamente.....	44
Ilustración 3-22. Sustrato utilizado para la caracterización de conductividad de rGO mediante el método de Kelvin.....	46
Ilustración 3-23. Deposición de rGO sobre sustrato para posterior caracterización.....	46
Ilustración 3-24. Caracterización de rGO para las muestras M1.1, M2.1 y V2. Con el equipo SMU.....	47
Ilustración 4-1: SEM de óxido de grafeno.	63
Ilustración 4-2: SEM óxido de grafeno reducido muestra M1.1 1200 w.	64
Ilustración 4-3: SEM óxido de grafeno reducido muestra M2.1 600 w.	65
Ilustración 4-4: SEM óxido de grafeno reducido muestra V2 700 nm.....	65

ÍNDICE DE GRÁFICOS

Gráfico 4-1: Espectroscopía UV de GO.	49
Gráfico 4-2: Espectroscopía UV de rGO de M1 (1200 w) muestra M1.3 a concentración de 0,17 mg/ml de 6 horas y 9 horas de irradiación por ondas electromagnéticas, de acuerdo con la Tabla 3-7.....	50
Gráfico 4-3: Espectroscopía UV de rGO de M1 (1200 w) muestra M1.2 a concentración de 0,25 mg/ml de 6, 12, 18 y 24 horas de irradiación por Ondas Electromagnéticas, de acuerdo con la Tabla 3-7.....	51
Gráfico 4-4: Espectroscopía UV de rGO de M1 (1200 w) muestra M1.1 a concentración de 0,5 mg/ml de 6, 12, 18, 24, y 30 horas de irradiación por Ondas Electromagnéticas, de acuerdo con la Tabla 3-7.....	51
Gráfico 4-5: Espectroscopía UV de rGO de M2 (600 w) muestra M2.3 a concentración de 0,17 mg/ml de 6, 12 y 18 horas de irradiación por ondas electromagnéticas, de acuerdo con la Tabla 3-8.	52
Gráfico 4-6: Espectroscopía UV de rGO de M2 (600 w) muestra M2.2 a concentración de 0,25 mg/ml de 6, 12, 18, 24, 30, 36 y 42 horas de irradiación por ondas electromagnéticas, de acuerdo con la Tabla 3-8.	53
Gráfico 4-7: Espectroscopía UV de rGO de M2 (600 w) muestra M2.1 a concentración de 0,5 mg/ml de 12, 24, 36, 48, 60 y 72 horas de irradiación por ondas electromagnéticas, de acuerdo con la Tabla 3-8.	53
Gráfico 4-8: Espectroscopía UV de rGO de luz ultravioleta (300 nm) muestra U1, concentración de 0,16 mg/ml de 7, 12, 17 y 20 días, de acuerdo con la Tabla 3-11.	54
Gráfico 4-9: Espectroscopía UV de rGO de luz ultravioleta (350 nm) muestra U2, concentración de 0,16 mg/ml de 5, 12, 17, 20, y 24 días, de acuerdo a la Tabla 3-11.	55
Gráfico 4-10: Espectroscopía UV de rGO de luz visible (500 nm) muestra V1 a concentración de 0,16 mg/ml de 4, 7, 12, 17 y 22 días, de acuerdo con la Tabla 3-12.....	55
Gráfico 4-11: Espectroscopía UV de rGO de luz visible (700 nm) muestra V2 a concentración de 0,16 mg/ml de 7, 12, 17, 22 y 27 días de irradiación, de acuerdo con la Tabla 3-12.	56
Gráfico 4-12: Espectro FTIR de GO.....	58
Gráfico 4-13: Espectro FTIR de rGO para M1 (1200 w), para las muestras M1.3, M1.2 y M1.1 a concentraciones de 0,5 mg/ml, 0,25 mg/ml y 0,17 mg/ml respectivamente.	59
Gráfico 4-14: Espectro FTIR de rGO para el M2 (600 w), para las muestras M1.3, M1.2 y M1.1	

a concentraciones de 0,17 mg/ml, 0,25 mg/ml y 0,5 mg/ml respectivamente.	60
Gráfico 4-15: Espectro FTIR de rGO para la luz ultravioleta 300 nm y 350 nm, para las muestras U1 y U2 a concentraciones 0,16 mg/ml y 0,16 mg/ml respectivamente.	61
Gráfico 4-16: Espectro FTIR de rGO para la luz visible a 500 nm y 700 nm, para las muestras V1 y V2 a concentraciones 0,16 mg/ml y 0,16 mg/ml respectivamente.....	62
Gráfico 4-17: Resultado EDS óxido de grafeno.	66
Gráfico 4-18: Resultado EDS óxido de grafeno reducido muestra M1.1 1200 w.....	67
Gráfico 4-19: Resultado EDS óxido de grafeno reducido muestra M2.1 600 w.....	68
Gráfico 4-20: Resultado EDS óxido de grafeno reducido muestra V2 700 nm.....	69
Gráfico 4-21: Conductividad GO.....	70
Gráfico 4-22: Conductividad GO vs muestras de rGO M1.1, M2.1, U1 y V2.	71

RESUMEN

El interés en las técnicas de reducción del óxido de grafeno ha aumentado debido a su rápida acción química y propiedades únicas. Sin embargo, su aplicación práctica se ve obstaculizada por su alta toxicidad y la presencia de defectos estructurales. Esta tesis se enfocó en superar estas limitaciones mediante el desarrollo de métodos alternativos más seguros y con una estructura mejorada para la reducción del óxido de grafeno. La metodología implementada en la investigación fue tanto cualitativa como cuantitativa. Se crearon dos modelos experimentales: el uso de microondas como técnica de reducción, variando los parámetros de tiempo y potencia para determinar las condiciones óptimas; y la reducción mediante la irradiación con luz UV visible, explorando diferentes tiempos de irradiación y concentraciones de óxido de grafeno. Se observó que las microondas promovían la descomposición del óxido de grafeno y la eliminación de grupos funcionales oxidantes, lo que resultó en grafeno reducido con menos defectos estructurales. Por otro lado, la luz UV visible inducía la transferencia de electrones al óxido de grafeno, reduciéndolo y mejorando su estructura cristalina. Ambos enfoques mostraron resultados prometedores en la reducción del óxido de grafeno y en la mejora de su estructura. Se compararon los resultados obtenidos con ambos métodos y se evaluaron propiedades como conductividad eléctrica, morfología y composición química del grafeno reducido resultante. Estos hallazgos indican que tanto las microondas como la luz UV visible son métodos eficaces, no tóxicos y con menos defectos estructurales, para reducir el óxido de grafeno. En resumen, esta investigación ha contribuido al desarrollo de nuevos métodos de reducción del óxido de grafeno, ofreciendo oportunidades para su aplicación práctica en diversas áreas y superando las limitaciones de los métodos convencionales.

Palabras clave: <ÓXIDO DE GRAFENO>, <ÓXIDO DE GRAFENO REDUCIDO>, <REDUCCIÓN ONDAS DE MICROONDAS>, <REDUCCIÓN UV-VISIBLE>, <LUZ ULTRAVIOLETA>, <LUZ VISIBLE>, <RADIACIÓN NO IONIZANTE>.

1259-DBRA-UPT-2023



ABSTRACT

Interest in graphene oxide reduction techniques has increased due to its fast chemical action and unique properties. However, their practical application is hampered by their high toxicity and the presence of structural defects. This thesis focused on overcoming these limitations by developing safer and structurally improved alternative methods for graphene oxide reduction. The methodology implemented in the research was both qualitative and quantitative. Two experimental models were created: the use of microwaves as a reduction technique, varying the time and power parameters to determine the optimal conditions; and reduction by irradiation with visible UV light, exploring different irradiation times and concentrations of graphene oxide. It was observed that microwaves promoted the decomposition of graphene oxide and the removal of oxidising functional groups, resulting in reduced graphene with fewer structural defects. On the other hand, visible UV light induced electron transfer to the graphene oxide, reducing it and improving its crystalline structure. Both approaches showed promising results in reducing graphene oxide and improving its structure. The results obtained with both methods were compared and properties such as electrical conductivity, morphology and chemical composition of the resulting reduced graphene were evaluated. These findings indicate that both microwaves and UV visible light are effective, non-toxic, and structurally fewer defective methods to reduce graphene oxide. In summary, this research has contributed to the development of new methods of graphene oxide reduction, offering opportunities for practical application in various areas and overcoming the limitations of conventional methods.

Keywords: <GRAPHENE OXIDE>, <REDUCED GRAPHENE OXIDE>, <MICROWAVE WAVE REDUCTION>, <UV-VISIBLE REDUCTION>, <UV LIGHT ULTRAVIOLET>, <VISIBLE LIGHT>, <NON-IONISING RADIATION>.



Dra. Carmita Eulalia Rojas Castro. Mgs.
0602890469

1259-DBRA-UPT-2023

INTRODUCCIÓN

En la actualidad los materiales son la base de la creación y desarrollo del conocimiento, ciencia y tecnología, para el crecimiento de la sociedad, debido a que el avance de este campo requiere de materiales novedosos de altas características, pero que sean de bajo costo para su fácil acceso.

El grafeno es uno de estos materiales que ha sido ampliamente estudiado a lo largo de las últimas décadas, esto gracias a sus excepcionales propiedades mecánicas, eléctricas, térmicas, ópticas, alta relación área superficial/volumen y estructura atómica única, recolectando datos más específicos como; formidable superficie específica ($2620 \text{ m}^2 \text{ gr}^{-1}$), notables propiedades mecánicas (módulo de Young de 1 TPa y fuerza intrínseca de 130 GPa), elevada conductividad electrónica (movilidad electrónica a temperatura ambiente de $2,5 \times 10^5 \text{ cm}^2 \text{ v}^{-1} \text{ s}^{-1}$), conductividad térmica extraordinariamente alta (por encima de 3000 Wm K^{-1}), entre otras excelentes propiedades como las antes mencionadas, el grafeno se ha convertido en un material interesante para diversas aplicaciones: suministro de fármacos, almacenamiento de hidrógeno, celdas de combustible, supercondensadores, baterías, celdas solares, blindaje electromagnético, refuerzo de compuestos de matriz polimérica, cerámica, metales, pinturas y tintas conductoras, siendo estas solo algunas de sus innumerables usos en la actualidad. A pesar de la extensa investigación e información, las aplicaciones comerciales del grafeno aún son limitadas debido al alto costo y la baja capacidad de los métodos de producción actuales (Abdolhosseinzadeh et al., 2015: p.45; Razaq et al., 2022: p.66).

El grafeno, al tener un grosor de un solo átomo de carbono este se distribuye en una red de panal. Es muy sólido y se puede moldear en formas 0D, 1D, 3D. Aunque tiene muchas propiedades excelentes, el grafeno no tiene banda prohibida y es poco soluble en agua, lo que limita su uso en múltiples áreas. Una forma efectiva de superar estas limitaciones y expandir la aplicación del grafeno es hacer derivados de sí mismo, lo que se conoce como síntesis. Como muestra de esto se puede citar el tratamiento del grafito con oxidantes fuertes agregará grupos epoxi, grupos hidroxilo y grupos carboxilo en el plan basal de las capas de grafito, produciendo así óxido de grafeno (GO) (Geim & Novoselov, 2009: p.37; Razaq et al., 2022: p.55).

Hasta ahora, la orientación más común para la síntesis de grafeno a gran escala se ha basado en la exfoliación de grafito. Las principales diferencias entre ellos son el rendimiento y el contenido de defectos de sus productos. Aunque el uso de grafeno sin defectos es esencial para algunas aplicaciones, como los dispositivos electrónicos, en otros casos los defectos e

imperfecciones del grafeno son menos importantes o incluso deseables.

Aunque el GO se sintetizó por primera vez en la década de 1850, es un material que ha atraído un interés renovado e intenso en los últimos años, porque proporciona un material de calidad que suplente múltiples necesidades que sus derivados no consiguen, el GO tiene una estructura de carbono hexagonal similar al grafeno que, mediante una exfoliación relativamente sencilla en agua, de capas individuales de grafeno funcionalizado. La funcionalización del grafeno consiste en grupos hidroxilo y epóxido, en concreto contiene: hidroxilo (-OH), alcoxi (C-O-C), carbonilo (C=O), ácido carboxílico (-COOH) y otros grupos funcionales basados en oxígeno, y las capas individuales, para las que se ha utilizado el término “óxido de grafeno”, son hidrófilas, de modo que forman dispersiones estables en disolventes como el agua lo que no logra el grafeno, siendo entonces el GO un material de carbono hidrofílico no conductor, además, el GO tiene la posibilidad de funcionalización de superficies que han presentado oportunidades para su uso en materiales nanocompuestos, convirtiéndose en un material de interés gracias a su bajo costo, fácil acceso y amplia capacidad para convertirse en grafeno (Alam et al., 2017: p.36; Loryuenyong et al., 2013: p.7; Smith et al., 2019: p.9).

El GO puede modificarse mediante varios métodos para sintetizar óxido de grafeno reducido (rGO) para minimizar la cantidad de grupos de oxígeno y lograr propiedades más cercanas al grafeno. Para la obtención de GO y su reducción, se han desarrollado varias técnicas o métodos logrando sintetizar el grafeno, como la deposición de vapor químico, la exfoliación de grafito, la escisión mecánica, y el recocido de un SiC monocristalino en ultra alto vacío. Estos métodos, sin embargo, tienen ciertas desventajas que han logrado que el GO y rGO no sea tan viables, incluido el alto requerimiento de energía, el bajo rendimiento, la limitación del instrumento y la alta contaminación tanto ambiental como hídrica por desechos tóxicos. Actualmente, el método químico se ha convertido en un camino prometedor para producir láminas de grafeno y rGO, aunque el material derivado por este método puede contener una cantidad importante de grupos funcionales de oxígeno y defectos. Esto se debe a que es simple y económico. Este último es el método de Hummers que, a pesar de tener una alta eficiencia y seguridad de reacción satisfactoria, presenta ciertos inconvenientes debido a que, el proceso de oxidación libera gases tóxicos como NO_2 , N_2O_4 y también residuales N^+ y NO_3^- (Alam et al., 2017: p.35).

Por lo tanto, planteamos un nuevo proceso para la obtención de rGO basado en experimentar los efectos de la radiación no ionizante de ondas de microondas y UV-Visible, como una alternativa sostenible a las múltiples técnicas de reducción presentes actualmente, siendo un camino innovador, económico y de fácil ejecución. El método propuesto utiliza UV-Visible, donde se

ha observado según el artículo “Reducción de óxido de grafeno por energía solar” por Manonmani et al., que la irradiación UV puede inducir una reducción y rotura de este material, relacionada con la separación de hidroxilo, ácido carboxílico y grupos epóxido en forma de CO_2 , dando una idea de que puede ser viable. Ahora, con el método de irradiación por ondas de microondas, que trabaja generalmente entre 300 Mhz y 300 Ghz, con una longitud de onda en el rango de 1 m a 1mm. Estas ondas de microondas podrían moverse a lo largo del GO atravesándolas, haciendo efecto sobre la estructura del material logrando romper los enlaces presentes en este, teniendo un efecto similar al producido por la irradiación por UV.

El método de reducción propuesto parece ser sostenible y podría producir rGO con una buena conductividad eléctrica y menos defectos estructurales.

CAPÍTULO I

1. PROBLEMA DE INVESTIGACIÓN

1.1. Planteamiento del problema

Múltiples investigaciones confirman que el óxido de grafeno (GO) tiene características mecánicas, químicas y eléctricas únicas, que se han visto mermadas debido a sus grupos funcionales, su remoción podría convertirlo en un material prometedor para la fabricación de nuevos dispositivos electrónicos. Los investigadores están empleando diversas técnicas para obtener rGO, incluyendo irradiación mediante UV-Visible y Microondas. Este GO demuestra propiedades como: resistencia mecánica, muy baja conductividad eléctrica, baja conductividad térmica, baja densidad, gran solubilidad y procesabilidad en agua, versatilidad de modificación química para alterar sus propiedades, entre otras.

Varios son los campos de investigación a los cuales el GO despierta interés desde la primera vez que se sintetizó en 1850, gracias a su sencilla y rápida exfoliación en agua, de capas individuales de grafeno funcionalizado, siendo un material muy versátil, pero considerado en la mayoría de la literatura como el “hermano menor” del grafeno por sus limitadas propiedades eléctricas, esto debido a su hibridación sp^2/sp^3 intermitentemente funcionalizados con grupos oxigenados de hidroxilo y epóxido, naciendo así la necesidad de la recuperación de la estructura conjugada que comparte con el grafeno, mediante la irradiación no ionizante.

Principalmente, la irradiación del GO con radiación no ionizante se considera como un método de reducción, es decir, la radiación por fuentes UV-Visible y Microondas puede remover los grupos funcionales oxigenados, mejorando sus propiedades mecánicas y eléctricas potenciando su uso a diferentes ámbitos de investigación bajo condiciones de irradiación no ionizante.

Este trabajo de integración curricular resulta altamente viable porque se tiene abundante información acerca de sintetización de GO, disponibilidad de equipos de laboratorio, técnicas y materiales de bajo costo, y la gran demanda de la comunidad científica que utilizara esta información para ampliar los usos y aplicaciones del GO.

En virtud de lo expuesto, la investigación permitirá una alternativa de reducción de GO, este proceso, provee una experimentación clave que servirá para mejorar las propiedades del GO, mediante la exposición a radiación UV-Visible y Microondas.

1.2. Limitaciones y delimitaciones

1.2.1. Limitaciones

Las limitaciones que se tuvieron en este estudio fueron que no se puede estudiar las interacciones moleculares que presenta el GO de forma interna a nivel molecular, con las espectroscopias utilizadas.

1.2.2. Delimitaciones

Mediante este método experimental se va a estudiar, si es posible que las ondas electromagnéticas que emite el microondas permiten reducir al GO. Además, comprobar si la interacción de radiación no ionizante por medio de luz UV-Visible con la muestra de GO, es capaz de remover los grupos funcionales y producir una reducción.

1.3. Problema general de investigación

¿Cuál es el efecto de la radiación no ionizante UV-Visible y Microondas, en la remoción de los grupos funcionales presentes en el óxido de grafeno (GO)?

1.4. Problemas específicos de investigación

¿Cómo influencia la radiación UV-Visible y Microondas en el óxido de grafeno (GO)?

¿Cómo se obtendrá los espectros UV-Visible en el rango de 200 a 800 nm y el espectro infrarrojo de 500 y 4000 cm^{-1} de la muestra de un óxido de grafeno?

¿Cómo mejora las medidas de conductividad bajo la influencia de radiación no ionizante, en una muestra de óxido de grafeno (GO)?

1.5. Objetivos

1.5.1. Objetivo general

Determinar los efectos de la radiación no ionizante en los grupos funcionales presentes en el óxido de grafeno.

1.5.2. Objetivos específicos

- Estudiar el estado-del-arte y el soporte teórico de los tipos de grupos funcionales presentes en el óxido de grafeno.
- Elaborar una técnica experimental para la irradiación no ionizante del óxido de grafeno.
- Caracterizar el material sometido a diferentes dosis de radiación absorbida usando espectroscopía UV-visible e Infrarroja; y estimar la conductividad del material mediante el método de cuatro puntas.

1.6. Justificación

1.6.1. Justificación teórica

El presente trabajo se enfocará en estudiar los efectos de la radiación UV-Visible y Microondas, sobre los grupos funcionales presentes en el GO. La reducción del GO, amplía su campo de estudio generando muchas posibilidades interesantes, incluso con grupos que contengan oxígeno. A medida que se logra un mayor control de la ubicación y distribución específica de los grupos funcionales, se amplía la gama de aplicaciones, mejorando enormemente las características propias del GO, logrando su utilización no solo en sensores, sino también en materiales médicos, aplicaciones opto eléctricas, y materiales compuestos. También podría existir la posibilidad de controlar el plegado o el arrugado a través de la termodinámica y el diseño inteligente de donde se colocan o eliminan los grupos funcionales y como interactúan dentro de su estructura. (Dimiev & Eigler, 2016: p.168). Si bien el GO obtiene rendimientos satisfactorios, tiene propiedades mermadas: los defectos y el oxígeno producen que las láminas tengan la aromaticidad rota y, por lo tanto, no tengan conductividad eléctrica ni térmica, además de la reducción de las propiedades mecánicas.

Sin embargo, el efecto de la irradiación no ionizante sobre las propiedades de GO no está bien definido ni comprendido, por lo cual se busca una alternativa para la reducción del GO, a través de la interacción de la luz UV-Visible y las ondas de Microondas en los grupos funcionales del GO. Por lo tanto, se plantea la elaboración de una técnica experimental que prolongue la exposición de la radiación no ionizante en el tiempo, para recuperar en gran medida la conductividad eléctrica y térmica del GO, además, disminuir la contaminación producida por las técnicas de reducción comunes, evitando la utilización desmedida de productos tóxicos para el medio ambiente, aprovechando las propiedades de la radiación no ionizante.

1.6.2. Justificación metodológica

La irradiación a diferentes muestras permitirá crear un método de reducción de GO, es decir, puede remover los grupos funcionales oxigenados de la superficie, mejorando sus propiedades mecánicas y eléctricas, además, este tipo de irradiación a menudo se usa para estudiar la estabilidad del material en dispositivos electrónicos en condiciones similares a las del espacio. De esta manera se busca mejorar el material para distintos usos de este y aplicarlo a múltiples áreas de investigación (Park & Ruoff, 2009b: p.101).

1.6.3. Justificación práctica

El estudio de este material bajo los efectos de la radiación no ionizante es escaso y más en Ecuador, el objetivo es lograr reducir estos grupos funcionales oxigenados del material para mejorar las propiedades mecánicas del mismo y aprovechar los usos que derivan de este estudio, desde compuestos pequeños a grandes componentes, creando así, alternativas a dispositivos creados con óxido de grafeno.

1.7. Hipótesis

¿Es posible mejorar la conductividad del óxido de grafeno, elaborando una técnica experimental de irradiación, al determinar los efectos de la radiación no ionizante en los grupos funcionales presentes en el óxido de grafeno?

CAPÍTULO II

2. MARCO TEÓRICO

2.1. Carbono

El carbono fue uno de los primeros elementos conocidos por el hombre, y es uno de los elementos químicos más importantes a lo largo de los años. El uso de materiales de carbono en muchas aplicaciones se debe a la variedad única de estructuras que posee y propiedades de los materiales, desde enlaces químicos entre átomos de carbono hasta nanoestructuras, alineación de cristalitos y microestructuras. El diamante y el grafito tienen formas cristalinas tridimensionales (3D) compuestas de carbono. El grafito consiste en enlaces híbridos puramente sp^2 , mientras que el diamante consiste en enlaces híbridos puramente sp^3 . Los átomos de carbono en el diamante están dispuestos en una red, que es una variación de la estructura cristalina cúbica centrada en las caras (fcc) (Nazaré et al., 2000: p. 68).

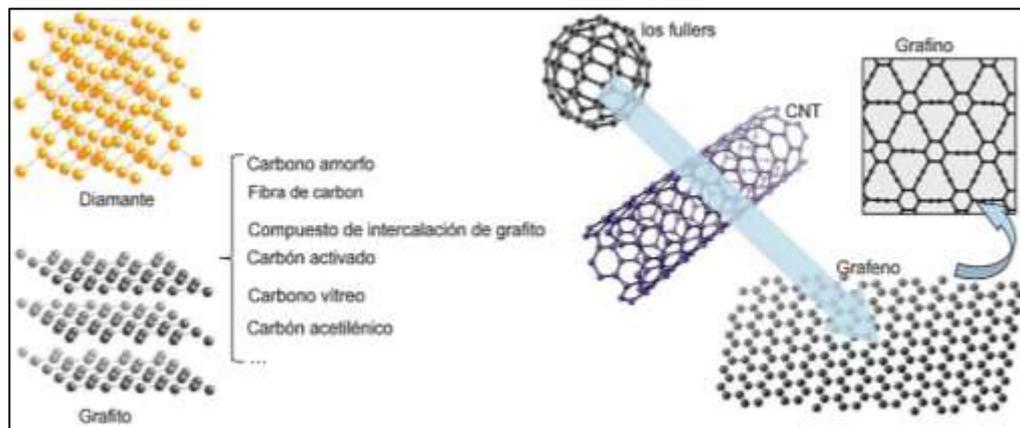


Ilustración 2-1: Alótropos de carbono y materiales relacionados. CNT, nanotubo de carbono.

Fuente: (Zhu et al., 2017: p.70).

Tiene cualidades físicas máximas o mínimas, la mayoría de las cuales se originan en los fuertes enlaces covalentes entre sus átomos (hibridación sp^3). Al contrario del diamante, el grafito se describe como una estructura laminar en capas, planas (Pierre Delhaes, 2001: p.140). En cada capa, los átomos de carbono están distribuidos en una red hexagonal con separación de 0,142 nm con hibridación sp^2 , teniendo una distancia entre planos de 0,335 nm. Se tiene conocimiento de dos formas conocidas de grafito, α (hexagonal) y β (romboédrico). Las estructuras laminares tienen fuerzas mucho más fuertes dentro de los planos laterales que entre los planos. El grafeno es un material estructural básico de otros alótropos (Novoselov et al., 2004: p.37), como también lo es el

grafito, el fullereno, los nanotubos de carbono (CNT), el grafeno y otros materiales relacionados como por ejemplo la fibra de carbono (CF), carbono amorfo (AC), carbón vegetal (**¡Error! No se encuentra el origen de la referencia.**) (Hoffmann et al., 2016: p.155).

El grafeno es una lámina plana de un átomo de grosor de átomos de carbono con enlaces sp y sp^2 dispuestos en una red cristalina (Heimann et al., 1997: p.201). Puede verse como una red de anillos de benceno conectados por enlaces de acetileno. El grafeno ha sido durante mucho tiempo un alótopo teórico del carbono y ha atraído mucha atención desde su hallazgo (Enyashin & Ivanovskii, 2011: p.39; G. Li et al., 2010: p.89).

2.2. Grafeno

Para tener grafeno tal y como lo conocemos hoy en día, pasaron 60 años de investigación, pasando de argumentos controversiales a la división exitosa del grafeno del grafito. El grafeno como se ha mencionado anteriormente es un cristal atómico bidimensional (2D) que consiste en átomos de carbono dispuestos en una red hexagonal (Ilustración 2-2).

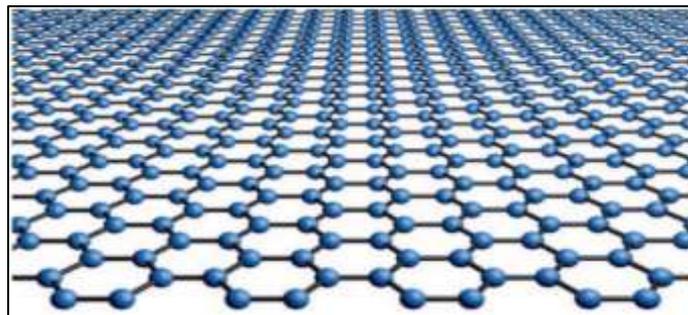


Ilustración 2-2: La estructura cristalina del grafeno: átomos de carbono dispuestos en una red de panal.

