



ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO

FACULTAD DE CIENCIAS

CARRERA BIOFÍSICA

**“SÍNTESIS DE GRAFENO A PARTIR DE GRAFITO MEDIANTE
UN ACELERADOR DE ELECTRONES CON DOSIS DE 50 Y 100
kGy”**

Trabajo de titulación:

Tipo: Trabajo Experimental

Presentado para optar al grado académico de:

BIOFÍSICO

AUTOR: LUIS ALBERTO MARÍN TAPIA

DIRECTOR: Dr. Richard Pachacama

Riobamba – Ecuador

2020

© 2020, **Luis Alberto Marín Tapia**

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

Yo, Marín Tapia Luis Alberto, declaro que el trabajo de titulación presentado es de mi autoría y los resultados del mismo son auténticos. Los textos en el documento que provienen de otras fuentes están debidamente citados y referenciados.

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

Riobamba, 13 de febrero de 2020



Marín Tapia Luis Alberto

C.I 180443385-0

ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO

FACULTAD DE CIENCIAS

CARRERA BIOFÍSICA

El Tribunal del trabajo de titulación certifica que: El trabajo de investigación: Tipo Experimental “**SÍNTESIS DE GRAFENO A PARTIR DE GRAFITO MEDIANTE UN ACELERADOR DE ELECTRONES CON DOSIS DE 50 Y 100 KGY**”, realizado por el señor LUIS ALBERTO MARÍN TAPIA, ha sido minuciosamente revisado por los Miembros del Trabajo de Titulación, el mismo que cumple con los requisitos científicos, técnicos, legales, en tal virtud el Tribunal Autoriza su presentación.

	FIRMA	FECHA
Biof. María Fernanda Heredia Moyano PRESIDENTE DEL TRIBUNAL		13/02/2020
Dr. Richard Willians Pachacama Choc DIRECTOR DEL TRABAJO DE TITULACIÓN		13/02/2020
Biof. Dalinda Ileana Quingatuña Cali MIEMBRO DEL TRIBUNAL		13/02/2020

DEDICATORIA

El presente Trabajo de Titulación se lo dedico va dedicado a mis padres, mis hermanas y mi familia por su apoyo incondicional, por ser por ser el pilar fundamental de mi vida desde el momento en que nací, comprenderme y apoyarme en momentos difíciles, por impartirme sabiduría y valores una parte fundamental en mi vida, sobre todo guiarme por el camino correcto, creer en mí y motivarme a ser mejor cada día. A ellos les dedico por ser los autores de la persona quien soy hoy en día, permitiéndome culminar esta etapa de mi vida.

Luis

AGRADECIMIENTO

A Dios por su guía en cada etapa de mi vida, a la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo y sus docentes de la Escuela de Física y Matemática por transmitirme sus conocimientos, especialmente al Dr. Richard Pachacama por su apoyo, su motivación, su experiencia y por brindar parte de su tiempo en este trabajo de titulación, a la Escuela Politécnica Nacional por abrirme sus puertas adquirir experiencia y conocimientos puestos en práctica, al Ingeniero Edison Vera Msc. Por permitirme ingresar al laboratorio realizar esta investigación y a mi familia gracias a todos ustedes pude culminar mis estudios superiores.

Luis

TABLA DE CONTENIDOS

ÍNDICE DE TABLAS	ix
ÍNDICE DE FIGURAS	x
ÍNDICE DE GRAFICOS.....	xi
ÍNDICE DE ANEXOS	xii
RESUMEN	xiii
ABSTRACT.....	xiv
INTRODUCCIÓN	1

CAPÍTULO I

1. MARCO TEÓRICO REFERENCIAL	3
1.1. Identificación del problema	3
1.2. Justificación del problema	3
1.3. Antecedentes de la investigación	4
1.4. Objetivos	5
<i>1.4.1. Objetivo general.....</i>	<i>5</i>
<i>1.4.2. Objetivos específicos</i>	<i>5</i>
1.5. Marco teórico	5
<i>1.5.1. Grafito.....</i>	<i>5</i>
<i>1.5.2. El grafeno</i>	<i>6</i>
<i>1.5.3. Métodos de síntesis de grafeno</i>	<i>8</i>
<i>1.5.4. Métodos Bottom-up (métodos de abajo hacia arriba)</i>	<i>9</i>
<i>1.5.4.1. Deposición química de vapor (CVD).....</i>	<i>9</i>
<i>1.5.4.1. Crecimiento epitaxial</i>	<i>10</i>
<i>1.5.5. Métodos Top-down (métodos de arriba hacia abajo)</i>	<i>11</i>
<i>1.5.5.1. Exfoliación mecánica de grafito</i>	<i>11</i>
<i>1.5.5.2. Exfoliación en fase líquida de grafeno</i>	<i>12</i>
1.5.6. Disolventes	13
<i>1.5.6.1. Agua</i>	<i>13</i>
<i>1.5.6.2. Etanol.....</i>	<i>14</i>
<i>1.5.6.3. Dimetilformamida</i>	<i>14</i>
1.5.7. Radiación ionizante	14
<i>1.5.7.1. Usos actuales a las radiaciones</i>	<i>15</i>
<i>1.5.7.2. Acelerador de electrones</i>	<i>15</i>

CAPÍTULO II

2.	MARCO METODOLÓGICO	16
2.1.	Diseño de la investigación.	16
2.2.	Población de Estudio	18
2.3.	Materiales y Equipos	18
2.4.	Preparación de las muestras	23
2.4.1.	<i>Limpieza de Materiales</i>	23
2.4.2.	<i>Síntesis de Grafeno</i>	23
2.5.	Técnicas de Recolección de Datos	24
2.5.1.	<i>Determinación de absorbancias mediante espectroscopia UV-Visible</i>	24
2.5.2.	<i>Determinación de los grupos funcionales mediante espectroscopia de infrarrojo</i> ...	25
2.5.3.	<i>Microscopia electrónica de barrido.</i>	25

CAPITULO III

3.	MARCO DE RESULTADOS	27
3.1.	Dispersión de grafeno	27
3.2.	Espectroscopia UV-Visible	29
3.3.	Espectroscopia Infrarroja	35
3.4.	Microscopia electrónica de barrido (SEM)	39
3.5.	Discusión de resultados	41
	CONCLUSIONES	46
	RECOMENDACIONES	47

GLOSARIO

BIBLIOGRAFÍA

ANEXOS

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1-1:	Clasificación de los métodos más utilizados para producir grafeno.	8
Tabla 1-2:	Experimentos de Tipo Factorial	16
Tabla 2-2:	Factores y niveles de cada experimento planteado.....	16
Tabla 3-2:	Combinaciones de los factores y niveles.....	17
Tabla 4-2:	Modelo factorial de tres factores.....	18
Tabla 5-2:	Compuestos y Reactivos.	19
Tabla 6-2:	Materiales.	19
Tabla 7-2:	Equipos.	20
Tabla 1-3:	Parámetros de solubilidad de disolventes utilizados en este estudio.	27
Tabla 2-3:	Temperatura promedio producida por los diferentes resultados de las muestras. ...	28
Tabla 3-3:	Temperatura producida por la irradiación con acelerador de electrones.	29
Tabla 4-3:	Punto más relevante obtenido en el análisis por Espectroscopía UV con el agua como disolvente.	42
Tabla 5-3:	Punto más relevante obtenido en el análisis por Espectroscopía UV con el etanol como disolvente.	43
Tabla 6-3:	Punto más relevante obtenido en el análisis por Espectroscopía UV con el DMF como disolvente.	44

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1-1: Estructura atómica del grafito.....	6
Figura 2-1: Estructura bidimensional de grafeno	7
Figura 3-1: Los enlaces fuertes σ establecen la estructura de la red hexagonal de grafeno.....	8
Figura 4-1: Clasificación procesos de producción del grafeno	9
Figura 5-1: Método de obtención de grafeno por deposición química de vapor.....	10
Figura 6-1: Método de crecimiento epitaxial de grafeno.....	11
Figura 7-1: Método de exfoliación mecánica de grafito.....	12
Figura 8-1: Proceso de exfoliación en fase líquida de grafeno.....	12
Figura 9-1: Gráfica de la relación calidad-precio de los diversos procesos de producción de grafeno.....	13
Figura 1-3: Imagen de la suspensión en Agua 7 horas de licuación y con una dosis de 100 kGy apariencia observada en el SEM.....	39
Figura 2-3: Imagen de la suspensión en Etanol 7 horas de licuación y con una dosis de 100 kGy apariencia observada en el SEM.....	40
Figura 3-3: Imagen de la suspensión en DMF 7 horas de licuación y con una dosis de 100kGy apariencia observada en el SEM	41

ÍNDICE DE GRAFICOS

Gráfico 1-3:	Espectro UV-visibles de las dispersiones de grafeno en Agua con un tiempo de licuación de 2h con sus distintas velocidades.....	29
Gráfico 2-3:	Espectro UV-visibles de las dispersiones de grafeno en Agua con un tiempo de licuación de 5h con sus distintas velocidades.....	30
Gráfico 3-3:	Espectro UV-visibles de las dispersiones de grafeno en Agua con un tiempo de licuación de 7h con sus distintas velocidades.....	31
Gráfico 4-3:	Espectro UV-visibles de las dispersiones de grafeno en etanol con un tiempo de licuación de 2h con sus distintas velocidades.....	31
Gráfico 5-3:	Espectro UV-visibles de las dispersiones de grafeno en etanol con un tiempo de licuación de 5h con sus distintas velocidades.....	32
Gráfico 6-3:	Espectro UV-visibles de las dispersiones de grafeno en etanol con un tiempo de licuación de 7h con sus distintas velocidades.....	33
Gráfico 7-3:	Espectro UV-visibles de las dispersiones de grafeno en DMF con un tiempo de licuación de 2h con sus distintas velocidades.....	33
Gráfico 8-3:	Espectro UV-visibles de las dispersiones de grafeno en DMF con un tiempo de licuación de 5h con sus distintas velocidades.....	34
Gráfico 9-3:	Espectro UV-visibles de las dispersiones de grafeno en DMF con un tiempo de licuación de 7h con sus distintas velocidades.....	35
Gráfico 10-3:	Comparación del Espectro Infrarrojo Grafeno-Agua, grafito y solvente (agua) con sus diferentes grupos funcionales (7h, 100%,50kGy).....	36
Gráfico 11-3:	Comparación del Espectro Infrarrojo Grafeno-Agua, grafito y solvente (agua) con sus diferentes grupos funcionales (7h, 100%,100kGy).....	36
Gráfico 12-3:	Comparación del Espectro Infrarrojo Grafeno-Etanol, grafito y solvente (agua) con sus diferentes grupos funcionales (7h, 100%,50kGy).....	37
Gráfico 13-3:	Comparación del Espectro Infrarrojo Grafeno-Etanol, grafito y solvente (agua) con sus diferentes grupos funcionales (7h, 100%,100kGy).....	37
Gráfico 14-3:	Comparación del Espectro Infrarrojo Grafeno-DMF, grafito y solvente (agua) con sus diferentes grupos funcionales (7h, 100%,50kGy).....	38
Gráfico 15-3:	Comparación del Espectro Infrarrojo Grafeno-DMF, grafito y solvente (agua) con sus diferentes grupos funcionales (7h, 100%,100kGy).....	38

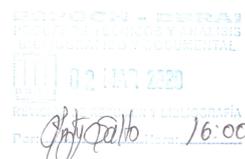
ÍNDICE DE ANEXOS

- ANEXO A.** PREPARACIÓN DE MUESTRAS.
- ANEXO B.** PREPARACIÓN PREVIA PARA LA LICUACIÓN DE GRAFITO JUNTO CON EL DISOLVENTE DENTRO DE UNA CÁMARA EXTRACTORA DE GASES.
- ANEXO C.** SUSPENSIONES DE LAS MUESTRAS PREVIAS AL PROCESO DE IRRADIACIÓN
- ANEXO D.** IRRADIACIÓN DE LAS MUESTRAS.
- ANEXO E.** CENTRIFUGACIÓN DE LAS SUSPENSIONES
- ANEXO F:** MEDICIÓN DE LA ABSORBANCIA PARA DETERMINAR EL PICO CARACTERÍSTICO DEL GRAFENO.
- ANEXO G:** DETERMINACIÓN DE GRUPOS FUNCIONALES MEDIANTE ESPECTROFOTOMETRÍA INFRARROJA.
- ANEXO H:** IMÁGENES TOMADAS MEDIANTE MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO
- ANEXO I.** MUESTRAS OBTENIDAS DESPUÉS DE EJECUTAR EL DISEÑO EXPERIMENTAL.
- ANEXO J:** MATERIALES Y EQUIPOS UTILIZADOS DURANTE EL PROCESO DE SÍNTESIS DE GRAFENO.
- ANEXO K:** CERTIFICADO DE CALIBRACIÓN POR CALORIMETRÍA NETZSCH DSC 204 F1 PHOERIX

RESUMEN

El presente trabajo de investigación tuvo por objetivo efectuar un método de síntesis de grafeno en fase líquida utilizando un acelerador de electrones el cual permitió romper las fuerzas de Van der Waals presentes en el grafito, se tomaron en cuenta diferentes variables y su influencia sobre la muestra como son los disolventes presentes en la muestra (agua, etanol y Dimetil-formamida) con diferentes punto de ebullición, distinto coeficiente dispersivo, el tiempo, velocidad de licuación de las suspensiones y la cantidad de energía emitida (dosis absorbida) por un acelerador de electrones, manteniendo un volumen constante de 10 ml. Mediante técnicas de espectroscopia ultravioleta (UV), Infrarroja (IR) y por microscopia electrónica de barrido (SEM) se determinó si efectivamente se sintetizó grafeno, para el diseño experimental se consideró una relación soluto-disolvente, las cuales fueron sometidas a tres tiempos de licuación (2, 5 y 7 horas) y tres diferentes velocidades de licuación (50 %, 75% y 100%), posteriormente las muestras fueron sometidas a distintas dosis de radiación (50 y 100 kGy), respectivamente, consecuentemente se centrifugaron durante 10 minutos a una velocidad angular de 1000rpm. Para verificar los resultados obtenidos se analizaron mediante espectroscopia UV se comprobó el pico característico en torno a los 264 y 267nm que corresponden a la transición $\pi-\pi^*$ características del grafeno. El espectro infrarrojo de las muestras en etanol y dimetil-formamida (DMF) reveló la presencia de grupos aminos, carbonilos, hidroxilos y cíclicos de compuestos orgánicos mientras que las muestras en agua solo expusieron la presencia de grupos aminos, carbonilos e hidroxilos. La determinación de la morfología se determinó mediante SEM, en la cual se puede observar láminas transparentes, con bordes irregulares y superficies lisas, con los datos obtenidos se planteó una alternativa para su fabricación de forma eficiente, rápida y sencilla permitiendo producir grafeno a escala industrial y a menor costo.

Palabras clave: <ACELERADOR DE ELECTRONES>, <FUERZAS DE VAN DER WAALSS>, <GRAFITO>, <GRAFENO>, <ESPECTROSCOPIA ULTRAVIOLETA (UV)>, <ESPECTROSCOPIA INFRARROJA (IR)>, <MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO (SEM)>, <DISOLVENTES ORGÁNICOS>, <BIOFÍSICA>.



ABSTRACT

The aim of this research is to carry out a method of liquid phase synthesis of graphene using an electron accelerator, which allows breaking the Vander Waals forces present in the graphite. Different variables and their influence on the sample were taken into account, such as the solvents present in the sample (water, ethanol and Dimethyl-formamide) with different boiling points, different dispersive coefficient, the time, liquefaction speed of suspensions and the amount of energy emitted (absorbed dose) by an electron accelerator, keeping a constant volumen of 10ml. By means of ultraviolet, infrared (IR) and scanning electronic microscopy (SEM) spectroscopy techniques, it was determined whether graphene was indeed synthesized. For the experimental design a solute-solvent relationship was designed, which were subjected to three liquefaction times (2, 5, and 7 hours) and three different liquefaction speeds (50%, 75%, and 100%). Subsequently, the samples were subjected to fifferent radiation doses (50 and 100 kGy (kilo Grays) respectively, and were consequently centrifuged for 10 minutes at an angular speed of 1000rpm (revolutions per minute). To verify the results obtained, the characteristic peak around 264 and 267nm (nanometers) corresponding to the transition π - π^* characteristics of graphene was analyzed by means of UV (ultraviolet) spectroscopy. The infrared aspect of the samples in ethanol and dimethyl-formamide (DMF) revealed the presence of amine, carboline, hydroxyl and cyclic groups of organic compounds, while the samples in water only exposed of amine, carbonyl and hidroxy groups. Morphology was determined by means of SEM, in which transparent laminates with irregular edges and smooth surfaces can be observed. With the data obtained, an alternative is proposed for their efficient, fast and simple manufacture, allowing the production of graphene on an industrial scale and at a lower cost.

Keywords: <ELECTRON ACCELERATOR>, <VAN DER WAALSS FORCES>, <GRAPHITE>, <GRAPHENE>, <ULTRAVIOLET SPECTROSCOPY (UV)>, <INFRARED SPECTROSCOPY (IR)>, < SCANNING ELECTRONIC MICROSCOPY <SEM> ORGANIC SOLVENTS>, <BIOPHYSICS>.



