



ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO

FACULTAD DE CIENCIAS

CARRERA FÍSICA

**OBTENCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE POCAS CAPAS DE
GRAFENO EN FASE LÍQUIDA ASISTIDO CON ZEOLITA
NATURAL USANDO SOLVENTES DE BAJO PUNTO DE
EBULLICIÓN**

Trabajo de Integración Curricular

Tipo: Proyecto Integrador

Presentado para optar al grado académico de:

FÍSICO

AUTOR: KARLA MICHELLE AYALA ROBALINO

DIRECTORA: Ing. GABRIELA VIVIANA TUBON USCA PhD.

Riobamba – Ecuador

2022

©2022, Karla Michelle Ayala Robalino

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, KARLA MICHELLE AYALA ROBALINO declaro que el presente Trabajo de Integración Curricular es de mi autoría y los resultados de este son auténticos. Los textos en el documento que provienen de otras fuentes están debidamente citados y referenciados.

Como autora asumo la responsabilidad legal y académica de los contenidos de este Trabajo de Integración Curricular. El patrimonio intelectual de la Tesis de Grado pertenece a la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo.

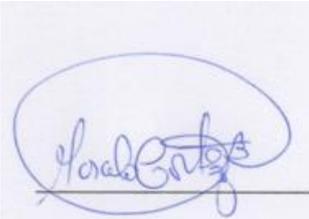
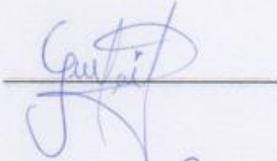
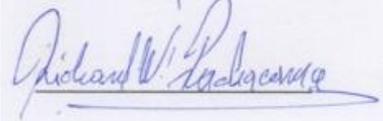
Riobamba, 8 de marzo de 2022



Karla Michelle Ayala Robalino
060403904-0

ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO
FACULTAD DE CIENCIAS
CARRERA FÍSICA

El Tribunal del Trabajo de Integración Curricular certifica que: el Trabajo de Integración Curricular : Tipo: Proyecto Integrador, **OBTENCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE POCAS CAPAS DE GRAFENO EN FASE LÍQUIDA ASISTIDO CON ZEOLITA NATURAL USANDO SOLVENTES DE BAJO PUNTO DE EBULLICIÓN**, realizado por la señorita: **KARLA MICHELLE AYALA ROBALINO** , ha sido minuciosamente revisado por los Miembros del Tribunal del Trabajo de Integración Curricular , el mismo que cumple con los requisitos científicos, técnicos, legales, en tal virtud el Tribunal Autoriza su presentación.

	FIRMA	FECHA
Mat. Marcelo Cortez Bonilla Mgt. PRESIDENTE DEL TRIBUNAL		2022-03-11
Ing. Gabriela Viviana Tubón Usca PhD. DIRECTORA DEL TRABAJO DE INTEGRACIÓN CURRICULAR		2022-03-11
Dr. Richard Willians Pachacama Choca Mgt MIEMBRO DEL TRIBUNAL		2022-03-11

DEDICATORIA

A mi familia por apoyarme en cada momento y nunca dejarme sola, especialmente a mis padres Remigio Ayala y Teresa Robalino, igual que a mi hermano Jairo Ayala.

A mis amigos por estar apoyándome siempre incondicionalmente.

A mis mascotas que las amo mucho.

Karla

AGRADECIMIENTO

A todos mis profesores que me han sabido guiar para poder culminar esta etapa.
A Gabriela Tubón PhD. por la paciencia y confianza depositada en mí.

Karla

TABLA DE CONTENIDO

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

CAPÍTULO I

1. MARCO REFERENCIAL.....	3
1.1. Antecedentes.....	3
1.2. Planteamiento del problema.....	4
1.2.1. <i>Justificación</i>	5
1.3. Objetivos.....	5
1.3.1. <i>Objetivo General</i>	5
1.3.2. <i>Objetivos Específicos</i>	6
1.4. Marco Teórico.....	6
1.4.1. Estado del arte.....	6
1.4.1.1. <i>Carbono</i>	6
1.4.1.2. <i>Grafito</i>	6
1.4.1.3. <i>Grafeno</i>	7
1.4.1.4. <i>Propiedades del grafeno</i>	8
1.4.1.5. <i>Propiedades electrónicas del grafeno</i>	8
1.4.1.6. <i>Propiedades térmicas del grafeno</i>	8
1.4.1.7. <i>Aplicaciones del Grafeno</i>	9
1.4.1.8. <i>Exfoliación Mecánica</i>	10
1.4.1.9. <i>Técnicas de exfoliación en fase líquida del grafito</i>	10
1.4.1.10. <i>Sonicación</i>	11
1.4.2. <i>Disolventes</i>	11
1.4.2.1. <i>Etanol</i>	11
1.4.2.2. <i>Alcohol isopropílico</i>	11
1.4.3. <i>Equipos</i>	12
1.4.3.1. <i>Microscopio Electrónico de Barrido (SEM)</i>	12