Fuente: (Novoselov, 2011: p.37).

Aunque los intentos de estudiarlo se remontan a 1859, la investigación activa y enfocada de este material comenzó hace sólo unos años, después de encontrar un método simple y relativamente efectiva de producir grafeno aislado relativamente grande (Novoselov et al. 2005a; 2004a). El "método de la cinta adhesiva" al ser tan simple y efectivo, logró que el campo de la ciencia se haya desarrollado tan rápidamente que cientos de laboratorios de todo el mundo ahora están abordando varios aspectos de la investigación del grafeno. El método de la cinta adhesiva, también conocido como tecnología de escisión micromecánica, tiene una barrera de entrada baja porque no requiere grandes inversiones ni equipos complejos, lo que contribuye en gran

medida a expandir el alcance de la ciencia del grafeno (Novoselov et al., 2004b, 2005b: p.38). Se puede ver como una molécula gigante, disponible para modificación química, y es prometedora para una variedad de aplicaciones, desde electrónica hasta compuestos. Estos factores, que a su vez hacen posible realizar investigaciones detallada, verdaderamente multidisciplinarias e interdisciplinarias (Geim, 2009: p.65; Stankovich et al., 2006: p.123). Gracias a estas propiedades, en los siete años transcurridos desde que se aisló el grafeno por primera vez, hemos acumulado tantos resultados y abordado el problema desde tantos puntos de vista diferentes como suelen lograr otros campos de la ciencia en el campo de las ciencias durante varias décadas (Gong et al., 2010: p.66).

Sin embargo, el mayor atractivo para los profesionales en el campo son las propiedades únicas del grafeno, cada una de las cuales supera a sus competidores. El material es el primer cristal atómico bidimensional que conocemos (Novoselov et al., 2005b: p.38), el material más delgado, los materiales más duraderos del mundo, sus portadores de carga son exactamente fermiones de Dirac sin masa, extremadamente conductor de electricidad y calor, muy flexible e impermeable a cualquier molécula (Bunch et al. 2008), etc. Incluso después de seleccionar las propiedades clave, la lista continúa, por esta y muchas otras razones, el grafeno y sus derivados son de interés mundial.

2.3. Propiedades del grafeno

2.3.1. Propiedades electrónicas

La flexibilidad de la estructura del grafeno se refleja en sus propiedades electrónicas. Cada átomo de carbono de grafeno aporta tres de los cuatro electrones de valencia a la hibridación sp^2 , lograda con un orbital s y dos orbitales $p(p_x, p_y)$, estas hibridaciones nos permiten tener la estructura plana trigonal con enlaces σ entre carbonos tan separados como 1,42 de distancia, con ángulos C-C-C de 120° y con una energía de enlace de 5,9 eV (Schabel & Martins, 1992: p.145).

Estos enlaces σ están orientados y determinan la estructura hexagonal del grafeno. El electrón de valencia restante está en el orbital $p(p_z)$, que es perpendicular al plano y se superpone a los orbitales de los átomos vecinos para enlaces π , en los que los electrones están deslocalizados en el plano. En la Ilustración 2-3a, observamos una red hexagonal del grafeno que está compuesta de dos subredes triangulares equivalentes. Estos son aquellos que determinan el grosor de la red en los alótropos, que está relacionada con el principio de Paul, estas

conexiones tienen una capa completa y, por lo tanto, un cinturón muy intenso de valencia. Los conjugados π gobiernan las propiedades electrónicas de los materiales de grafeno. En la Ilustración 2-3b, se observa en agregados en la estructura (Castro Neto et al., 2009: p.92).

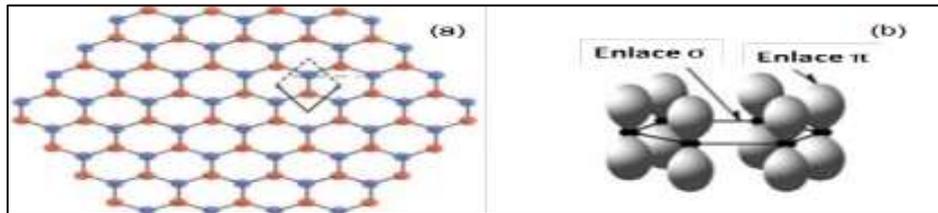


Ilustración 2-3: Dos subredes (rojo y azul), celda unitaria del grafeno (a) y un esquema de los enlaces σ y los orbitales π en las hojas del grafeno (b).

Fuente: (Castro Neto et al., 2009: p.92).

2.3.2. Propiedades ópticas

El grafeno, aunque tiene un solo átomo de espesor, es capaz de absorber una cantidad significativa de luz. El coeficiente de absorción en la región infrarroja es $\pi\alpha = 2.3\%$, donde $(\alpha = \frac{e^2}{hc})$ es la constante de estructura y e es la carga del electrón. Tenemos al corregir este valor en el rango visible con espectro electromagnético será menor a 3% (Kuzmenko et al., 2008: p.213; Mak et al., 2008: p.213).

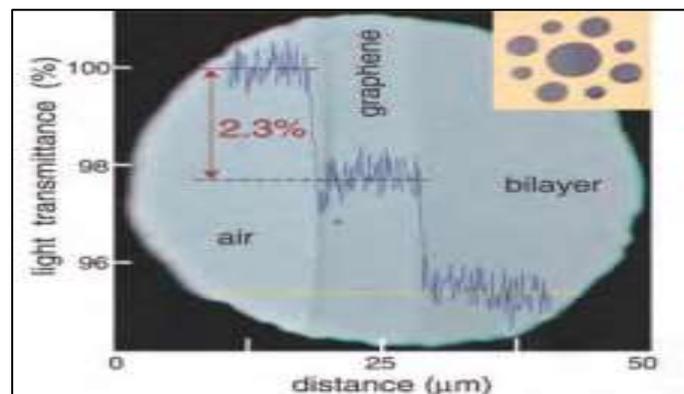


Ilustración 2-4: Grafeno de una sola capa y grafeno de doble capa, suspendidos encima de una membrana porosa. Absorbancia óptica de 2.3% cada capa.

Fuente: (Kuzmenko et al., 2008; Mak et al., 2008: p.213).

Notamos como la absorción máxima es de $\sim 270 \text{ nm}$ en la región ultravioleta. Esto se presenta con interacciones electrónicas entre π y π^* , que se realizan a una longitud de 300 a 2500 nm.

Esta propiedad permite el desarrollo de dispositivos que tengan su base en grafeno. La elevada conductividad y la alta transparencia óptica favorecen el uso del grafeno como una opción para la producción de electrodos transparentes para la fabricación de pantallas táctiles, pantallas de cristal líquido y celdas solares fotovoltaicas (Geim & Novoselov, 2009: p.39).

2.3.3. Propiedades térmicas

Durante muchos años, se creyó que el grafeno se usaría en dispositivos electrónicos, donde la disipación de calor era fundamental para garantizar una vida útil y un rendimiento mayor con respecto a los demás materiales. Los isótopos de carbono como el grafito, diamante y nanotubos de carbono tienen una alta conductividad térmica debido a sus enlaces covalentes muy fuertes C-C y la dispersión de fonones acústico.

Se sabe que los nanotubos de carbono tienen conductividades altas con un promedio alrededor de $\sim 300 W/mk$ para nanotubos de carbono multicapa (MWCNT) (Kim et al. 2001) y $\sim 350 W/mk$ para nanotubos de carbono que sea de una sola capa (SWCNT) (Pop et al., 2006: p.154). En 2008 se informó que la conductividad térmica más alta medida a temperatura ambiente para el grafeno, supera a valores mayores de $5000 W/mk$ para muestras de grafeno suspendidos sin ningún tipo de defecto (Pop et al., 2006: p.155).

2.3.4. Propiedades mecánicas

Las propiedades mecánicas del grafeno le agregan cualidades como tener alta resistencia, permite almacenar energía, un alto módulo elástico y resistencia (Schabel & Martins, 1992: p.146). Con la experimentación se ha demostrado que el grafeno tiene un comportamiento elástico no lineal como una fractura frágil, se determina como la respuesta no lineal del grafeno a la carga de tracción definida como $\sigma = E\varepsilon + D\varepsilon^2$, donde:

σ : la tensión aplicada

ε : deformación elástica

E : módulo de Young

D : rigidez elástica de tercer orden

Mediante cálculos de experimentación, el grafeno con módulo de Young $E=1.0$ TPa y su rigidez elástica de tercer orden $D=2.0$ TPa. Además, el grafeno que se mencionó se obtiene por consecuencia de la fuerza intrínseca que se ejerce $\sigma_{int} = 130 Gpa$ (Lee et al., 2008: p.77).

2.4. Aplicaciones del grafeno

El grafeno tiene propiedades que abren nuevas posibilidades en el campo de la ciencia, ya que, exhibe alta movilidad de electrones a temperatura ambiente, así como una muy baja densidad de defectos en su estructura cristalina. Así, el grafeno se introdujo en los sensores de gases (CO_2 y NO_2) donde la conductividad eléctrica del grafeno aumenta linealmente con el aumento de la concentración del gas de muestra (Yoon et al., 2011: p.112).

Además, otra aplicación que podemos mencionar es que el grafeno se utiliza como biosensor debido a la gran superficie y su conductividad eléctrica que presenta. Esto hace que sea mucho más fácil que actúe como un cable electrónico que logra proporcionar la conexión entre el centro activo de una enzima o proteína y la superficie del electrodo, de una manera que acelera la transferencia de electrones (Kuila et al., 2011: p.86).

2.5. Forma de obtención del grafeno

El grafeno en estado libre derivándolo del carbono se obtuvo por primera vez en 2004 a través de exfoliación o separación micromecánica. Este método le permite raspar finamente la superficie limpia del cristal de grafito, de arriba abajo con un recipiente de superficie dura, despegando la cinta hasta que las láminas más delgadas son extraídas. Un gran número de láminas que han sido recuperadas son tridimensionales, es decir, de grafito, pero también encontramos láminas bidimensionales de grafeno. Se utilizó microscopía óptica debido a las propiedades de los cristales bidimensionales visibles en la parte superior de una placa delgada - una oblea- de óxido de silicio, de modo que, se puede crear un menor contraste de interferencia de color en relación con una oblea vacía (Rodríguez González & Kharissova, 2008: p.143).

Actualmente, se están desarrollando y mejorando varios métodos para lograr obtener un mejor rendimiento del grafeno. La gran mayoría de métodos se pueden clasificar en: (top-down) de arriba hacia el fondo y (bottom-up) de fondo hacia arriba.

2.5.1. Método de top-down

Este enfoque de elaboración de nanoestructuras comienza de un material en bulto e implica la modificación de átomos para crear la estructura a escala nanométrica (Kelsall et al., 2005: p.167). La desventaja que puede llegar a presentar este método es que se crean imperfecciones en el proceso, lo que puede tener un impacto significativo en las propiedades físicas y químicas de la

superficie debido a que, la proporción que se observa de superficie/volumen es muy grande en las nanoestructuras.

2.5.2. Método de bottom-up

En este enfoque los átomos, las moléculas y las nanopartículas pueden ser utilizadas como componentes básicos (bloques) para la elaboración de nanoestructuras complejas. De esta manera alteran el tamaño y permiten examinar la organización, esta aproximación ofrece una mayor oportunidad de conseguir estructuras, con menos defectos, composiciones químicas más homogénea y más ordenada (Cao, 2010: p.23). Gracias a este enfoque de bottom-up para la elaboración del grafeno, se puede sintetizar mediante una variedad de métodos, como la deposición química de vapor (CVD), la descarga de arco y la reducción de CO.

2.6. Óxido de grafeno

El óxido de grafeno (GO) es una red semi-armónica con átomos de carbono con hibridación sp^2/sp^3 con los grupos oxigenados (Lerf et al., 1998: p.133), que no se encuentran de forma natural. Se logró sintetizar por primera vez en 1859 a través de tratamiento químicos con clorato de potasio ($KClO_4$) y ácido nítrico fumante (NH_3) que desarrolló el químico británico Brodie, que lo nombró óxido de grafito (Schedy et al., 2018: p.79), desarrollando la fórmula molecular ($C_{11}H_4O_5$). Este método fue modificado en el año de 1898 por L. Staudenmaier, quien en uno de sus experimentos añadió ácido sulfúrico concentrado para acidificar con mejores resultados la mezcla y diferentes partes de solución de clorato de potasio a través de la reacción, de manera tal que se produjo óxido de grafito en proporciones iguales de cuantificación química, diferente al método sintetizado por Brodie (Staudenmaier, 1898a: p.182).

En la década de 1960, siguiendo la síntesis que obtuvo Staudenmaier, los químicos Hummers y Offeman a raíz de una larga investigación, crearon otro método para sintetizar GO (Hummers & Offeman, 1958: p.223). El método propuesto consiste en utilizar una mezcla de ácido sulfúrico concentrado (H_2SO_4), nitrato de sodio ($NaNO_3$) y permanganato de potasio ($KMnO_4$) manteniendo una temperatura de reacción en todo el proceso que se mantenga por debajo de los 45 °C. Esta reacción de oxidación se llevó a cabo en aproximadamente 2 horas, lo que permite al GO obtener un mayor grado de oxidación que el óxido de grafito que se logró mediante el método de Staudenmaier. Comúnmente el óxido de grafeno se detalla mediante una lámina de carbón corrugado en la que más de la mitad de los átomos de carbono en función con grupos hidroxilos, epoxi con los bordes que están siendo llenados por las estructuras de hidroxilo,

carbonilos, cetonas esteres y lactol (Szabó et al., s. f.-a: p.204). Aunque se conocen los grupos funcionales, hasta el día de hoy no está clara su distribución y cómo se estructura en la red de grafito, por lo que han llegado a existir diferentes propuestas de estructuras del GO, planteadas por un largo número de autores, las más destacadas las visualizamos en Ilustración 2-5.

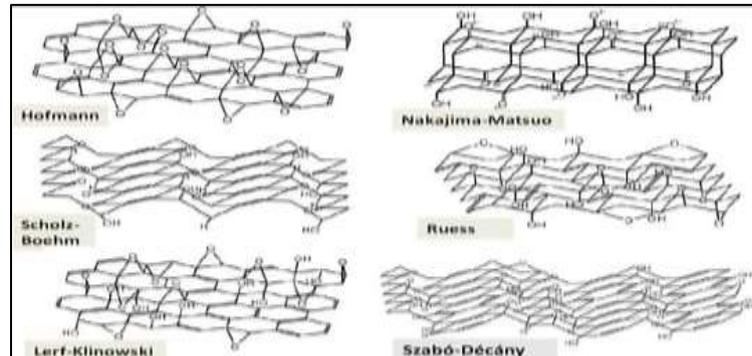


Ilustración 2-5: Principales propuestas de la estructura de grafeno (GO).

Fuente: (Szabó et al., s. f.-a: p.204).

2.7. Estructura del óxido de grafeno

Como se ha mencionado anteriormente el óxido de grafeno está representado por una sola hoja de monocapa de carbonos hibridados sp^2 y sp^3 , donde la estructura del grafeno esta interrumpida por diferentes grupos funcionales de oxidación en el plano basal y los bordes. Pero la ubicación exacta de estos grupos oxidados se desconoce en la mayoría de los casos, y aun no se define si existe o no coherencia entre las diversas porciones de GO (Wei et al. 2009). Hay varias razones para esto, pero la principal es la complejidad del material debido a su estado amorfo y la falta de métodos precisos para analizar y estudiar dichos materiales. Sin embargo, se han hecho varias consideraciones para intentar comprender la estructura del GO.

El modelo que más se ha ajustado es el propuesto por Lerf-Klinowski, como lo muestra la Ilustración 2-6 (Lerf et al., 1998: p.133). Este se define por dos regiones diferentes dentro de la estructura del GO; el primero está dominado por átomos de carbono hibridados de tipo sp^2 (grafeno), mientras que la última está dominado por de átomos de carbono muy oxigenados hibridados de la forma sp^3 . Este modelo detalla la presencia de grupos funcionales hidroxilo y epóxido para formar el plano que se agregan en las regiones de grafeno que se están oxidadas de acuerdo del pH de dicha solución, se colocan al borde de las láminas. Determinando que, gracias a las condiciones de esta oxidación, el grafito se “fragmentan” en partículas mucho más pequeñas (Ma et al., 2012: p.171; Park & Ruoff, 2009a: p.171).

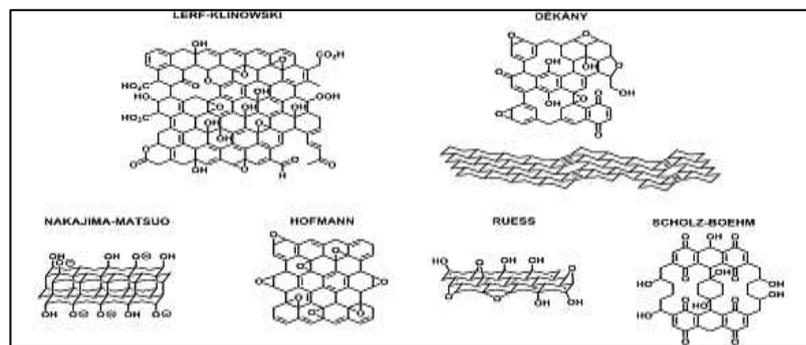


Ilustración 2-6: Revisión moderna a modelos estructurales del GO, además, los anteriormente propuestos.

Fuente: (Lerf et al., 1998: p.133).

Este modelo luego de su experimentación llega a la misma conclusión, evidenciando que el GO está compuesto por epoxis e hidroxilos, que se distribuyen aleatoriamente a lo largo de la columna vertebral que tiene el carbono, carbonilos y carboxilos de manera que están unidos en el borde. Pero se generan dudas y preguntas de la morfología que posee el GO, esta estructura fina de absorción de rayos X del borde que está cercano (NEXAFS) al borde O-K está determinada por el hecho de que los carbonilos presentes en el GO estén ubicados en la posición media en la capa de carbono, y su estructura están dispuestas localmente con algunos grupos funcionales oxigenados (Pacilé et al., 2011: p.278). Esta estructura que se menciona es posible, gracias a que esta ordenada. Como evidencia se realizó un estudio con microscopio de efecto túnel (STM) encima de las hojas de grafeno oxidado exfoliado, donde se demostró como la estructura ordenada presenta puro epoxis colocados en una red rectangular en ambos lados de la capa de carbono (Erickson et al., 2010: p.93; Pandey et al., 2008: p.86). A demás, cuando los hidroxilos se encuentran en los lugares oxidados en el GO se vuelven amorfas Ilustración 2-7 y la estructura ordenada se desarrolla bajos ciertas especificaciones, generando diferentes redes.

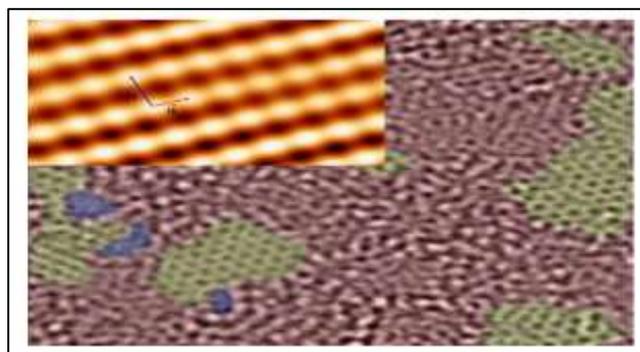


Ilustración 2-7: Interpretación morfológica del GO.

Fuente: (Erickson et al. 2010; Pandey, Reifenberger y Piner 2008).

La ilustración anterior es una imagen TEM modificada por aberración de una sola lámina suspendida de GO, el área roja muestra las funciones del oxígeno, el área de grafito y algunos agujeros se simbolizan en verde y azul. Por lo tanto, la imagen STM de UHV STM de grafito oxidado exfoliado se determina una red rectangular con $a = (0,273 \pm 0,008) \text{ nm}$ y $b = (0,0406 \pm 0,013) \text{ nm}$.

2.8. Síntesis del óxido de grafito

El óxido de grafito como hemos aprendido a lo largo del escrito, resulta ser una vía potencial a grandes cantidades de grafito, o derivados de este con características similares, que es más barato de producir en ciertas cantidades y muy fácil procesar (Dreyer et al., 2009: p.121; Park & Ruoff, 2009b: p.121). Cuando el grafito es oxidado por oxidantes fuertes, los grupos funcionales oxidados se incrustan en la estructura del grafito, lo que no solo aumenta la separación de las capas, sino que, también hace que el material sea hidrofílico (es decir, dispersable en agua). Esta característica logra exfoliar el óxido de grafito en buenas proporciones, se logra dentro de agua mediante ultrasonidos, agitación o una combinación de ambos. Finalmente se podrá obtener el grafito oxidado por monocapa o multicapa, conocido como GO. La ultrasonicación es una forma utilizada para exfoliar el óxido de grafito y es efectiva en la exfoliación del grafito. Aunque que también puede dañar severamente las escamas de grafito y reducir su tamaño de micrómetros de superficie a nanómetros, creando diferentes tipos de escamas de grafito.

2.8.1. Método de Brodie

En 1859, el químico C. Brodie llevó a cabo la síntesis de óxido de grafito por método contaminante, al mismo tiempo trabajaba en el estudio de la estructura del grafito («XIII. On the atomic weight of graphite», 1859: p. 211).

Este resultado se obtiene tratando el grafito como una mezcla de $KClO_3$ y NHO_3 a una temperatura de 60°C durante tres a cuatro días, aumentando así el peso total del producto. Se lavó para desechar las sales que se crean a lo largo de la reacción, se secó a 100°C y se devolvió condiciones oxidantes. El aspecto del producto cambió en tres procesos repetidos. El resultado es una sustancia de color amarillo pálido que no cambia con ningún tratamiento de oxidación que se experimentó. Brodie enfatiza que no se puede crear un producto mediante un procesamiento largo y repetitivo.

2.8.2. Método de Staudernmaier

En el año de 1898, L. Staudenmaier (Staudenmaier, 1898b: p.182). Empezó a mejorar el trabajo de Brodie en base a pequeños cambios, agregando ácido sulfúrico concentrado para acidificar mucho más la mezcla, mientras agregaba pequeñas porciones de cloratos como $KClO_3$ y $NClO_3$ a medida que avanzaba la reacción. Gracias a estas transformaciones se logró un producto de GO con estado de oxidación muy alto.

Sin embargo, el desarrollo de este método que menciona de L. Staudenmaier, es costoso y también era relativamente peligroso porque el mencionado clorato de potasio agregado, que funciona durante más de una semana respectivamente, además, el dióxido de cloro era necesario gas inerte para ser eliminado, esto evidentemente era un tanto peligroso debido a la nula existencia de normas adecuadas para la seguridad convirtiéndose en un peligro recurrente. Por estas razones, este método de oxidación aún necesita ser investigado notablemente.

2.8.3. Método de Hummers y sus modificaciones

En el año de 1858, Hummers y Offeman W. Hummers Jr. y R. Offeman, prepararon óxido de grafeno (Hummers & Offeman, 1958: p.232). Implementaron el método de oxidación para el GO, en este método se planteó la reacción del grafito con una mezcla de $KMnO_4$ y H_2SO_4 mostrando prácticamente los mismos estados de oxidación mencionados en los anteriores trabajos. Esta mezcla propuesta de ácido sulfúrico muy concentrado, nitrato de sodio y permanganato de potasio se mantiene por debajo de los 45 °C logrando que el grafito se oxide, como resultado se obtuvo un gel marrón grisáceo. El agua se diluye con el peróxido de hidrógeno para producir un residuo de óxido de grafito de color amarillento. El permanganato es un agente oxidante ampliamente utilizado, pero en realidad es Mn_2O_7 (Dreyer et al., 2009: p.121). Este óxido tiene la capacidad de oxidar los enlaces doble alifáticos que están ubicados sobre enlaces dobles aromáticos. Mediante este proceso se obtuvo la oxidación en dos horas, finalmente se concluyó que, este proceso tiene mayor oxidación que la de Staudenmaier.

Los métodos más utilizados para producir óxido de grafito son los de Brodie, Staudenmaier y Hummers que parten del grafito, pero los métodos de Brodie y Staudenmaier son los causantes de producir un gas llamado dióxido de cloro ClO_2 , es nocivo para el medio ambiente por su alto contenido tóxico. Pero con el método de Hummers no se produce este gas y el tiempo de la reacción es más corto, sin embargo, tiene el inconveniente de contribuir en cierta medida a la contaminación por el exceso de permanganato (Wilson et al., 2010: p.142). Existen modificaciones

que tiene su base en el método de Hummers para mejorarlo, donde se logra un alto grado de oxidación a través de un proceso de presurización. Esto se dio en el año de 1999 por Kovtyukhova (Kovtyukhova et al., 1999: p.59). Es un pretratamiento de grafito que es una mezcla más densa que las anteriores que debe estar a 80 °C de H_2SO_4 y que este concentrado $K_2S_2O_8$ y P_2O_5 por varias horas, la mezcla tratada previamente se diluye, filtra y seca antes de que llegue a la etapa de oxidación utilizando los métodos tradicionales de Hummers. Demostrando, que las muestras de grafito tengan tamaños de hoja más pequeño o se expandieron térmicamente, de tal manera, se podrá eliminar el pretratamiento que es propuesto por Kovtyukhova. Se usan actualmente varias medicaciones que afectan en la cantidad de permanganato de potasio que se utiliza en el proceso de síntesis de GO (Chen et al., 2013: p.233; Gilje et al., 2007: p.233).

2.9. Reducción de óxido de grafeno

El GO es una lámina de grafeno con grupos funcionales que contienen oxígeno. La pérdida de aroma por la inserción de estos grupos es la razón principal por la que se lo considera es un aislante eléctrico. Aunque, la conductividad eléctrica del GO se puede recuperar mediante la restauración de los enlaces sp^2 , por lo tanto, una de las reacciones más importantes a la producción de grafeno se refiere es la reducción del GO (Dreyer et al., 2009: p.121).

Las láminas de GO reducidas (rGO) generalmente son producidas por métodos químicos, a los largos de los años el rGO ha recibido varios nombres como grafeno funcionalizado, grafeno modificado o grafeno reducido, dependiendo de la dureza del procesamiento. Las esquinas pueden tener defectos en mayor o menor medida, que pueden incluir en vacantes atómicas, agujeros u diferentes grupos funcionales en la Ilustración 2-8, dificultando la restauración de la estructura del grafito en el plano basal, en la actualidad presenta un gran reto.

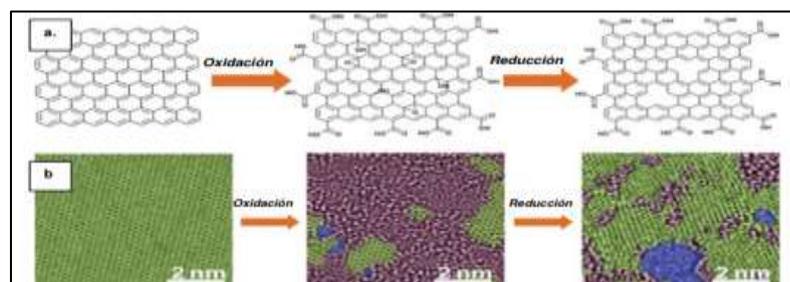


Ilustración 2-8: Estructura GO y rGO.