INTRODUCCIÓN

En 2004, Andre Geim y Konstantin Novoselov aislaron por primera vez una capa de grafeno mediante exfoliación mecánica (método “Scotch type”) utilizando grafito como materia prima, este experimento les permitió obtener el Premio Nobel de Física en 2010 (Novoselov K., et al., 2004, p. 666-669). El grafeno posee una composición bidimensional de carbono no material una sola capa de átomos de carbono unidos sp^2 de forma hexagonal, el mismo ha sido estudiado e investigado intensamente durante las últimas dos décadas, lo que demuestra que existe una demanda para su síntesis, debido a que es un material con propiedades electrónicas, mecánicas, ópticas y termodinámicas únicas que no se han encontrado antes en otro material (Athar, 2015) (Aizawa T., et al., 2008, p. 768-771), siendo un nuevo paradigma de la física relativista de materia condensada y ciencia de materiales. Puede ser difícil para la producción a gran escala sintetizar grafeno sin defectos por sus distintos métodos si se consideran factores de tiempo-costo (Torres L., et al., 2014, p. 20-23).

El presente proyecto de investigación se llevó a cabo en el Laboratorio de Técnicas Nucleares de la Facultad de Ciencias de la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo. Este trabajo escrito consta de 3 capítulos que se describen a continuación:

Inicialmente se detalla de manera breve la problemática de la investigación la identificación del problema, la justificación del mismo, los antecedentes de la investigación. Además, se exponen los objetivos de la investigación los cuales son los términos que se utilizaran en la investigación para su desarrollo.

En el capítulo I se explica brevemente el fundamento de la investigación, se centra la introducción al grafeno, grafito, sus métodos de obtención, sus aplicaciones, y nos explica de manera teórica la ruptura de sus enlaces de Van der Waals usando radiación ionizante hacia el grafito para lograr sintetizar grafeno.

En el capítulo II el tema central del proyecto: síntesis de grafeno de pocas capas usando radiación ionizante. Primero, se describen sus hipótesis a comprobar, las variables relacionadas con la investigación, así como su base científica; y segundo, se muestra en detalle el procedimiento experimental y los parámetros óptimos para la síntesis de grafeno.

En el capítulo III se exponen los resultados correspondientes a las diferentes técnicas de caracterización estructural y se denotan los análisis realizados las suspensiones obtenidas para la afirmación o no de la hipótesis explicada a través de los resultados, con las distintas variables consideradas. Las técnicas de análisis de los resultados obtenidos en esta investigación utilizadas son Microscopía Electrónica de Barrido, Espectroscopia Infrarroja, Espectroscopia UV. Finalmente, se presentan las conclusiones y recomendaciones del proyecto

CAPÍTULO I

1. MARCO TEÓRICO REFERENCIAL

1.1. Identificación del problema

El grafeno, un material bidimensional basado en carbono, muestra propiedades físicas y químicas únicas, las cuales se pueden controlar dependiendo del método de síntesis empleado, y pueden ser explotadas en varias aplicaciones que van desde revestimientos inteligentes hasta nuevos dispositivos fabricados a escala de nanómetros. (Lee C., et al., 2008 , p. 85-88)

En este contexto, varios métodos de síntesis han sido propuesto, sobre todo en los últimos años, estos métodos en particular presentan diferencias tanto en concentración, como en tamaño y número de capas, ninguno de estos métodos es ideal debido a que generalmente, proporcionan láminas de alta calidad pero no se puede producir a gran escala con un precio razonable, actualmente existen diversas industrias encargadas en la producción de grafeno, la técnica más usada es la exfoliación química de grafito usando ácidos y oxidantes los cuales empleados a escala industrial generarían una alta contaminación toxicidad (Vijayaraghavan A., et al., 2013, p. 82) (Novoselov K., et al., 2018, p. 197-200).

A la fecha, en Ecuador no se ha propuesto la producción de dispersiones de grafeno usando radiaciones ionizantes, ya sea por desconocimiento o por falta de personal capacitado en el área. Esta técnica podría revolucionar los métodos y técnica de obtención de grafeno desde un nivel fundamental hasta la innovación tecnológica.

En el presente trabajo de titulación se explorará la síntesis de grafeno mediante un acelerador de electrones con dosis de 50 y 100 kGy. La calidad del material obtenido será determinada mediante espectroscopía UV visible, infrarrojo y microscopía electrónica de barrido.

1.2. Justificación del problema

Esta investigación se realiza para cumplir con los requisitos para la obtención del título de Biofísico, se cuenta con los conocimientos suficientes sobre radiaciones ionizantes y sus aplicaciones, los cuales fueron adquiridos durante la carrera y complementados en las prácticas pre-profesionales realizando irradiaciones de alimentos, productos médicos y polímeros. Para

cumplir satisfactoriamente con esta investigación, se cuenta con un convenio entre la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo y la Escuela Politécnica Nacional, la cual contempla la utilización del Acelerador de electrones y profesionales capacitados para el manejo adecuado de los equipos.

Esta investigación, permitirá también estudiar procesos fundamentales que ocurren durante la interacción de partículas cargadas con superficies del material y aspectos relacionados con la caracterización topográfica, estructural y electrónica de dichas superficies, por principios emisión de electrones e intercambio de carga en colisiones ion-superficie, debido a que la técnica de irradiación es ambientalmente amigable, fácilmente controlado y menos destructivo que los otros métodos existentes.

1.3. Antecedentes de la investigación

El grafeno fue aislado del grafito en 2004 desde entonces varios métodos para su obtención han sido reportados, tales como: la exfoliación micromecánica, la descomposición térmica de SiC en superficies metálicas, la óxido-reducción de grafito y la exfoliación de grafito en fase líquida (Fan, X., et al., 2011, p. 9-11). Sin embargo, no se ha reportado un método estándar para obtener grafeno en altas concentraciones y de una buena calidad. Cada variable se obtiene por separado. (Gong X., et al., 2016, p. 18-19) (Tung V., et al., 2009, p. 25).

Recientemente, en Europa se ha constituido la Sociedad Europea del Grafeno (SEGRA), misma que analiza cada método de obtención de grafeno y los efectos en sus propiedades, reportados por empresas como Equipment Corporation, Oxford Instruments, Graphene Nanochem PLC, Applied Graphene Materials PLC, YECLA (SEGRA, 2020).

En Latinoamérica, investigadores mexicanos han realizado pruebas de elasticidad y resistencia del grafeno obtenido por procesos de exfoliación química o mecánica, concluyendo que el grafeno puede estirarse hasta un 10% sin deformación estructural. Estos estudios se han corroborado a nivel teórico-computacional usando la mecánica cuántica (Fert , 2008) (Subrahmanyam, R., et al., 2011, p. 16) (Argüello, C., et al., 2012, p. 16).

Investigadores argentinos, basados en medidas continuas con un microscopio de fuerza atómica (AFM), dedujeron que este material podría sustituir al silicio en las computadoras, televisores, celulares y tecnologías espaciales, debido a su alta conductividad eléctrica y alta disipación de calor (Bautista, F., et al., 2013, p. 22-25).

En el país y en el mundo es la primera vez que se irradiara con un acelerador de electrones muestras de grafito para romper las fuerzas de Van der Waals presentes en el material y sintetizar grafeno.

1.4. Objetivos

1.4.1. Objetivo general

Sintetizar grafeno a partir de grafito mediante un acelerador de electrones con dosis de 50 y 100 kGy.

1.4.2. Objetivos específicos

- Irradiar suspensiones de grafito considerando tres diferentes disolventes: agua, etanol y DMF.
- Determinar cualitativamente la concentración de grafeno obtenida mediante espectroscopia UV visible.
- Determinar cualitativamente el grado de funcionalización de grafeno obtenido mediante espectroscopia infrarroja.
- Determinar cualitativamente la morfología de grafeno obtenido mediante microscopia electrónica de barrido

1.5. Marco teórico

1.5.1. Grafito

Forma polimórfica en las que se presenta el carbono en la naturaleza, siendo el polimorfo más estable de esta estructura, nombrado por Abraham Gottlob Werner en el año 1789 proveniente del griego “*graphein*” que significa escribir poseen una hibridación sp^2 , con un ángulo de 120° , teniendo una forma hexagonal similar a la del grafeno, el grafito está constituido por láminas de grafeno superpuestas con una distancia entre planos basales de 0,335nm unidos mediante

fuerzas de Van der Waals (Tomás, B., et al., 2015) (Novoselov, K.S, et.al., 2010, p. 11-19). Como se muestra en la figura 1-1.

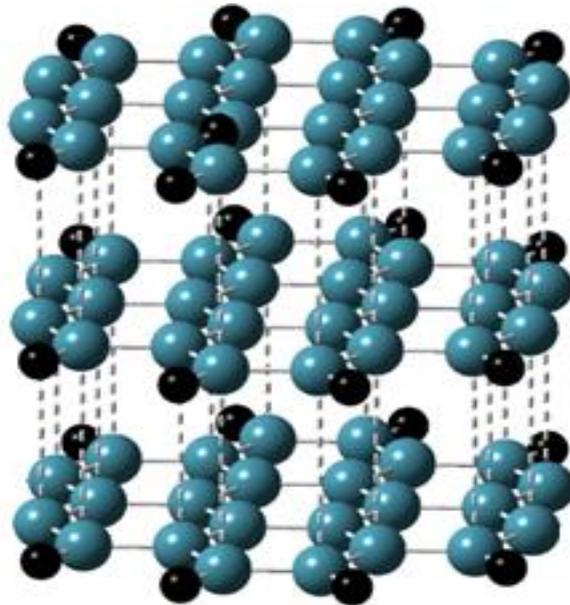


Figura 1-1: Estructura atómica del grafito.

Realizado por: Luis Marín, 2019.

Las propiedades eléctricas varían considerablemente dependiendo la dirección en la que se encuentra, siendo un buen conductor eléctrico en la dirección paralela a los planos y un aislante en la perpendicular (Neto, A, et.al., 2009, p. 109). La capacidad que tiene para deslizarse sus capas sobre otras permite su uso como materia prima en la producción de grafeno debido a que un milímetro de grafito contiene tres millones de capas de grafeno (Balandin, A., et.al., 2011, p. 569-581). Existen tres ejemplares de grafito; cristalino en escamas, cristalino de vela y amorfo. Los cuales presentan diferentes propiedades físicas y químicas que varían constantemente en su entorno de aire o humedad (Niyogi, S., et.al., 2006, p. 7720-7721).

1.5.2. El grafeno

Isótopo termodinámicamente estable de carbono puro de conformación nanométrico bidimensional con hibridación sp^2 individuales láminas de carbono, estable en condiciones ambientales ordenado en forma hexagonal plana en forma de un panal de abeja de red cristalina, es considerado el material más resistente, a temperatura ambiente es un gran conductor de calor y de electricidad mejor que otro material (Westervelt, R., et.al., 2008, p. 205-207) (Novoselov K., et al., 2018, p. 197-200).

Descubierto en el año 2004 por los científicos A. Geim y K. Novoselov consiguieron aislar láminas individuales de grafeno puro (Graphene Pure, GP) utilizando una técnica de exfoliación mecánica conocida como “Scotch tape” síntesis y aislamiento de láminas de grafeno extremadamente cristalinas esto se pudo identificar cristales utilizando un microscopio óptico (Lee C., et al., 2008, p. 85-88), como se muestra en la figura 2-1.

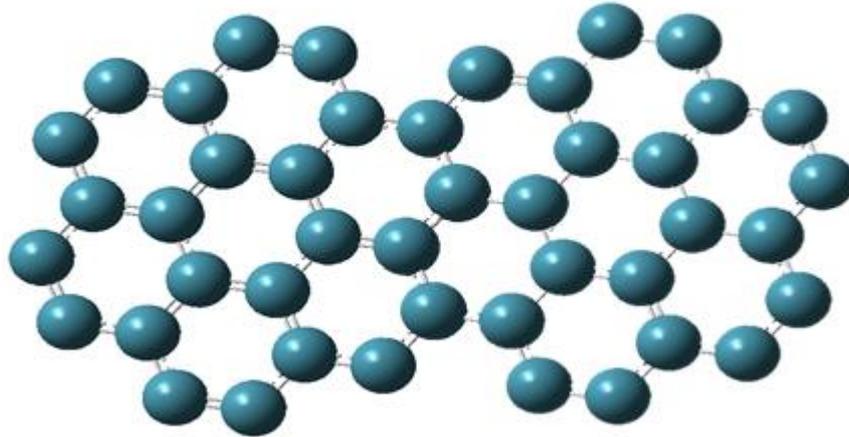


Figura 2-1: Estructura bidimensional de grafeno.

Realizado por: Luis Marín, 2019.

Como resultado de esto, Novoselov y Geim fueron galardonados con el Premio Nobel de Física en 2010 como “*experimentos innovadores con respecto al hallazgo del grafeno un material bidimensional*” (Novoselov K., et al., 2018, p. 197-200).

Al ser un material tan fino pueden disipar el calor y soportar intensas corrientes eléctricas sin calentarse. Es usualmente apreciarse solamente dos de sus dimensiones considerándose bidimensional, es el único material que es capaz de mantenerse firme hasta con el grosor de un átomo (Westervelt, R., et.al., 2008, p. 205-207). Además, está dotado de una gran conductividad térmica y eléctrica, factores que permiten transparencia, evita la humedad o las filtraciones y es tan denso que el gas helio no puede atravesarlo. Su alta movilidad de los electrones lo hace adecuado para nano-dispositivos del futuro (Lemme, M., et.al., 2007, p. 109).

El grafeno posee enlace covalente en el que tres de los cuatro electrones de valencia en los orbitales $2s$, $2p_x$ y $2p_y$ formando enlaces interatómicos direccionales fuertes (enlaces σ) o llamados enlaces covalentes simples a los átomos vecinos en la capa de grafeno. Los electrones en los enlaces σ están fuertemente vinculados por enlaces Carbono-Carbono. El cuarto electrón de valencia un orbital p_z sin hibridar y perpendicular a los otros tres es responsable de los enlaces débiles (enlaces π) como se muestra la figura 3-1 entre vecino, permitiendo que los

átomos en la capa de grafeno tengan enlaces Van der Waals entre las capas de grafeno, por lo que estos electrones se pueden excitar fácilmente (Soldano, C., et.al., 2010, p. 263-264).

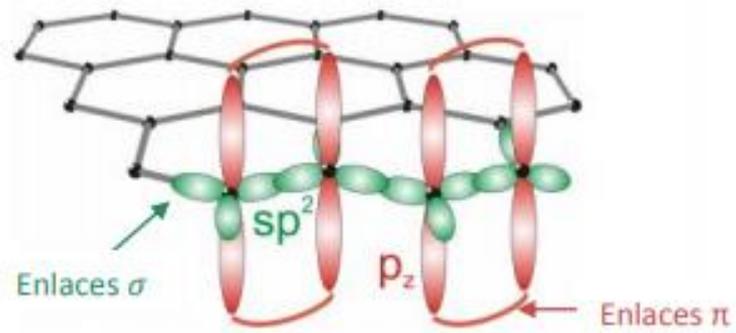


Figura 1-1: Los enlaces fuertes σ establecen la estructura de la red hexagonal de grafeno.

Fuente: (Abergel, D., et.al., 2010, p. 264).

1.5.3. Métodos de síntesis de grafeno

En la Actualidad se han desarrollado varios métodos para producir grafeno, cada uno es diferente y se adquiere el material con distintas calidades, tamaños y número de capas apiladas, y propiedades (Lemme, M., et.al., 2007 p. 282-284), sin embargo, existen dos aspectos importantes como es: la calidad y cantidad entre los métodos para generar en base a técnicas adecuadas para la síntesis de grafeno, se pueden clasificar estos métodos (Tour, J., 2014, p. 163), como indica la tabla 1-2 en dos tipos: Top-down y Bottom-up como se puede apreciar en la figura 4-1.

Tabla 1-1: Clasificación de los métodos producir grafeno.

Top-down	Bottom-up
Exfoliación mecánica	CVD
Exfoliación química de grafito	Crecimiento epitaxial

Realizado por: Luis Marín, 2019.

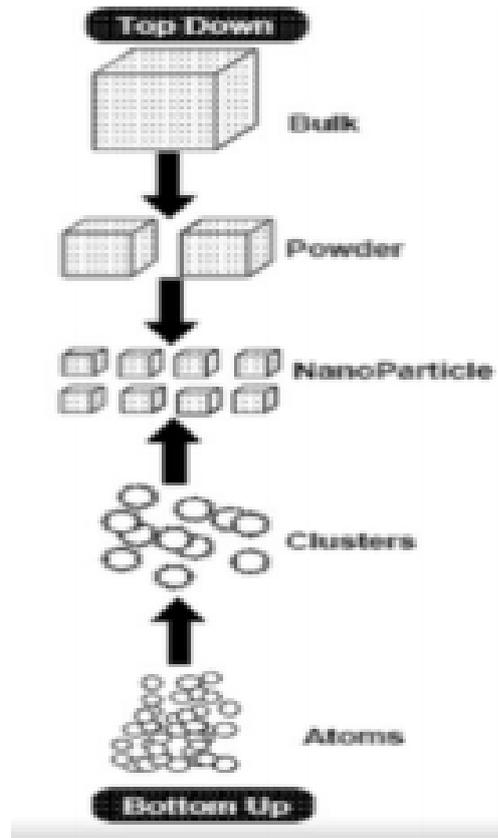


Figura 2-1: Clasificación procesos de producción del grafeno.