Fuente: (Dreyer et al., 2009: p.121).

La estructura del grafeno a) que observamos en la imagen anterior (parte izquierda), GO y rGO, b) UHR-TEM (Microscopio Electrónico de Transmisión de Ultra-Alta Resolución) estructuras

del grafeno (parte izquierda), GO y rGO, como se muestra las partes verdes, moradas y azules están presentes sp^2 y sp^3 y ciertas vacantes que aparecen en las láminas atómicas.

2.9.1. Reducción térmica

La reducción por medios térmicos se puede llevar a cabo a distintas temperaturas, en diferentes atmosferas por ejemplo (vacío, N_2 , He , Ar , NH_3) y gracias a diversas fuentes de calor (corriente eléctrica, hornos eléctricos, plasma, hornos microondas y láser). Bajo condiciones utilizadas para su reducción el rGO, se podrá obtener distintas características algunas mejores que otras.

Una de las múltiples ventajas de esta reducción térmica es que permite la reparación o recuperación de GO y la reducción de forma directa de óxido de grafeno en un solo paso dando una ventaja de tiempo de producción con respecto al método químico, además, sin el uso de reactivos químicos, que como se revisó anteriormente son tóxicos y perjudiciales para la calidad del rGO. La exfoliación térmica propuesta para el óxido de grafeno se lleva a cabo gracias a la rápida dilatación de los gases (CO , CO_2 , H_2O) que son formados a lo largo de todo proceso de la descomposición de los grupos funcionales que contienen oxígeno dentro de la estructura. Dichos gases crean una enorme presión en medio de las capas, lo que hace que se lleguen a separar (Szabó et al., s. f.-b: p.204). Una ventaja del óxido de grafeno por este método de reducción térmica es la presencia de defectos topológicos y vacantes que estarán ligadas a la estructura del rGO. Surgen cuando se elimina los grupos funcionales. Sin embargo, gracias a que se ha demostrado que a temperaturas superiores a 1000 °C, beneficia a la reconstrucción de la estructura interna del rGO, logrando traer de vuelta a sp^2 , mejorando la conductividad del material cercana a los $2300 S m^{-1}$.

2.9.2. Reducción empleando UV-Visible

El método de reducción empleando UV-Visible o conocido en la actualidad como reducción fotoinducida, ha demostrado sus propios méritos para ser uno de los procesos más estudiados para reducción de GO en los últimos años, ya que, no hace falta el uso de químicos. La reducción de GO inducida por la luz UV-Visible es viable, esto lo sabemos gracias al estudio de la Espectroscopia, debido a que al irradiar con luz visible esta es capaz de excitar electrones de tal forma que los conduce a un estado de mayor energía, luego son admitidos cuando el electrón regresa a su estado base, pero gracias a trabajos pioneros como “*Procesos de fotoreducción de óxido de grafeno y aplicaciones relacionadas*” por Li H, se sabe que la luz visible puede inducir una rotura en ciertas moléculas como las oxigenadas. A su vez, algo similar ocurre con la luz

ultravioleta, esta posee mucha más energía de irradiación, siendo capaz de excitar electrones a tal punto de ocasionar una rotura de sus enlaces covalentes, relacionada al desprendimiento de hidroxilo, ácido carboxílico y grupos epóxido (Mohandoss et al., 2017: p.94).

Sin embargo, el grado de eliminación de los grupos funcionales de oxígeno que presenta el GO puede variar según los diferentes procesos de reducción. Esto puede conducir a rGO con diferentes propiedades químicas, físicas y electrónicas. De tal manera, es importante comprender el impacto de la reducción UV-Visible y como afectan en las propiedades de rGO, además, es fundamental para decidir su idoneidad para una aplicación en particular. Gracias a múltiples documentos se proporciona una variedad de recetas o fórmulas que utilizan múltiples longitudes de onda, tiempos de exposición, intensidad de luz, agentes reductores y distintos ambientes. Dicha exposición a la luz UV-Visible puede inducir una reducción térmica o directa, pero también puede causar una reducción indirecta. Al referirnos al método de reducción propuesto que no presenta fotocatalizadores y agentes reductores, es decir, al efecto de la luz UV-Visible por sí sola, no se encuentra bibliografía que demuestre su viabilidad al reducir GO, debido a su reciente experimentación. Además, se conoce que la luz visible de acuerdo con su comportamiento con la materia es capaz de irradiar también con energía térmica a las láminas de GO. Por lo tanto, se podría desencadenar una transferencia de energía térmica, facilitando así su desoxigenación y posiblemente ayudaría o sería un complemento a las reacciones que se generan dentro del material al reducirse.

En este trabajo de titulación, se experimenta con un método de reducción donde se pretende romper los enlaces químicos y disminuir la cantidad de grupos funcionales que existe dentro del material, de tal manera se está hablando de si la energía UV-Visible emitida por las lámparas es suficiente para romper dichos enlaces, haciendo posible la reducción de GO a rGO como una alternativa sostenible a las técnicas de reducción convencionales, debido a que, los métodos que se plantean con luz UV-Visible contienen múltiples fotocatalizadores, agentes reductores, agentes químicos, etc., que provocan daños en el rGO obtenido y sus posteriores aplicaciones. El método que se propone parece ser viable y puede producir rGO con buena conductividad eléctrica y menos defectos estructurales, asegurando así su aplicación exitosa.

2.9.3. Reducción empleando ondas de microondas

Durante las últimas décadas se han experimentado varios estudios acerca de la reducción de óxido de grafeno por métodos químicos, térmicos, electroquímica, hidrotermal. Sin embargo, con estos métodos se puede dañar al ambiente y afecta los costos para el acceso en la industria.

Se ha descubierto que la radiación mediante el método de reducción térmico que incluye el uso de las ondas de microondas es efectiva en reducir el óxido de grafeno (Kuila et al., 2011: p.86). Los microondas presentan longitudes de ondas mayores, debido a esto la energía de irradiación será menor, por tal motivo los fotones que de las ondas de microondas no pueden dar la suficiente energía para romper el enlace químico y menos aún dar lugar a tener reacciones químicas. Sin embargo, la radiación de microondas calienta y permite la penetración y transferencia de energía térmica a una gran profundidad del material por medio de la rotación de dipolos, y la traslación de las cargas ligadas en el sistema, logrando una reducción térmica del óxido de grafeno. Con estos parámetros mencionados la penetración de las ondas de microondas juega un rol fundamental al producir el calentamiento dentro del material irradiado, debido a las propiedades dieléctricas que presenta el óxido de grafeno, la cual depende en su mayoría de la temperatura, siendo esta una propiedad que se pierde con el aumento de la temperatura.

Los materiales que son polares, presentes en las concentraciones preparadas para irradiar, en este caso el agua, tiene un campo eléctrico alterno generado por las ondas de microondas, logrando que las moléculas de agua se comporten como dipolos alineándose al campo eléctrico. Creando un movimiento molecular de agua provocando una colisión entre dipolos y una fricción que se disipa en forma de energía térmica, esto se conoce como polarización dipolar. El GO y rGO tienen grupos oxigenados que, si pueden interactuar con las ondas de microondas con respecto a la capacidad del carbono y los oxígenos para atrapar electrones, que resultan en la polarización del dipolo eléctrico teniendo al campo electromagnético, permitiendo que los grupos funcionales presentes en el óxido de grafeno vibren (Wang et al., 2011: p.168).

2.10. Técnicas de caracterización

A lo largo de los años se ha empleado una larga investigación, para proporcionar equipos o procedimientos que sirvan para detectar de forma precisa las características generales de materiales luego de un estudio. En este apartado del capítulo II, se describirá los principios básicos de funcionamiento de las técnicas de caracterización, que servirán como fundamento teórico para el análisis de los materiales que se sintetizarán en este trabajo de titulación.

2.10.1. UV-Visible

La espectroscopia conocida comúnmente como UV-Visible, es un método de análisis económico, sencillo, versátil y no destructivo, muy adecuado para una enorme gama de compuestos orgánicos y algunos compuestos inorgánicos. Un espectrómetro UV-Visible se

utiliza para medir la absorción o transmisión de luz que pasa a través de un medio (Rocha et al. 2018). Depende de la longitud de onda de luz ultravioleta y visible que sea propagada (180–380 nm y 380–750 nm, respectivamente) para describir de forma rápida las características de las moléculas (Rakhee et al., 2018: p.129). Este proceso implica en someter a irradiación la muestra con ondas electromagnéticas en los rangos mencionados de luz ultravioleta y visible, y analizar la luz absorbida del espectro obtenido. Esta técnica nos permite medir la concentración y definir el grupo constitutivo de sustancias a las que se pueden encontrar las concentraciones que se dan en términos de los grupos funcionales constituyentes, en la Ilustración 2-9 se observa una muestra aplicando la técnica UV-Visible.

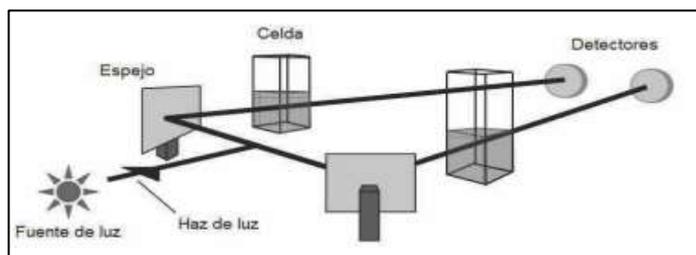


Ilustración 2-9: Muestra sometida a UV-Visible.

Fuente: (Rakhee et al., 2018: p.129).

2.10.2. Espectrometría infrarroja (FTIR)

Al hablar de espectroscopia infrarroja (IR) podemos decir que se puede utilizar para identificar los grupos funcionales en diferentes muestras mediante la comparación de espectros infrarrojos para estudiar la formación de enlaces. La espectroscopia infrarroja es un método basado en excitar los modos vibración normales de las moléculas creada en la muestra al absorber la radiación electromagnética contenida en ella por medio del rango infrarrojo. Las vibraciones de los átomos serán detectadas por este método y habrá cambios en el momento dipolar de las moléculas junto con sus vibraciones y rotaciones (Zhang et al., 2008: p.131). Una molécula diatómica hetero nuclear (activa en el infrarrojo) como cambia el momento dipolar cuando el enlace se ensancha y encoje. El FTIR comúnmente se obtiene pasando radiación infrarroja a través de la muestra y determinando la cantidad de radiación incidente absorbida al nivel de energía. Es la energía a la que aparece un pico en el espectro infrarrojo, correspondiente a la frecuencia de oscilación características de los enlaces moleculares que presenta la muestra. Con los datos obtenidos se grafica un porcentaje de luz infrarroja absorbida en cm^{-1} . Hay bandas de absorción muy finas y estas bandas van a aparecer dependiendo del número de átomos que posea la muestra y de la forma del sólido. Hay muchos tipos de espectrómetros de infrarrojo, pero el espectrómetro de infrarrojo con transformada de Fourier (FTIR) por su acrónimo en

inglés, es el más utilizado en diversos estudios experimentales. Este espectrofotómetro no registra la intensidad espectral en función de la longitud, lo que permite la recopilación de datos y una alta relación señal ruido si no se utiliza un interferómetro. La Ilustración 2-10 se observa un espectro infrarrojo de transmitancia del óxido de grafeno y grafeno reducido con LAA, similar al estudio propuesto en este trabajo de titulación.

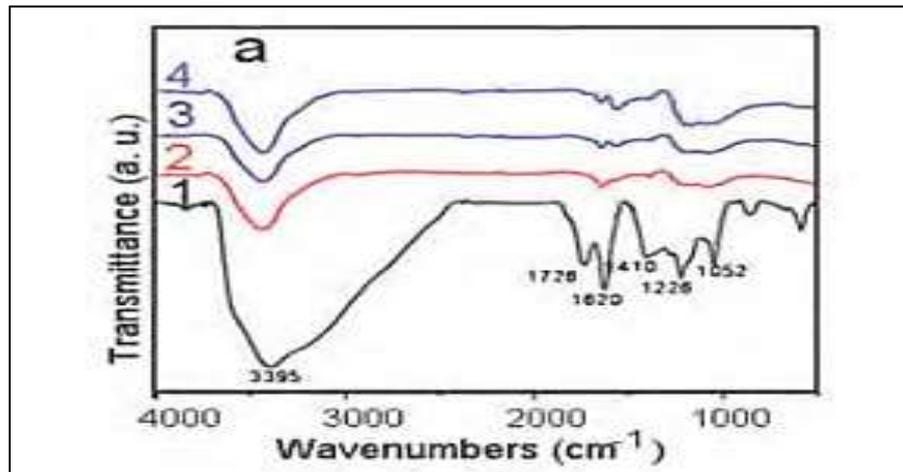


Ilustración 2-10: Espectro FTIR de reducción de óxido de grafeno por LAA, 1) GO, 2) rGO 12 horas, 3) rGO 24 horas y 4) rGO 48 horas.

Fuente: (Zhang et al., 2008: p.131).

2.10.3. Microscopia electrónica de barrido (SEM)

El Microscopio electrónico de barrido SEM (Scanning Electron Microscope), es un método que utiliza electrones en vez de un haz de luz para formar una imagen. Actualmente forma parte de las técnicas más utilizadas para la caracterización química-física de muestras, debido a que presente una gran profundidad de campo lo que facilita el enfoque de gran parte de la muestra, muy superior a técnicas similares. Además, su utilización es relativamente fácil, ya que, solo se necesita que la muestra presente características conductoras. En el SEM la muestra generalmente se recubre con una capa delgada de carbón o una capa de un metal para transferir propiedades conductoras a la muestra con la que se está trabajando. Luego es barrida con los electrones acelerados que son disparados a través del cañón. Luego un detector mide el número de electrones proyectados sobre la intensidad de un área de la muestra, capaz de mostrar un gráfico tridimensional, proyectado sobre una televisión o una imagen más digital. La resolución aproximada entra en rangos de 4 y 20 nm, dependiendo del microscopio.

2.10.4. Método de Kelvin o método de cuatro puntas

El método de cuatro puntas o también conocido como método de Kelvin, es un método para caracterizar materiales conductores o semiconductores, siendo comúnmente usado para medir la resistencia de materiales, este procedimiento se hace mediante dos circuitos vinculados. Mediante un circuito se permite pasar la corriente en forma circular que sería el circuito exterior. En la actualidad existe los voltímetros que tienen altas resistencias internas que superan los $10M\Omega$, el otro circuito que mide la tensión también llamado circuito interior que por ahí no conduce corriente. La fórmula para medir la tensión mediante el voltímetro será:

$$V^+ = \varepsilon_A + I^+ R - \varepsilon_B \quad (1)$$

Donde: ε_A y ε_B son los potenciales que es el contacto en cada unión, en la fórmula tenemos el índice positivo (+), donde en la figura 1 está circulando la corriente, ahora también hablando e índice negativo (-) al momento en que la corriente de la tensión cambie su dirección, pero sin cambiar el resto del circuito. R_{ext} , es la resistencia limitadora que se elige sin dañar la corriente del circuito (Smits, 1958: p. 219).

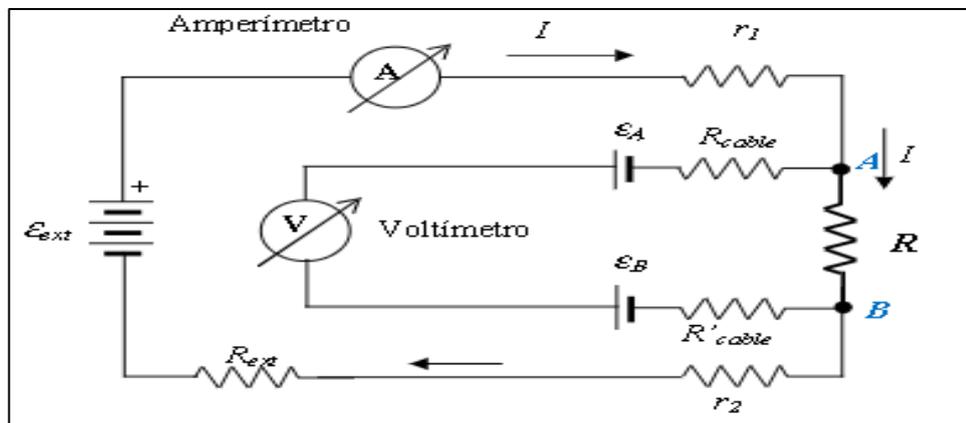


Ilustración 2-11: Determinación de la resistencia usando métodos de cuatro puntas.

Fuente: (Smits, 1958: p. 219).

Utilización del método de cuatro puntas, determinando la resistencia, donde los voltímetros tienen alta resistencia, $R_{ext} > 10M\Omega$, la corriente circula por el círculo que está en la parte exterior y no existe una caída de tensión en R_{cable} o en R'_{cable} .

La resistencia en cuatro puntas se necesita una geometría como se muestra en la *Ilustración 2-12*. Debido a que el campo eléctrico C , está relacionado con la resistividad O , la densidad de corriente J y el voltaje V .

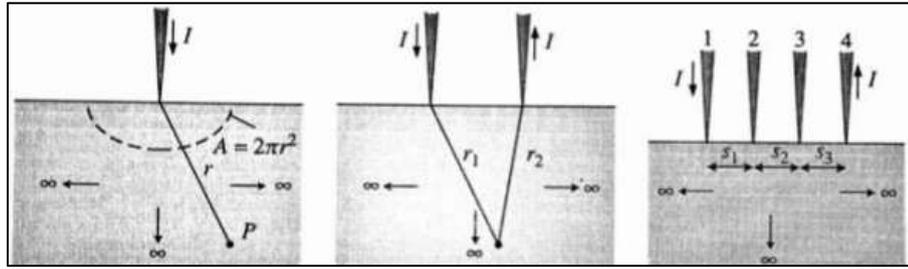


Ilustración 2-12: Esquema método de cuatro puntas.

Fuente: (Smits, 1958: p. 219).

Método de cuatro puntas a través de un flujo de corriente y su respectivo voltaje

$$E = JP = -\frac{dv}{d}; J = \frac{IP}{2\pi r^2} \quad (2)$$

El voltaje es;

$$V_3 = \left(\frac{1}{s_1} - \frac{1}{s_2 + s_3} - \frac{1}{s_1 + s_2} + \frac{1}{s_3} \right) \quad (3)$$

Y la resistividad ρ viene dada por:

$$\rho = \frac{2\pi}{\left(\frac{1}{s_1} - \frac{1}{s_2 + s_3} - \frac{1}{s_1 + s_2} + \frac{1}{s_3} \right)} \frac{V}{I} \quad (4)$$

Sus unidades son de $Ohm * cm$, V en volts, I en amperes, y s en cm. Para el método de cuatro puntas el espacio entre ellas debe ser de $s = s_1 = s_2 = s_3$ y con esto la ecuación se reduce:

$$\rho = 2\pi s \frac{V}{I} \quad (5)$$

CAPÍTULO III

3. MARCO METODOLÓGICO

En este capítulo se describe el trabajo de laboratorio experimental para la obtención de óxido de grafeno (GO), a partir de la síntesis de grafito utilizando el método de Hummers modificado, además, se explica a detalle el proceso experimental para producir óxido de grafeno reducido (rGO), a través de la irradiación no ionizante por ondas de microondas y UV-Visible.

3.1. Síntesis de óxido de grafeno

Los métodos de síntesis de óxido de grafeno con el paso de los años han incluido modificaciones o variantes de estos, con el fin de eliminar los gases tóxicos, variando los porcentajes de agentes oxidantes y sus tiempos de reacción. En este trabajo de titulación, el proceso de preparación de GO se logró, a partir de polvo de grafito mediante el método de Hummer modificado, a través de exfoliación química, con su base teórica expuesta en el capítulo II. Consta de básicamente dos pasos: i) Oxidación o intercalación y ii) exfoliación (Científica et al., 2015: p. 7; Ramakrishnan & Thangavelu, 2013: p. 14).

3.1.1. Materiales, reactivos y equipos para la síntesis de GO

3.1.1.1. *Materiales y reactivos*

Se exponen a continuación los materiales, reactivos y equipos para la síntesis de GO, etiquetando las características principales de cada uno.

Tabla 3-1: Materiales y reactivos utilizados para la producción de óxido de grafito.

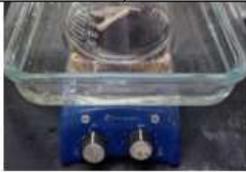
Potes muestra de vidrio		Grafito en Polvo		Agua destilada	
Capacidad	8 g	Marca	Algin	Formula	H_2O
Material	Vidrio	Carbón %	99%	Masa molar	19,02 g/mol
Cantidad	1	Tamaño	15-20 μm	Densidad	0,998 g/cm ³
Peso	Variante	Cantidad	1000 ml	Cantidad	9 galones
					

Ácido Sulfúrico		Permanganato de Potasio		Termómetro	
Formula	H_2SO_4	Formula	$KMnO_4$	Composición	Mercurio
Masa molar	98,079 g/mol	Masa molar	36,458 g/mol	Rango T. mínima	-10 °C
Densidad	1,83 g/cm ³	Densidad	2,7 g/cm ³	Rango T. máxima	360 °C
Grado del disolvente	96 %	Punto de fusión	240 °C	Capilar	Blanco cubierta
					
Peróxido de Hidrógeno		Ácido Clorhídrico		Probeta graduada	
Formula	H_2O_2	Formula	HCl	Capacidad	100 ml, 250 ml
Masa molar	34,0147 g/mol	Masa molar	158,034 g/mol	Material	Vidrio
Densidad	1,45 g/cm ³	Densidad	1,4 g/cm ³	Cantidad	2
Grado del disolvente	99 %	Punto de fusión	-26 °C	Peso	Variante
					
Matraz Erlenmeyer		Bureta		Pyrex	
Capacidad	1000 ml	Capacidad	25 ml	Capacidad	2000 ml
Material	Vidrio	Material	Vidrio	Material	Vidrio
Cantidad	1	Cantidad	2	Cantidad	1
Peso	Variante	Peso	Variante	Peso	Variante
					
Tubos falcon		Aceite de cocina			
Capacidad	15 ml	Capacidad	150 ml		
Material	Plástico	Densidad	0,920 g/cm ³		
Cantidad	66	Cantidad	1		
Peso	Variante	Ebullición	150 °C		
					

Realizado por: Espinoza D., Analuiza A., 2023.

3.1.1.2. Equipos

Tabla 3-2: Equipos utilizados para la producción de óxido de grafito.

Balanza Electrónica		Centrifugadora		Campana Extractora de Gases	
Marca	OHAUS	Marca	ALC 4217	Marca	Biobase FH1200
Modelo	Transparente	Velocidad máxima	3800 rpm	Tamaño	1500x2150mm
Error	± 0.1 mg	Aceleración	3 velocidades	V. de escape	630 m ³ / hora
Capacidad	620 g	Rotor	ACL 5835	Apertura máxima	520 mm
					
Agitador magnético		Procesador de líquidos ultrasónicos		Limpiador ultrasónico	
Marca	Fisher Scientific	Capacidad	50 a 250 ml	Marca	Tuttnauer
Rango de Temperatura	5°C a 550°C	Potencia	500 vatios	Potencia	800 w
Velocidad de Agitador	60 a 1150 rpm	Diámetro de la punta	630-0220 0,5" (13mm)	Atenuación del tanque	330 mm
Tamaño de Plataforma	5 x 7 pulgadas	Frecuencia	20 kHz	Ambientes condicionados	5° a 40°
					
Medidor de pH/mV/C°		Incubadoras de Laboratorio de Convección Forzada			
Marca	Fisher Scientific	Marca	ALC 4217 Centrifuge		
Aplicación	pH, mV, temperatura	Velocidad máxima	3800 rpm		
Voltaje	120 v	Aceleración	3 velocidades		
Frecuencia	60 Hz	Rotor	ACL 5835		
					

Realizado por: Espinoza D., Analuiza A., 2023.

3.1.2. Proceso de síntesis de óxido de grafeno

Tabla 3-3: Reactivos principales para la producción de óxido de grafito.

Reactivos				
3 gr de grafito	9 gr de $KMnO_4$	70 ml H_2SO_4	650 ml H_2O	30 ml de H_2O_2 al 30%

Realizado por: Espinoza D., Analuiza A., 2023.

El óxido de grafito se sintetizó mediante el método de Hummers modificado, el cual se basa en oxidar grafito en polvo. Para la preparación se utilizó 3 gramos de grafito en polvo y 9 gramos de Permanganato de potasio ($KMnO_4$). Se vertió 70 ml de Ácido Sulfúrico (H_2SO_4) dentro del matraz elermeyer de 1000 ml, este estará bajo agitación vigorosa, mientras se coloca los 3 gramos de grafito en polvo, consecuentemente se añade los 9 gramos de $KMnO_4$ lentamente, logrando que este agregado sea repetitivo y constante.



Ilustración 3-1: A) 9 gramos de $KMnO_4$, 3 gramos de grafito.
B) Mezcla de compuestos.

Realizado por: Espinoza D., Analuiza A., 2023.

La temperatura del reactivo no debe superar los $20^{\circ}C$, por lo tanto, este proceso se realizará en un baño de hielo, ya que, la mezcla del H_2SO_4 con el $KMnO_4$ produce una reacción exotérmica aumentando la temperatura de la muestra, este procedimiento debe realizarse en el lapso de 45 minutos. Un indicador que la combinación de los compuestos fue hecha de forma correcta, es la coloración verdosa que se adquiere en el proceso.



Ilustración 3-2: Mezcla de ácido sulfúrico y permanganato de potasio.

Realizado por: Espinoza D., Analuiza A., 2023.

Transcurridos los 45 minutos, se preparó un baño de aceite el cual fue colocado en lugar del baño de hielo, se controló que la temperatura de la solución no exceda los $50^{\circ}C$ por 30 minutos bajo vigorosa agitación.



Ilustración 3-3: Baño de aceite a temperatura de 50 °C en la solución.

Realizado por: Espinoza D., Analuiza A., 2023.

Se adicionaron 150 ml de agua destilada de forma gradual y lenta durante un período de 20 minutos, manteniendo la temperatura por debajo de los 60 °C debido a la reacción exotérmica que ocurre. En caso de ser necesario, se empleó un baño de hielo para controlar la temperatura, el cual variara según se necesite con el baño de aceite, para lograr estabilidad a los 60 °C. Posteriormente, se incorporaron 500 ml de agua destilada a la reacción, la cual se mezcló vigorosamente durante un lapso de 10 minutos.



Ilustración 3-4: Agregado de agua destilada. A) 150 ml de agua destilada gota a gota. B) 500 ml de agua destilada.

Realizado por: Espinoza D., Analuiza A., 2023.

Ahora, se añade 15 ml de peróxido de hidrógeno (H_2O_2) que se colocan gota a gota, este reactivo se encarga de reducir el exceso de permanganato, obteniendo una solución de color amarillo, siendo evidente el cambio de café oscuro a amarillo que representa el óxido de grafito. Se puede observar como la estructura del óxido de grafito permanece laminar, pero es mucho más clara al grafito del proceso anterior, debido a la pérdida de conjugación electrónica inducida por la oxidación (Científica et al., 2015: p.7).



Ilustración 3-5: Óxido de grafito.

Realizado por: Espinoza D., Analuiza A., 2023.

Esta solución se colocó en tubos falcon de 15 ml, logrando un total de 66, que fueron centrifugados a 3000 rpm por 10 minutos, el excedente es desechado. Luego, por una sola vez será lavado con una solución de 1:10 de ácido clorhídrico (HCL), después se lava solo con agua destilada hasta alcanzar un pH de 7 (generalmente de 7 a 9 lavados), en nuestro caso se necesitaron 18 lavados para alcanzar el pH correcto.



Ilustración 3-6: Lavado de óxido de grafito.

Realizado por: Espinoza D., Analuiza A., 2023.

Progresivamente, los lavados serán más complicados y se deberá tener cuidado para no perder óxido de grafito al desechar el agua destilada después de cada centrifugado. El desecho que se obtendrá después de la mitad de los lavados puede ser almacenado para su posterior recuperación, de esta manera se minimiza la pérdida de óxido de grafito.



Ilustración 3-7: Óxido de grafito, mitad de los lavados.

Realizado por: Espinoza D., Analuiza A., 2023.

Se comprobó el sobrenadante después de los lavados mencionados, verificando que se acerque a un pH cercano a 7. Se realizó una prueba de pH cada 6 lavados. En nuestro caso el medidor de

pH partió de un valor base de 6,86 con un error de $\pm 0,14$. Teniendo este dato en cuenta el valor real de nuestra medida fue de 6,94 pH, para nuestras muestras de óxido de grafito.

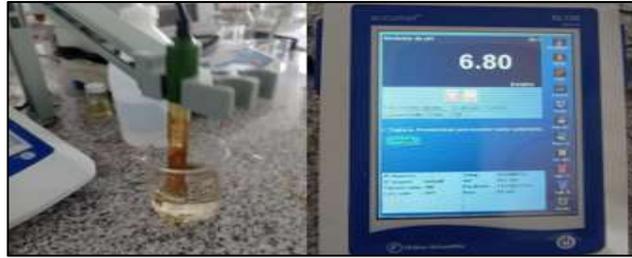


Ilustración 3-8: pH de las muestras logradas de óxido de grafeno.

Realizado por: Espinoza D., Analuiza A., 2023.

Se vertió en dos pyrex con capacidad para 150 ml, teniendo un total de 33 tubos falcon para cada uno, además, se le agregó una cubierta de papel aluminio. La cubierta de aluminio servirá para protegerla de partículas ajenas al fluido durante su secado.



Ilustración 3-9: Pyrex de 33 tubos falcon de óxido de grafito cada uno.

Realizado por: Espinoza D., Analuiza A., 2023.

Los pyrex estuvieron en la estufa por 48 horas a una temperatura no mayor a 70 °C, para asegurarnos de eliminar el exceso de humedad y conseguir una lámina fina que permita su caracterización y fácil suspensión en agua. La estufa de preferencia deberá ser sin corriente de aire, para evitar la contaminación con partículas del medio.



Ilustración 3-10: Óxido de grafito a 70°C por 48 horas.

Realizado por: Espinoza D., Analuiza A., 2023.

Transcurrido este tiempo se producirá una película de óxido de grafito que deberá ser retirada del pyrex con la ayuda de una espátula.



Ilustración 3-11: Óxido de grafito seco y pesado.

Realizado por: Espinoza D., Analuiza A., 2023.

Se obtuvo un total de 2,92 gramos de óxido de grafito. El óxido de grafito fue preparado para su último proceso previo a ser GO. El GO se obtuvo a partir del óxido de grafito obtenido, al dispersar el material en agua destilada mediante agitación mecánica o mediante sonicación, en este caso, se utilizó sonicación de ultrasonido a una frecuencia de 20 kHz por 40 minutos. Se preparó dispersando dos muestras de 1,46 gramos en 500 ml de agua destilada cada una.



Ilustración 3-12: Sonicación por ultrasonido, a dos preparados de óxido de grafito.

Realizado por: Espinoza D., Analuiza A., 2023.

La solución obtenida es centrifugada por 30 minutos a 1200 revoluciones, logrando separar el sobrenadante (óxido de grafeno) con los residuos (óxido de grafito). El sobrenadante GO es extraído con una pipeta, hasta dejar al óxido de grafito en el fondo, este residuo podría ser almacenado para posteriores recuperaciones de material.



Ilustración 3-13: A) Sobrenadante de GO centrifugado, B) GO en pyrex para secado y C) Residuos.

Realizado por: Espinoza D., Analuiza A., 2023.

Esta solución de GO se colocó en un pyrex y secada por 48 horas, con temperatura no superior a 70 °C. Por último, será retirada del pyrex con una espátula. Se logro recuperar 2,87 gr de GO.



Ilustración 3-14: Secado de GO y trasladado a porta muestras para su posterior experimentación.

Realizado por: Espinoza D., Analuiza A., 2023.

La dispersión estable del óxido de grafeno en agua se debe a la hidrofilia que proporciona la oxidación al introducir grupos funcionales oxigenados en el plano basal y en sus bordes, lo que a su vez se atribuye a la repulsión electrostática entre estos grupos ionizables oxigenados (Científica et al., 2015: p.7). Como se cita en la literatura acerca del GO, este tiene una longitud de onda que se ajusta a los 230 nm, para comprobar que nuestro material fue obtenido correctamente se realizaron varias caracterizaciones, que serán expuestas en el Capítulo IV.

3.2. Síntesis de óxido de grafeno reducido

Para el proceso de reducción del GO a óxido de grafeno reducido (rGO), como se menciona en el Capítulo II sección 2.9.2 y 2.9.3, se plantea un método experimental basado en radiación no ionizante por ondas de microondas y UV-Visible.

3.2.1. Reducción mediante ondas de microondas

3.2.1.1. Materiales y reactivos

Se exponen a continuación los materiales, reactivos y equipos para la reducción de GO mediante ondas de microondas, etiquetando las características principales de cada uno.

Tabla 3-4: Materiales y reactivos para reducir GO mediante ondas de microondas.

Óxido de grafeno		Agua destilada	
Longitud de onda	230 nm	Formula	H ₂ O
Grosor	-	Masa molar	19,02 g/mol
Cantidad	2,87 gramos	Densidad	0,998 g/cm ³
Pureza	Variante	Cantidad	20 galones
			
Vaso de precipitado		Pipeta graduada	
Marco	Glassco	Marca	Glassco
Capacidad	250ml – 500ml – 100ml	Capacidad	25 ml – 10 ml
Cantidad	6 – 6 – 2	Cantidad	1 – 1
Resistencia Temperatura	-250°C a 270°C	Resistencia Temperatura	-250°C a 270°C
			

Realizado por: Espinoza D., Analuiza A., 2023.

3.2.1.2. Equipos

Tabla 3-5: Equipos utilizados en la reducción de GO mediante ondas de microondas.

Limpiador ultrasónico		Balanza electrónica	
Marca	Tuttnauer	Marca	OHAUS
Potencia	800 w	Modelo	Transparente
Atenuación del tanque	330 mm	Error	± 0.1 mg
Ambientes condicionados	5° a 40°	Capacidad	620 g
			
Microondas 1		Microondas 2	
Marca	Indurama	Marca	Panasonic
Potencia	1200 w	Potencia	600 w
Capacidad	32 litros	Capacidad	20 litros
			

Realizado por: Espinoza D., Analuiza A., 2023.

3.2.2. Proceso de reducción mediante ondas de microondas

Las muestras de GO deben ser preparadas en soluciones acuosas, como lo citado en el Capítulo II sección 2.9.3. Para este método experimental se ocupó dos microondas con potencias de 1200 w y 600 w. El microondas 1 con una potencia de 1200 w (M1) alcanza una temperatura aproximada de 300 °C, mientras que el microondas 2 con una potencia de 600 w (M2) alcanza una temperatura aproximada de 150 °C. Estos equipos cuentan con tecnología inverter que garantiza la generación de ondas electromagnéticas de forma homogénea y siempre a la misma intensidad desde que entra en funcionamiento, evitando tener zonas que tengan más o menos ondas de microondas.

Se preparó tres concentraciones acuosas de GO como pruebas exploratorias para determinar la eficacia del método planteado, con M2, como muestra la Tabla 3-6 y la Ilustración 3-15.

Tabla 3-6: Muestras de prueba para el microondas 2.

GO	Agua destilada	Concentración	Tiempo de Irradiación
10 mg	100 ml	0,1 $\frac{mg}{ml}$	10 min
10 mg	100 ml	0,1 $\frac{mg}{ml}$	15 min
10 mg	100 ml	0,1 $\frac{mg}{ml}$	20 min

Realizado por: Espinoza D., Analuiza A., 2023.



Ilustración 3-15: Concentraciones de prueba de GO.

Realizado por: Espinoza D., Analuiza A., 2023.

Después de irradiar las muestras por ondas de microondas con M2 (600 w), se observa la pérdida de masa en un 80% en 10 minutos, un 90% en 15 minutos y un 95% en 20 minutos, con una temperatura de 150 °C uniformemente, corroborando con la teoría planteada sobre el funcionamiento de un microondas para este método experimental, dando un leve indicio de que las ondas electromagnéticas podrán reducir el GO, además, el color de la concentración presenta un cambio volviéndose negro, cuando se aumentó el tiempo de irradiación por ondas de microondas el color de la concentración se vuelve cada vez más negro, siendo esta una señal de la disminución de forma eficiente de los grupos funcionales del GO Ilustración 3-16.



Ilustración 3-16: Concentraciones de prueba irradiadas por Ondas de microondas. A) 10 mn, B) 15 mn y C) 20 mn.

Realizado por: Espinoza D., Analuiza A., 2023.

Se realizó una caracterización de las muestras irradiadas para evaluar el comportamiento del GO a la irradiación de ondas electromagnéticas en función de la longitud de onda.

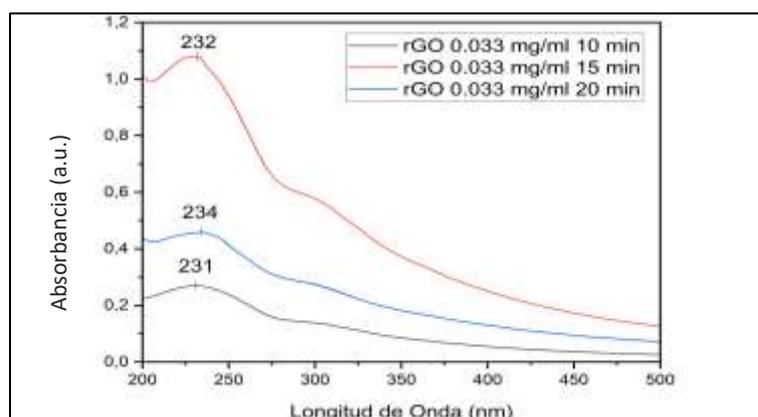


Ilustración 3-17: Espectrometría UV-Visible concentraciones de prueba.

Realizado por: Espinoza D., Analuiza A., 2023.

Observamos como las ondas de microondas al tener contacto con la solución reducen levemente el hombro de los grupos oxigenados. El rGO muestra un leve aumento en el rango de la absorción que se debe a la restauración de la red sp^2 π de la estructura del carbono, denotando el color negro en la muestra. Además, notamos un pico desplazado hacia valores más altos. Muestra como el agua se evapora más rápido de lo esperado, previendo que se deberá hacer pausas para renovar la concentración. Estas pausas aseguran que la solución no se seque, evitando la pérdida de la muestra, por último, comprobamos que las muestras deberán ser irradiadas una por una, debido a que, al haber más volumen dentro del microondas la irradiación no es homogénea, y se producirá muestras con más irradiación que otras. Logramos comprobar que el método propuesto en este trabajo de integración curricular funciona y podría ser viable. Gracias a la experimentación se planteando nuevas concentraciones para ser reducidas empleando M1 y M2, Tabla 3-7, Tabla 3-8 e Ilustración 3-18, que pasan por sonicación para crear una mezcla homogénea. Este proceso de sonicado se realiza por 35 minutos.



Ilustración 3-18: Concentraciones de GO, por proceso de sonicación por 35 minutos a temperatura ambiente.

Realizado por: Espinoza D., Analuiza A., 2023.

Tabla 3-7: Concentraciones para irradiación por ondas electromagnéticas, Microondas 1.

Nº	GO	Agua destilada	Concentración	Potencia	Tiempo de Irradiación Previsto
M1.1	125 mg	300 ml – 300 ml...	$0,5 \frac{mg}{ml}$	1200 w	20 horas
M1.2	75 mg	300 ml – 300 ml...	$0,25 \frac{mg}{ml}$	1200 w	20 horas
M1.3	50 mg	300 ml – 300 ml...	$0,17 \frac{mg}{ml}$	1200 w	20 horas

Realizado por: Espinoza D., Analuiza A., 2023.

En la Realizado por: Espinoza D., Analuiza A., 2023.

Tabla 3-7 para irradiar las muestras mediante M1 (1200 w), se observa la pérdida de masa en un 66,6% en 30 minutos, para las muestras M1.1, M1.2 y M1.3 con una temperatura de 300 °C uniformemente, lo que se atribuyó a la eliminación del agua de la concentración y a la descomposición de grupos funcionales de oxígeno. Trascurrida la irradiación por ondas de microondas, la suspensión se sobrecalienta y empieza a hervir de forma intensa, lo que conlleva a una reducción del material a través de la ebullición de la muestra. Para controlar el sobrecalentamiento, nuestro sistema irradia por períodos o intervalos cortos de tiempo. Por tal motivo, aplicamos microondas durante 30 minutos, añadiendo 200 ml de agua destilada en cada proceso de irradiación, logrando un desarrollo experimental controlado.

Tabla 3-8: Concentraciones para irradiación por ondas electromagnéticas, Microondas 2.

Nº	GO	Agua destilada	Concentración	Potencia	Tiempo de Irradiación Previsto
M2.1	125 mg	300 ml – 300 ml...	$0,5 \frac{mg}{ml}$	600 w	20 horas
M2.2	75 mg	300 ml – 300 ml...	$0,25 \frac{mg}{ml}$	600 w	20 horas
M2.3	50 mg	300 ml – 300 ml...	$0,17 \frac{mg}{ml}$	600 w	20 horas

Realizado por: Espinoza D., Analuiza A., 2023.

En la Tabla 3-8 para irradiar las muestras mediante el microondas 2 (600 w), se observa la pérdida de masa en un 33,3% en 30 minutos, para las muestras M2.1, M2.2 y M2.3 con una temperatura de 150 °C uniformemente, lo que se atribuyó a la eliminación del agua de la concentración y a la descomposición de grupos funcionales de oxígeno. Trascorrida la irradiación por ondas de microondas, la suspensión se sobrecalienta y empieza a hervir de forma intensa, lo que conlleva a una reducción del material a través de la ebullición de la muestra. Para controlar el sobrecalentamiento, nuestro sistema irradia por períodos o intervalos cortos de tiempo. Por tal motivo, aplicamos microondas durante 30 minutos, añadiendo 100 ml de agua destilada en cada proceso de irradiación, logrando un desarrollo experimental controlado.

Las concentraciones fueron irradiadas según los parámetros planteados en las Tabla 3-7 **Realizado por:**
Espinoza D., Analuiza A., 2023.

Tabla 3-7 y Tabla 3-8 realizando caracterizaciones periódicas de UV-Visible cada 6 horas, cuyos resultados serán expuestos en el Capítulo V.

3.2.3. Reducción mediante UV-Visible

Se exponen a continuación los materiales, reactivos y equipos para la reducción de GO, etiquetando las características principales de cada uno.

3.2.3.1. Materiales y reactivos

Tabla 3-9: Materiales y reactivos para reducir GO mediante UV-Visible.

Óxido de grafeno		Agua Destilada		Vaso de precipitado	
Longitud de onda	230 nm	Formula	H_2O	Marca	Glassco
Grosor	--	Masa molar	19,02 g/mol	Capacidad	100ml
Cantidad	2,73 gramos	Densidad	0,998 g/cm ³	Cantidad	2
Pureza	Variante	Cantidad	4 galones	Resistencia Temperatura	-250°C a 270°C
					

Realizado por: Espinoza D., Analuiza A., 2023.

3.2.3.2. Equipos

Tabla 3-10: Equipos para reducir GO mediante UV-Visible.

Limpiador ultrasónico		Balanza electrónica		Lampara UV-Visible	
Marca	Tuttnauer	Marca	OHAUS	Marca	Test Glassware
Potencia	800 w	Modelo	Transparente	Potencia Ultravioleta	300 – 350 nm
Atenuación del tanque	330 mm	Error	± 0.1 mg	Potencia Visible	400 – 700 nm
Ambientes condicionados	5° a 40°	Capacidad	620 g		
					

Realizado por: Espinoza D., Analuiza A., 2023.

3.2.4. Proceso de reducción mediante luz ultravioleta

Para este método experimental se usó una lámpara que puede ser graduada a dos longitudes de onda; 300 nm y 350 nm. El equipo es hermético permitiendo que la lampara entre en contandno directo con la muestra, además, consta de 4 lámparas que calientan el sistema a una temperatura aproximada de 20 °C dentro de la muestra. La solución se deposita en un vaso de precipitación de 1000 ml, logrando una irradiación homogénea de todo el material. Se preparó dos concentraciones acuosas de GO para irradiarlas por luz Ultravioleta a 300 nm y 350 nm, que fueron sonicadas para tener una mezcla homogénea. Como se muestra en la Tabla 3-11 e Ilustración 3-19.

Tabla 3-11: Concentraciones para irradiación por luz Ultravioleta.

N°	GO	Agua destilada	Concentración	Frecuencia de Onda	Tiempo de Irradiación
U1	100 mg	600 ml + 90 ml...	0,16 $\frac{\text{mg}}{\text{ml}}$	300 nm	20 días
U2	100 mg	600 ml + 90 ml...	0,16 $\frac{\text{mg}}{\text{ml}}$	350 nm	20 días

Realizado por: Espinoza D., Analuiza A., 2023.



Ilustración 3-19: GO de 100mg a 300nm y 350 nm.

Realizado por: Espinoza D., Analuiza A., 2023.

En la Tabla 3-11 para irradiar las muestras se utilizó una lámpara de luz ultravioleta con rangos de longitudes de 300 nm a 350 nm. La muestra U1 se irradió a 300 nm, con una energía de radiación de la fuente incidente a 400 kJ/mol, con una temperatura máxima dentro de la concentración de 20 °C y fuera de ella a temperatura ambiente. Se observó la pérdida de masa mínima de 15% en 7 días. Lo que se atribuyó a la interacción de la luz ultravioleta con la materia, debido a la transferencia de energía de los fotones a los grupos funcionales del GO.

Trascurrida la irradiación por luz ultravioleta, la suspensión se mantiene estable bajo las condiciones mencionadas, mostrando un cambio en la coloración de la muestra, pasando de café a negro, de forma periódica mientras pasaban los días, además, observamos una pérdida de solución mínima, por tal motivo, se añadió 90 ml de agua destilada cada 7 días, logrando un desarrollo experimental controlado. Por último, notamos como la concentración pasa a tener escamas evidenciando la pérdida de la propiedad de hidrofílica que tenía gracias a los grupos funcionales restaurando el plano basal volviendo a su estructura de sp^2 .

En la Ilustración 3-20, la muestra U2 se irradió a 350 nm, con una energía de radiación de la fuente incidente a 345 kJ/mol, se observó que la pérdida de masa y la temperatura arrojó valores similares a lo sucedido con la muestra U1, teniendo variaciones prácticamente despreciables. De igual manera, se atribuyó a la eliminación del agua de la concentración y a la descomposición de grupos funcionales de oxígeno. Las muestras U1 y U2 fueron sometidas a radiación de luz ultravioleta en los rangos de 300 nm y 350 nm respectivamente, según el proceso descrito anteriormente.



Ilustración 3-20: Irradiación luz ultravioleta a concentraciones de 0,16 mg/ml para cada longitud de onda 300nm y 350nm respectivamente.

Realizado por: Espinoza D., Analuiza A., 2023.

Se obtienen resultados de la irradiación con luz ultravioleta para las muestras U1, U2 para concentraciones de 0,16 mg/ml respectivamente, a cada longitud de onda 300 nm y 350 nm especificado en la Tabla 3-11. Se realiza caracterización en distintos periodos de tiempo que serán expuestos en el Capítulo V.

3.2.5. Proceso de reducción mediante luz visible

Para este método experimental se usó una lámpara que puede ser graduada a un rango de 400 nm – 700 nm, utilizando dos longitudes de onda específicos de; 500 nm y 700 nm. El equipo es hermético permitiendo que la lámpara entre en contacto directo con la muestra, además, consta de 4 lámparas que calientan el sistema a una temperatura aproximada de 29 °C para la longitud de onda de 500nm y 40 °C para la longitud de onda de 700 nm dentro de la muestra. La solución se deposita en un vaso de precipitación de 1000 ml, logrando una irradiación homogénea de todo el material. Se preparó dos concentraciones acuosas de GO para irradiar por luz Visible a 500nm y 700nm, que fueron sonicadas para tener una mezcla homogénea. Como se muestra en la Tabla 3-12 e Ilustración 3-21. Para irradiar las muestras se utilizó una lámpara de luz visible con rangos de longitudes de onda que van desde visible 500 nm y 700 nm. La muestra V1 se irradió a 500 nm, con una energía de radiación de la fuente incidente a 240 KJ/mol, con una temperatura máxima dentro de la concentración de 29 °C y fuera de ella a temperatura ambiente. Se observó la pérdida de masa de 58% en 5 días. Lo que se atribuyó a la interacción de la luz visible con la materia, debido a la transferencia de energía de los fotones a los grupos funcionales del GO.

Tabla 3-12: Concentraciones para irradiación por luz Visible.

N°	GO	Agua destilada	Concentración	Frecuencia de Onda	Tiempo de Irradiación
V1	100 mg	600 ml + 348 ml...	0,16 $\frac{\text{mg}}{\text{ml}}$	500 nm	20 días
V2	100 mg	600 ml + 480 ml...	0,16 $\frac{\text{mg}}{\text{ml}}$	700 nm	20 días

Realizado por: Espinoza D., Analuiza A., 2023.

Trascurrida la irradiación por luz visible, la suspensión se mantiene estable bajo las condiciones mencionadas, mostrando un cambio en la coloración de la muestra, pasando de café a negro, de forma periódica mientras pasaban los días, además, observamos una pérdida de solución, por tal motivo, se añadió 348 ml de agua destilada cada 5 días, logrando un desarrollo experimental controlado. Adicionalmente, se pudo observar que la concentración no mostró signos de reducción, a diferencia de las escamas observadas en la experimentación mediante ultravioleta. En su lugar, se observaron grumos en la concentración. Sin embargo, después de transcurridos 20 días, se comenzó a notar la presencia de escamas que indicaban una pérdida de hidrofilia. Es importante destacar que, a pesar de la presencia de escamas, se pudo observar que la concentración seguía presentando grumos en su composición.

A lo largo del desarrollo notamos como la temperatura alcanzo los 29 °C, lo que podría desatar un aumento de calor dentro del GO, gracias a la transferencia de energía térmica, por medio del líquido que conforma la solución. Sin embargo, en este caso no habrá influencia de la temperatura en la reducción por ser un incremento demasiado bajo. La muestra V2 se irradio a 700 nm, con una energía de radiación de la fuente incidente a 170 KJ/mol, se observó la pérdida de masa de 80% en 5 días, con una temperatura máxima dentro de la concentración de 40 °C y fuera de ella a temperatura ambiente. De igual manera, se atribuyó a la eliminación del agua de la concentración y a la descomposición de grupos funcionales de oxígeno.

Trascurrida la irradiación por luz visible, la suspensión se mantiene estable bajo las condiciones mencionadas, mostrando un cambio en la coloración de la muestra, pasando de café a negro, de forma periódica mientras pasaban los días, también, observamos una pérdida de solución, por tal motivo, se añadió 480 ml de agua destilada cada 5 días, logrando un desarrollo experimental controlado. Se produce algo similar en la producción de escamas que en la longitud de onda de 500 nm. En el desarrollo, la temperatura alcanzó los 40 °C, lo que aumenta el calor dentro del GO debido a la transferencia de energía térmica a través del líquido de la solución. Sin embargo, en este caso, el incremento de temperatura es bajo para influir en la reducción.

Las muestras V1 y V2 fueron sometidas a radiación de luz visible en los rangos de 500 nm y 700 nm respectivamente, según el proceso descrito anteriormente.



Ilustración 3-21: Irradiación luz visible a concentraciones de 0,16 mg/ml para cada longitud de onda 500nm y 700nm respectivamente.

Realizado por: Espinoza D., Analuiza A., 2023.

Se obtienen resultados de la irradiación con luz Visible para muestras V1, V2 para concentraciones de 0,16 mg/ml respectivamente, a cada longitud de onda 500 nm y 700 nm especificado en la Tabla 3-12. Se realiza caracterización en distintos periodos de tiempo que serán expuestos en el Capítulo V.

3.3. Conductividad eléctrica

Se exponen a continuación los materiales y equipos para determinar la conductividad eléctrica del rGO, etiquetando las características principales de cada uno.

3.3.1.1. Materiales y equipos

Tabla 3-13. Materiales y equipos para comprobar la conductividad del rGO.

Óxido de grafeno		Agua Destilada		Baquelita	
Longitud de onda	230 nm	Formula	H_2O	Marca	--
Grosor	--	Masa molar	19,02 g/mol	Dimensiones	3x3 cm ²
Cantidad	2,73 gramos	Densidad	0,998 g/cm ³	Cantidad	4
Pureza	Variante	Cantidad	4 galones	Resistencia	Eléctrica, calor, solventes
					
SMU modelo 2400					
Rango V	200mV – 200V				
Rangos I	1 μA – 1 A				
Precisión	0,012 %				
Puntos de lectura	250.000 puntos				
					

Realizado por: Espinoza D., Analuiza A., 2023.

3.3.2. Conductividad eléctrica mediante método de Kelvin

Para determinar la conductividad eléctrica que posee el rGO, calcularemos la resistencia laminar, a partir de la creación de películas delgadas del material obtenido, en base a la base teoría y al equipo de cuatro puntas. Realizamos una concentración de rGO de 50 mg de rGO con 2 ml de agua destilada, obteniendo una tinta de 25 mg/ml de rGO. Elaboramos sustratos

Ilustración 3-22, utilizamos la baquelita común de 3x3, a la cual se le retiro el cobre conductor para no afectar la muestra con alteraciones de electricidad, creando un área circular dentro de ella cuyo radio es de 0,5 cm con un área de 0,79 cm². Después, es depositado el material de rGO sobre el área dispuesta, Ilustración 3-23 la cual fue secada en una estufa a 30 °C por 24 horas. Este proceso es hecho con sumo cuidado para intentar tener una lámina homogénea y con pocas irregularidades lo que garantizara la valides de las pruebas que se realizarán a cada sustrato.