Fuente: (Tour, J., 2014, p. 163).

1.5.4. Métodos Bottom-up (métodos de abajo hacia arriba)

Los métodos (BU) radican en la obtención de grafeno a partir el ensamble de átomos individuales de nanoestructuras de mayor tamaño, sobre la superficie de diferentes sustratos produciendo láminas de grafeno de grandes dimensiones, de elevada pureza y calidad cristalina (Cai, J., et.al., 2010, p. 470-471).

1.5.4.1. Deposición química de vapor (CVD).

El método CVD es el más efectivo para la producción en masa permitiendo obtener grafeno y grafeno metálico y se puede utilizar para fabricar grandes áreas de grafeno mientras que limita el número de defectos, para este método se necesita un precursor de hidrocarburos (generalmente metano (CH₄)) partiendo de una fase gaseosa, en este vapor se encuentran presentes los átomos del material, en una cámara cerrada, que reacciona con un sustrato metálico que sirve como catalizador cobre (Cu) o níquel (Ni) a altas temperaturas (> 1000 °C) hasta el punto de fusión se difunden y adsorben sobre el metal catalizador. El grafeno se ubica

en la superficie del catalizador. La deposición química de vapor es uno de los métodos más utilizados en la industria ya que presenta algunas ventajas respecto a los otros métodos: permite obtener láminas de grafeno de varios centímetros a la vez que posee una excelente calidad a un bajo precio en masa de producción (Liu, W., et.al., 2009, p. 4122) (Yuan, W., et.al., 2009, p. 361-364). Este método se puede apreciar como se muestra en la figura 5-1.

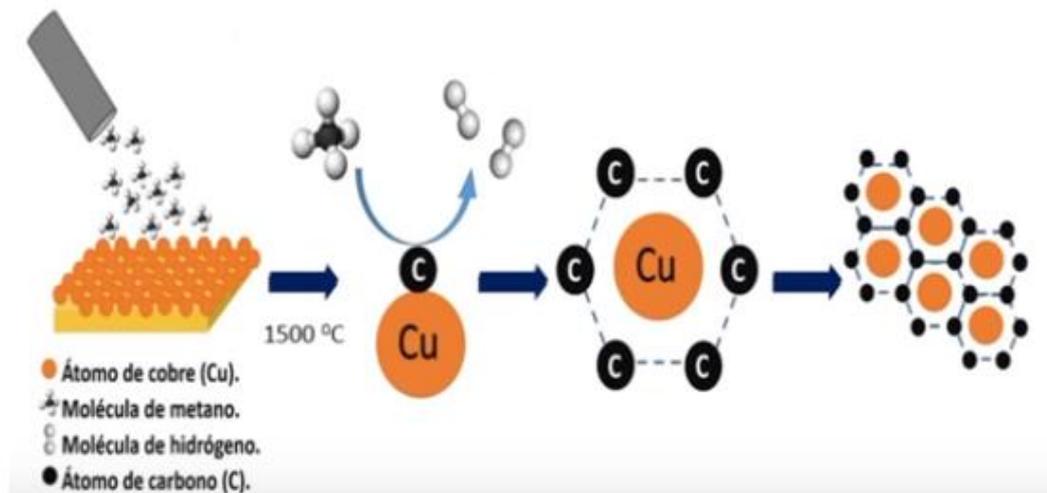


Figura 2-1: Método de obtención de grafeno por deposición química de vapor.

Fuente: (Zhang, Y., et.al., 2014, p. 81).

1.5.4.1. Crecimiento epitaxial

El Crecimiento epitaxial de grafeno es un método basado en la sublimación de una superficie de Carburo de silicio (SiC) monocristalino, se produce por descomposición térmica simulando condiciones de ultra alto vacío y atmosferas de Ar y N₂, logrando el crecimiento ordenado de capas del material de pureza elevada, abundante superficie, propiedades uniformes y casi libre de defectos, cuando un substrato de SiC es sometido a altas temperaturas (aproximadamente 1500°C), dificultándose producción a gran escala ,los átomos de silicio que se encuentran en la última capa se subliman, produciendo la estructura hexagonal del grafeno (Camara, N., et.al., 2008, p. 102) (Sutter, P., et.al., 2008, p. 406-408), como se muestra en la figura 6-1 El método de crecimiento epitaxial de grafeno sobre un substrato de SiC que se produce por descomposición térmica

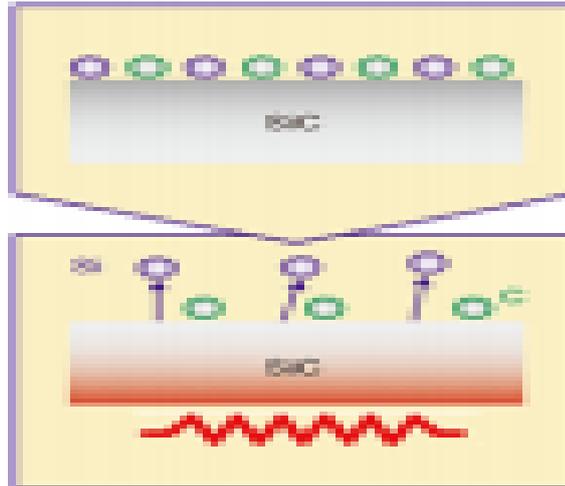


Figura 3-1: Método de crecimiento epitaxial de grafeno

Fuente: (Grandthyll, S., 2012, p. 314)

1.5.5. Métodos Top-down (métodos de arriba hacia abajo)

Los métodos (TD) consisten en la producción de grafeno a partir de materiales que poseen el grafeno como bloque elemental de construcción, como lo es el grafito mediante procesos que sean mecánicos, químicos u otros, obteniendo grafeno en grandes cantidades pero con costos muy elevados. (Eswaraiah, S., Ramaprabhu, S., 2011, p. 68-69).

1.5.5.1. Exfoliación mecánica de grafito

Este método consiste en exfoliar a partir de grafito una capa simple de grafeno usando “scotch tape”, debido a que la fuerza de los enlaces inter-laminares (interacción de Van der Waals), de las capas de grafeno son débiles, sin modificar la estructura de las grafeno, obteniendo este material con alta calidad y casi sin defectos, sin embargo su producción no es eficiente al no poder ser implementado a escala industrial y solo se usa para fines de investigación (Zhu, J., 2008, p. 528), como se puede notar en la figura 7-1.

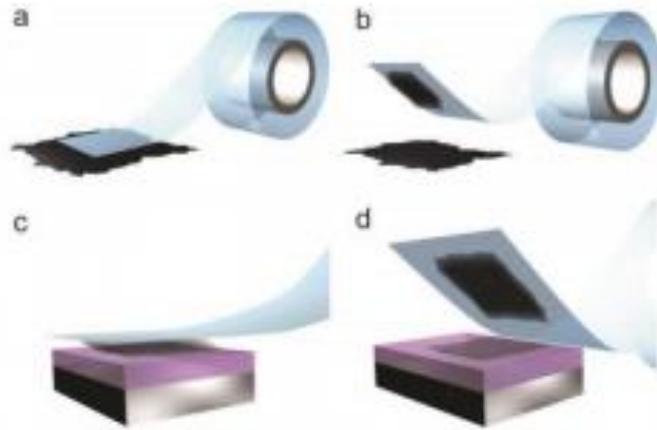


Figura 4-1: Método de exfoliación mecánica de grafito.

Fuente: (Lin, T., et.al., 2013, p. 12).

1.5.5.2. Exfoliación en fase líquida de grafito

A partir de muestras de grafito este método consiste en la obtención de grafeno, usando una solución de grafito en un agente químico con carácter tenso-activo comúnmente se usa N-metil-2-pirrolidona (NPM) o ácidos concentrados compuestos tóxicos para órganos reproductivos, para influir en diferentes capas de grafeno que compone la muestra de grafito, después pasa a un proceso de sonicación, para romper las fuerzas de Van der Waals (Ciesielski, A., Samorì, P., 2014, p. 381-385), como se ve en la figura 8-1, la ventaja de este método es que se puede producir a gran escala pero con poca calidad además de ser un método muy contaminante.

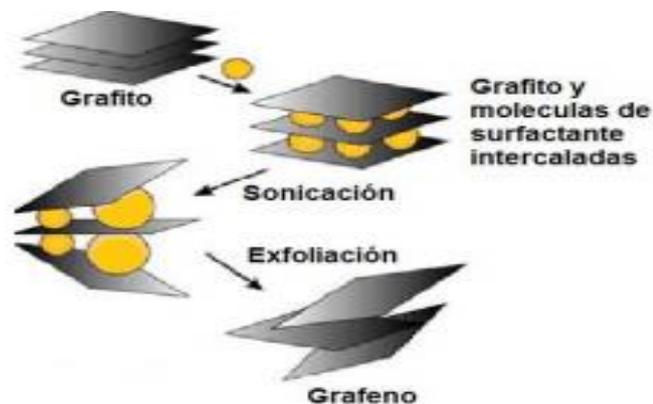


Figura 5-1: Proceso de exfoliación en fase líquida de grafito.

Fuente: (Ciesielski, A., Samorì, P., 2016, p. 60).

Estos métodos son los más comunes usados en la producción de grafeno, en algunos se usan a nivel industrial del mismo, en la figura 9-1 se muestra la relación calidad precio con los métodos más conocidos.

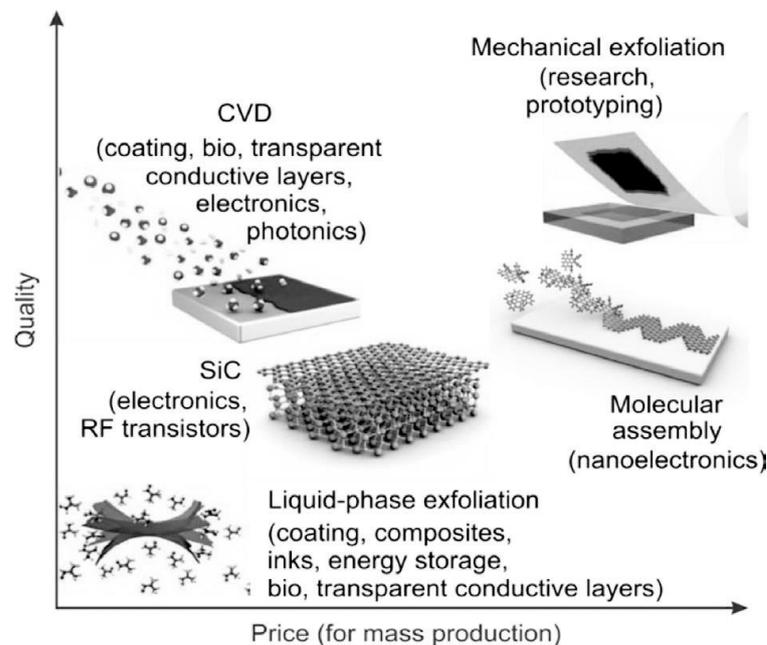


Figura 6-1: Gráfica de la relación calidad-precio de los diversos procesos de producción de grafeno.

Fuente: (Zhou, M., et.al., 2014, p. 8).

1.5.6. Disolventes

Es la sustancia que forma parte en gran cantidad de una solución. Proviendo del latín disolventes, se refiere a aquello que disuelve: es decir, que logra desintegrar, deshacer o separar algo. Compuesta por la combinación y tratamiento de un soluto (en menor cantidad, en polvo con mayor concentración) y un solvente (liquido con propiedades propicias para que ese soluto se homogenice o se mezcle correctamente), estos son compuestos químicos utilizados para extraer, dispersar o suspender otros materiales logrando una mezcla homogénea a nivel molecular o iónico (Garrido, N., et.al., 2011, p. 91-96) (Sipos, L., Priyadarsi, F., 2003, p. 82-88).

1.5.6.1. Agua

El agua es un compuesto que se formado de dos átomos de hidrógeno unido a un átomo de oxígeno, mediante enlaces covalentes, su fórmula molecular es H_2O siendo una molécula muy estable. Debido a su pH neutro posee la capacidad de mezclarse homogéneamente con muchos compuestos posee una fácil adaptación a la transformación de nuevas moléculas de otros elementos, esta molécula al ser expuesta a la radiación tiende a generarse radicales libres debido

absorbe mucha energía disociando la molécula en dos radicales $H\cdot$ y $OH\cdot$ siendo moléculas neutra con gran reactividad química (PubChem, 2019).

1.5.6.2. Etanol

El etanol está representado químicamente por C_2H_5OH , presenta un punto de ebullición de $72.3^{\circ}C$, con una pureza del 99,5 %, Es un líquido incoloro, volátil, con un sabor picante y posee un olor característico, altamente inflamable, miscible en agua, acetona, cloroformo, éter y metanol, actúa como disolvente en cosméticos, lacas, perfumes, plásticos y en la síntesis de fármacos, al ser expuesto a la radiación esta molécula tiende a generar radicales libres principalmente radicales $OH\cdot$ por sus propiedades orgánicas, físicas y químicas se añaden fácilmente a los compuestos formando puentes de hidrogeno (PubChem, 2019).

1.5.6.3. Dimetilformamida

Llamado también N,N-dimetilformamida (DMF) es un compuesto orgánico se representado por la formula C_3H_7NO posee varios usos debido a que facilita las reacciones que siguen mecanismos polares, con una pureza de 99.8%, es un líquido casi incoloro e inodora, nocivo en contacto con la piel, también provoca irritación ocular grave, presenta un punto de ebullición de $153^{\circ}C$, inflamable, de polaridad alta, miscible en agua y en varios disolventes orgánicos. En contacto con la radiación este tiende a calentarse y a emitir DMF en forma de gas, a altas energías tiende a expulsar átomos de hidrógeno de la molécula generando radicales libres, además son moléculas que se adaptan fácilmente a los compuestos inorgánicos propiamente del carbono (PubChem, 2019).

1.5.7. Radiación ionizante

La radiación ionizante se libera de los átomos en forma de energía esta puede ser electromagnética (rayos gamma o rayos X) o partículas (alfa, beta, neutrones). La radiación se da con elementos inestables, estos decaen en función del tiempo, hasta llegar a un nivel más estable; otro tipo de radiación se da excitando átomos muy pesados con altas energías, estos al regresar a un estado estable liberan energía que puede ser radiactiva (CSN, 2013).

1.5.7.1. Usos actuales a las radiaciones

Las radiaciones ionizantes se manipulan considerablemente en medicina, industria, agricultura, docencia e investigación. La tecnología de irradiación no es bien conocida por el público en general, ya que muchos productos familiares, como los teléfonos móviles o los automóviles, contienen componentes mejorados por la irradiación. Una gran parte de los dispositivos médicos desechables que se usan a diario para el cuidado del paciente se irradian para que sean seguros (OIEA, 2010).

Ocupando para medicina: fuentes generadoras de rayos X, isótopos radiactivos usados para diagnóstico o tratamiento; para la agricultura se usan aceleradores de electrones y fuentes de alta actividad como puede ser Cobalto-60 (Co^{60}) o Cesio-137 (Cs^{137}) o acelerador de electrones (salud., 1989), para esterilización de alimentos y prolongación de su tiempo de consumo, mientras que para la industria se usan para mejorar sus propiedades y producir nuevos enlaces (OIEA, 2010).

1.5.7.2. Acelerador de electrones

Es una máquina que produce electrones a alta velocidad con una gran energía cinética por la radiación Bremsstrahlung producida por el frenado del haz de electrones, permite la irradiación de materiales con electrones de 2 MeV de energía y corrientes de hasta 150 μA permitiendo controlar irradiaciones rápidas con tasas de dosis mayores y mejor controladas a la vez (Uzcátegui, 2001).

Los parámetros de irradiación son: temperatura, vacío, gas ambiente, tasa de dosis y energía del haz están estrictamente controlados y también es posible la irradiación de componentes relativamente grandes. Teniendo cámaras experimentales adaptadas a los requerimientos de la irradiación. Dichos sistemas permiten hacer medidas simultáneas de propiedades ópticas, eléctricas y dieléctricas en el rango de Hz hasta GHz, lo que convierte al acelerador en una instalación experimental única en el mundo. También se dispone de sistemas instalados en la línea del acelerador donde medir absorción óptica y radioluminiscencia de los materiales durante irradiación (Tarté, R., 1998) (Uzcátegui, L., 2001).

CAPITULO II

2. MARCO METODOLÓGICO

2.1. Diseño de la investigación.

En la investigación se aplicará un diseño experimental de tipo 3^3 además será de Tipo Factorial (Em) que será grafito pulverizado en tres diferentes solventes en concentraciones similares, expuestos a procesos de licuación, centrifugación e irradiación, la dosis absorbida es acumulativa así que serán irradiadas hasta llegar a las dosis propuestas, con tres repeticiones para la validez de los resultados para los distintos análisis para la síntesis de grafeno, como se detalla en la siguiente tabla 1-2:

Tabla 7-2: Experimentos de Tipo Factorial

Solvente	Cantidad de grafito	Experimento (E _n)
500 ml Agua	3 g de Grafito	E ₁
500 ml Etanol	3 g de Grafito	E ₂
500 ml DMF	3 g de Grafito	E ₃

Realizado por: Luis Marín, 2019.

La cantidad de disolvente y de grafito es constante para cada experimento. Cada uno de los 3 experimentos planteados es de tipo 3K factorial. Cada uno con una variable común como se muestra en la tabla 2-2:

Tabla 8-2: Factores y niveles de cada experimento planteado

Factores	Niveles
A. Tiempo de licuación	a1 2 horas
	a2 5 horas
	a3 7 horas
B. Velocidad de licuación	b1 99%
	b2 75%
	b3 50%
C. Dosis expuesta	e1 50kGy
	e2 100kGy
D. Revoluciones por minuto	c1 1000rpm
E. Tiempo de centrifugación	d1 10 minutos

Realizado por: Luis Marín, 2019.

Para el número de análisis de todos los procedimientos del diseño experimental de tipo 3^3 se tomara en cuenta todas las combinaciones a las variables planteadas, de los factores y niveles de cada experimento como se detalla en la tabla siguiente:

Tabla 9-2: Combinaciones de los factores y niveles.

Numero de análisis	Diseño			Combinación de los tratamientos	Respuesta	Número de repeticiones
	Ai	Bi	Ci		Cualitativa	
					S o N	
1	a1	b1	c1	a1b1c1	S o N	3
2	a2	b1	c1	a2b1c1	S o N	3
3	a3	b1	c1	a3b1c1	S o N	3
4	a1	b2	c1	a1b2c1	S o N	3
5	a2	b2	c1	a2b2c1	S o N	3
6	a3	b2	c1	a3b2c1	S o N	3
7	a1	b3	c1	a1b3c1	S o N	3
8	a2	b3	c1	a2b3c1	S o N	3
9	a3	b3	c1	a3b3c1	S o N	3
10	a1	b1	c2	a1b1c2	S o N	3
11	a2	b1	c2	a2b1c2	S o N	3
12	a3	b1	c2	a3b1c2	S o N	3
13	a1	b2	c2	a1b2c2	S o N	3
14	a2	b2	c2	a2b2c2	S o N	3
15	a3	b2	c2	a3b2c2	S o N	3
16	a1	b3	c2	a1b3c2	S o N	3
17	a2	b3	c2	a2b3c2	S o N	3
18	a3	b3	c2	a3b3c2	S o N	3

Realizado por: Luis Marín, 2019.

Cada una de las 18 filas de la Tabla 4-3 es una variable a considerarse, mostrándome el número de análisis la primera columna, en la segunda columna me indica cual es el diseño que voy a considerar determinando las variables controlables, Ai sería el tiempo de licuación, Bi la velocidad de licuación y Ci la dosis emitida desde el acelerador de electrones hacia la muestra. La tercera columna me indica como es la forma de cada combinación de cada una de las variables. La cuarta columna me indica si se pudo sintetizar el grafeno y la última columna constituye el número de réplicas.

El modelo estadístico para este diseño es:

$$X_{ijkl} = \mu + A_i + B_j + C_k + (AB)_{ij} + (ABC)_{ijk} + u_{ijkl}$$

$$i = 1,2,3; j = 1,2,3; k = 1,2,3; l = 1,2,3$$

- A_i, B_j y C_k son los efectos provocados por el nivel i-ésimo del factor A, ($\sum_i A_i = 0$), por el nivel j-ésimo del del factor B, ($\sum_j B_j = 0$), y por el nivel k-ésimo del factor C, ($\sum_k C_k = 0$), mutuamente.
- $(AB)_{ij}$ y $(ABC)_{ijk}$ son los efectos producidos por las interacciones entre $A \times B$ y $A \times B \times C$ respectivamente.

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

Tabla 10-2: Modelo factorial de tres factores

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

Fuente: (Diseño estadístico de experimentos, 2009).

2.2. Población de Estudio

La población bajo estudio del presente trabajo, es la síntesis de grafeno que no se ha producido en el país de manera industrial, por tanto, si se obtienen resultados favorables se podría ampliar para realizar la obtención de grafeno a nivel industrial en el país. Se tomaron como referente 54 muestras concibiendo y analizando todos los resultados obtenidos además del número de réplicas para un análisis más detallado.

2.3. Materiales y Equipos

Para realizar la síntesis de grafeno, se utilizaron compuestos y reactivos que se muestran en: (Tabla 5-2), materiales (Tabla 6-2) y equipos (Tabla 7-2).

Tabla 11-2: Compuestos y Reactivos.

1. Destilada	2. Etanol
 <ul style="list-style-type: none"> • Formula: H₂O • Masa Molar: 18,02 g/mol • Casa Comercial: Baterías Ecuador • Cantidad: 3 litros 	 <ul style="list-style-type: none"> • Formula: C₂H₆O • Masa Molar: 46,07 g/mol • Casa Comercial: PURIQUIM REAGENT • Cantidad: 3 litros
3. N,N-dimetilformamida	4. Grafito
 <ul style="list-style-type: none"> • Formula: C₃H₇NO • Masa Molar: 73,09 g/mol • Casa Comercial: LABDIN INSTRUMENTS • Cantidad: 3 litros 	 <ul style="list-style-type: none"> • Formula: C (94.11 % de carbón fijo y 4.69 % de ceniza). • Masa Molar: 2,09 a 2,23 g/mol • Cantidad: 18 g

Realizado por: Luis Marín, 2019.

Tabla 12-2: Materiales.

1. Vasos de Precipitación de 100 y 500 ml	2. Vidrio Reloj
3. Espátula	4. Pipetas de 1, 5 y 10 ml
5. Probeta de 10 ml	6. Piceta
7. Pera de Succión	8. Termómetro
9. Barrilla de Agitación	10. Stub de aluminio
11. Tubos Hach	12. Gotero

13. Vasos de 80 ml	14. Tubos de ensayo
15. Mortero	16. Pastillas de alanina
17. Frascos de vidrio de 10 y 100ml	18. Pipetas pasteur

Realizado por: Luis Marín, 2019.

Tabla 13-2: Equipos.

<p>1. Licuadora</p>  <ul style="list-style-type: none"> • Marca: UMCO • Peso Máximo: 2 L • Características: <ul style="list-style-type: none"> • Control de 2 velocidades más pulso • Cuchilla de acero inoxidable • Acople metálico • Fusible reseteable para protección de motor • Potencia asignada: 500 W • Tensión asignada: 120 V 	<p>2. Motor de refrigerador</p>  <ul style="list-style-type: none"> • Marca: Schuar Duhly • Potencia: 2.00 V • Características: <ul style="list-style-type: none"> • Tensión asignada: 110 - 120 V • Frecuencia: 60 Hz
<p>3. Control de velocidad</p>  <ul style="list-style-type: none"> • Características: <ul style="list-style-type: none"> • Tensión asignada: 120 V • Control de velocidades hasta 13860 rpm • Potencia asignada: 110 W 	<p>4. Centrifuga</p>  <ul style="list-style-type: none"> • Marca: Z 206 A HERMLE LABORTECHNIK • Configuración: Compacta • Características: <ul style="list-style-type: none"> • Exclusivo de laboratorio • Velocidad máxima: 6000 rpm • Velocidad mínima: 200 rpm

5. Sorbona	6. Estufa
 <ul style="list-style-type: none"> • Marca: BIOBASE • Modelo: FH1000(X) • Dimensiones de Operación(mm) :880*730*745 <p>Características:</p> <ul style="list-style-type: none"> • Filtro de carbón activado • Soplador: ventilador centrífugo incorporado. Velocidad ajustable • Tablero fisicoquímico resistente a químicos sólidos 	 <ul style="list-style-type: none"> • Marca: ESCO • Modelo: OFA-54-8 • Temperatura Máxima: 300°C / 500°F • Volumen: 54 L <p>Características:</p> <ul style="list-style-type: none"> • Múltiples sistemas redundantes de protección contra sobre temperatura para garantizar la máxima protección de la muestra y del usuario. • Protección electrónica contra sobre temperatura integrada en el microprocesador. • Protección de sobre temperatura mecánica redundante, ajustable desde la parte delantera, independiente del microprocesador.
7. Balanza Electrónica	8. Espectrofotómetro IR
 <ul style="list-style-type: none"> • Marca: OHAUS • Modelo: Explorer EX623 • Precisión: ±0.1 mg • Capacidad: 620g * 0.001 g 	 <ul style="list-style-type: none"> • Marca: JASCO • Modelo: FT/IR-4100 • Resolución Máxima: 0.9 cm⁻¹ • Software de Análisis: Spectra Manager <p>Características:</p> <ul style="list-style-type: none"> • Extensión de Numero de Onda

<ul style="list-style-type: none"> ● Software de Análisis: Ingeniously Practical <p>Características:</p> <ul style="list-style-type: none"> ● Calibración interna automática ● Sensores IR para activar la luz y para tara la balanza ● Pantalla digital táctil Variabilidad de unidades métricas 	<ul style="list-style-type: none"> ● Escaneo Rápido 10 exploraciones por segundo ● Reconocimiento IQ: Reconoce automáticamente el accesorio de muestreo
<p>9. Espectrofotómetro UV</p>	<p>10. Microscopio Electrónico de Barrido (SEM)</p>
 <ul style="list-style-type: none"> ● Marca: Thermo Scientific ● Modelo: G10s UV- VIS ● Rango de Longitudes de Onda: 190-1100 nm ● Lampara: Xenon de alta intensidad <p>Características:</p> <ul style="list-style-type: none"> ● Acelera los barridos de longitud de onda con velocidades de barrido de hasta 3600 nm/min. ● Uso de óptica de doble haz para una exactitud fotométrica superior ● Adquisición de datos de UV hasta casi IR 	 <ul style="list-style-type: none"> ● Marca: JEOL ● Modelo: JSM-IT500HR ● Software de Análisis: Deben Chamberscope/ ● Resolución Máxima: <p>Características</p> <ul style="list-style-type: none"> ● Tiene sistema de cañones de electrones de alto brillo ● Imágenes sorprendentes de alta resolución ● Una alta sensibilidad y un análisis de alta resolución espacial a velocidades aún más rápidas.
<p>11. Fuente radiactiva</p>	
<ul style="list-style-type: none"> ● Empresa Techxabexport. ● Dosis de irradiación: desde 2kGy hasta 30 kGy o más ● Tipo de irradiación: Electrones acelerados 	

Realizado por: Luis Marín, 2019.

2.4. Preparación de las muestras

2.4.1. Limpieza de Materiales

Para evitar cualquier valor erróneo es necesario mantener los materiales del laboratorio en un estado óptimo para el proceso de síntesis y para su posterior análisis

Este proceso se realizó con mucho cuidado la limpieza de los materiales además de utilizar agua destilada, detergente y una estufa para evitando así partículas de polvo y restos de metales en los instrumentos que podrían interaccionar con la muestra, se realizó con los pasos que se indican a continuación:

1. Se lavan los materiales con agua y jabón desinfectante y se les deja secar.
2. A continuación de enjuagan con agua destilada a todos los materiales ocupados.
3. Posteriormente los materiales pasan a la estufa a una temperatura de 70°C durante 2 horas.

2.4.2. Síntesis de Grafeno

La síntesis del grafeno se realizó mediante el método de exfoliación en fase líquida permitiendo romper los enlaces débiles.

Para la obtención de grafeno se realizó el siguiente proceso:

1. En un vidrio reloj lo ponemos en la balanza electrónica y taramos para introducir 3 gramos de grafito en polvo (94.11 % de carbón fijo y 4.69 % de ceniza).
2. En el vaso de precipitación agregamos 500ml del disolvente (agua destilada, etanol al 99,5 % de pureza y DMF al 99,8%)
3. Mezclamos el polvo de grafito y el disolvente y le posteriormente agitamos con una varilla la mezcla hasta obtener una mezcla homogénea y de color negro translucido.
4. A continuación, introducimos en la licuadora variando el tiempo de licuación y la velocidad de la misma.
5. Dentro del método de licuación se controlará su temperatura con el motor refrigerante mientras que la velocidad y tiempo de licuación será controlada con el control de velocidad.

6. Se retirará muestras acordes a las variaciones propuestas, estas composiciones obtenidas serán introducidas en tubos de ensayo cerrado y le dejamos reposar hasta el día siguiente.
7. Con un termómetro demuestro la temperatura obtenida por medio de las reacciones exo-térmicas en las muestras y le resto los valores de la temperatura ambiente
8. Posteriormente a estas composiciones las introducimos las muestras dentro de una caja de aluminio (batch) con mucho cuidado para después transportar en una banda las muestras hacia el acelerador de electrones y entregar las dosis de (30, 50, 80 y 100kGy)
9. Retiramos las muestras de la fuente radiactiva aplicando los principios de seguridad radiológica y las trasladamos a tubos Hach debidamente etiquetadas.
10. Se programa la centrifuga con la cantidad de rpm y tiempo de centrifugación que se va a usar.
11. Finalmente analizamos las muestras obtenidas usando los equipos de medición (espectroscopia UV, infrarroja, Microscopio Electrónico de Barrido).

2.5. Técnicas de Recolección de Datos

Las muestras conseguidas posteriormente al diseño experimental son analizadas mediante lecturas obtenidas de Espectroscopia UV-Visible por medio de la absorbancia medida para su análisis, Espectroscopia Infrarroja se determinara la presencia de grafeno obtenido por medio de los grupos funcionales analizados, la morfología del grafeno sintetizado será determinada por medio del Microscopio Electrónico de Barrido.

2.5.1. Determinación de absorbancias mediante espectroscopia UV-Visible

El pico característico que presenta el grafeno que se encuentra en un rango de 260 y 270 nm región ultravioleta. Las muestras una vez sometidas a procesos de licuación, irradiación y centrifugación estarán listas para analizar en el espectrofotómetro.

1. En la interface del equipo, colocamos los campos que se solicitan.
2. Introducimos la línea base usando los disolventes (agua, etanol y DMF) dentro de la celda de cuarzo y ponemos a transitar.
3. Una vez realizada la línea base correctamente las muestras se homogeniza en la celda de cuarzo de 1 cm colocamos 2 mL de la suspensión (grafito-agua, grafito-etanol y grafito-DMF), con mucho cuidado introducimos dentro del equipo para evitar interferencias en el análisis.

4. Posteriormente se corrió los barridos de absorción con longitudes desde 190nm hasta 800nm. En el software THERMO que nos suministró los datos de absorbancia contra longitud de onda.
5. Se compararon los datos obtenidos ajustando el pico característico de absorbancia, para poder visualizar los resultados su posterior análisis estadístico.
6. Repetir los pasos 2, 3, 4 y 5 con todas las muestras.

2.5.2. Determinación de los grupos funcionales mediante espectroscopia de infrarrojo

Para descartar la presencia de varios grupos funcionales orgánicos adheridos al grafeno durante su obtención se utilizó un espectrofotómetro IR en los intervalos de 4168 a 418 cm⁻¹

1. En la interface propio del programa espectrofotómetro IR SpectraManager elegir Quick-Start.
2. El cristal de seleniuro de zinc donde se localizará la muestra limpiar con algodón y alcohol y dejar sacarle por unos minutos.
3. Realizar el Barrido de fondo para verificar la ausencia de sustancias cercanas a la muestra, para permitir eliminar CO₂ y H₂O, cerrar la tapa del equipo y oprimir el botón “START”.
4. Ejecutar el barrido espectral colocando la muestra con mucho cuidado.
5. Cerrar la tapa y oprimir “START”.
6. Procesar el espectro con el programa en la interface del equipo.
7. Identificar los picos y valles más relevantes en la gráfica, conforme a sus números de onda.
8. Guardar los datos obtenidos de manera individual los datos obtenidos para su posterior análisis.
9. Desajustar el capuchón de tortillo con mucho cuidado.
10. limpiar con algodón y alcohol y dejar secar por unos minutos el área donde se colocó la muestra.
11. Repetir los pasos 4, 5, 6, 7, 8, 9 y 10 con las muestras que se quiera analizar.

2.5.3. Microscopia electrónica de barrido.

A partir de las suspensiones de las muestras de grafeno se puede observar la morfología utilizando un microscopio electrónico de barrido. Las mismas que son colocadas directamente sobre un stub de aluminio y secadas en un horno a una temperatura de 90 °C durante 2 h para

eliminar la humedad y permitir obtener una fina capa de grafeno para su posterior análisis en el equipo SEM.

Esto se lo realiza en modo bajo vacío por ser muestras orgánicas y así evitar dañar las muestras obtenidas en estudio, el voltaje usado para obtener las imágenes va de 5 a 15 kilo electrón voltios (KeV), en modo de Resolución (Resolution) y en Profundidad (Deep) permite distinguir las estructuras presentes en cada muestra.