Se debe tener en cuenta que se puede utilizar láminas de vidrio para ser películas más delgadas y homogéneas con la ayuda de un soplador, en el cual se ingresara una muestra de GO previamente diluido. Gracias a las características de este se podría lograr superficies mucho más delgadas y homogéneas.

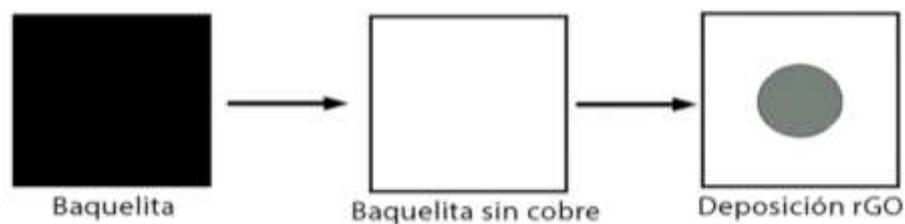


Ilustración 3-22. Sustrato utilizado para la caracterización de conductividad de rGO mediante el método de Kelvin.

Realizado por: Espinoza D., Analuiza A., 2023.



Ilustración 3-23. Deposición de rGO sobre sustrato para posterior caracterización.

Realizado por: Espinoza D., Analuiza A., 2023.

Para la caracterización se utilizó el equipo Source Measure Unit (SMU) en los laboratorios de la Escuela Politécnica Nacional (EPN). Para la recolección de datos se configuro el software del equipo SMU el cual inyecta una corriente de hasta 40V sobre la superficie laminar de la tinta de rGO, por medio de cuatro sondas como lo muestra la Ilustración 3-24. Se logró recolectar datos tanto de la corriente como del voltaje, no fue necesario la aplicación de ninguna ecuación extra, ya que el software arroja los valores de las resistencias del material de manera directa.



Ilustración 3-24. Caracterización de rGO para las muestras M1.1, M2.1 y V2. Con el equipo SMU.

Realizado por: Espinoza D., Analuiza A., 2023.

Realizamos la caracterización de conductividad para el rGO de las muestras M1.1, M2.1, V2 y U2 que demostraron mejor reducción de los grupos funcionales. Se hizo 6 pruebas a cada muestra para lograr reducir el error del equipo de manera estadística y mejorar procesamiento de datos para su posterior análisis.

CAPÍTULO IV

4. MARCO DE RESULTADOS Y DISCUSIÓN DE LOS RESULTADOS

En este capítulo presentaremos los resultados y la discusión de los resultados obtenidos después de sintetizar, irradiar y caracterizar el material de GO a rGO por irradiación no ionizante, de acuerdo con los parámetros que se han especificado en todas las tablas e ilustraciones en el capítulo anterior.

3.4. Cantidad de GO y rGO obtenido

Como se mostró anteriormente, obtuvimos datos del material recuperado tanto de GO como rGO, detallado en la Tabla 4-1, tras todo el proceso de síntesis de GO. Hablando del proceso de reducción de GO, se mostrará el material que se utilizó para dicho proceso en el capítulo anterior en la Tabla 4-2.

Tabla 4-1 Cantidad de GO recuperado.

Material	Cantidad de Material
Óxido de grafeno	2,87gr

Realizado por: Espinoza D., Analuiza A., 2023.

Tabla 4-2. Cantidad de GO preparado para irradiación.

Material Microondas 1	Material Microondas 2	Material luz Ultravioleta	Material luz Visible	Total
0,125 gr	0,125 gr	0,10 gr	0,10 gr	0,45 gr
0,075 gr	0,075 gr	0,10 gr	0,10 gr	0,35 gr
0,05 gr	0,05 gr			0,1 gr
			Total	0,90 gr

Realizado por: Espinoza D., Analuiza A., 2023.

Como se observa en las tablas anteriores se utilizó alrededor de 0,90 gramos de 2,87 gramos recuperados de la síntesis de GO en total, para cada proceso de irradiación realizado, despreciando el material ocupado en las muestras de prueba de la Tabla 3-6, cumpliendo los parámetros de preparación de concentraciones expresado en las Tabla 3-7, Tabla 3-8, Tabla 3-11 y Tabla 3-12.

3.5. Caracterización

Se utilizó para la caracterización las muestras que hemos obtenido tanto de GO como de rGO, de esta manera podemos analizarlas comparando las características de cada una de ellas, teniendo de base la literatura citada anteriormente, para comprobar si el método de reducción experimental planteado en este trabajo de titulación resulta efectivo, y cumple con los parámetros necesarios para ser considerado un método de reducción viable.

3.5.1. UV-Visible

La espectroscopía UV-Visible para el GO y rGO nos mostrara los picos característicos del material, de esta manera, se compara y analiza con los datos que se tiene de la literatura. Este procedimiento se logró gracias al equipo UV-Visible Thermo Scientific, modelo Evolution 220.

3.5.1.1. Resultado UV-Vis de óxido de grafeno

Como se menciona en la base teórica usamos espectroscopía UV-Vis para realizar un sondeo de transiciones electrónicas, en este caso con un barrido de 200 nm a 500 nm.

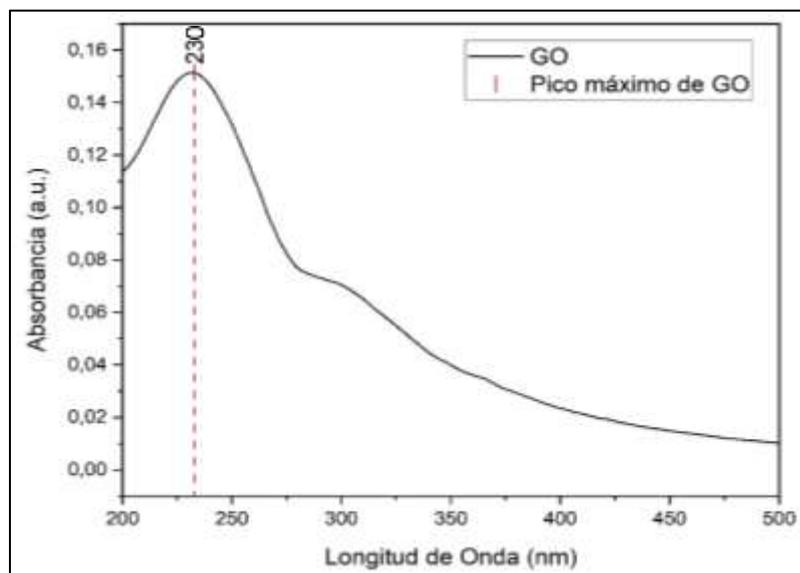


Gráfico 4-1: Espectroscopía UV de GO.

Realizado por: Espinoza D., Analuiza A., 2023.

Al observar el Gráfico 4-1, los espectros muestran un recorrido hasta $\lambda = 500$ nm con un pico máximo de 230 nm de absorción. Como hemos citado en capítulos anteriores, estos picos máximos de GO se presentan en la bibliografía en un rango mayor a 230 nm medidas en

absorción, con este resultado se puede afirmar con certeza que se logró sintetizar GO de forma correcta a través del método de Hummer modificado. Este pico de absorción que observamos es el resultado de la transición $\pi - \pi^*$ de los enlaces aromáticos C=C que se encuentra en la teoría de la extensa investigación acerca del GO, de tal manera que el proceso de oxidación y posterior síntesis del material fue efectivo.

3.5.1.2. Resultado UV-Vis de óxido de grafeno reducido por microondas 1

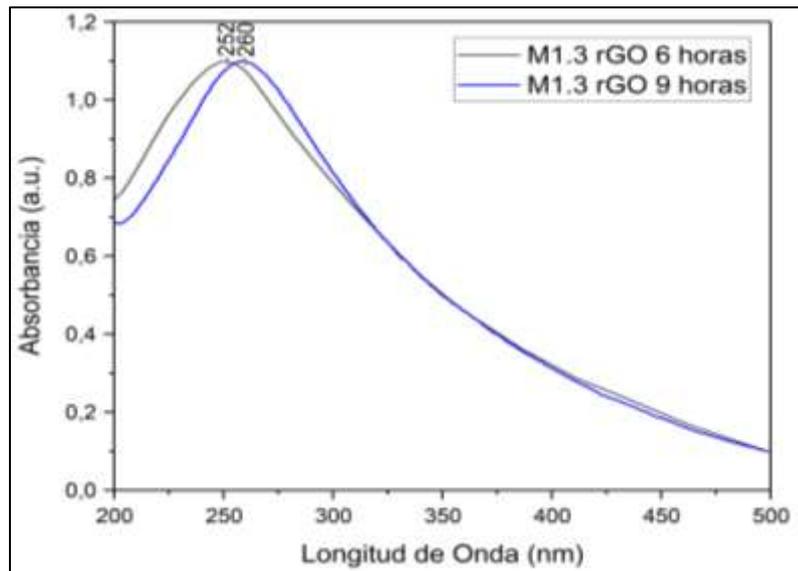


Gráfico 4-2: Espectroscopía UV de rGO de M1 (1200 w) muestra M1.3 a concentración de 0,17 mg/ml de 6 horas y 9 horas de irradiación por ondas electromagnéticas.

Realizado por: Espinoza D., Analuiza A., 2023.

La diferencia de color en las denota un cambio en el espectro UV-Visible, muestra la evolución de la posición del pico de absorbancia de acuerdo con las horas de irradiación para las muestras. En el Gráfico 4-2, se observa la muestra M1.3 con un pico que alcanza los 260 nm luego de 9 horas de exposición a ondas electromagnéticas con M1 (1200 w). Notamos como el hombro del GO a 300 nm, desaparece desde las 6 horas. Este pico se atribuye a la transición $\pi - \pi^*$ en los enlaces C=C y el hombro se debe a la transición $n - \pi^*$ en los enlaces C=O (Sun et al., 2016: p.298).

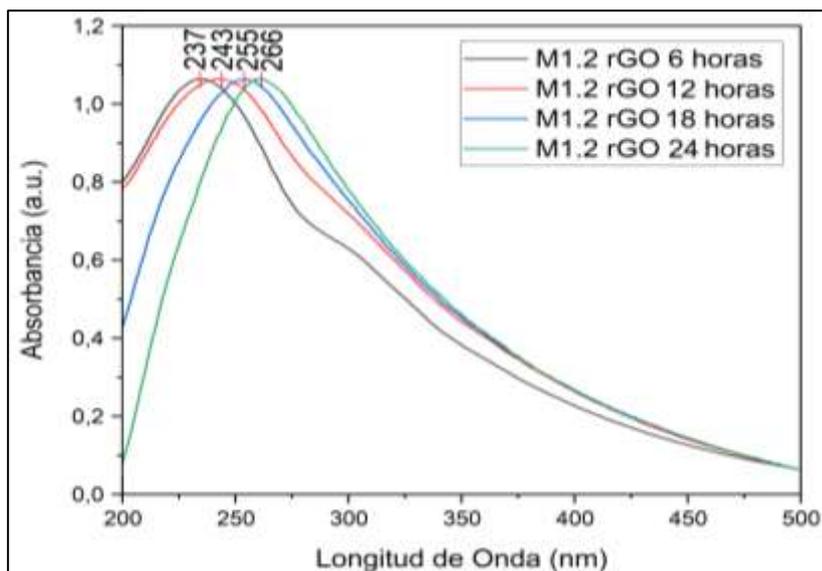


Gráfico 4-3: Espectroscopía UV de rGO de M1 (1200 w) muestra M1.2 a concentración de 0,25 mg/ml de 6, 12, 18 y 24 horas de irradiación por Ondas Electromagnéticas.

Realizado por: Espinoza D, Analuiza A, 2023.

En el Gráfico 4-3, se observa la muestra M1.2 con un pico que alcanza los 266 nm luego de 24 horas con M1 (1200 w), lo que indica su reducción. Asimismo, notamos como el hombro que presenta el GO a 300 nm, desaparece por completo desde 18 horas de irradiación.

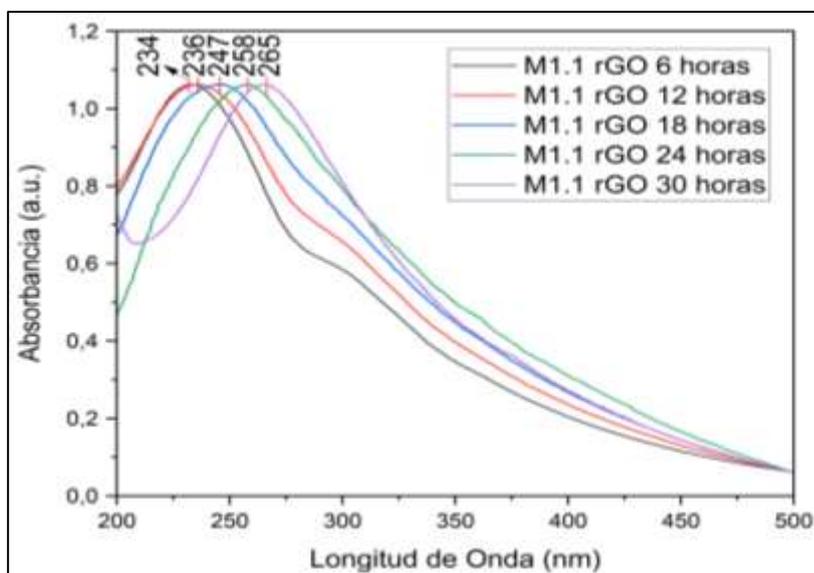


Gráfico 4-4: Espectroscopía UV de rGO de M1 (1200 w) muestra M1.1 a concentración de 0,5 mg/ml de 6, 12, 18, 24, y 30 horas de irradiación por Ondas Electromagnéticas.

Realizado por: Espinoza D., Analuiza A., 2023.

En el Gráfico 4-4, se observa la muestra M1.1 con un pico que alcanza los 265 nm luego de 30 horas de exposición a ondas electromagnéticas con M1 (1200 w), lo que indica su reducción. Asimismo, notamos como el hombro del GO a 300 nm, desaparece desde las 24 horas.

3.5.1.3. Resultado UV-Vis de óxido de grafeno reducido por microondas 2

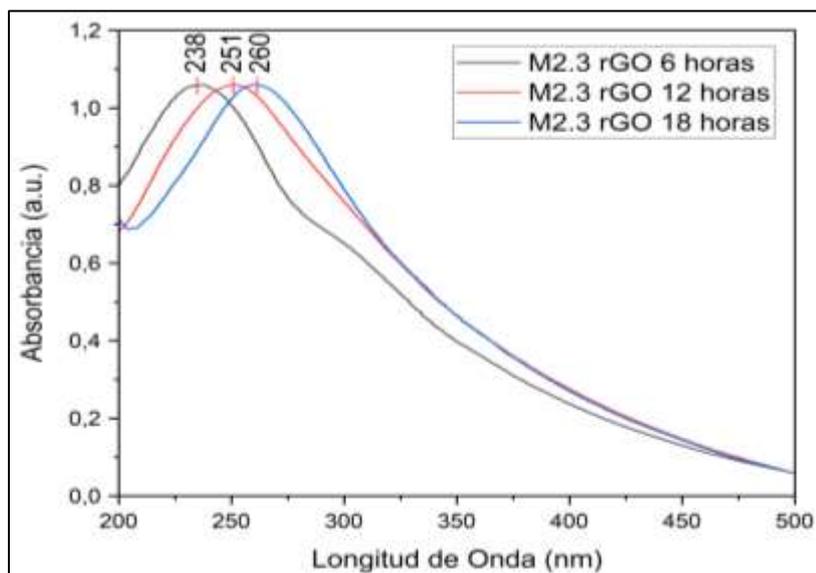


Gráfico 4-5: Espectroscopía UV de rGO de M2 (600 w) muestra M2.3 a concentración de 0,17 mg/ml de 6, 12 y 18 horas de irradiación por ondas electromagnéticas.

Realizado por: Espinoza D., Analuiza A., 2023.

La diferencia de color presentado en las muestras denota un cambio en el espectro UV-Visible que muestra la evolución de la posición del pico de absorbancia de acuerdo con las horas de irradiación para las muestras de GO. En el Gráfico 4-5, se observa la muestra M2.3 con un pico que alcanza los 260 nm luego de 18 horas de exposición a ondas electromagnéticas con M2 (600 w), lo que indica su reducción. Asimismo, notamos como el hombro que presenta el GO a 300 nm, desaparece por completo desde 12 horas de irradiación. Este hombro se debe a la transición $\pi-\pi^*$ en los enlaces C=C. Mientras el movimiento del espectro de absorción sea mayor en dirección a la región visible, el GO se encontrará más reducido.

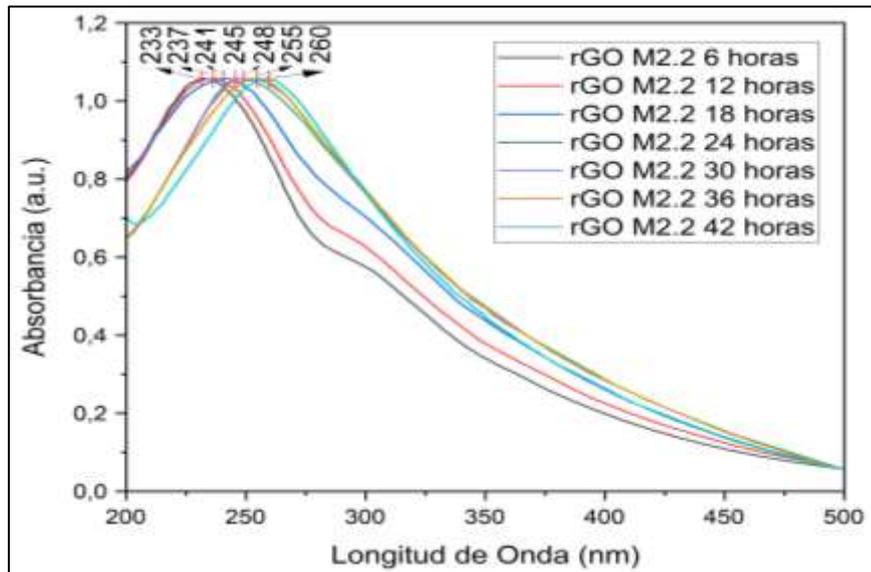


Gráfico 4-6: Espectroscopía UV de rGO de M2 (600 w) muestra M2.2 a concentración de 0,25 mg/ml de 6, 12, 18, 24, 30, 36 y 42 horas de irradiación por ondas electromagnéticas.

Realizado por: Espinoza D., Analuiza A., 2023.

En el Gráfico 4-6, se observa la muestra M2.2 con un pico que alcanza los 260 nm luego de 42 horas de exposición a ondas electromagnéticas con M2 (600 w), lo que indica su reducción. Asimismo, notamos como el hombro que presenta el GO a 300 nm, desaparece por completo desde 24 horas de irradiación.

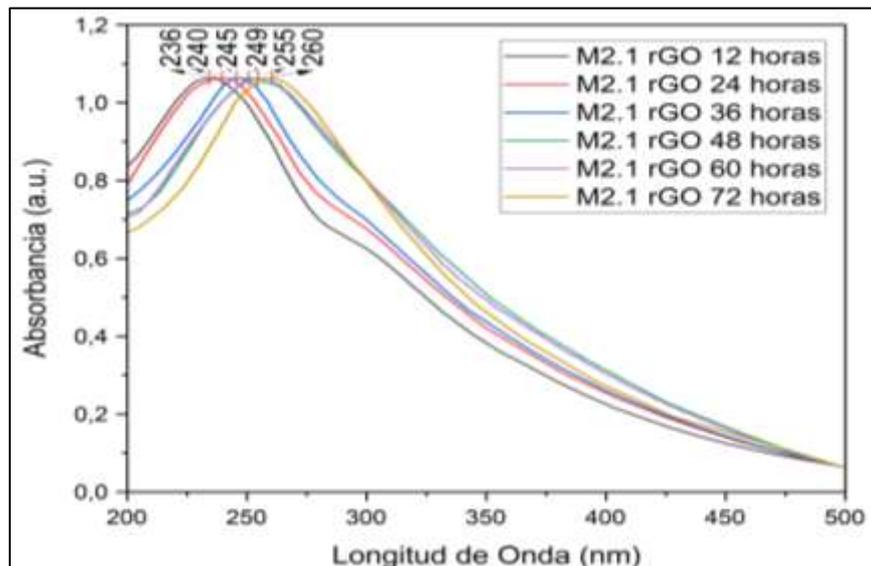


Gráfico 4-7: Espectroscopía UV de rGO de M2 (600 w) muestra M2.1 a concentración de 0,5 mg/ml de 12, 24, 36, 48, 60 y 72 horas de irradiación por ondas electromagnéticas.

Realizado por: Espinoza D., Analuiza A., 2023.

En el Gráfico 4-7, se observa la muestra M2.1 con un pico que alcanza los 260 nm luego de 72 horas de exposición a ondas electromagnéticas con M2 (600 w), lo que indica su reducción. Asimismo, notamos como el hombro que presenta el GO a 300 nm, desaparece por completo desde 48 horas de irradiación.

3.5.1.4. Resultado UV-Vis de óxido de grafeno reducido por luz ultravioleta

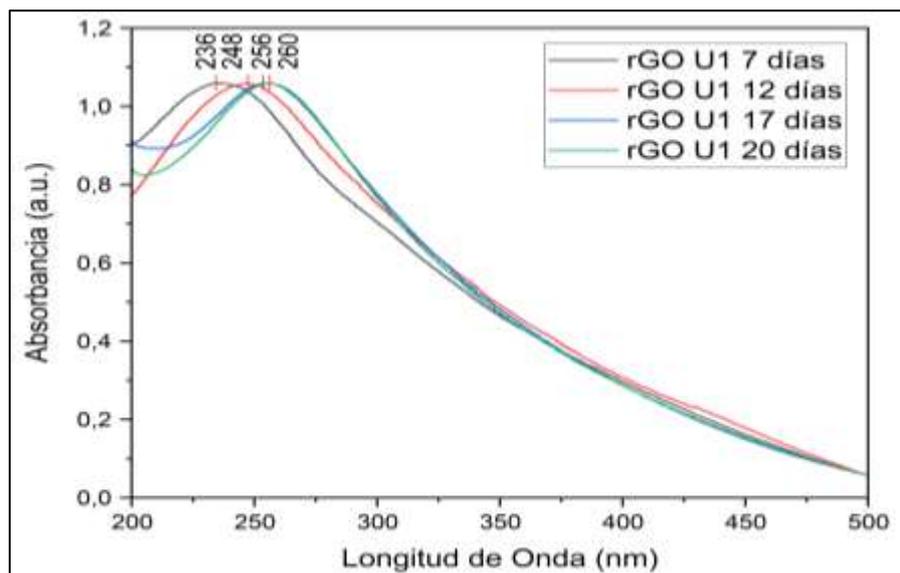


Gráfico 4-8: Espectroscopía UV de rGO de luz ultravioleta (300 nm) muestra U1, concentración de 0,16 mg/ml de 7, 12, 17 y 20 días.

Realizado por: Espinoza D., Analuiza A., 2023.

La diferencia de color presentado en las muestras denota un cambio en el espectro UV-Visible que muestra la evolución de la posición del pico de absorbancia de acuerdo con las horas de irradiación para las muestras de GO. En el Gráfico 4-8, se observa la muestra U1 con un pico que alcanza los 260 nm luego de 20 días de exposición a luz ultravioleta de 300 nm, lo que indica su reducción. Asimismo, notamos como el hombro que presenta el GO a 300 nm, desaparece por completo desde 12 días de irradiación. En el transcurso del tiempo de irradiación de 12 días, la muestra presentó grumos debido a la precipitación del material, siendo esta no homogénea y poco estable. Este comportamiento se debe a la interacción de la luz ultravioleta con el GO, convirtiéndolo en un agente reductor, el cual compromete la estabilidad coloidal del rGO que dependerá únicamente de las repulsiones electrostáticas suministradas por los grupos de oxígeno residuales desprotonados como los carboxilatos.

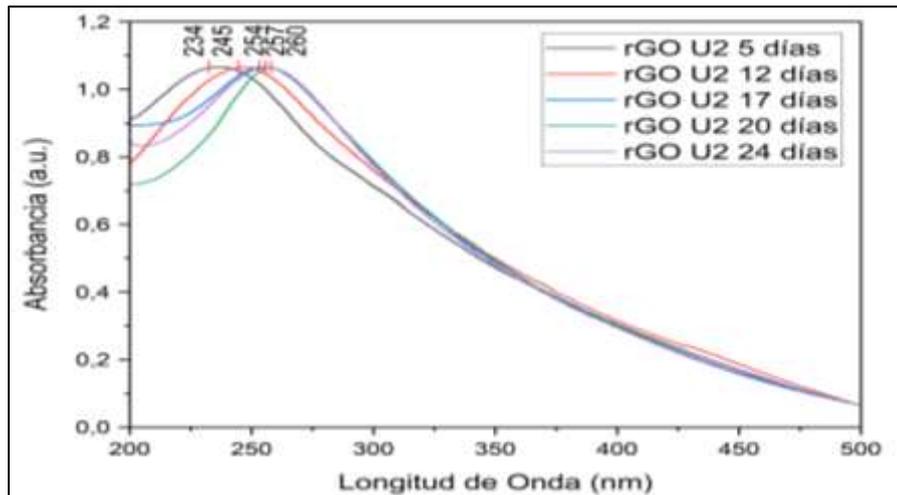


Gráfico 4-9: Espectroscopía UV de rGO de luz ultravioleta (350 nm) muestra U2, concentración de 0,16 mg/ml de 5, 12, 17, 20, y 24 días.

Realizado por: Espinoza D., Analuiza A., 2023.

En el Gráfico 4-9, se observa la muestra U2 con un pico que alcanza los 260 nm luego de 24 días de exposición a luz ultravioleta de 350 nm, lo que indica su reducción. Asimismo, notamos como el hombro que presenta el GO a 300 nm, desaparece por completo desde 17 días de irradiación. De manera similar a la muestra U1, en el transcurso del tiempo de irradiación de 17 días, la muestra presento grumos debido a la precipitación del material, siendo está no homogénea y poco estable.