1. Preparación de la muestra sobre un stub de aluminio.
2. Introducción de la muestra dentro de un horno a 70°C durante dos horas para eliminar la humedad.
3. Colocación de la muestra dentro de la cámara del SEM.
4. Generación del vacío dependiendo de la muestra.
5. Especificación del voltaje adecuado.
6. Enfoque de la estructura de interés manualmente.
7. Optimización de parámetros SEM.
8. Adquisición de la imagen.

CAPITULO III

3. MARCO DE RESULTADOS

3.1. Dispersión de grafeno

Los principales factores que perturban la estabilidad de las dispersiones para la síntesis de grafeno son las fuerzas de Van Der Waals para lo cual se toman en consideración los parámetros de solubilidad de Hansen se toman en consideración disolventes más cercanos al grafeno como se indica en la tabla 1-3. Parámetros afines a sus cualidades dispersivas polares y de enlace hidrogeno y su relación con la concentración de energía cohesiva del grafeno que cuantifica el nivel energético requerido para dispersar el soluto en el solvente. Para la síntesis de grafeno en cantidad y calidad se toma en consideración el parámetro dispersivo (δ_D) el cual es medido en $\text{MPa}^{1/2}$ o en $(\text{cal}/\text{cm}^3)^{1/2}$.

Tabla 14-3: Parámetros de solubilidad de disolventes utilizados en este estudio.

Solvente	δ_D (Mpa) ^{0.5}	δ_P (Mpa) ^{0.5}	δ_H (Mpa) ^{0.5}
Grafeno	18	9.3	7.7
Agua	18	28	54
DMF	17.4	13.7	11.3
Etanol	15.8	8.8	19.4

Fuente: HANSEN SOLUBILITY PARAMETERS 2011

Realizado por: Luis Marín, 2019

Para los distintos disolventes al momento de la licuación a sus distintas velocidades (50%, 75% y 100%) con sus diferentes variables 2h, 5h y 7h. Se obtuvieron distintas temperaturas de manera exotérmica al mezclarse entre ellas antes de ser irradiadas como se indica en la siguiente tabla.

Tabla 15-3: Temperatura promedio producida por los diferentes resultados de las muestras.

Disolvente	Tiempo de Licuación	Velocidad de licuación	Temperatura producida
Agua + Grafito	2h	50%	47°C
		75%	55°C
		100%	62°C
	5h	50%	54°C
		75%	57°C
		100%	62°C
	7h	50%	60°C
		75%	60°C
		100%	62°C
Etanol+ Grafito	2h	50%	50°C
		75%	55°C
		100%	57°C
	5h	50%	61°C
		75%	61°C
		100%	71°C
	7h	50%	63°C
		75%	63°C
		100%	71°C
DMF+ Grafito	2h	50%	40°C
		75%	51°C
		100%	73°C
	5h	50%	47°C
		75%	55°C
		100%	102°C
	7h	50%	47°C
		75%	55°C
		100%	102°C

Realizado por: Luis Marín, 2019.

Debido a que el máximo de dosis radiactiva que emitía es 30kGy por cada banda de transporte, las muestras fueron transportadas 4 veces con dosis de 30kGy, 50kGy, 80kGy y 100kGy. Después de la irradiación las muestras poseían temperatura medidas a partir de un termómetro propio del acelerador de electrones el cual calculaba en función de la cantidad de radiación emitida y de la ruptura de las fuerzas de Van der Waals separando las capas de grafito para la síntesis de grafeno.

Tabla 16-3: Temperatura producida por la irradiación con acelerador de electrones.

	Temperatura producida por la variación de dosis de radiación			
	30kGy	50kGy	80kGy	100kGy
Muestras por BATCH	49.33 °C	56.33 °C	65.53 °C	71.67 °C

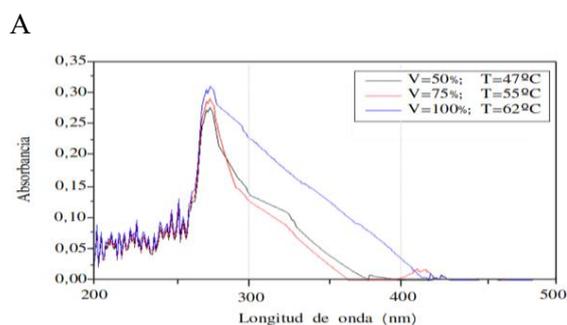
Realizado por: Luis Marín, 2019.

3.2. Espectroscopía UV-Visible

Mediante espectrofotometría en base a la longitud de ondas se estableció los valores de absorbancia obtenidos en cada análisis en los diferentes resultados después de ser irradiadas las muestras, las cuales generaron una longitud de onda en intervalos de 260 a 270 nm resultados obtenidos en el análisis y que concuerdan con diferentes publicaciones (Li et al., 2015), como se demuestra en las diferentes gráficas.

Para los primeros resultados con el grafito con un tiempo de licuación de 2h se puede visualizar los resultados en la gráfica 1-3 siguiente en la cual se puede observar dos intervalos en los puntos 264 y 267 nm.

Dosis: 50kGy



Dosis: 100kGy

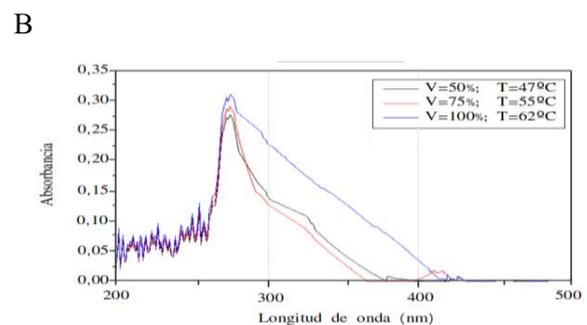


Gráfico 3-3: Espectro UV-visibles de las dispersiones de grafeno en Agua con un tiempo de licuación de 2h con sus distintas velocidades.

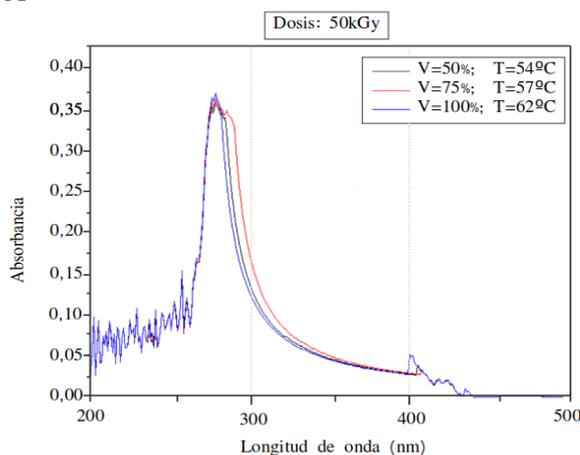
Realizado por: Luis Marín, 2019.

En los resultados obtenidos en la gráfica A y B respectivamente se puede visualizar que a una dosis de 50 kGy se pudo obtener grafeno con idénticos porcentajes de absorbancia, siendo el punto más alto de absorbancia de 0,32 cuando posee una velocidad de licuación del 100%.

Los resultados del grafito en disolución con el agua con un tiempo de licuación de 5h se puede visualizar en los resultados en la gráfica 2-3 de la misma manera que la anterior dos intervalos relevantes en los puntos 264 y 267nm.

Dosis: 50kGy

A



Dosis: 100kGy

B

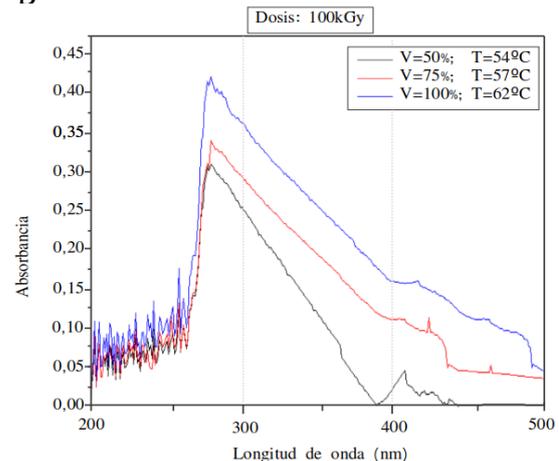


Gráfico 4-3: Espectro UV-visibles de las dispersiones de grafeno en Agua con un tiempo de licuación de 5h con sus distintas velocidades.

Realizado por: Luis Marín, 2019.

En los resultados obtenidos en la gráfica A y B se puede visualizar que a una dosis de 50 kGy se pudo obtener grafeno con un porcentaje absorbancia máximo de 0,372, en una longitud de onda de 264 nm mientras que en 100 kGy posee un porcentaje de absorbancia máximo de 0,4115 cuando se encuentra en 264nm, ambos poseen una velocidad de licuación del 100%.

Los resultados del grafito en disolución con el agua con un tiempo de licuación de 7h se puede visualizar en los resultados en la gráfica 3-3 de la misma manera que la anterior dos intervalos relevantes en los puntos 264 y 267nm.

Dosis: 50kGy

Dosis: 100kGy

A

B

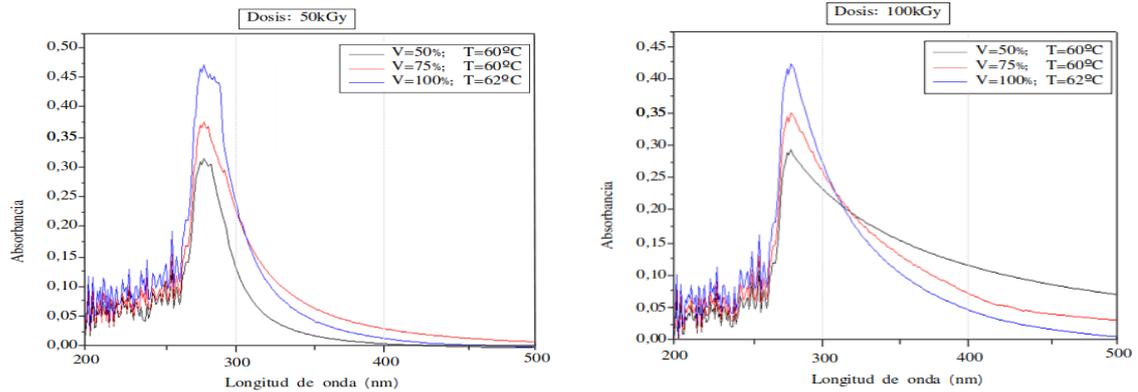


Gráfico 5-3: Espectro UV-visibles de las dispersiones de grafeno en Agua con un tiempo de licuación de 7h con sus distintas velocidades.

Realizado por: Luis Marín, 2019.

En los resultados obtenidos en la gráfica A y B se puede visualizar que posee un comportamiento similar en sus medidas difiriendo en su porcentaje de absorbancia, a una dosis de 50 kGy se pudo obtener grafeno con un porcentaje absorbancia máximo de 0,4637, en una longitud de onda de 267 nm mientras que en 100 kGy posee un porcentaje de absorbancia máximo de 0,4199 cuando se encuentra en 267 nm, ambos poseen una velocidad de licuación del 100%.

Para el caso del etanol con un tiempo de licuación de 2h se pueden observar los resultados obtenidos en la gráfica 4-3 las muestras poseen un punto relevante cuando tienen una longitud de onda de 267nm.

Dosis: 50kGy

Dosis: 100kGy

A

B

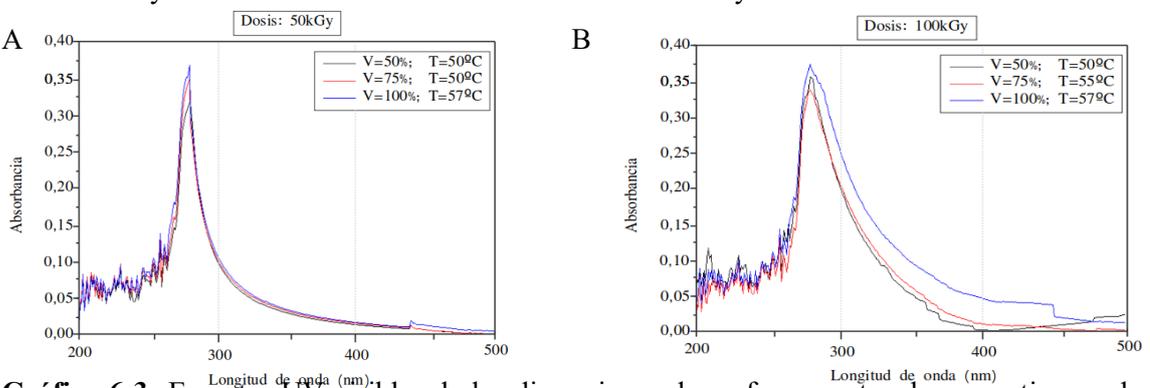


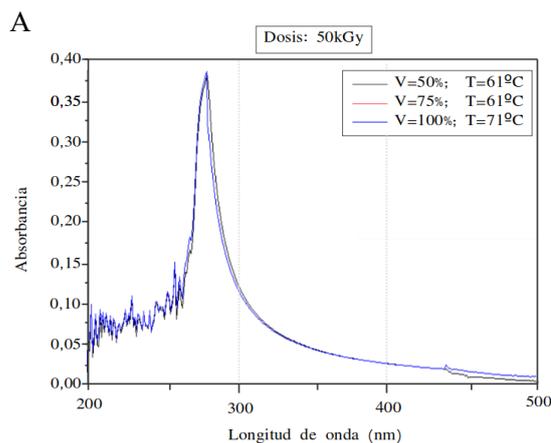
Gráfico 6-3: Espectro UV-visibles de las dispersiones de grafeno en etanol con un tiempo de licuación de 2h con sus distintas velocidades.

Realizado por: Luis Marín, 2019.

Los resultados observados en la gráfica A y B se puede visualizar que posee un comportamiento similar en sus medidas en sus distintas velocidades, pero con un diferente porcentaje de absorbancia, a una dosis de 50 kGy se puede visualizar que posee un porcentaje de absorbancia máximo es de 0,3705, en cambio que en 100 kGy su porcentaje de absorbancia máximo de 0,3712, ambos poseen una velocidad de licuación del 100% y cuando tiene una longitud de onda de 267nm.

Para la relación etanol-grafito con un tiempo de licuación de 5h se visualiza que la suspensión en la gráfica 5-3 tiene una mayor estabilidad en todas sus muestras debido a su poca dispersión.

Dosis: 50kGy



Dosis: 100kGy

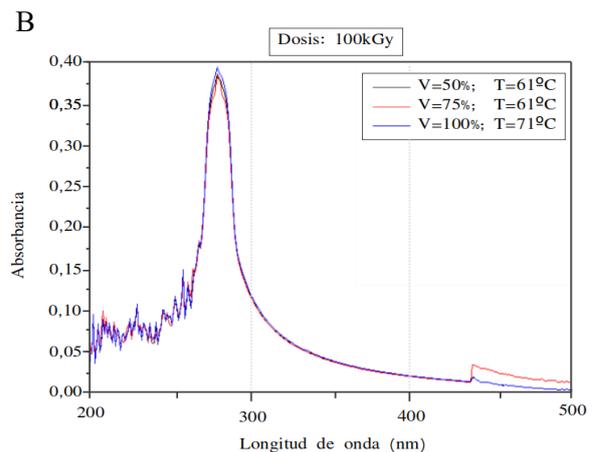


Gráfico 7-3: Espectro UV-visibles de las dispersiones de grafeno en etanol con un tiempo de licuación de 5h con sus distintas velocidades.

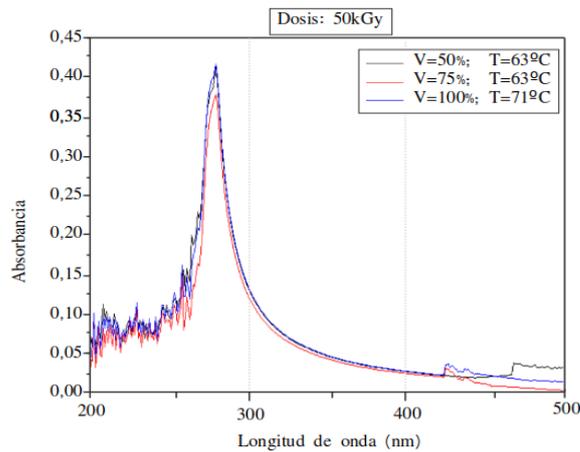
Realizado por: Luis Marín, 2019.

En las gráficas A y B se puede representar que existe una mayor estabilidad la absorbancia obtenida es similar en todas sus longitudes de onda con sus diferentes muestras, al ser irradiado a una dosis de 50 kGy se puede concebir que su porcentaje de absorbancia máximo es de 0,3726, mientras que en 100 kGy su porcentaje de absorbancia máximo de 0,3727, cuando todas sus muestras tienen una longitud de onda de 267nm.

En cambio, cuando tienen un tiempo de licuación de 7h de etanol-grafito como se muestra en la gráfica 6-3 estabilidades que poseía anteriormente varía en la dispersión de las muestras.

Dosis: 50kGy

A



Dosis: 100kGy

B

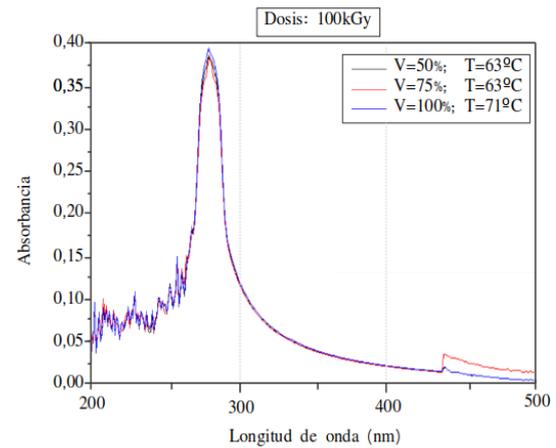


Gráfico 8-3: Espectro UV-visibles de las dispersiones de grafeno en etanol con un tiempo de licuación de 7h con sus distintas velocidades.

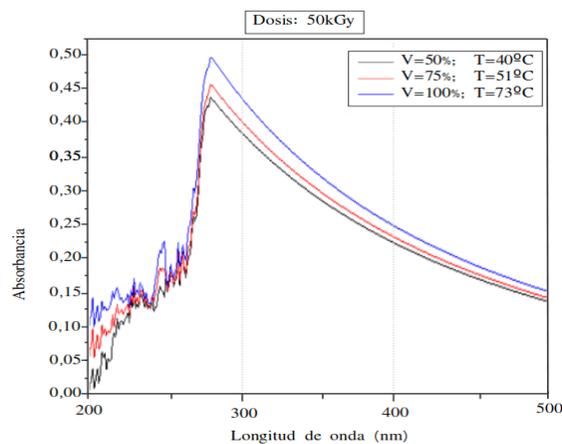
Realizado por: Luis Marín, 2019.

Se puede visualizar que en las gráficas A y B de igual manera tienen una mayor estabilidad la absorbancia en la mayoría de las muestras obtenidas, al ser irradiado a una dosis de 50 kGy su porcentaje de absorbancia máximo es de 0,4005, mientras que en 100 kGy su porcentaje de absorbancia máximo de 0,38, cuando todas sus muestras tienen una longitud de onda de 267nm.

Para el caso del DMF con un tiempo de licuación de 2h se puede visualizar los resultados obtenidos en la gráfica 7-3 con una gran estabilidad y un mayor porcentaje de absorbancia con sus distintas muestras.

Dosis: 50kGy

A



Dosis: 100kGy

B

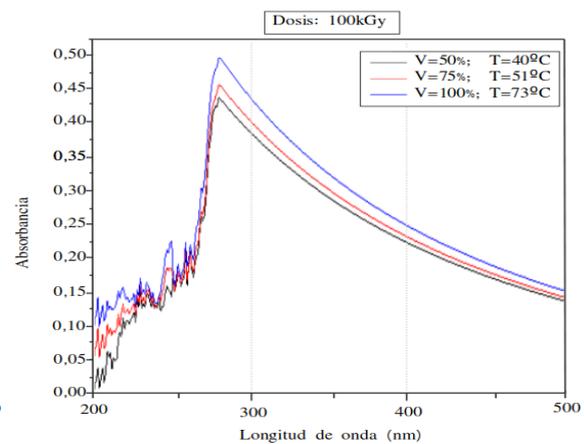


Gráfico 9-3: Espectro UV-visibles de las dispersiones de grafeno en DMF con un tiempo de licuación de 2h con sus distintas velocidades.

Realizado por: Luis Marín, 2019.

En las gráficas A y B muestran estabilidad en sus muestras, diferenciándose por el porcentaje de absorbancia al ser irradiado a 50 kGy su porcentaje de absorbancia máximo es de 0,4761, en cambio que en 100 kGy su porcentaje de absorbancia máximo de 0,4787, cuando todas sus muestras tienen una longitud de onda de 267nm.

Con un tiempo de licuación de 5h de DMF-grafito se observan variaciones similares a las anteriores de la gráfica 7-3, en este caso es mayor su porcentaje de absorbancia los resultados obtenidos se visualizan en la gráfica 8-3.

Dosis: 50kGy

Dosis: 100kGy

A

B

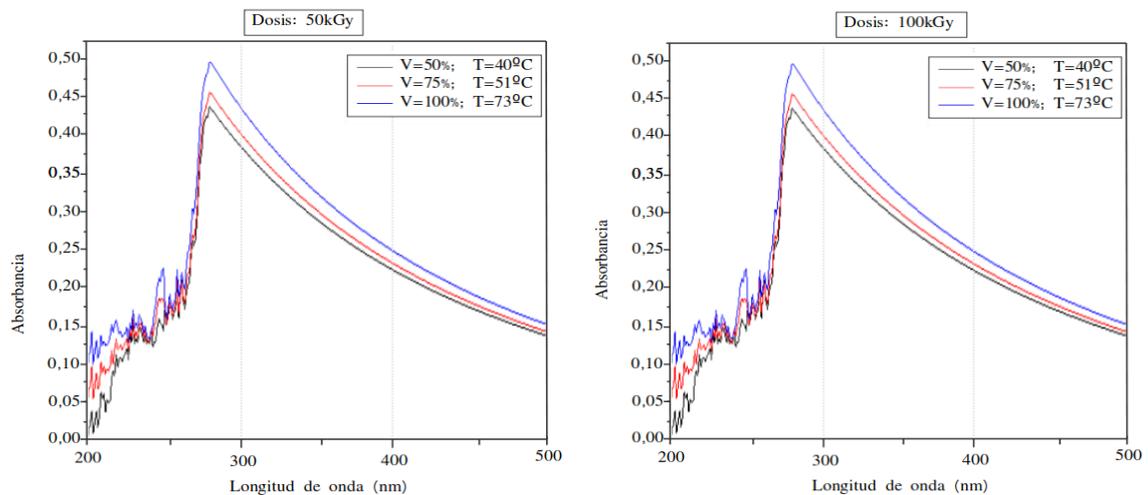


Gráfico 10-3: Espectro UV-visibles de las dispersiones de grafeno en DMF con un tiempo de licuación de 5h con sus distintas velocidades.

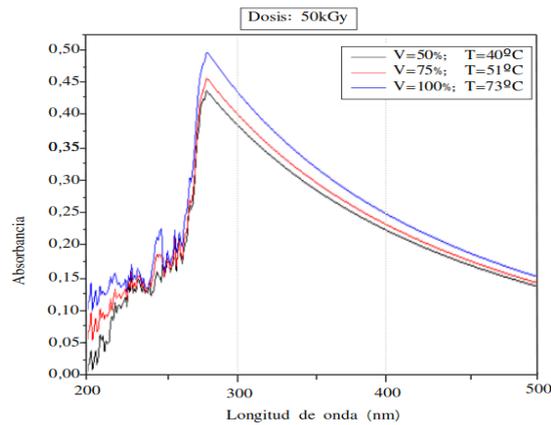
Realizado por: Luis Marín, 2019.

Se observa que en la gráfica A y B su porcentaje de absorbancia es mayor que las muestras anteriores de dos horas de licuación su porcentaje de absorbancia máximo es de 0,5803 al ser irradiadas a 50 y 100, cuando se encuentran a una longitud de onda de 267nm.

Similar al caso anterior se encuentra DMF-grafito con un tiempo de licuación de 7h en el cual se puede observar que no existe ningún otro cambio de los resultados de la gráfica 8-3 en comparación a la gráfica 9-3.

Dosis: 50kGy

A



Dosis: 100kGy

B

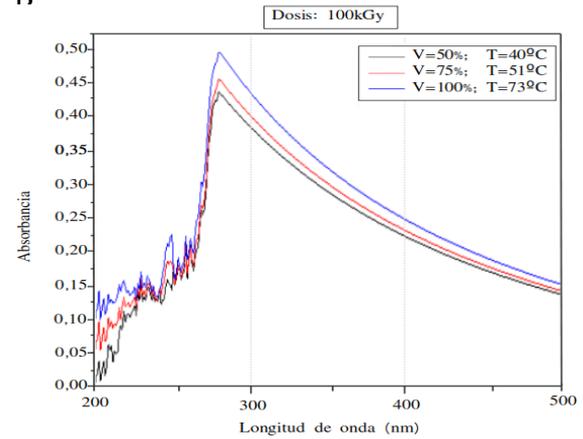


Gráfico 11-3: Espectro UV-visibles de las dispersiones de grafeno en DMF con un tiempo de licuación de 7h con sus distintas velocidades.

Realizado por: Luis Marín, 2019.

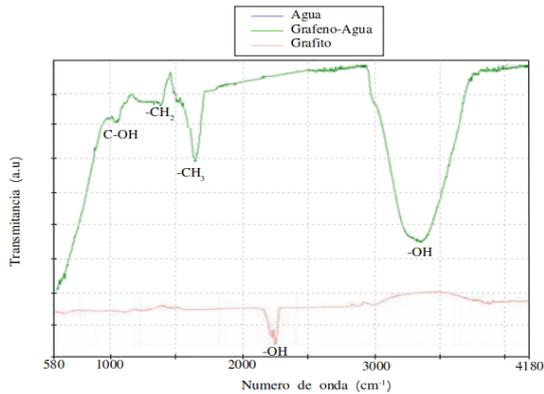
La gráfica A y B me indica que no ha existido ningún cambio significativo a los valores anteriores cuando ha tenido un tiempo de licuación de 5h.

3.3. Espectroscopia Infrarroja

Se pudo determinar los grupos funcionales que se encuentran adheridos al grafeno, dentro del proceso de irradiación debido a que la ruptura de moléculas del disolvente ocupa espacios dentro de las posiciones del grafito.

Los resultados de las muestras obtenidas de agua-grafito con un tiempo de licuación de 7h se pueden ver en la gráfica 1-11 cuando esta es irradiada a 50 kGy y en la gráfica 10-3 cuando es irradiado a 100 kGy observando los grupos funcionales adheridos al grafeno.

A



B

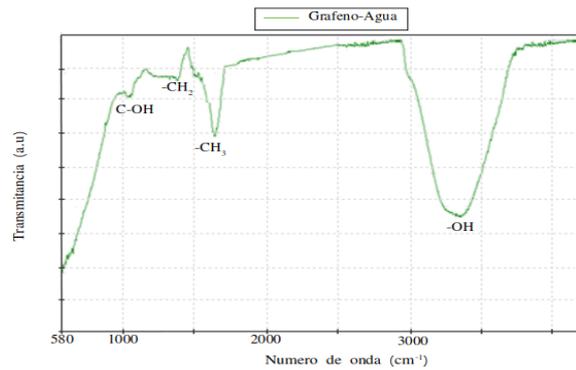
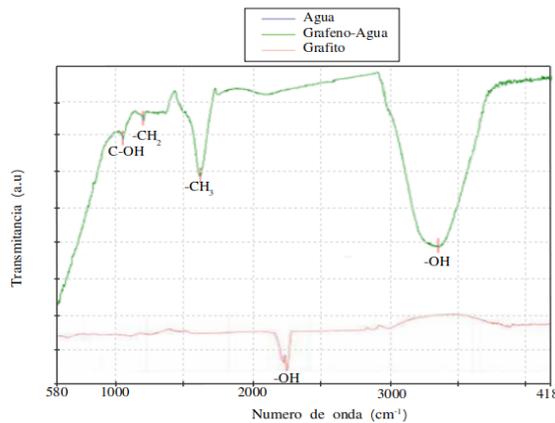


Gráfico 12-3: Comparación del Espectro Infrarrojo Grafeno-Agua, grafito y solvente (agua) con sus diferentes grupos funcionales (7h, 100%,50kGy)

Realizado por: Luis Marín, 2019.

A



B

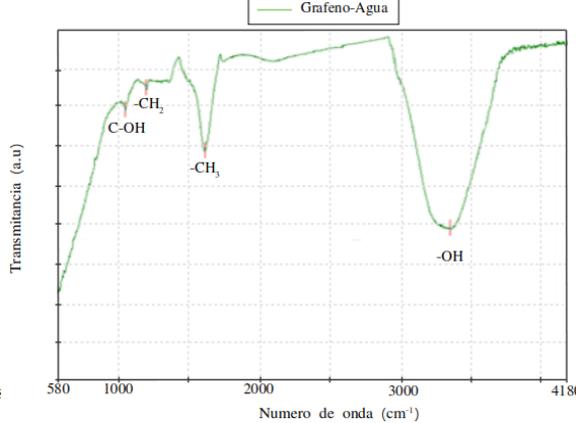


Gráfico 13-3: Comparación del Espectro Infrarrojo Grafeno-Agua, grafito y solvente (agua) con sus diferentes grupos funcionales (7h, 100%,100kGy)

Realizado por: Luis Marín, 2019.

Las gráficas 10-3 y 11-3 muestran los espectros del soluto, grafito, disolvente y de la suspensión de grafeno. En la gráfica 10-3 se puede apreciar los siguientes grupos funcionales presentes: alcohol o fenol (C-OH) en un número de onda de 3351.68cm^{-1} , CH_3 y CH_2 en compuestos alifáticos en un número de onda de 1673.05 y 1472.35cm^{-1} respectivamente y un grupo funcional de alcohol en compuestos cíclicos (CH-OH) con un número de onda de 1053.91cm^{-1} . Mientras que en la gráfica 11-3 se encuentran los mismos grupos funcionales, pero en algunos son diferentes sus números de onda, alcohol o fenol (C-OH) en un número de onda de 3351.68cm^{-1} , CH_3 y CH_2 en compuestos alifáticos en un número de onda de 1673.05 y 1470.33cm^{-1} respectivamente y un grupo funcional de alcohol en compuestos cíclicos (CH-OH) con un número de onda de 1055.73cm^{-1} . La ausencia de agua en el espectro IR es debido a que este solo puede detectar compuestos inorgánicos (Shurvell, 2012).

Para el caso de las muestras obtenidas de etanol-grafito con un tiempo de licuación de 7h se pueden distinguir en la gráfica 12-3 cuando esta es irradiada a 50 kGy y en la gráfica 13-3 cuando es irradiado a 100 kGy observando los grupos funcionales adheridos al grafeno.

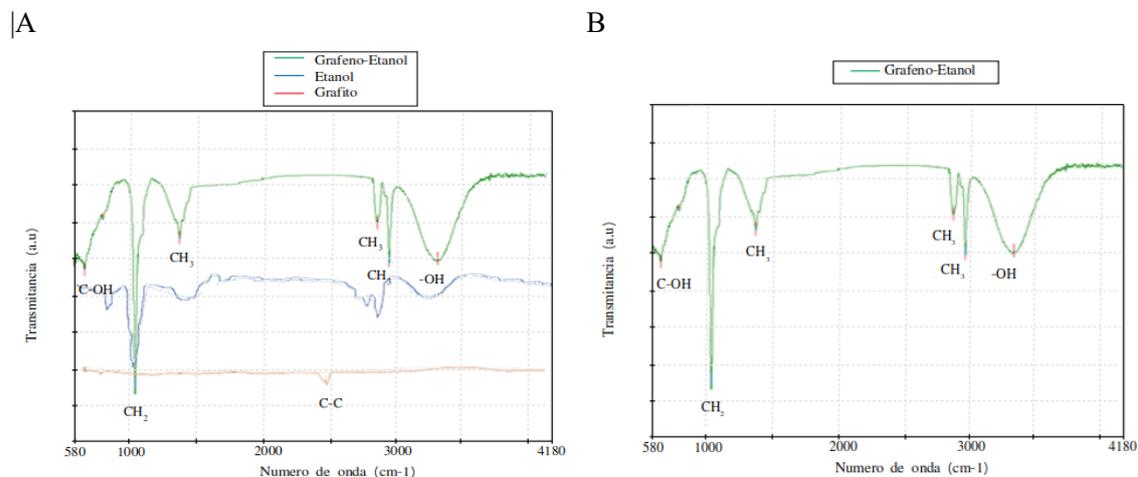


Gráfico 14-3: Comparación del Espectro Infrarrojo Grafeno-Etanol, grafito y solvente (agua) con sus diferentes grupos funcionales (7h, 100%, 50kGy)

Realizado por: Luis Marín, 2019.

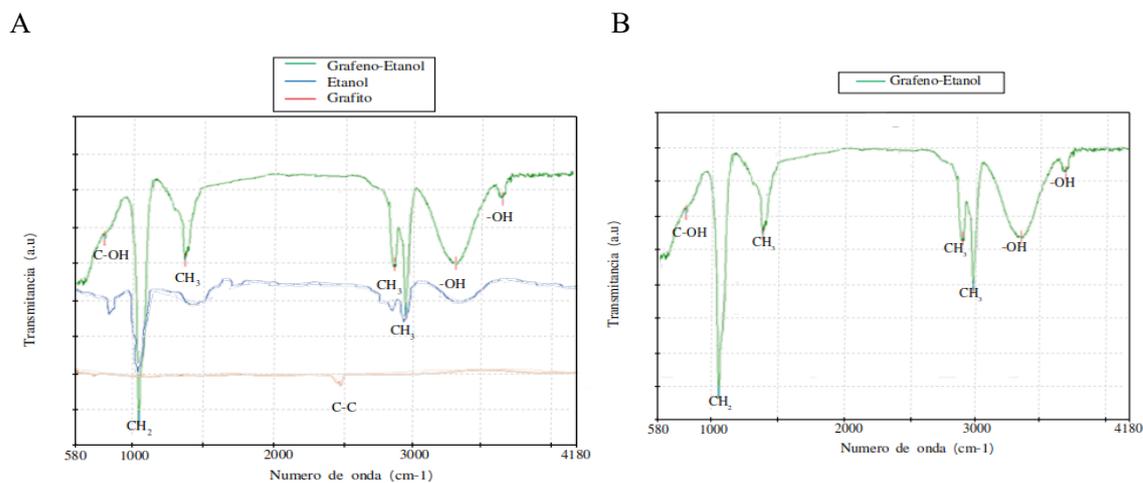


Gráfico 15-3: Comparación del Espectro Infrarrojo Grafeno-Etanol, grafito y solvente (agua) con sus diferentes grupos funcionales (7h, 100%, 100kGy)

Realizado por: Luis Marín, 2019.