3.5.1.5. Resultado UV-Vis de óxido de grafeno reducido por luz visible

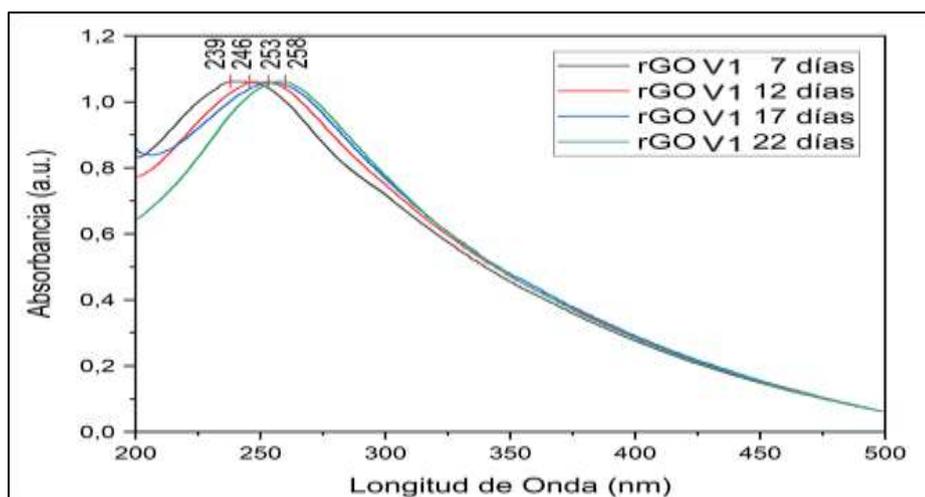


Gráfico 4-10: Espectroscopía UV de rGO de luz visible (500 nm) muestra V1 a concentración de 0,16 mg/ml de 4, 7, 12, 17 y 22 días.

Realizado por: Espinoza D., Analuiza A., 2023.

La diferencia de color presentado en las muestras denota un cambio en el espectro UV-Visible que muestra la evolución de la posición del pico de absorbancia de acuerdo con las horas de irradiación para las muestras de GO. De manera similar a la irradiación ultravioleta la muestra presento grumos debido a la precipitación del material, siendo está no homogénea y poco estable. Este comportamiento se debe a la interacción de la luz ultravioleta con el GO, convirtiéndolo en un agente reductor, el cual compromete la estabilidad coloidal del rGO que dependerá únicamente de las repulsiones electrostáticas suministradas por los grupos de oxígeno residuales desprotonados como los carboxilatos. Además, notamos como la temperatura alcanzo los 40 °C, lo que podría desatar un aumento de calor dentro del GO, gracias a la transferencia de energía térmica, por medio del líquido que conforma la solución. Sin embargo, en este caso no habrá influencia de la temperatura en la reducción por ser un incremento demasiado bajo (H. Li & Bubeck, 2013: p.209). En el Gráfico 4-10, se observa la muestra V1 con un pico que alcanza los 258 nm luego de 22 días de exposición a luz visible de 500 nm, lo que indica su reducción. Asimismo, notamos como el hombro que presenta el GO a 300 nm, desaparece por completo desde 12 días de irradiación. De manera similar a las muestras U1 y U2, en el transcurso del tiempo de irradiación de 12 días, la muestra presento grumos debido a la precipitación del material, siendo está no homogénea.

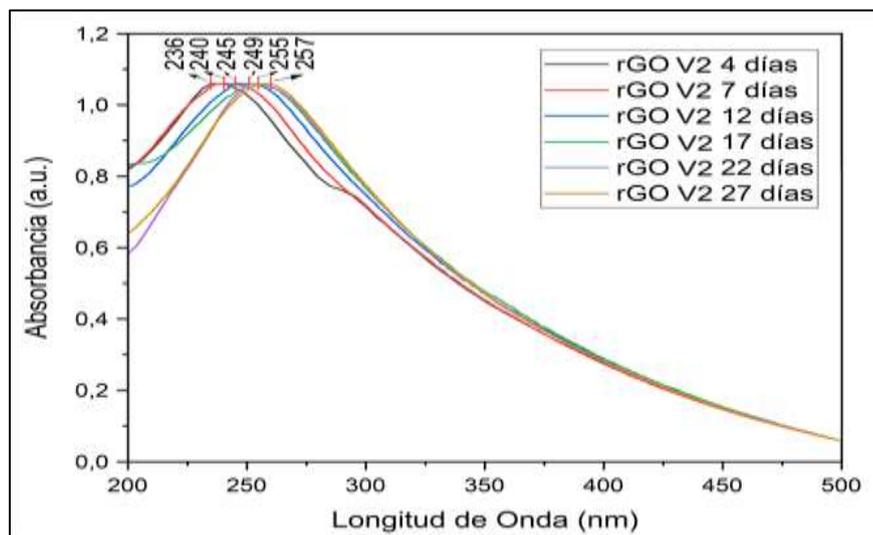


Gráfico 4-11: Espectroscopía UV de rGO de luz visible (700 nm) muestra V2 a concentración de 0,16 mg/ml de 7, 12, 17, 22 y 27 días de irradiación.

Realizado por: Espinoza D., Analuiza A., 2023.

En el Gráfico 4-11, se observa la muestra V2 con un pico que alcanza los 257 nm luego de 27 días de exposición a luz visible de 700 nm, lo que indica su reducción parcial. Asimismo,

notamos como el hombro del GO a 300 nm, desaparece desde 17 días de irradiación. De manera similar a las muestras U1 y U2, en el transcurso del tiempo de irradiación de 17 días, la muestra presento grumos debido a la precipitación del material, siendo está no homogénea.

3.5.2. Espectroscopia infrarroja

La diferencia más visible que se tiene entre el GO y el rGO es básicamente su estructura, ya que, se puede observar a simple vista una reducción en la cantidad de grupos funcionales como hidroxilos, aminas, carbonilos, entre otros, que estarán unidos al plano basal de carbono y los defectos estructurales dentro del plano, lo que a gran escala reducirá la conductividad eléctrica del material. De este modo, se plantea el análisis de espectroscopia infrarroja, la cual ha demostrado ser útil para la caracterización de derivados de grafeno. Esta técnica permitirá observar la reducción de bandas y grupos funcionales del GO al ser reducido a rGO. Dicho análisis fue realizado en el espectrofotómetro modelo FT/IR-4100.

3.5.2.1. Resultado FT-IR de óxido de grafeno

Mediante el equipo de FTIR podemos observar los grupos funcionales que contiene el óxido de grafeno. En el Gráfico 4-12, se observa bandas localizadas a 1052 cm^{-1} que pertenece al estiramiento de (C-O) alcoxi que se localiza en la estructura encima del plano basal del GO, en 1226 cm^{-1} se muestra el estiramiento (C-O-C) que corresponde al grupo epoxi, en 1735 cm^{-1} están los grupos funcionales que son lo carboxilos los que se sitúan en los bordes del GO (C=O) debido a los grupos carbonilos, mientras que en 1619 cm^{-1} encontramos un pico de los grupo (C=C), que hacen referencia a los dominios aromáticos, es decir, a las, regiones gráficas de las láminas que permanecen sin oxidar, el pico de 1361 cm^{-1} aparece del grupo C-OH, además, la banda presente en 3221 cm^{-1} que son las vibraciones de alta frecuencia a modo de estiramiento del enlace O-H, que pertenece al grupo hidroxiló que presentan el GO.

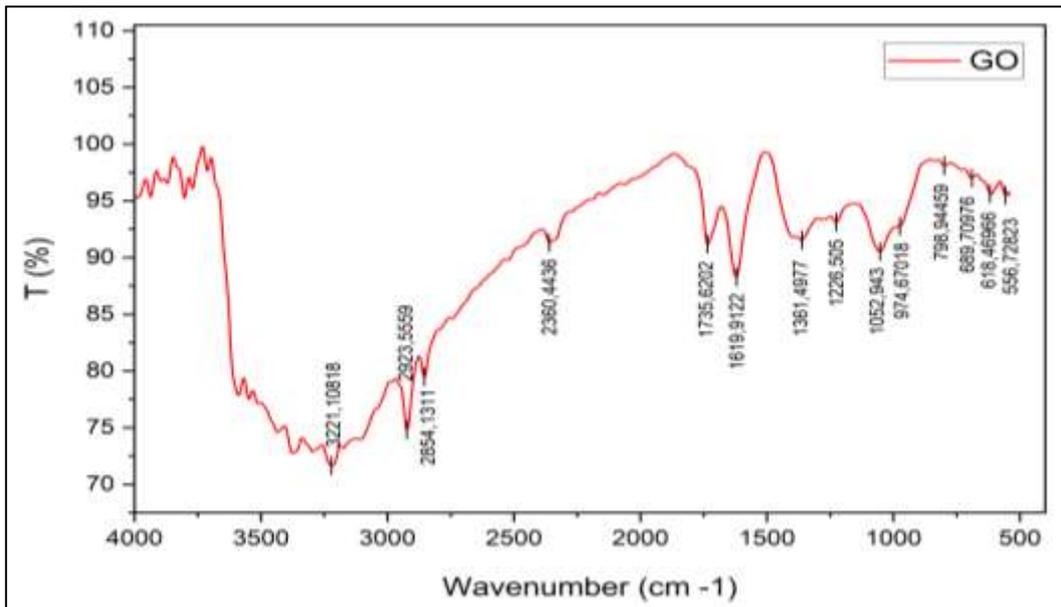


Gráfico 4-12: Espectro FTIR de GO.

Realizado por: Espinoza D., Analuiza A., 2023.

3.5.2.2. Resultado FT-IR de óxido de grafeno reducido por microondas 1

Cuando el rGO es reducido, existe la eliminación de grupos funcionales oxigenados como son: el epoxi e hidroxilo y ciertos defectos que se encuentran en los bordes que influyen en la conductividad del GO. Mediante la espectroscopía FTIR logramos comprobar si estos grupos son eliminados y que cantidad existe dentro de nuestra muestra para demostrar la eficiencia del método planteado. En el Gráfico 4-13 a), observamos que, para la muestra M1.3 a una concentración de 0,5 mg/ml, la banda que se encontraba en 3221 cm^{-1} donde está presente el OH desaparece casi por completo denotando una reducción efectiva, mientras que, en el Gráfico 4-13 b) la muestra M1.2 a una concentración de 0,25 mg/ml y en el Gráfico 4-13 c) la muestra M1.1 a una concentración 0,17 mg/ml, la reducción de esta banda OH es parcial. También, notamos una reparación incompleta de la banda aromática (C=C) cercano a 1550 cm^{-1} , en todas las muestras. Además, en todas las concentraciones se demuestra la disminución de la intensidad en el pico 1226 cm^{-1} perteneciente a los grupos epoxi. Con estos resultados podemos inferir que para M1 (1200 w) la muestra con mejor eliminación de grupos oxigenados es M1.3 con una concentración de 0,5 mg/ml, dando a conocer su estrecha relación con la cantidad de concentración irradiada, entendiéndose que a más concentración de GO preparada para irradiar, la eficiencia del método de reducción por ondas electromagnéticas se ve favorecida, debido a la existencia de un menor esfuerzo en remover los grupos funcionales. Tomando en cuenta que, a una mayor concentración es directamente proporcional a la masa del material, las moléculas de H_2O están presentes en menor cantidad, haciendo más fácil la

interacción de las ondas electromagnéticas en el interior de la muestra de GO de manera más directa, para calentarla de adentro hacia a fuera. Al existir menos moléculas de agua en concentraciones mayores habrá menos grupos funcionales que reducir, logrando que el tiempo de reducción aumente, pero sea más eficaz. El efecto de las ondas de microondas produce que las moléculas de agua vibren, se muevan u oscilen rápidamente de manera eficiente, lo que nos llevaría a pensar que es un factor importante, sin embargo, la mayor cantidad de agua solo significaría una pérdida de energía térmica, al reducir primero el agua por efecto de ebullición y luego a los grupos funcionales por el mismo efecto. Por lo tanto, al tener más moléculas de agua en el entorno de la muestra 0,17 mg/ml, la eficacia del método se verá reducida, teniendo periodos más cortos de tiempo de irradiación, pero empeorando la calidad del material.

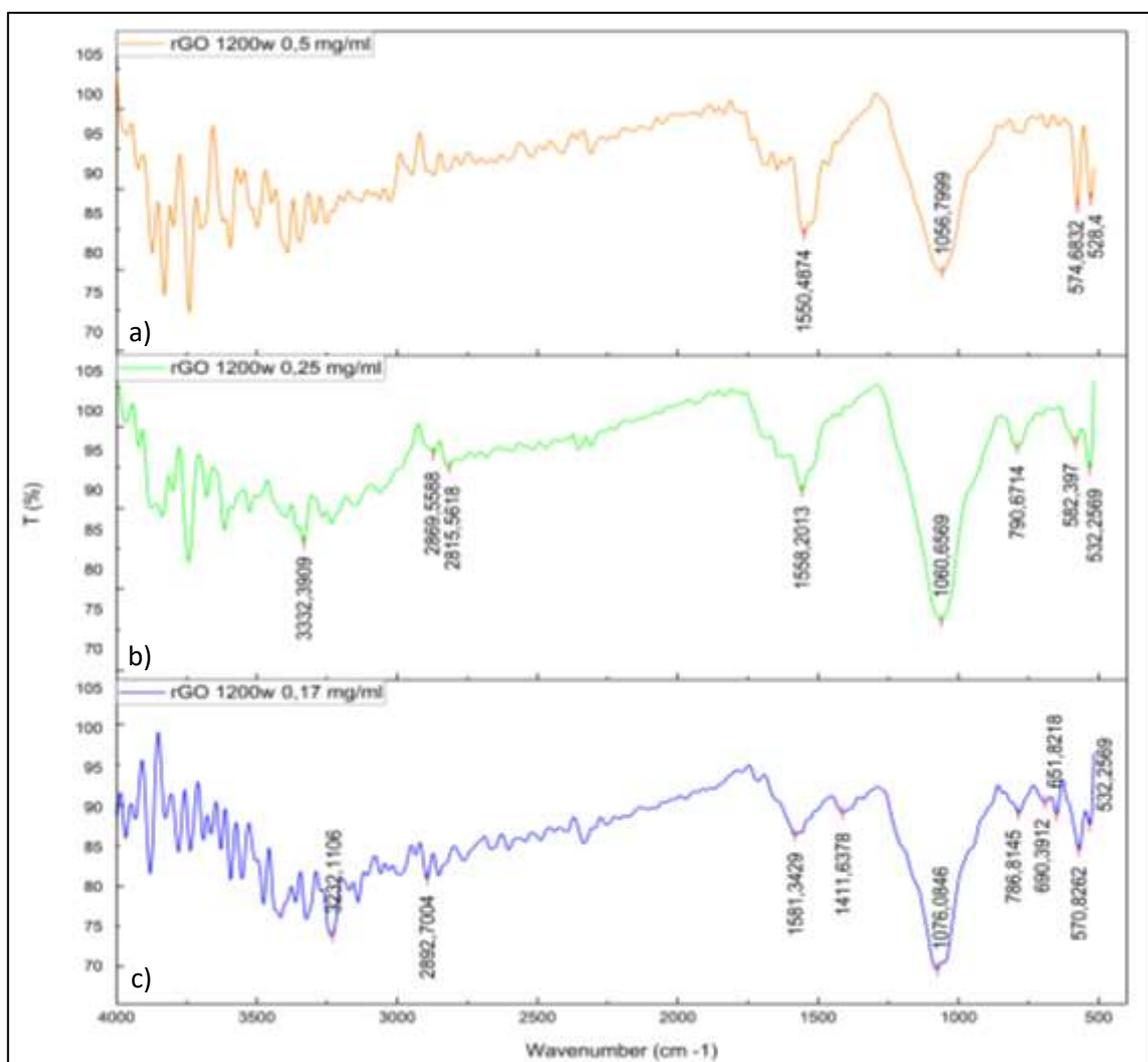


Gráfico 4-13: Espectro FTIR de rGO para M1 (1200 w), para las muestras M1.3, M1.2 y M1.1 a concentraciones de 0,5 mg/ml, 0,25 mg/ml y 0,17 mg/ml respectivamente.

Realizado por: Espinoza D., Analuiza A., 2023.

3.5.2.3. Resultado FT-IR de óxido de grafeno reducido por microondas 2

En el Gráfico 4-14 a), observamos que, para la muestra M2.3 con una concentración de 0,5 mg/ml, la banda que se encontraba en 3221 cm^{-1} donde está presente el OH desaparece casi por completo denotando una reducción efectiva, mientras que, el Gráfico 4-14 b) la muestra M2.2 con una concentración de 0,25 mg/ml y en el Gráfico 4-14 c) la muestra M2.1 con una concentración de 0,17 mg/ml, la reducción de esta banda OH es parcial. Notamos una reparación incompleta de la banda aromática (C=C), cercano a 1550 cm^{-1} , en todas las muestras. Además, en todas las concentraciones se demuestra la disminución de la intensidad en el pico 1226 cm^{-1} perteneciente a los grupos epoxi.

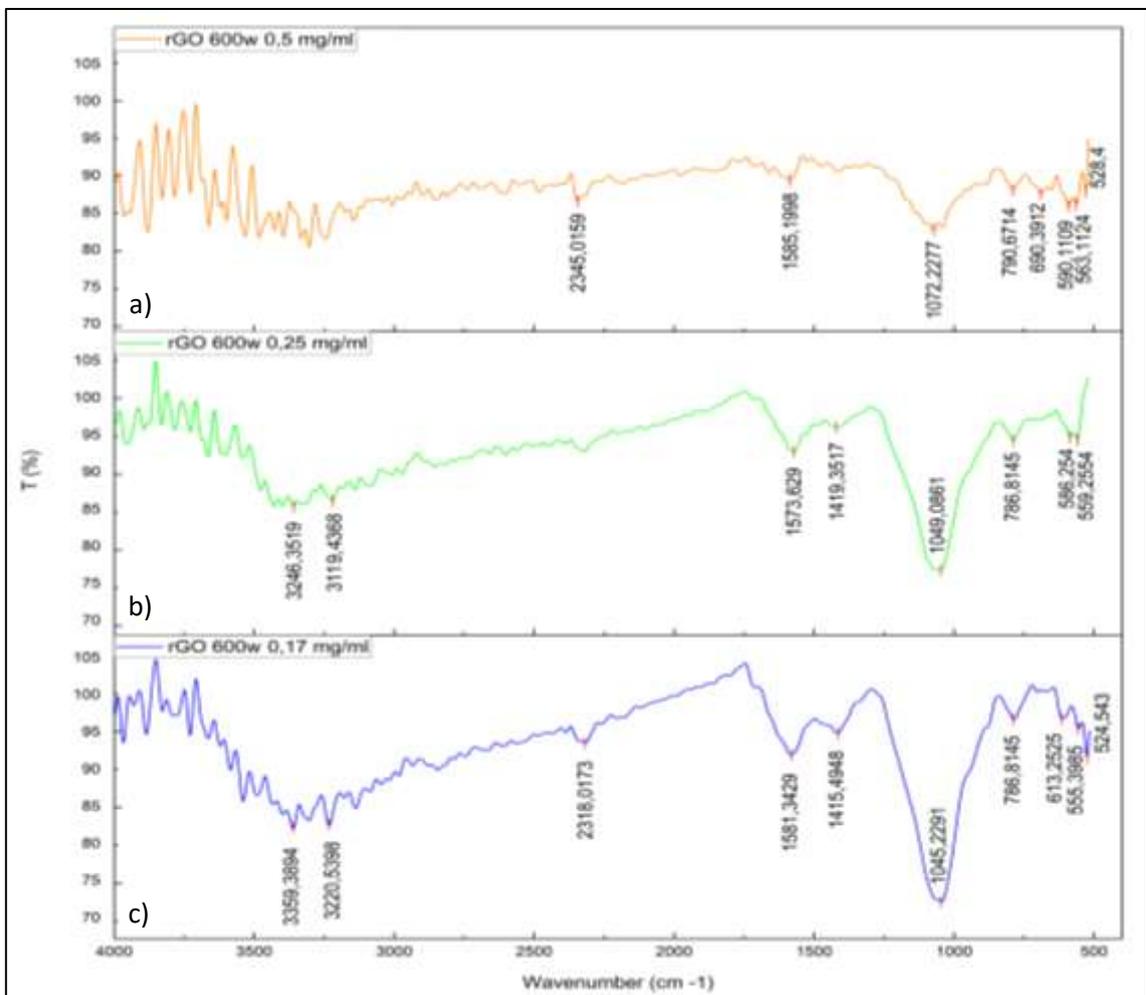


Gráfico 4-14: Espectro FTIR de rGO para el M2 (600 w), para las muestras M1.3, M1.2 y M1.1 a concentraciones de 0,17 mg/ml, 0,25 mg/ml y 0,5 mg/ml respectivamente.

Realizado por: Espinoza D., Analuiza A., 2023.

Estos resultados permiten mencionar que para M2 (600 w) la muestra con mejor eliminación de grupos oxigenados es de 0,5 mg/ml, dando a conocer su estrecha relación con la cantidad de

concentración irradiada, entendiéndose que a más concentración de GO preparada para irradiar, la eficiencia del método de reducción por ondas electromagnéticas se ve favorecida, debido a la existencia de un menor esfuerzo en remover los grupos funcionales.

3.5.2.4. Resultado FT-IR de óxido de grafeno reducido por luz ultravioleta

En el Gráfico 4-15 a), observamos que, para la muestra U1 a una concentración de 0,16 mg/ml mediante luz ultravioleta a 300 nm, la banda que se encontraba en el GO a 3221 cm^{-1} donde está presente el OH, desaparece parcialmente denotando una reducción eficaz, algo similar sucede en el Gráfico 4-15 b) la reducción de 350 nm. Notamos una reparación incompleta de la banda aromática (C=C), cercano a 1550 cm^{-1} , para ambas concentraciones. Además, en las dos concentraciones se demuestra la disminución de la intensidad en el pico 1226 cm^{-1} perteneciente a los grupos epoxi.

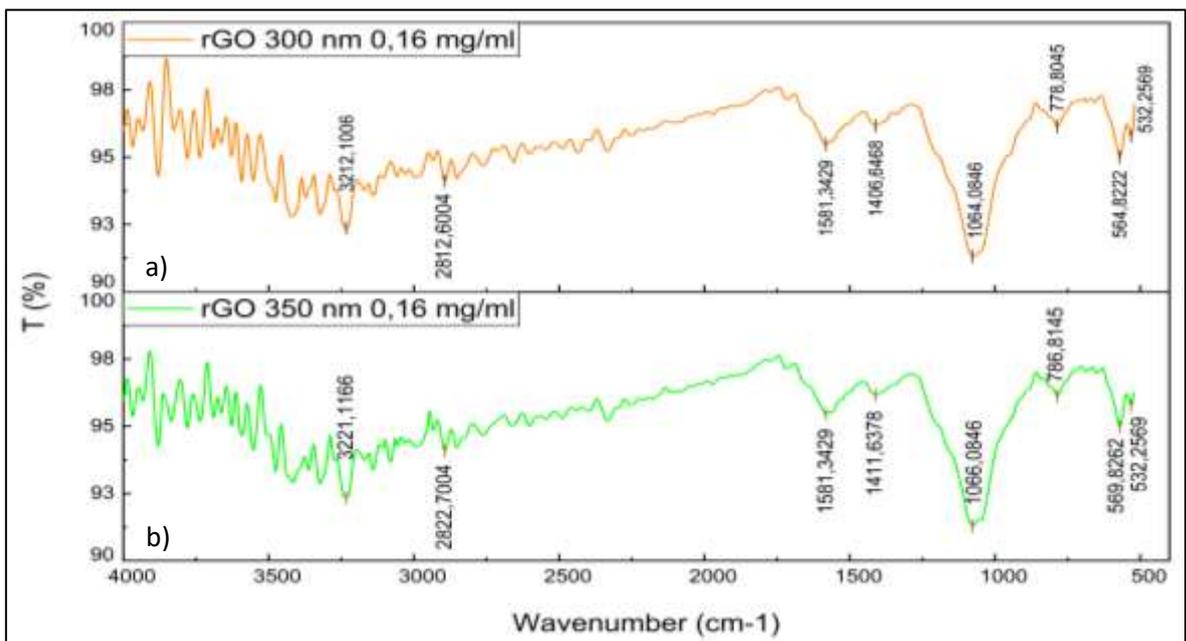


Gráfico 4-15: Espectro FTIR de rGO para la luz ultravioleta 300 nm y 350 nm, para las muestras U1 y U2 a concentraciones 0,16 mg/ml y 0,16 mg/ml respectivamente.

Realizado por: Espinoza D., Analuiza A., 2023.

El método de reducción por luz ultravioleta rompe los enlaces químicos y disminuir la cantidad de grupos funcionales que existe dentro del material, de tal manera la energía ultravioleta emitida por las lámparas es suficiente para romper dichos enlaces, haciendo posible la reducción de GO a rGO. Los grupos epoxi e hidroxilo son los más sencillos de reducir gracias a su alta reactividad, este proceso de excitación rompe los enlaces covalentes constituidos por el GO, desoxigenando el material. La banda rezagada en la reducción del GO expuesto a la luz

ultravioleta no se debe a la ineficacia del método, si no, al tiempo de irradiación de las muestras, evidenciando que a más tiempo de irradiación se obtendrán mejores resultados de eliminación de los grupos funcionales y la calidad del material.

3.5.2.5. Resultado FT-IR de óxido de grafeno reducido por luz visible

En el Gráfico 4-16 a), observamos que, para la muestra V1 a una concentración de 0,16 mg/ml mediante luz visible a 500 nm, la banda que se encontraba en el GO a 3221 cm^{-1} donde está presente el OH, desaparece denotando una reducción, algo similar sucede en el Gráfico 4-16 b), para 700 nm. Notamos una reparación incompleta de la banda aromática (C=C), cercano a 1550 cm^{-1} , para ambas concentraciones donde no se evidencia una reducción significativa. También, en las dos concentraciones se demuestra la disminución de la intensidad en el pico 1226 cm^{-1} perteneciente a los grupos epoxi. Además, se logra observar que no hubo reducción aparente en el doble enlace (C=O), en el pico 1708 cm^{-1} para 500 nm y 1700 cm^{-1} para 700 nm. La reparación incompleta de la banda (C=C) y casi nula reducción de la banda (C=O), se atribuye a la baja energía de irradiación por parte de las lámparas de luz visible de 500 nm y 700 nm, con una energía 240 KJ/mol y 170 KJ/mol respectivamente, dicha energía de irradiación resulta insuficiente para cumplir con la eliminación eficaz de los grupos funcionales de doble enlace.