En las gráficas 12-3 y 13-3 se pueden observar los diferentes grupos funcionales principales presentes. En la gráfica 12-3 estos son: alcohol o fenol (C-OH) en un número de onda de 3641.07 cm⁻¹, CH₃, CH₃ y CH₂ en compuestos alifáticos en un número de onda de 2971.77, 2883.06 y 1372.71 cm⁻¹ respectivamente y un grupo funcional de alcohol en compuestos cíclicos (CH-OH) con un número de onda de 1090.55 cm⁻¹. En cambio en la gráfica 13-3 se encuentran grupos funcionales similares: alcohol o fenol (C-OH) en un número de onda de

3674.69 y 3336.25 cm^{-1} , CH_3 , CH_3 y CH_2 en compuestos alifáticos en un número de onda de 2976.59, 2892.7 y 1372.71 cm^{-1} respectivamente y un grupo funcional de alcohol en compuestos cíclicos (CH-OH) con un número de onda de 1090.55 cm^{-1} (Shurvell, 2012).

En las muestras de DMF-grafito con un tiempo de licuación de 7h se pueden distinguir en la gráfica 14-3 cuando esta es irradiada a 50 kGy y en la gráfica 15-3 cuando es irradiado a 100 kGy observando los grupos funcionales adheridos al grafeno.

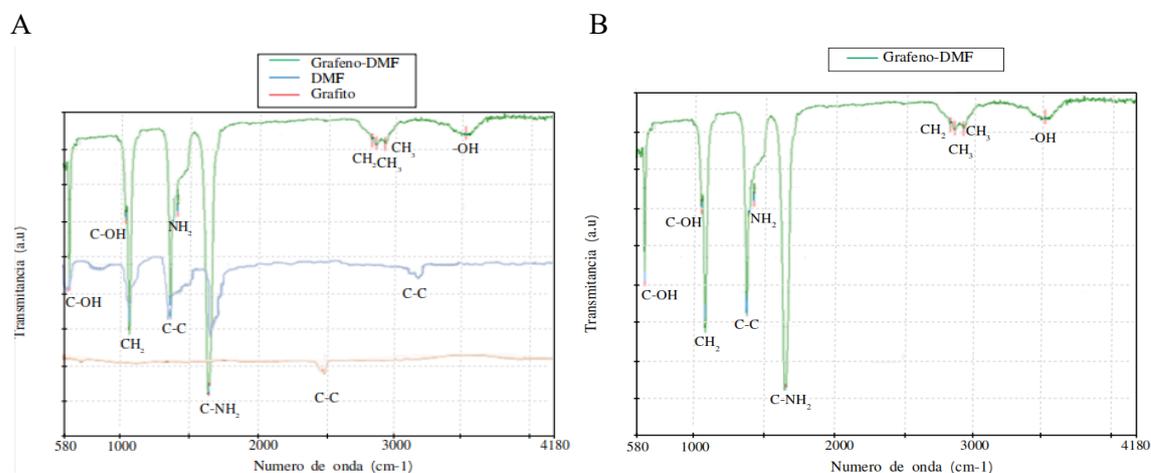


Gráfico 16-3: Comparación del Espectro Infrarrojo Grafeno-DMF, grafito y solvente (agua) con sus diferentes grupos funcionales (7h, 100%, 50kGy)

Realizado por: Luis Marín, 2019.

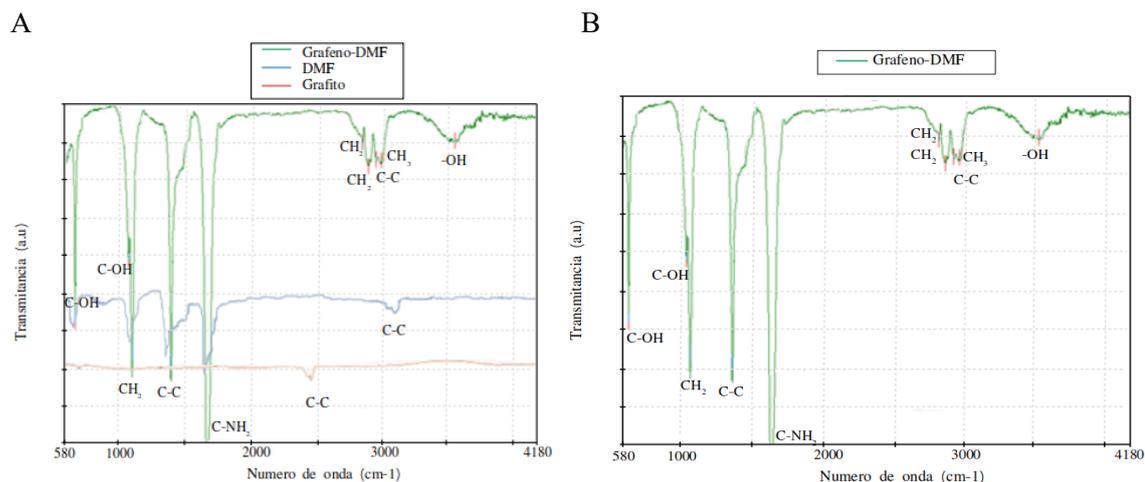


Gráfico 17-3: Comparación del Espectro Infrarrojo Grafeno-DMF, grafito y solvente (agua) con sus diferentes grupos funcionales (7h, 100%, 100kGy)

Realizado por: Luis Marín, 2019.

Se puede visualizar los diferentes grupos funcionales principales presentes en las gráficas 14-3 y 15-3. En la gráfica 14-3 estos son: alcohol o fenol (C-OH) en un número de onda de 3638.74 cm^{-1} , CH_3 , CH_3 y CH_3 en compuestos alifáticos en un número de onda de 2981.41, 2939.95 y

2885.81 cm^{-1} respectivamente, un grupo amida (C-NH_2) con un número de onda de 2834.78 cm^{-1} , un grupo funcional de amida en compuestos cíclicos (CH-NH_2) con un número de onda de 1663.3 cm^{-1} , tiene un enlace de carbono doble (C=C) con un número de onda de 1463.06 cm^{-1} , además posee alcohol en compuestos cíclicos (CH-OH) y (CH-OH) su número de onda es de 1064.51 y 1055.37 cm^{-1} respectivamente. Mientras que en la gráfica 15-3 se encuentran grupos funcionales similares: alcohol o fenol (C-OH) en un número de onda de 3638.74 cm^{-1} , CH_3 , CH_3 y CH_3 en compuestos alifáticos en un número de onda de 2981.41, 2939.95 y 2885.81 cm^{-1} respectivamente, un grupo amida (C-NH_2) con un número de onda de 2834.78 cm^{-1} , un grupo funcional de amida en compuestos cíclicos (CH-NH_2) con un número de onda de 1663.3 cm^{-1} , tiene un enlace de carbono doble (C=C) con un número de onda de 1463.06 cm^{-1} , además posee alcohol en compuestos cíclicos (CH-OH) y (CH-OH) su número de onda es de 1064.51 y 1055.37 cm^{-1} respectivamente (Shurvell, 2012).

3.4. Microscopia electrónica de barrido (SEM)

La caracterización SEM se realizó visualizaciones que se generan mediante detectores de electrones emitida por un haz de luz que incide sobre y la suspensión de grafeno la señal de electrones secundarios esta particularidad concede a la señal generar información en relieve lo cual permite observar la morfología de las muestras, permitiendo determinar la calidad de producto y posibles impurezas presentes en la estructura, con esta técnica se caracterizaron las mejores suspensiones de grafeno.

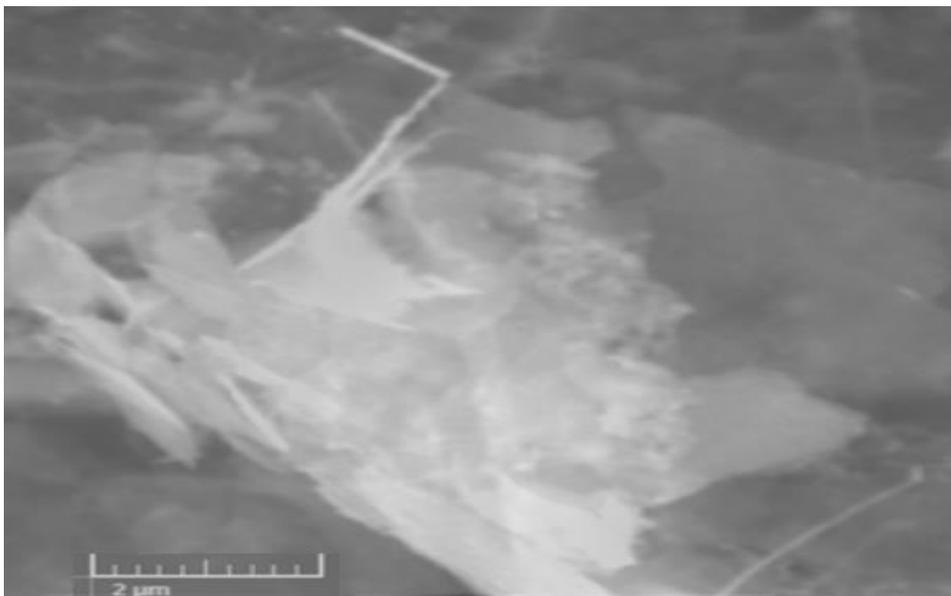


Figura 3-3: Imagen de la suspensión en Agua 7 horas de licuación y con una dosis de 100 kGy apariencia observada en el SEM

Realizado por: Luis Marín, 2019.

La imagen SEM de la figura 1-3 se obtuvo con voltaje de 10 kV e indica láminas planas transparentes que poseen una forma irregular con superficie lisa características típicas de grafeno, las láminas observadas se ubican en varias zonas por lo que existen zonas claras que refleja un desnivel de capas que se encuentran aglomeradas. Incluso se observan láminas gruesas que no terminaron de separarse completamente.

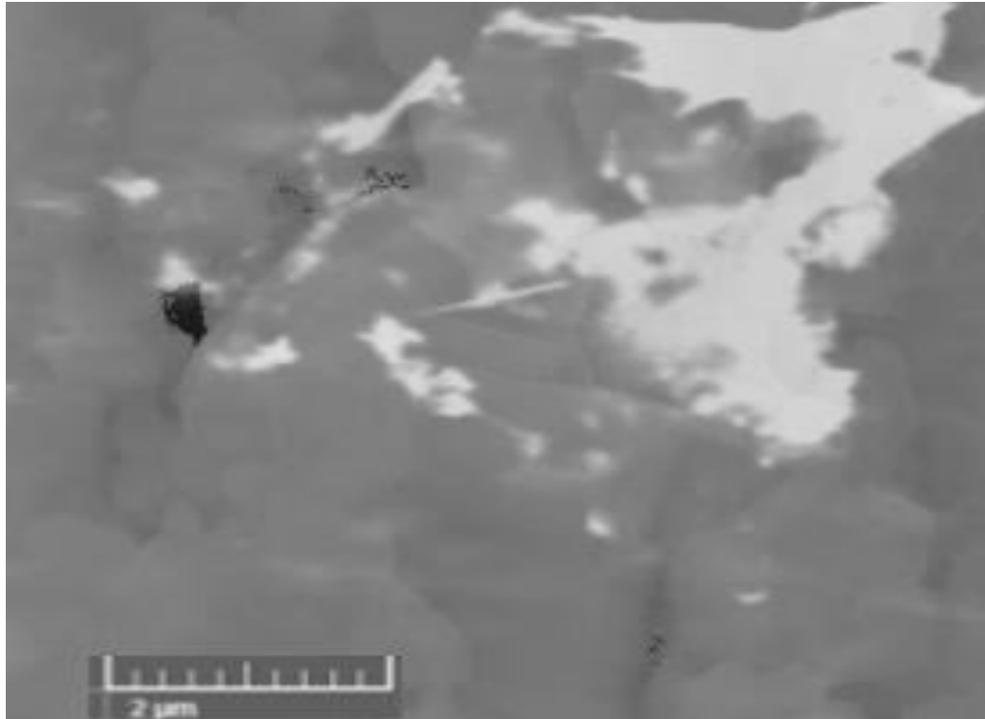


Figura 4-3: Imagen de la suspensión en Etanol 7 horas de licuación y con una dosis de 100 kGy apariencia observada en el SEM

Realizado por: Luis Marín, 2019.

Se observa en la figura que láminas de grafito de forma irregular, además se puede observar capas transparentes que muestran la presencia de grafeno en zonas irregulares.

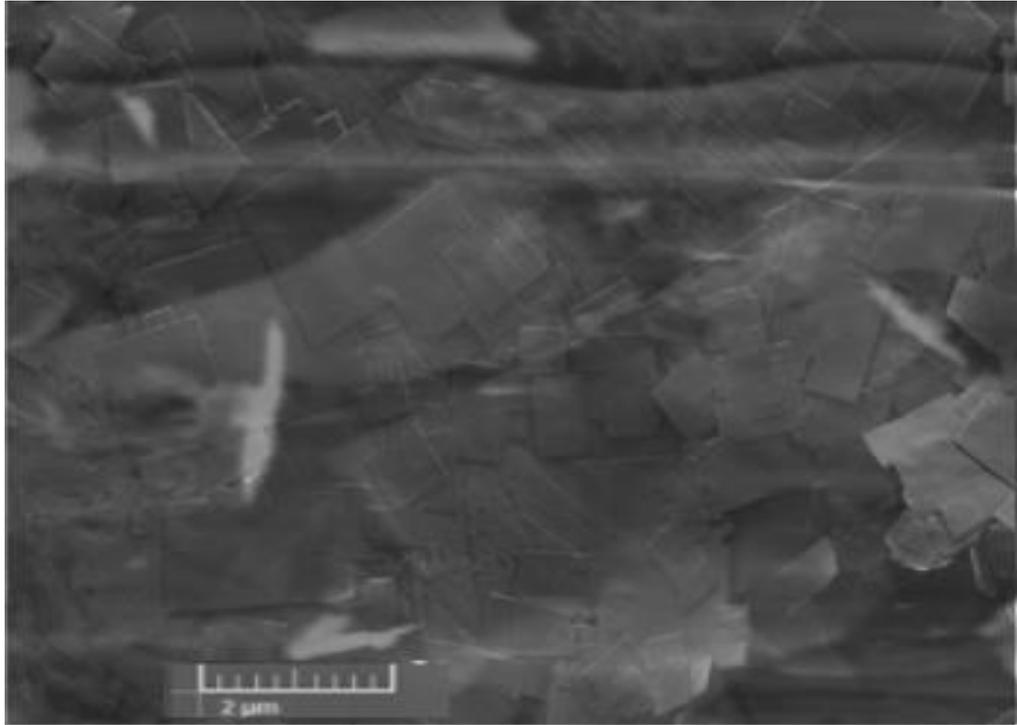


Figura 18-3: Imagen de la suspensión en DMF 7 horas de licuación y con una dosis de 100kGy apariencia observada en el SEM

Realizado por: Luis Marín, 2019.

En la ilustración 3-3 se observa capas de grafeno que se han aislado por completo de la aglomeración de capas de grafito, las líneas de color blanco en los alrededores de las capas son láminas de grafito que no se han separado completamente.

3.5. Discusión de resultados

Los índices de absorbancia alcanzo los intervalos de 260 a 270 nm para todos los análisis nm, que corresponden a la transición π - π^* característico de los alótropos de carbono, como se puede ver en la siguiente tabla en la cual se aprecia los picos más relevantes.

Tabla 17-3: Punto más relevante obtenido en el análisis por Espectroscopía UV con el agua como disolvente.

Tiempo de Licuación	Velocidad de licuación	Dosis absorbida (kGy)	Longitud de onda más relevante (nm)	Absorbancia
2h	50%	50	267	0,2699
		100	267	0,2699
	75%	50	267	0,2814
		100	267	0,2814
	100%	50	267	0,32
		100	267	0,32
5h	50%	50	264	0,347
		100	264	0,3094
	75%	50	264	0,3626
		100	264	0,3481
	100%	50	264	0,372
		100	264	0,4115
7h	50%	50	267	0,32
		100	267	0,2965
	75%	50	267	0,377
		100	267	0,369
	100%	50	267	0,4637
		100	267	0,4199

Realizado por: Luis Marín, 2019.

En el caso de la muestra con agua como disolvente al ser irradiado con 50kGy y por procesos de licuación de 7h con una velocidad del 100% se puede apreciar dos longitudes de onda, la primera se encuentra en 264 nm y la segunda en 267 nm aquí se encuentra el punto más relevante 0.4637% observando una mayor estabilidad con este proceso.

Tabla 18-3: Punto más relevante obtenido en el análisis por Espectroscopía UV con el etanol como disolvente.

Tiempo de Licuación	Velocidad de licuación	Dosis absorbida (kGy)	Longitud de onda más relevante (nm)	Absorbancia
2h	50%	50	267	0,3084
		100	267	0,337
	75%	50	267	0,3705
		100	267	0,3491
	100%	50	267	0,365
		100	267	0,3712
5h	50%	50	267	0,361
		100	267	0,4109
	75%	50	267	0,361
		100	267	0,41
	100%	50	267	0,363
		100	267	0,4115
7h	50%	50	267	0,4005
		100	267	0,3782
	75%	50	267	0,3621
		100	267	0,3757
	100%	50	267	0,4005
		100	267	0,38

Realizado por: Luis Marín, 2019.

Se puede observar que en el caso de la muestra con etanol como disolvente muestra los índices de absorbancia menor que las muestras con agua siendo el punto más relevante en 0,4115%, cuando esta es puesta a procesos de licuación de 7h con una velocidad del 100% y una dosis absorbida de 100 kGy.

Tabla 19-3: Punto más relevante obtenido en el análisis por Espectroscopía UV con el DMF como disolvente.

Tiempo de Licuación	Velocidad de licuación	Dosis absorbida (kGy)	Longitud de onda más relevante (nm)	Absorbancia
2h	50%	50	267	0,432
		100	267	0,428
	75%	50	267	0,4689
		100	267	0,4595
	100%	50	267	0,4761
		100	267	0,4787
5h	50%	50	267	0,43
		100	267	0,43
	75%	50	267	0,4501
		100	267	0,4501
	100%	50	267	0,5803
		100	267	0,5803
7h	50%	50	267	0,43
		100	267	0,43
	75%	50	267	0,4501
		100	267	0,4501
	100%	50	267	0,5803
		100	267	0,5803

Realizado por: Luis Marín, 2019.

Se puede observar que en DMF resulto ser mejor el disolvente, además se pudo notar que a 5h de licuación con sus distintas concentraciones y con una dosis de 50 kGy se obtiene los mismos niveles de absorbancia de 0,5803% correspondiente de 7h de licuación con sus distintas concentraciones y con una dosis de 100 kGy, lo que significa que no es necesario exponerla a altas dosis. Basados en esta información, definimos la eficiencia de la exfoliación como el rendimiento de la exfoliación por unidad de tiempo, basándose en estas discusiones, no se recomienda prolongar el tiempo de licuación para dar una mayor concentración de grafeno. En nuestro estudio, se considera que el tiempo de licuación óptimo de 5 horas, ya que se puede obtener grafeno micrométrico.

Se observó que las muestras en etanol tenían una tonalidad más transparente con partículas grafiticas en suspensión lo cual indica un bajo grado de exfoliación o un alto nivel de precipitación mientras que las muestras con DMF se mostraban más oscuras y homogéneas, este fenómeno puede deberse a una mejor exfoliación en comparación con el etanol.

Durante la exfoliación en medio líquida, la etapa de centrifugación es ponderante en la preparación de dispersiones estables de grafeno ya que esta conduce a la precipitación de copos de grafeno y partículas de grafito no exfoliadas, mientras que se conservan las hojas de nano-grafíticas en el sobrenadante. En publicaciones anteriores se encontró que la estabilidad de los coloides de grafeno podría ser significativamente mejorada a mayores velocidades de centrifugación (RPM). Una mayor velocidad de esta variable resulta en concentraciones más uniformes en el tiempo

Se pueden mejorar reciclando las partículas de grafito no exfoliadas completamente, realizando otra vez el mismo proceso de síntesis propuesto, el cual lo podemos definir como un proceso óptimo para la síntesis de grafeno este proceso puede ser implementado a escala industrial debido a que se puede aprovechar usando agua.

CONCLUSIONES

- Con un acelerador de electrones se realizó la irradiación de las muestras obtenidas, mismas que se iniciaron con grafito y se emplearon tres disolventes con diferentes puntos de ebullición y coeficiente dispersivo mediante exfoliación en fase líquida, se variaron diferentes parámetros en el proceso como el tiempo y velocidad de licuación para posteriormente lograr la síntesis de grafeno.
- Mediante espectroscopia UV-visible se pudo comprobar la presencia del grafeno por su pico característico en 264 y 267 nm que corresponde a la transición $\pi-\pi^*$, observando un punto de equilibrio en el disolvente de DMF con sus distintas concentraciones debido a que sus muestras exponen un comportamiento similar al incrementar el tiempo y velocidad de licuación.
- El espectro infrarrojo se analizó a las suspensiones de grafeno demostrando la existencia de distintos grupos funcionales presentes en el mismo, para el etanol se evidenciaron grupos hidroxilos en torno a los 3200 cm^{-1} , mientras que en dimetilformamida se determinó la presencia de grupos aminos, carbonilos y nitrocompuestos en rangos de 1000-1500 cm^{-1} , en cambio en el disolvente agua no se pudo observar sus grupos funcionales debido a que el equipo solo detecta grupos funcionales orgánicos adheridos al material.
- La morfología de las capas de grafeno fue estudiada cualitativamente mediante microscopia electrónica de barrido la cual permitió observar la tonalidad transparente de las superficies irregulares propias del grafeno mostradas en una escala de 2 μm con una intensidad de 10 kV.

RECOMENDACIONES

- Se recomienda durante la licuación dejar reposar por cada hora de licuación 15 minutos de descanso para el caso de la mezcla de DMF-grafito mientras que para agua-grafito y etanol-grafito debe reposar por cada hora de licuación 10 minutos además durante este proceso esté libre de impurezas.
- Es recomendable recolectar los residuos después de cada proceso para realizar una recuperación de solventes el cual se puede volver a procesos de licuación e irradiación para sintetizar grafeno.
- Al momento de la irradiación se deben considerar seguridad radiológica para evitar cualquier accidente, siempre debe estar presente una persona encargada del equipo con conocimientos del mismo.

GLOSARIO

Dosis de radiación: Es la cantidad de radiación absorbida por los alimentos, la unidad de dosis según el sistema internacional es el Gray, esta dosis es controlada principalmente por el tiempo durante el cual los alimentos están expuestos a la radiación (Sendra, E., Capellas, M. y Guamis, B., 2001 pág. 144).

Gray: El Gray es una moderna unidad de dosis de radiación con la cual se mide la sensibilidad de los microorganismos a las radiaciones, se define como la absorción de un julio de energía de radiación por kilogramo de materia (1 julio/Kg) (Suárez, 2001 pág. 124).

BIBLIOGRAFÍA

FAN, X, et al. *Chemical amination of graphene oxides and their extraordinary properties in the detection of lead ions.* 2011 12, United States of America : Nanoscale, 2011, Vol. 3

NOVOSELOV, K., et al. *Electric field effect in atomically thin carbon films.* 2004, 5696, United Kingdom: Science, 2004, Vol. 306. III.

GONG, X., et al. *Functionalized-Graphene Composites: Fabrication and Applications in Sustainable Energy and Environment.* 2016 22, Polonia : Chemistry of Materials, 2016, Vol. 28.

CASTRO-BELTRÁN A., et al. (2011). *Obtención de grafeno mediante la reducción de óxido de grafito.* Ingenierías (24), 34-42.

GRIGORENKO, A. N.; POLINI, Marco; NOVOSELOV, K. S. *Graphene plasmonics.* Nature photonics, 2012, vol. 6, no 11, p. 749.

GEIM, Andre Konstantin. *Graphene: status and prospects.* science, 2009, vol. 324, no 5934, p. 1530-1534.

MAK, Kin Fai, et al. *Optical spectroscopy of graphene: From the far infrared to the ultraviolet.* Solid State Communications, 2012, vol. 152, no 15, p. 1341-1349.

LI, Z. Q., et al. *Dirac charge dynamics in graphene by infrared spectroscopy.* Nature Physics, 2008, vol. 4, no 7, p. 532-535.

JIANG, Z., et al. *Infrared spectroscopy of Landau levels of graphene.* Physical review letters, 2007, vol. 98, no 19, p. 197403.

TUNG, Vincent C., et al. *High-throughput solution processing of large-scale graphene.* Nature nanotechnology, 2009, vol. 4, no 1, p. 25.

MIKHAILOV, Sergey (ed.). *Physics and Applications of Graphene: Experiments.* BoD–Books on Demand, 2011.

WANG, Ying, et al. *Graphene and graphene oxide: biofunctionalization and applications in biotechnology*. Trends in biotechnology, 2011, vol. 29, no 5, p. 205-212.

AGUIRRE YAGÜE, Francisco, et al. *Síntesis y caracterización de capas conductoras de Óxido de grafeno (GO): propiedades vibracionales bajo condiciones extremas de presión y temperatura*. 2015.

BAUTISTA FLORES, Claudia, et. al. *Observación de capas de grafeno mediante contraste óptico y dispersión Raman*. Mundo Nano. Revista Interdisciplinaria en Nanociencias y Nanotecnología, 2013, vol. 6, no 11.

TOMÁS, Borrell, et al. *Materiales De Carbono. del Grafito Al Grafeno*. Editorial Universitat Politècnica de València, 2015.

GEIM, Andre K.; NOVOSELOV, Konstantin S. *The rise of graphene. En Nanoscience and technology: a collection of reviews from nature journals*. 2010. p. 11-19.

NETO, AH Castro, et al. *The electronic properties of graphene. Reviews of modern physics*, 2009, vol. 81, no 1, p. 109.

Neto, AH Castro, et al. *The electronic properties of graphene. Reviews of modern physics*, 2009, vol. 81, no 1, p. 109.

BALANDIN, Alexander A. *Thermal properties of graphene and nanostructured carbon materials*. Nature materials, 2011, vol. 10, no 8, p. 569-581.

TANNOCK, Q.; DUFFY, R. *Patenting Flatland: Graphene–Exploitation challenges and opportunities*. 2012.

AIZAWA, T., et al. *Anomalous bond of monolayer graphite on transition-metal carbide surfaces* 2008 64, Germany Springer-Berlin : Phys, 2008, Vol. 12

ATHAR, T. 2015. *Emerging Nanotechnologies for Manufacturing. In W.* [En línea] 2015. [Citado: 14 de julio de 2019.]

<http://dx.doi.org/10.1016/B978-0-323-28990-0.00017-8>.

VIJAYARAGHAVAN , A. *Graphene – Properties and Characterization* 2013. Springer Berlin Heidelberg : Springer Handbook of Nanomaterials, 2013, Vol. 50.

SOCIEDAD EUROPEA GRAFENO . 2020. SEGRA. [En línea] 2020. [Citado: 14 de julio de 2019.] <http://eurographene.com/>.

TORRES, L., ROCHE, S. & CHARLIER, J. *Introduction to Graphene-Based Nanomaterials: From Electronic Structure to Quantum Transport*. 2014. 12, Universidad de Cambridge : Polym. Adv. Technol, 2014, Vol. 22.

LEE, C., et al. *Two-dimensional gas of massless Dirac fermions in graphene*. 5887, United States of America : Science, 2008, Vol. 321.

NIYOGI, Sandip, et al. *Solution properties of graphite and graphene*. Journal of the American Chemical Society, 2006, vol. 128, no 24, p. 7720 -7721.

WESTERVELT, R. M. *Graphene nanoelectronics*. *Science*, 2008, vol. 320, no 5874, p. 324-325. **WANG, Ying, et al.** Graphene and graphene oxide: biofunctionalization and applications in biotechnology. *Trends in biotechnology*, 2011, vol. 29, no 5, p. 205-207

LEMME, Max C., et al. *A graphene field-effect device*. *IEEE Electron Device Letters*, 2007, vol. 28, no 4, p. 282-284. **NETO, AH Castro, et al.** The electronic properties of graphene. *Reviews of modern physics*, 2009, vol. 81, no 1, p. 109.

SOLDANO, Caterina. , et al. *Production, properties and potential of graphene*. *Carbon*, 2010, vol. 48, no 8, p. 2127-2150. **ABERGEL, D. S. L., et al.** Properties of graphene: a theoretical perspective. *Advances in Physics*, 2010, vol. 59, no 4, p. 263-264

ABERGEL, D. S. L., et al. *Properties of graphene: a theoretical perspective*. *Advances in Physics*, 2010, vol. 59, no 4, p. 264.

LEMME, Max C., et al. *A graphene field-effect device*. *IEEE Electron Device Letters*, 2007, vol. 28, no 4, p. 282-284

TOUR, James M. *Top-down versus bottom-up fabrication of graphene-based electronics*. *Chemistry of Materials*, 2014, vol. 26, no 1, p. 163.

CAI, Jinming, et al. Atomically precise bottom-up fabrication of graphene nanoribbons. *Nature*, 2010, vol. 466, no 7305, p. 470-471

LIU, Wei, et al. Synthesis of high-quality monolayer and bilayer graphene on copper using chemical vapor deposition. *Carbon*, 2011, vol. 49, no 13, p. 4122.

YUAN, G. D., et al. Graphene sheets via microwave chemical vapor deposition. *Chemical Physics Letters*, 2009, vol. 467, no 4-6, p. 361-364.

ZHANG, Y. H., et al. The distribution of wrinkles and their effects on the oxidation resistance of chemical vapor deposition graphene. *Carbon*, 2014, vol. 70, p. 81.

SUTTER, Peter W.; FLEGE, Jan-Ingo; SUTTER, Eli A. Epitaxial graphene on ruthenium. *Nature materials*, 2008, vol. 7, no 5, p. 406-408.

CAMARA, Nicolas, et al. Selective epitaxial growth of graphene on SiC. *Applied Physics Letters*, 2008, vol. 93, no 12, p. 102

GRANDTHYLL, Samuel, et al. Epitaxial growth of graphene on transition metal surfaces: chemical vapor deposition versus liquid phase deposition. *Journal of Physics: Condensed Matter*, 2012, vol. 24, no 31, p. 314.

ZHU, Jun. Graphene production: New solutions to a new problem. *Nature nanotechnology*, 2008, vol. 3, no 9, p. 528

LIN, Tianquan, et al. Scotch-tape-like exfoliation of graphite assisted with elemental sulfur and graphene-sulfur composites for high-performance lithium-sulfur batteries. *Energy & Environmental Science*, 2013, vol. 6, no 4, p. 12.

CIESIELSKI, Artur; SAMORÌ, Paolo. Graphene via sonication assisted liquid-phase exfoliation. *Chemical Society Reviews*, 2014, vol. 43, no 1, p. 381-385. CUI, Xu, et al. Liquid-phase exfoliation, functionalization and applications of graphene. *Nanoscale*, 2011, vol. 3, no 5, p. 2118-2126 .

CIESIELSKI, Artur; SAMORÌ, Paolo. Supramolecular Approaches to Graphene: From Self-Assembly to Molecule-Assisted Liquid-Phase Exfoliation. *Advanced materials*, 2016, vol. 28, no 29, p. 60.

ZHOU, Ming, et al. Production of graphene by liquid-phase exfoliation of intercalated graphite. *Int. J. Electrochem. Sci*, 2014, vol. 9, no 2, p. 8

GARRIDO, Nuno M., et al. Using molecular simulation to predict solute solvation and partition coefficients in solvents of different polarity. *Physical Chemistry Chemical Physics*, 2011, vol. 13, no 20, p. 91-96.

SIPOS, Laszlo; DE, Priyadarsi; FAUST, Rudolf. Effect of temperature, solvent polarity, and nature of Lewis acid on the rate constants in the carbocationic polymerization of isobutylene. *Macromolecules*, 2003, vol. 36, no 22, p. 82-88.

PubChem. National Center for Biotechnology Information. N,N-Dimethylformamide [En línea] 14 de noviembre de 2019. [Consultado: 14 de noviembre de 2019].
<https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/6228>

PubChem. National Center for Biotechnology Information. Water [En línea] 14 de noviembre de 2019. [Consultado: 14 de noviembre de 2019].
<https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/962>

PubChem. National Center for Biotechnology Information. Ethanol [En línea] 14 de noviembre de 2019. [Consultado: 14 de noviembre de 2019].
<https://pubchem.ncbi.nlm.nih.gov/compound/Ethanol>

MDCSN . Curso de supervisores de instalaciones Radiactivas.. [En línea] 21 de septiembre de 2019. [Consultado: 21 de septiembre de 2019].
http://csn.ciemat.es/MDCSN/recursos/ficheros_md/764096047_1572009112411.pdf.

ORGANIZACIÓN MUNDIAL DE LA SALUD. OMS. Irradiation. [En línea] 21 de septiembre de 2019. [Consultado: 21 de septiembre de 2019].
https://apps.who.int/iris/bitstream/handle/10665/36940/9243542400_spa.pdf;jsessionid=47D1517E3C7C1DE6AB9CEC3775DAF037?sequence=1. ISBN 9243542400.

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