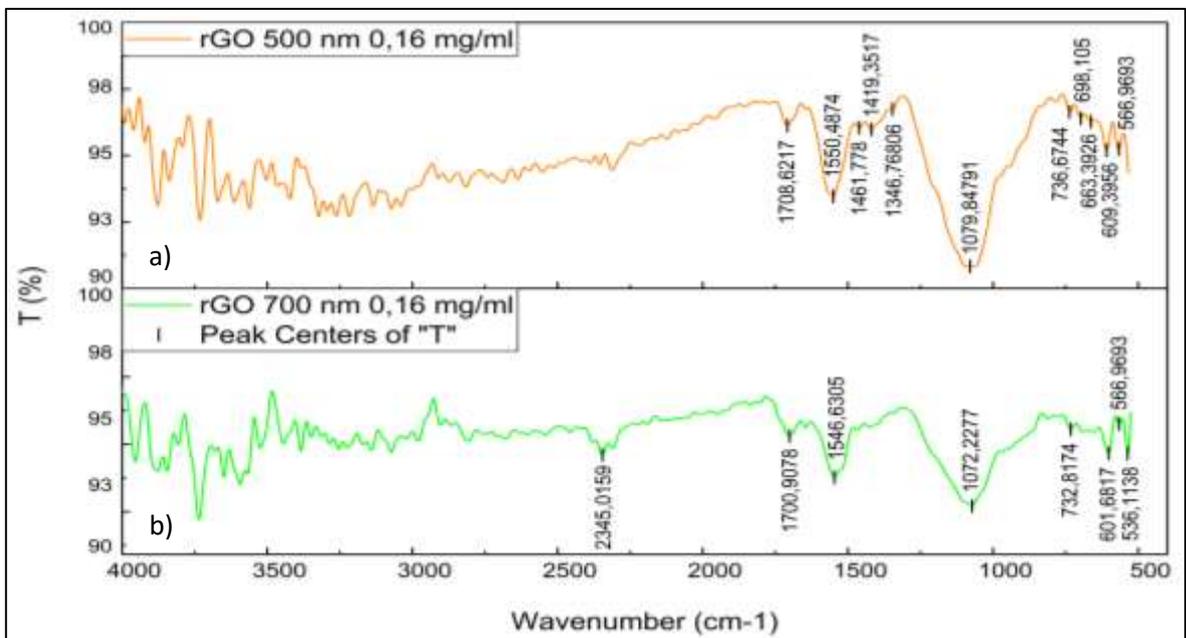


Gráfico 4-16: Espectro FTIR de rGO para la luz visible a 500 nm y 700 nm, para las muestras V1 y V2 a concentraciones 0,16 mg/ml y 0,16 mg/ml respectivamente.

Realizado por: Espinoza D., Analuiza A., 2023.

3.5.3. Microscopia electrónica de barrido (SEM)

Para esta caracterización se utilizó las muestras de óxido de grafeno reducido que obtuvieron mejores resultados al ser irradiadas con los métodos planteados, enfocando su selección en dos parámetros: tiempo más corto en alcanzar la longitud de onda de 260 nm y reducción eficaz de grupos funcionales. De tal manera se tomó la muestra M1.1 con 0,5 mg/ml, M2.1 con 0,5 mg/ml y V2 con 0,16 mg/ml. Además, de una muestra de óxido de grafeno. Fueron observados en el Microscopio Electrónico de Barrido (SEM) modelo JSM-IT100LA; con el fin de obtener imágenes de gran resolución para analizar su morfología y lograr encontrar múltiples diferencias entre cada uno de ellos.

3.5.3.1. Resultado SEM de óxido de grafeno

La característica del grafito cuando se oxida para convertirse en óxido de grafeno son las arrugas sobre su superficie, mostrando grandes pliegues entre sus capas como si estuvieran envueltas entre ellas, formando un área irregular como se muestra en la Ilustración 4-1, debido a que se modifica su estructura con un cambio en la hibridación pasando de sp^2 a sp^3 , de este modo, se produce la oxidación de los grupos funcionales, también notamos que sus extremos son más anchos, esto gracias a la creación de grupos funcionales del oxígeno. Se observó por medio del microscopio electrónico de barrido (SEM) el análisis de la morfología de la muestra de óxido de grafeno.

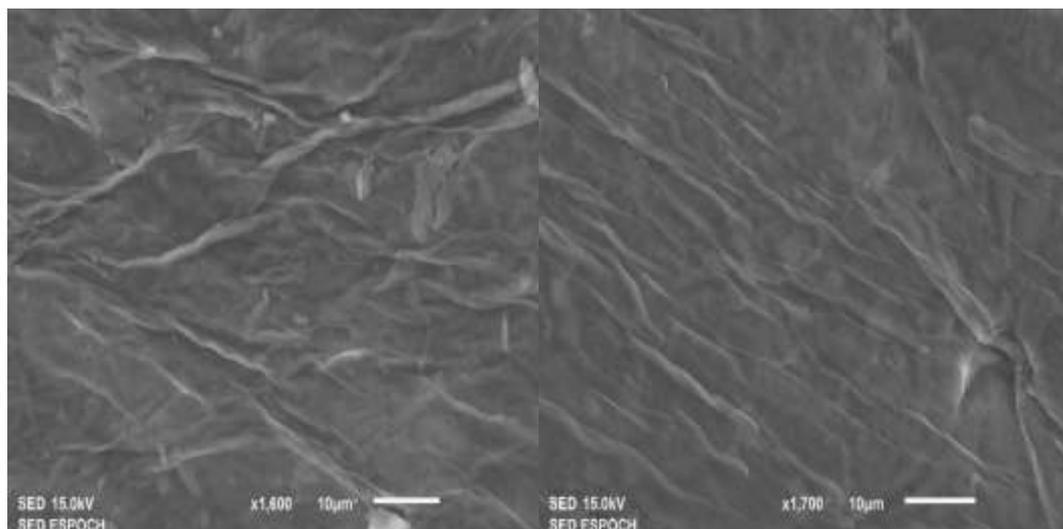


Ilustración 4-1: SEM de óxido de grafeno.

Realizado por: Espinoza D., Analuiza A., 2023.

3.5.3.2. Resultado SEM de óxido de grafeno reducido por microondas 1

Al analizar al óxido de grafeno este es mucho más consistente, sin embargo, al realizar el proceso de reducción al GO el material se encuentra más expandido, eso justamente porque las moléculas de agua o cualquier grupo funcional que estaba dentro de esta estructura ahora está siendo removida, de hecho los grupos funcionales que están en la superficie de una hoja de grafeno se repelen con las de la otra superficie, es decir con los otros grupos funcionales de la superficie o las fuerzas electrostáticas, por lo tanto los electrones del oxígeno se repelan con los otros electrones del otro oxígeno y se crea un potencial negativo que evita que se apilen y justamente se ve como una forma expandida.

Se nota claramente en la Ilustración 4-2, que la muestra de rGO se ha expandido observando mucho mejor los bordes, evidenciando una recuperación de la estructura del grafeno, que claramente es una señal de la reducción.

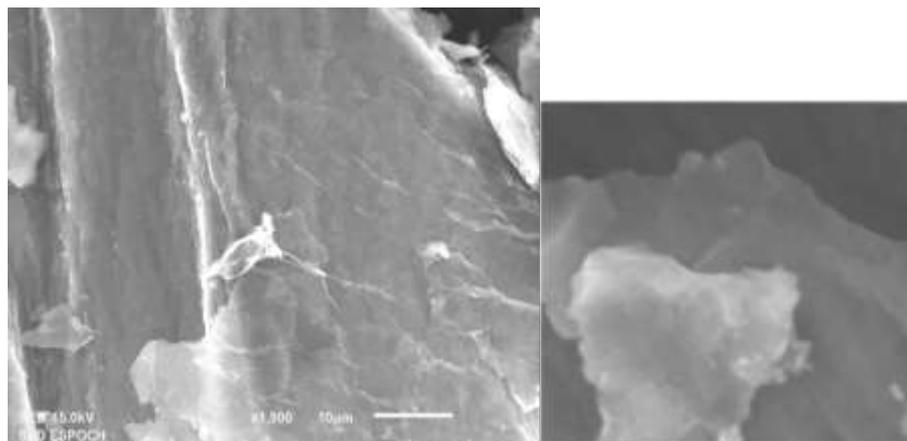


Ilustración 4-2: SEM óxido de grafeno reducido muestra M1.1 1200 w.

Realizado por: Espinoza D., Analuiza A., 2023.

3.5.3.3. Resultado SEM de óxido de grafeno reducido por microondas 2

La reducción de óxido de grafeno mediante M2 se muestra en la Ilustración 4-3, con una estructura grande y corrugada en la superficie, se observa también capas pequeñas con una formación regular sin bordes en la estructura, símbolo de una estructura clara, con una expansión. De tal manera se demuestra que hubo una reducción y que la superficie está cambiando.

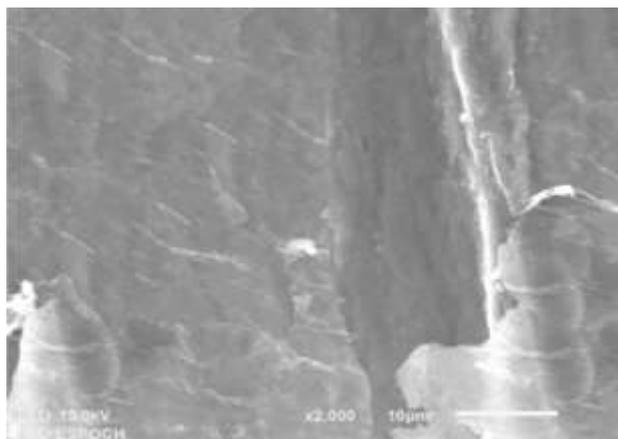


Ilustración 4-3: SEM óxido de grafeno reducido muestra M2.1 600 w.

Realizado por: Espinoza D., Analuiza A., 2023.

3.5.3.4. Resultado FT-IR de óxido de grafeno reducido por luz visible

Mediante el método de reducción por luz visible es un proceso diferente con respecto al microondas, se presenta una reducción donde notamos una expansión en los pliegues típicos del GO. Dicho resultado fue tomado de la parte lateral de la muestra, mostrando como el óxido de grafeno tiende a abrirse cambiando su estructura por consecuencia está será más frágil. De igual forma este resultado es evidencia de la pérdida de grupos funcionales que están presentes en el óxido de grafeno, denotando en gran manera la ineficiencia del método para lograr reducir ciertos grupos funcionales que contiene energía mucha mayor a la alcanzada con la irradiación.

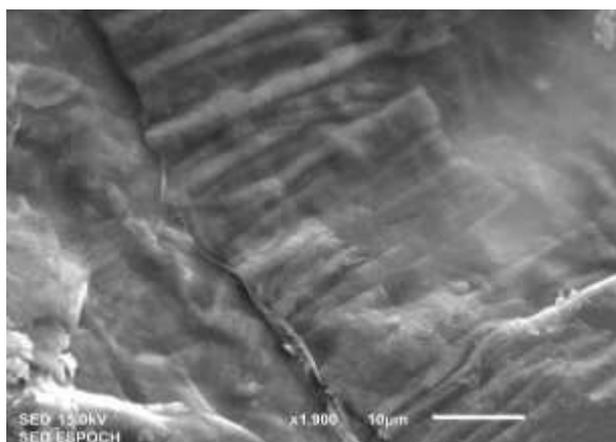


Ilustración 4-4: SEM óxido de grafeno reducido muestra V2 700 nm.

Realizado por: Espinoza D., Analuiza A., 2023.

3.5.4. EDS o Espectrometría de dispersión de energía

Para esta caracterización se utilizó las muestras de óxido de grafeno reducido que obtuvieron mejores resultados, enfocando su selección en dos parámetros: tiempo más corto en alcanzar la longitud de onda de 260 nm y reducción eficaz de grupos funcionales. Tomando las mismas muestras utilizadas para el SEM. Estas muestras son analizadas con EDS para determinar la distribución a través de porcentajes de cada elemento que contenga el material identificando así por medio de una gráfica como crece y decrece el contenido de carbono (C) y oxígeno (O) presentes en cada muestra.

3.5.4.1. Resultado EDS de óxido de grafeno

En el Gráfico 4-17, podemos observar el respectivo análisis EDS a la muestra de GO, abarcando unos resultados donde se evidencia la presencia de carbono C es de 55.43% y de oxígeno O 44.57% notando de esta manera que el método de Hummer que se utilizo pudo oxidar correctamente al grafito. En la Tabla 4-3, están representados los porcentajes de la muestra que contienen el óxido de grafeno mediante la oxidación.

Tabla 4-3: Resultado EDS óxido de grafeno.

Formula	Mass%	Atom%	Sigma	Net	K ratio	Line
C	11.34	55.43	0.09	5933	0.0523205	K
O	11.15	44.57	0.10	5966	0.0549072	K
Total	22.48	100.00				

Realizado por: Espinoza D., Analuiza A., 2023.

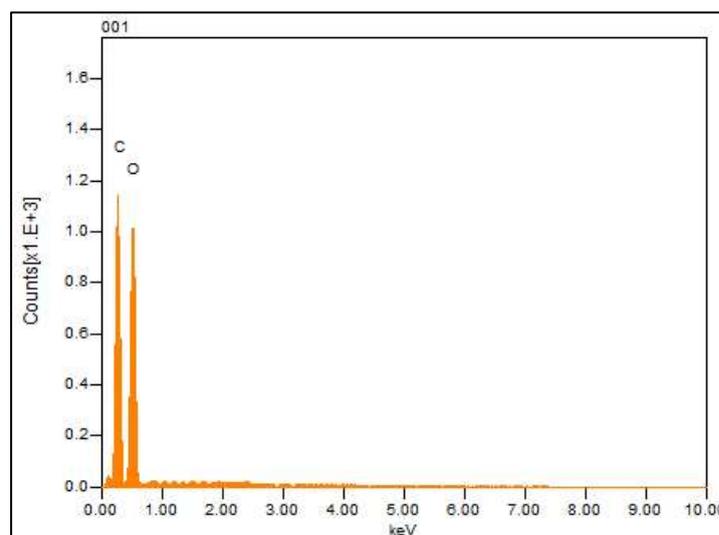


Gráfico 4-17: Resultado EDS óxido de grafeno.

Realizado por: Espinoza D., Analuiza A., 2023.

3.5.4.2. Resultado EDS de óxido de grafeno reducido por microondas 1

En el Gráfico 4-18, se presenta el estudio de EDS al rGO, de tal manera podemos establecer una comparación con el Gráfico 4-17 realizado al GO y ver si se está reduciendo los grupos funcionales presentes en la muestra como el oxígeno al ser irradiado con M1 (1200 w). En la Tabla 4-4, se presenta los valores que contienen la muestra M1.1, con un porcentaje de carbono (C) de 71.35% y oxígeno (O) con 28.65%, de acuerdo con los picos de GO, se establece que hubo una disminución comparable con el oxígeno bajando de 44.57% a 28.65% y demostrando que el método empleado por la irradiación de microondas es favorable para la reducción.

Tabla 4-4: Resultado EDS óxido de grafeno reducido muestra M1.1 1200 w.

Formula	Mass%	Atom%	Sigma	Net	K ratio	Line
C	7.10	71.35	0.21	10755	0.0330236	K
O	3.36	28.65	0.05	1542	0.0129823	K
Total	10.47	100.00				

Realizado por: Espinoza D., Analuiza A., 2023.

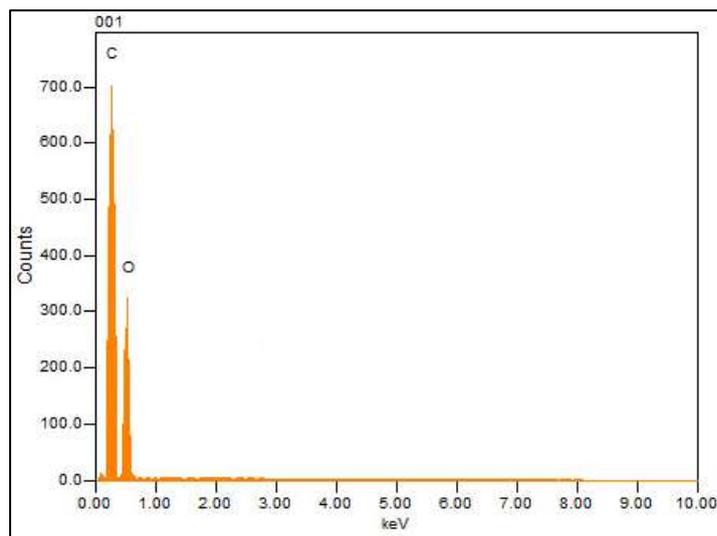


Gráfico 4-18: Resultado EDS óxido de grafeno reducido muestra M1.1 1200 w.

Realizado por: Espinoza D., Analuiza A., 2023.

3.5.4.3. Resultado EDS de óxido de grafeno reducido por microondas 2

En el, Gráfico 4-19, se presenta la muestra M2.1 que fue irradiada con el M2 (600 w) y posterior se realizó el estudio de EDS, mostrando los valores en la Tabla 4-5, que contienen carbono (C) con un porcentaje de 70,43% y de oxígeno (O) con 29,57%, de la misma forma se hace una comparación con los picos de GO, se establece que hubo una disminución eficiente

con el oxígeno debido a que baja de 44,57% a 33,18% determinando que el método empleado por la irradiación de microondas con menor potencia de 600 w resulta favorable.

Tabla 4-5: Resultado EDS óxido de grafeno reducido muestra M2.1 600 w.

Formula	Mass%	Atom%	Sigma	Net	K ratio	Line
C	24.40	70.43	0.13	24622	0.1054787	K
O	7.57	29.57	0.09	7033	0.0449762	K
Total	31.97	100.00				

Realizado por: Espinoza D., Analuiza A., 2023.

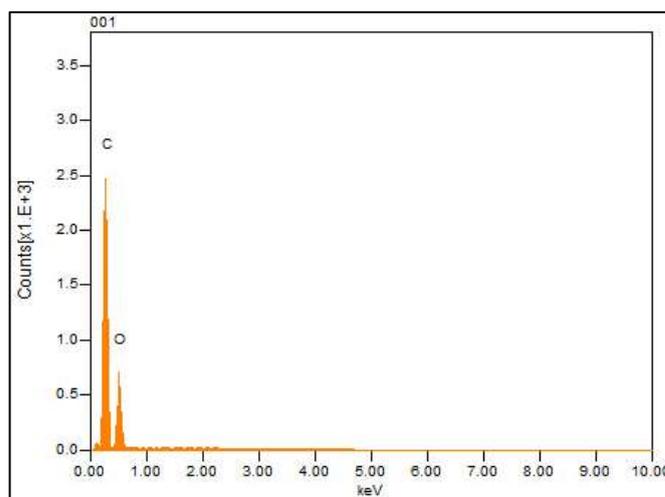


Gráfico 4-19: Resultado EDS óxido de grafeno reducido muestra M2.1 600 w.

Realizado por: Espinoza D., Analuiza A., 2023.

3.5.4.4. Resultado EDS de óxido de grafeno reducido por luz visible

En el Gráfico 4-20, para el análisis EDS, realizado a la muestra V2 irradiada mediante la luz visible de 700 nm, mostrando los valores en la Tabla 4-6, donde hay un porcentaje de carbono (C) de 66,81% y de oxígeno (O) de 33,18%, se hace una comparación con los picos de GO, estableciendo una disminución notable con el oxígeno demostrando que el método empleado por la irradiación de luz visible es parcialmente favorable para la reducción de GO.

Tabla 4-6: Resultado EDS óxido de grafeno reducido muestra V2 700 nm.

Formula	Mass%	Atom%	Sigma	Net	K ratio	Line
C	16.64	66.81	0.15	22707	0.0636017	K
O	7.64	33.18	0.07	3693	0.0448911	K
Total	24.28	100.00				

Realizado por: Espinoza D., Analuiza A., 2023.

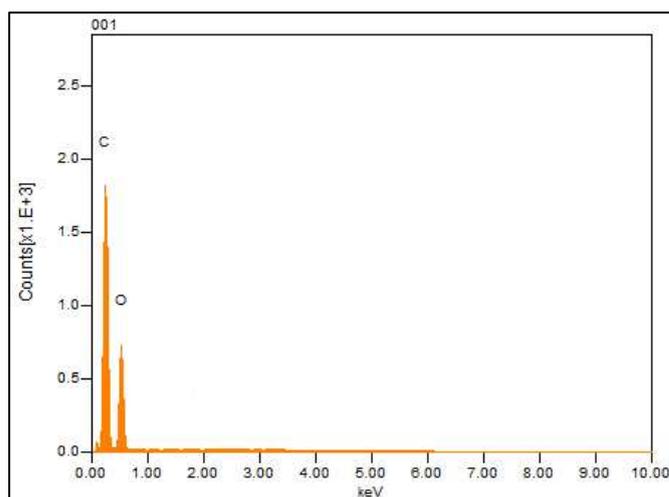


Gráfico 4-20: Resultado EDS óxido de grafeno reducido muestra V2 700 nm.

Realizado por: Espinoza D., Analuiza A., 2023.

3.5.5. Caracterización eléctrica

Para encontrar la conductividad del GO y rGO se calculó la resistencia de lámina, debido a que es una propiedad presente en películas delgadas de materiales conductores, se realizó mediante el método de Kelvin o método de cuatro puntas, con ayuda del equipo SMU de la EPN.

3.5.5.1. Resultado conductividad GO y RGO

Al realizar el análisis de los datos de GO obtenidos por el método de Kelvin, podemos comprobar como los grupos oxigenados reducen la propiedad de conductividad que posee el material volviéndolo aislante, en este caso para una concentración de 25 mg/ml depositado en 0,79 cm² en la superficie no conductora de un substrato, se midió que, al someter a la muestra hasta 43 voltios, esta presenta una corriente I máxima de $2,74 \times 10^{-6} \mu A$. Demostrando su baja conductividad Gráfico 4-21.

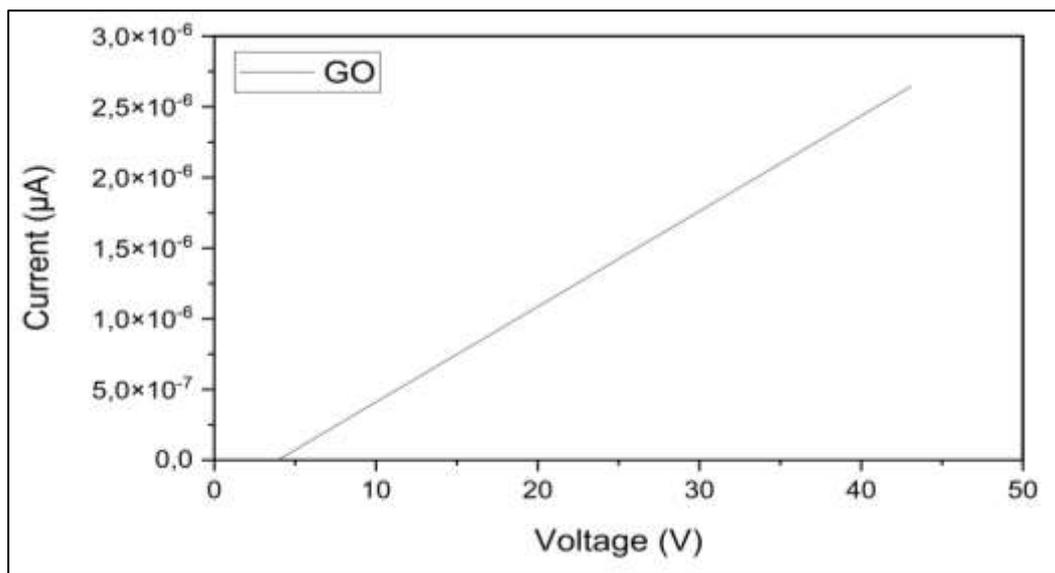


Gráfico 4-21: Conductividad GO.

Realizado por: Espinoza D., Analuiza A., 2023.

En el Gráfico 4-22, se observa la prueba de conductividad GO vs rGO para comparar la eficiencia de la reducción empleada en las muestras M1.1, M2.1 y V2.

Obtenemos Gráfico 4-22 a), para la muestra M1.1 con una concentración de 25 mg/ml depositado en 0,79 cm² en la superficie no conductora de un substrato, se midió que, al someter a la muestra hasta 43 voltios, esta presenta una corriente I máxima de $9,99 \times 10^{-5}$ µA. Para el Gráfico 4-22 b), la muestra M2.1 con las mismas características de la anterior, obtenemos una corriente I máxima de $9,14 \times 10^{-5}$ µA, confirmando que es mucho mayor en comparación con el resultado obtenido para GO. Por último, para el Gráfico 4-22 c), la muestra U1 alcanzo una corriente I máxima de $9,46 \times 10^{-5}$ µA. Y por último en el Gráfico 4-22 d), la muestra V2 alcanzo una corriente I máxima de $6,76 \times 10^{-5}$ µA. Esta disminución de corriente en la muestra V2 se debe a la reparación incompleta de la banda (C=C), analizada en la sección 3.5.2.5.

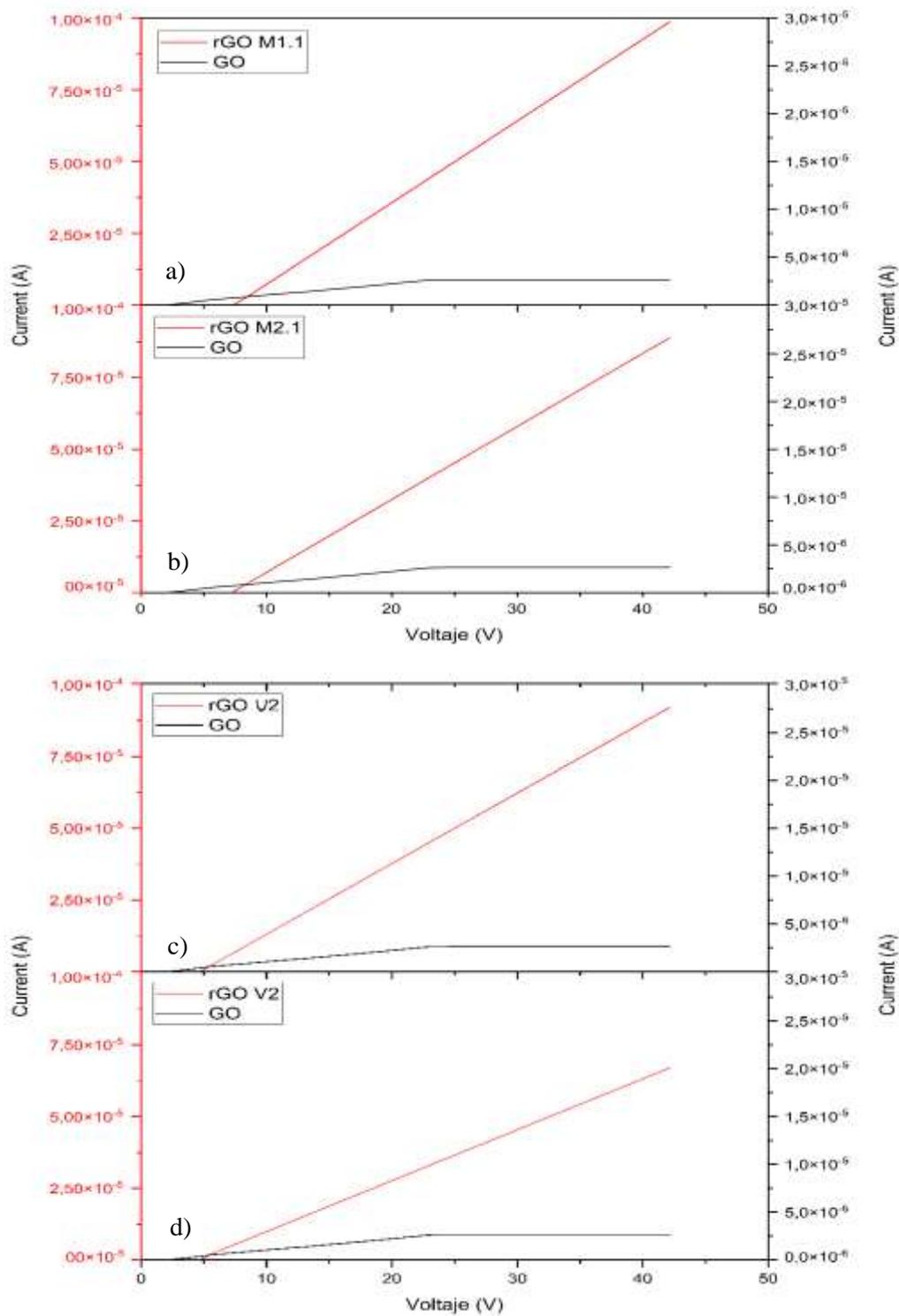


Gráfico 4-22: Conductividad GO vs muestras de rGO M1.1, M2.1, U1 y V2.

Realizado por: Espinoza D, Analuiza A, 2023.

Efectivamente la propiedad aislante en el GO se ve reducida drásticamente en las muestras de rGO, debido a la reducción de los grupos funcionales. A continuación, se muestra en la *Tabla 4-7*, las propiedades eléctricas tanto del GO como el rGO.

Tabla 4-7: Propiedades eléctricas encontradas en GO y rGO.

Etiqueta	Radio [cm]	Área [cm^2]	Concentración (mg/ml)	Voltaje Aplicado [V]	Corriente [μA]	Resistencia [Ω]
GO	0,6	0,79	25	0 – 43	$2,74 \times 10^{-6}$	$1,57 \times 10^7$
rGO M1.1	0,6	0,79	25	0 – 43	$9,99 \times 10^{-5}$	$3,44 \times 10^5$
rGO M2.1	0,6	0,79	25	0 – 43	$9,14 \times 10^{-5}$	$4,54 \times 10^5$
rGO U2	0,6	0,79	25	0 – 43	$9,46 \times 10^{-5}$	$4,08 \times 10^5$
rGO V2	0,6	0,79	25	0 – 43	$6,76 \times 10^{-5}$	$6,76 \times 10^5$

Realizado por: Espinoza D., Analuiza A., 2023.

CONCLUSIONES

- Determinamos los efectos que produce la radiación no ionizante en los grupos funcionales presentes en el óxido de grafeno, a través de la interacción de las ondas electromagnéticas que produce el microondas y actúan dentro de la muestra, evidenciando la eliminación de grupos oxigenados que permiten la reducción del material. De igual forma la luz UV-Visible que interactúa cediendo una energía suficiente para eliminar los enlaces químicos presentes y de esta manera reducir la muestra.
- Estudiamos el estado-del-arte y el soporte teórico de los tipos de grupos funcionales presentes en el óxido de grafeno, teniendo como más relevantes a los grupos: epoxi, carboxilos e hidroxiló. Se determino que, la diferencia que existe entre el GO y rGO se basa en forma general en su estructura, es decir, en la diferencia de la cantidad de grupos funcionales que están unidos al plano basal del carbono y los defectos estructurales que se encuentran ligados dentro del plano. De tal manera, concluimos que la reducción del GO se basa en lograr eliminar de forma completa o parcial los grupos oxigenados mejorando sus propiedades y su estructura.
- Elaboramos una técnica experimental para la irradiación no ionizante mediante ondas de microondas y UV-Visible para el óxido de grafeno. Las muestras de microondas para M1 y M2 fueron irradiadas una por una, con intervalos de 30 minutos por irradiación, todas partiendo de 300 ml con su respectiva concentración. Para M1 de (1200w), estas muestras se irradiaron durante 9, 24 y 30 horas respectivamente, debido al proceso de ebullición que provoca el aumento de temperatura fue necesario renovar la concentración cada 30 minutos con 200 ml de agua destilada, logrando un método controlado. Mientras que para M2 de (600w), las muestras tuvieron 18, 42 y 72 horas de irradiación respectivamente, renovando la concentración con 100 ml de agua destilada. Se determino que existen dos factores que influyen en la reducción del GO con ondas de microondas; el primero es la potencia de los microondas utilizados y el segundo es la concentración de la muestra. La potencia de los microondas es directamente proporcional al tiempo de irradiación, mientras mayor sea la potencia empleada, menor será el tiempo que se demore en reducir el GO. Ahora, hablando de la concentración se encontró que, al tener una mayor masa de GO esta será directamente proporcional a las moléculas de agua, haciendo más fácil la interacción de las ondas electromagnéticas al penetrar en la muestra de GO. En cambio, para el método de luz ultravioleta las muestras fueron irradiadas de forma directa al sumergir la lámpara dentro de la solución de GO, todas partieron de 600 ml con su respectiva concentración, además, se nota una pérdida de esta, esto por efectos de evaporación debido al incremento de

temperatura que provoca la lámpara y la temperatura ambiente del laboratorio. Para U1 y U2 de 300 nm y 350 nm, estas muestras se irradiaron durante 20 y 24 días respectivamente, renovando la concentración con 90 ml de agua destilada cada 7 días. Para V1 y V2 de 500 nm y 700 nm, estas fueron irradiadas durante 22 y 27 días respectivamente, renovando la concentración con 348 ml de agua destilada cada 5 días. Se determinó que el método más eficaz es la utilización de la luz ultravioleta, debido a mayor energía impartida a la muestra.

- Caracterizamos el material sometido a diferentes dosis de radiación absorbida usando espectroscopía UV-Visible, primero para el GO donde se obtuvo un pico de 230 nm que se debe a la transición $\pi - \pi^*$ en los enlaces C=C de absorción y un hombro en 300 nm perteneciente a la transición $n - \pi^*$ en los enlaces C=O, denotando mediante bibliografías que se está trabajando con GO. Para las muestras de M1 se obtuvo un pico de 260, 266 y 265 nm de absorbancia respectivamente, denotando que hubo una reducción empleando este método. Para M2 los picos de absorbancia de las tres muestras llegaron a 260 nm. Para U1 y U2 los picos de absorbancia alcanzaron los 260 nm, de igual manera para las muestras V1 y V2 se llegó a un estancamiento de la absorbancia máxima en 258 nm y 257 nm respectivamente, aun aumentando los días de irradiación. Ahora, gracias a la caracterización infrarroja FTIR se evidenció la presencia de los grupos funcionales en 3221 cm^{-1} perteneciente al grupo hidroxilo OH, en 1226 cm^{-1} perteneciente al grupo epoxi (C-O-C), y en 1735 cm^{-1} perteneciente al grupo de los carboxilos (C=O). En las muestras irradiadas con M1 y M2 se evidenció una reducción efectiva de los grupos hidroxilo, carboxilos y epoxi. Para las muestras U1 y U2 sucedió de manera similar, pero notamos que existe una reconstrucción incompleta en la banda aromática (C=C) cercana a los 1550 cm^{-1} , debido a que se necesita un tiempo mayor de irradiación para romper de forma eficaz todos los grupos funcionales. Por último, para las muestras V1 y V2 los grupos oxigenados se reducen de forma parcial evidenciando la falta de energía para lograr romper enlaces covalentes.
- La caracterización eléctrica del GO mostro que alcanza una conductividad de $2,74 \times 10^{-6}\ \mu\text{A}$, aplicando un voltaje de 43 V, demostrando que es un material aislante debido a la ruptura de sus enlaces sp^2 . Para la muestra de rGO M1.1 y M2.1 se obtuvo un valor de $9,99 \times 10^{-5}\ \mu\text{A}$ y $9,14 \times 10^{-5}\ \mu\text{A}$ respectivamente aplicando un voltaje de 43 V, evidenciando que a través de su reducción mejora su propiedad eléctrica. Finalmente, la muestra de rGO U1 obtuvo un valor de $9,46 \times 10^{-5}\ \mu\text{A}$ aplicando un voltaje de 43 V, y la muestra V2 obtuvo un valor de $6,22 \times 10^{-5}\ \mu\text{A}$ aplicando un voltaje de 43 V. La baja conductividad de los métodos con luz visible se debe a la reparación incompleta de la banda (C=C).

RECOMENDACIONES

- Se recomienda ampliar y profundizar esta investigación con el fin de divulgar nuevos métodos de reducción del óxido de grafeno y explorar sus posibles beneficios en diversas aplicaciones. Estos métodos alternativos buscan reducir la dependencia de sustancias tóxicas comúnmente utilizadas en la reducción del óxido de grafeno, lo que contribuiría a la preservación del medio ambiente. Al eliminar o minimizar el uso de estos medios tóxicos, se abrirían oportunidades para aplicaciones más sostenibles y amigables con el entorno.
- Se recomienda ampliar nuestra investigación en el ámbito de la irradiación mediante microondas, ya que nuestros resultados sugieren que, al exponer el óxido de grafeno a ondas electromagnéticas en entornos anhidros, es decir, sin soluciones acuosas, podríamos lograr una reducción más eficiente y considerablemente más rápida que la obtenida en este proyecto de titulación, disminuyendo el tiempo requerido a minutos e incluso segundos.
- Se recomienda tener mucho cuidado con la manipulación de los reactivos químicos, para la obtención de óxido de grafeno, y seguir las indicaciones del técnico de laboratorio.
- Se recomienda investigar mediante libros, artículos y tesis las bandas características y la estructura que posee el óxido de grafeno, para que no exista una confusión al momento de realizar las caracterizaciones.
- Se recomienda que al momento de utilizar los equipos se verifiquen si se encuentran calibrados, para que no haya un error en la recolección de los datos.

BIBLIOGRAFÍA

ABDOLHOSSEINZADEH, S., ASGHARZADEH, H. y KIM, H.S. Fast and fully-scalable synthesis of reduced graphene oxide. *Scientific Reports* [en línea], 2015, vol. 5, pp. 245:1, [consulta: 20 febrero 2023]. ISSN 2045-2322. DOI 10.1038/srep10160. Disponible en: <https://www.nature.com/articles/srep10160>.

ALAM, S.N., SHARMA, N., KUMAR, L., ALAM, S.N., SHARMA, N. y KUMAR, L. Synthesis of Graphene Oxide (GO) by Modified Hummers Method and Its Thermal Reduction to Obtain Reduced Graphene Oxide (rGO)*. *Graphene* [en línea], 2017, vol. 6, pp. 112-114, [consulta: 20 febrero 2023]. ISSN 2169-3439. DOI 10.4236/GRAPHENE.2017.61001.

BINNIG, G., QUATE, C.F. y GERBER, C. Atomic force microscope. *Physical Review Letters* [en línea], 1986, pp. 19, [consulta: 6 marzo 2023]. ISSN 00319007. DOI 10.1103/PHYSREVLETT.56.930/FIGURE/1/THUMB. Disponible en: <https://journals.aps.org/prl/abstract/10.1103/PhysRevLett.56.930>.

CAO, G. NANOSTRUCTURES AND NANOMATERIALS - Synthesis, Properties and Applications. *NANOSTRUCTURES AND NANOMATERIALS - Synthesis, Properties and Applications*, 2010, pp. 66. DOI 10.1142/9781860945960.

CASTRO NETO, A.H., GUINEA, F., PERES, N.M.R., NOVOSELOV, K.S. y GEIM, A.K. The electronic properties of graphene. *Reviews of Modern Physics* [en línea], 2009, vol. 81, pp. 233-234, [consulta: 26 febrero 2023]. ISSN 00346861. DOI 10.1103/REVMODPHYS.81.109/FIGURES/38/MEDIUM. Disponible en: <https://journals.aps.org/rmp/abstract/10.1103/RevModPhys.81.109>.

CHEN, J., YAO, B., LI, C. y SHI, G. An improved Hummers method for eco-friendly synthesis of graphene oxide. *Carbon*, 2013, vol. 64, pp. 37-39. ISSN 0008-6223. DOI 10.1016/J.CARBON.2013.07.055.

CIENTÍFICA, Y., TECNOLÓGICA, A.C., MAYELA, R. y GÓMEZ, R. Síntesis de grafeno derivado químicamente mediante la reducción química de óxido de grafeno. [en línea], 2015, pp. 69, [consulta: 22 febrero 2023]. Disponible en: <https://repositorio.ipicyt.edu.mx//handle/11627/3019>.

DREYER, D.R., PARK, S., BIELAWSKI, C.W. y RUOFF, R.S. The chemistry of graphene

oxide. *Chemical Society Reviews* [en línea], 2009, pp. 39, [consulta: 28 febrero 2023]. ISSN 1460-4744. DOI 10.1039/B917103G. Disponible en: <https://pubs.rsc.org/en/content/articlehtml/2010/cs/b917103g>.

ERICKSON, K., ERNI, R., LEE, Z., ALEM, N., GANNETT, W. y ZETTL, A. Determination of the local chemical structure of graphene oxide and reduced graphene oxide. *Advanced materials (Deerfield Beach, Fla.)* [en línea], 2010, pp. 40, [consulta: 1 marzo 2023]. ISSN 1521-4095. DOI 10.1002/ADMA.201000732.

GEIM, A.K. Graphene: Status and Prospects. *Science* [en línea], 2009, vol. 324, pp. 101-103, [consulta: 26 febrero 2023]. ISSN 00368075. DOI 10.1126/SCIENCE.1158877. Disponible en: <https://www.science.org/doi/10.1126/science.1158877>.

GONG, L., KINLOCH, I.A., YOUNG, R.J., RIAZ, I., JALIL, R. y NOVOSELOV, K.S. Interfacial Stress Transfer in a Graphene Monolayer Nanocomposite. *Advanced Materials* [en línea], 2010, vol. 22, pp. 24, [consulta: 26 febrero 2023]. DOI 10.1002/adma.200904264.

HEIMANN, R.B., EVSYUKOV, S.E. y KOGA, Y. Carbon allotropes: A suggested classification scheme based on valence orbital hybridization. *Carbon*, 1997, pp. 10-11. ISSN 00086223. DOI 10.1016/S0008-6223(97)82794-7.

HOFFMANN, R., KABANOV, A.A., GOLOV, A.A. y PROSERPIO, D.M. Homo Citans and Carbon Allotropes: For an Ethics of Citation. *Angewandte Chemie System of International Edition* [en línea], 2016, vol. 55, pp. 37, [consulta: 22 febrero 2023]. ISSN 1521-3773. DOI 10.1002/ANIE.201600655.

HUMMERS, W.S. y OFFEMAN, R.E. Preparation of Graphitic Oxide. *Journal of the American Chemical Society* [en línea], 1958, vol. 80, pp. 6, [consulta: 28 febrero 2023]. ISSN 15205126. DOI 10.1021/JA01539A017/ASSET/JA01539A017.FP.PNG_V03.

KELSALL, R.W., HAMLEY, I.W. y GEOGHEGAN, Mark. Nanoscale science and technology. [en línea], 2005, pp. 72-72 [consulta: 27 febrero 2023]. Disponible en: <https://www.wiley.com/en-us/Nanoscale+Science+and+Technology-p-9780470850862>.

KIM, P., SHI, L., MAJUMDAR, A. y MCEUEN, P.L. Thermal Transport Measurements of Individual Multiwalled Nanotubes. *Physical Review Letters* [en línea], 2001, vol. 87, pp. 21, [consulta: 26 febrero 2023]. ISSN 10797114. DOI 10.1103/PhysRevLett.87.215502.

Disponible en: <https://journals.aps.org/prl/abstract/10.1103/PhysRevLett.87.215502>.

KOVTYUKHOVA, N.I., OLLIVIER, P.J., MARTIN, B.R., MALLOUK, T.E., BUZANEVA, E. V. y GORCHINSKIY, A.D. Layer-by-Layer Assembly of Ultrathin Composite Films from Micron-Sized Graphite Oxide Sheets and Polycations. *Chemistry of Materials* [en línea], 1999, vol. 11, pp. 3, [consulta: 2 marzo 2023]. ISSN 08974756. DOI 10.1021/CM981085U. Disponible en: <https://pubs.acs.org/doi/abs/10.1021/cm981085u>.

KUILA, T., BOSE, S., KHANRA, P., MISHRA, A.K., KIM, N.H. y LEE, J.H. Recent advances in graphene-based biosensors. *Biosensors & bioelectronics* [en línea], 2011, pp. 12, [consulta: 27 febrero 2023]. ISSN 1873-4235. DOI 10.1016/J.BIOS.2011.05.039.

KUZMENKO, A.B., VAN HEUMEN, E., CARBONE, F. y VAN DER MAREL, D. Universal optical conductance of graphite. *Physical Review Letters* [en línea], 2008, pp. 11, [consulta: 26 febrero 2023]. ISSN 10797114. DOI 10.1103/PHYSREVLETT.100.117401/FIGURES/4/MEDIUM.

LI, H. y BUBECK, C. Photoreduction processes of graphene oxide and related applications. *Macromolecular Research* [en línea], 2013, pp. 13, [consulta: 8 mayo 2023]. ISSN 15985032. DOI 10.1007/S13233-013-1139-X/METRICS. Disponible en: <https://link.springer.com/article/10.1007/s13233-013-1139-x>.

LORYUENYONG, V., TOTEPVIMARN, K., EIMBURANAPRAVAT, P., BOONCHOMPOO, W. y BUASRI, A. Preparation and characterization of reduced graphene oxide sheets via water-based exfoliation and reduction methods. *Advances in Materials Science and Engineering*, 2013, pp. 145-146. ISSN 16878434. DOI 10.1155/2013/923403.

MA, L., WANG, J. y DING, F. Strain-Induced Orientation-Selective Cutting of Graphene into Graphene Nanoribbons on Oxidation. *Angewandte Chemie International Edition* [en línea], 2012, pp. 15, [consulta: 1 marzo 2023]. ISSN 1521-3773. DOI 10.1002/ANIE.201105920.

MAK, K.F., SFEIR, M.Y., WU, Y., LUI, C.H., MISEWICH, J.A. y HEINZ, T.F. Measurement of the optical conductivity of graphene. *Physical Review Letters* [en línea], 2008, pp. 19, [consulta: 26 febrero 2023]. ISSN 00319007. DOI 10.1103/PHYSREVLETT.101.196405/FIGURES/4/MEDIUM.

MOHANDOSS, M., GUPTA, S. Sen, NELLERI, A., PRADEEP, T. y MALIYEEKKAL,

S.M. Solar mediated reduction of graphene oxide. *RSC Advances* [en línea], 2017, pp. 7, [consulta: 21 febrero 2023]. ISSN 2046-2069. DOI 10.1039/C6RA24696F. Disponible en: <https://pubs.rsc.org/en/content/articlehtml/2017/ra/c6ra24696f>.

NAZARÉ, M.H., NEVES, A.J. y INSTITUTION OF ENGINEERING AND TECHNOLOGY. *Properties, Growth and Applications of Diamond* [en línea] 2000, pp. 196-197. Primera Edición. London. [consulta: 22 febrero 2023]. vol. 26 EMIS datereviews. ISBN 0863417817.

NOVOSELOV, K.S., GEIM, A.K., MOROZOV, S. v., JIANG, D., ZHANG, Y., DUBONOS, S. v., GRIGORIEVA, I. v. y FIRSOV, A.A. Electric field effect in atomically thin carbon films. *Science (New York, N.Y.)* [en línea], 2004b, pp. 56-96, [consulta: 26 febrero 2023]. ISSN 1095-9203. DOI 10.1126/SCIENCE.1102896.

NOVOSELOV, K.S., JIANG, D., SCHEDIN, F., BOOTH, T.J., KHOTKEVICH, V. v., MOROZOV, S. v. y GEIM, A.K. Two-dimensional atomic crystals. *Proceedings of the National Academy of Sciences of the United States of America* [en línea], 2005b, pp. 102, [consulta: 26 febrero 2023]. ISSN 00278424. DOI 10.1073/PNAS.0502848102/ASSET/42E09135-5FC8-49D9-9A4F-EC8415C3CDE5/ASSETS/GRAPHIC/ZPQ0290589320003.JPEG.

PACILÉ, D., MEYER, J.C., RODRÍGUEZ, A.F., PAPAGNO, M., GÓ MEZ-NAVARRO, C., SUNDARAM, R.S., BURGHARD, M., KERN, K., CARBONE, C. y KAISER, U. Electronic properties and atomic structure of graphene oxide membranes. 2011, pp. 82. DOI 10.1016/j.carbon.2010.09.063.

PANDEY, D., REIFENBERGER, R. y PINER, R. Scanning probe microscopy study of exfoliated oxidized graphene sheets. *Surface Science* [en línea] 2008, pp. 60-62, [consulta: 1 marzo 2023]. ISSN 00396028. DOI 10.1016/J.SUSC.2008.02.025.

PIERRE DELHAES. *Graphite and Precursors* [en línea]. 1st Edition. London: CRC Press. 2011, pp. 213, [consulta: 22 febrero 2023]. ISBN 9780429165399.

POP, E., MANN, D., WANG, Q., GOODSON, K. y DAI, H. Thermal conductance of an individual single-wall carbon nanotube above room temperature. *Nano Letters* [en línea] 2006, pp. 46, [consulta: 26 febrero 2023]. ISSN 15306984. DOI 10.1021/NL052145F/ASSET/IMAGES/MEDIUM/NL052145FN00001.GIF. Disponible en:

<https://pubs.acs.org/doi/abs/10.1021/nl052145f>.

RAKHEE, MISHRA, J., SHARMA, R.K. y MISRA, K. Characterization Techniques for Herbal Products. *Management of High Altitude Pathophysiology*, 2008, pp. 60-62. DOI 10.1016/B978-0-12-813999-8.00009-4.

RAMAKRISHNAN, M.C. y THANGAVELU, R.R. Synthesis and Characterization of Reduced Graphene Oxide. *Advanced Materials Research* [en línea] 2013, pp. 67-68, [consulta: 22 febrero 2023]. ISSN 1662-8985. DOI 10.4028/WWW.SCIENTIFIC.NET/AMR.678.56. Disponible en: <https://www.scientific.net/AMR.678.56>.

RAZAQ, A., BIBI, F., ZHENG, X., PAPADAKIS, R., JAFRI, S.H.M. y LI, H. Review on Graphene-, Graphene Oxide-, Reduced Graphene Oxide-Based Flexible Composites: From Fabrication to Applications. *Materials 2022, Vol. 15, Page 1012* [en línea], 2022, pp. 15, [consulta: 20 febrero 2023]. ISSN 1996-1944. DOI 10.3390/MA15031012. Disponible en: <https://www.mdpi.com/1996-1944/15/3/1012/htm>.

ROCHA, F.S., GOMES, A.J., LUNARDI, C.N., KALIAGUINE, S. y PATIENCE, G.S. Experimental methods in chemical engineering: Ultraviolet visible spectroscopy—UV-Vis. *The Canadian Journal of Chemical Engineering* [en línea], 2018, pp. 96, [consulta: 6 marzo 2023]. ISSN 1939-019X. DOI 10.1002/CJCE.23344.

SCHEDY, A., QUARTHAL, D. y OETKEN, M. Graphene – Exciting Insights into the Synthesis and Chemistry of the Miracle Material of the 21st Century and Its Implementation in Chemistry Lessons for the First Time. *World Journal of Chemical Education*, 2018, pp. 126-129, ISSN 2375-1665. DOI 10.12691/WJCE-6-1-8.

SMITH, A.T., LACHANCE, A.M., ZENG, S., LIU, B. y SUN, L. Synthesis, properties, and applications of graphene oxide/reduced graphene oxide and their nanocomposites. *Nano Materials Science*, 2019, pp. 172-174, ISSN 2589-9651. DOI 10.1016/J.NANOMS.2019.02.004.

STANKOVICH, S., DIKIN, D.A., DOMMETT, G.H.B., KOHLHAAS, K.M., ZIMNEY, E.J., STACH, E.A., PINER, R.D., NGUYEN, S.B.T. y RUOFF, R.S. Graphene-based composite materials. *Nature* [en línea], 2006, pp. 442, [consulta: 26 febrero 2023]. ISSN 1476-4687. DOI 10.1038/NATURE04969.

STAUDENMAIER, L. Verfahren zur Darstellung der Graphitsäure. *Berichte der deutschen chemischen Gesellschaft* [en línea], 1898a, pp. 31, [consulta: 27 febrero 2023]. ISSN 1099-0682. DOI 10.1002/CBER.18980310237.

SUN, J., WANG, W. y YUE, Q. Review on Microwave-Matter Interaction Fundamentals and Efficient Microwave-Associated Heating Strategies. *Materials* 2016, Vol. 9, pp. 231 [en línea], vol. 9, no. 4, [consulta: 3 mayo 2023]. ISSN 1996-1944. DOI 10.3390/MA9040231. Disponible en: <https://www.mdpi.com/1996-1944/9/4/231/htm>.

WANG, C., HAN, X., XU, P., ZHANG, X., DU, Y., HU, S., WANG, J. y WANG, X. The electromagnetic property of chemically reduced graphene oxide and its application as microwave absorbing material. *Applied Physics Letters* [en línea], 2011, pp. 98, [consulta: 3 mayo 2023]. ISSN 00036951. DOI 10.1063/1.3555436/936127.

WEI, D., LIU, Y., WANG, Y., ZHANG, H., HUANG, L. y YU, G. Synthesis of n-doped graphene by chemical vapor deposition and its electrical properties. *Nano Letters* [en línea], 2009, pp. 99, [consulta: 28 febrero 2023]. ISSN 15306984. DOI 10.1021/NL803279T/SUPPL_FILE/NL803279T_SI_001.PDF.

WILSON, N.R., PANDEY, P.A., BEANLAND, R., ROURKE, J.P., LUPO, U., ROWLANDS, G. y RÖMER, R.A. On the structure and topography of free-standing chemically modified graphene. *New Journal of Physics* [en línea], 2010, pp. 112, [consulta: 2 marzo 2023]. ISSN 1367-2630. DOI 10.1088/1367-2630/12/12/125010.

YOON, H.J., JUN, D.H., YANG, J.H., ZHOU, Z., YANG, S.S. y CHENG, M.M.C. Carbon dioxide gas sensor using a graphene sheet. *Sensors and Actuators, B: Chemical*, 2011, pp. 157, ISSN 09254005. DOI 10.1016/J.SNB.2011.03.035.

ZHOU, X., ZHENG, J., WU, H., YANG, H., ZHANG, J. y GUO, S. Reducing graphene oxide via hydroxylamine: A simple and efficient route to graphene. *Journal of Physical Chemistry C* [en línea], 2011, pp. 115, [consulta: 7 marzo 2023]. ISSN 1932-7447. DOI 10.1021/JP202575J.

ZHU, H., XU, Z., XIE, D. y FANG, Y. Graphene: Fabrication, characterizations, properties and applications. *Graphene: Fabrication, Characterizations, Properties and Applications*, 2017, pp. 135-136. DOI 10.1016/C2016-0-02040-5.



ANEXOS



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: 04 / 07 / 2023

INFORMACIÓN DEL AUTOR/A (S)
Nombres – Apellidos: Daniel Isaac Espinoza Gaona Anabel Andrea Analuiza Carrera
INFORMACIÓN INSTITUCIONAL
Facultad: Ciencias
Carrera: Física
Título a optar: Físico
f. Analista de Biblioteca responsable: Ing. Rafael Inty Salto Hidalgo



259-DBRA-UPT-2023