1.4.3.2.	<i>Conductímetro</i>	12
----------	----------------------------	----

CAPÍTULO II

2.	METODOLOGÍA	14
2.1.	Tipo de investigación	14
2.2.	Diseño de la investigación	14
2.3.	Diseño Experimental	15
2.3.1.	<i>Obtención de la muestra para 2-4-6 horas con proporción grafito zeolita (1:1)</i>	15
2.3.2.	<i>Obtención de la muestra para 2-4-6 horas con proporción grafito zeolita (1:0,5)</i> ...	15
2.3.3.	<i>Obtención de la muestra para 2-4-6 horas con proporción grafito zeolita (1:2)</i>	16
2.4.	Diseño de análisis estadístico	16
2.5.	Operacionalización de las variables	19
2.6.	Localización del estudio	21
2.7.	Población de estudio	21
2.8.	Tamaño del muestreo	21
2.9.	Método de muestreo	21
2.10.	Técnicas de recolección de datos	21
2.11.	Instrumentación utilizada en la recolección de datos	22
2.11.1.	<i>Espectrofotómetro</i>	22
2.11.2.	<i>Microscopio Electrónico de Barrido</i>	23
2.11.3.	<i>Medidor multiparamétrico de pH y CE</i>	24
2.12.	Determinación de la concentración de grafeno	24
2.13.	Materiales y reactivos	25

CAPÍTULO III

3.	MARCO DE ANÁLISIS E INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS	26
3.1.	UV-visible	26
3.2.	Microscopia electrónica de barrido (SEM)	27
3.3.	Efectos de la temperatura	30
3.4.	Estadística descriptiva en función del tiempo y la concentración final	30
3.4.1.	<i>Estadística descriptiva en función del tiempo de sonicación</i>	30
3.4.2.	<i>Estadística descriptiva en función de la concentración final</i>	32
3.5.	Conductividad del grafeno	33
3.6.	Estabilidad de la conductividad del grafeno	35

3.7. Análisis de varianza con dos factores	36
CONCLUSIONES.....	39
RECOMENDACIONES.....	40
GLOSARIO	
BIBLIOGRAFÍA	
ANEXOS	

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1 -2:	Análisis de varianza (ANOVA) respecto al disolvente Etanol.....	17
Tabla 2 -2:	Análisis de varianza (ANOVA) respecto al disolvente Isopropanol	17
Tabla 3 -2:	Diseño experimental	18
Tabla 4 -2:	Identificación de variables	19
Tabla 5 -2:	Operacionalización de Variables	19
Tabla 6 -2:	Reactivos	25
Tabla 7 -2:	Materiales	25
Tabla 1 -3:	Composición de la zeolita natural	29
Tabla 2 -3:	ANOVA del etanol con los valores concentración.....	37
Tabla 3 -3:	ANOVA del alcohol isopropílico	37

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1 - 1:	Grafeno. Madre de todas las formas gráficas.	7
Figura 1 - 2:	Diagrama de bloques de las etapas para la obtención de grafeno	16
Figura 2 - 2:	Espectrofotómetro	22
Figura 3 - 2:	Microscopio electrónico de barrido (SEM)	23
Figura 4 - 2:	Medidor multiparámetros pH y CE	24
Figura 1 - 3:	Uv-vis del grafeno exfoliado	27
Figura 2 - 3:	Espectros UV-vis de muestras de zeolita	27
Figura 3 - 3:	SEM Etanol	28
Figura 4 - 3:	SEM Isopropanol y zeolita	29
Figura 5 - 3:	Espectro EDS de la Zeolita natural	30
Figura 6 - 3:	Análisis de tiempo vs concentración final	31
Figura 7 - 3:	Análisis de tiempo vs concentración final	32
Figura 8 - 3:	Conductividad del grafeno en función de tiempo de exfoliación en etanol.....	34
Figura 9 - 3:	Conductividad del grafeno en isopropanol	34
Figura 10 - 3:	Conductividad del grafeno una semana después.....	36

ÍNDICE DE ANEXOS

ANEXO A: CÓDIGOS DE MUESTRAS

ANEXO B: TABLA DE CONCENTRACIONES (ETANOL)

ANEXO C: TABLA DE CONCENTRACIONES (ISOPROPANOL)

ANEXO D: TABLA DE CONDUCTIVIDAD

ANEXO E: TABLA DE CONDUCTIVIDAD UNA SEMANA DESPUÉS

ANEXO F: PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS

ANEXO G: ESPECTRO DE UV – VISIBLE ABSORBANCIA VS LONGITUD DE ONDA

ANEXO H: FICHA TÉCNICA DE LA ZEOLITA

ÍNDICE DE ABREVIATURAS

UV-Vis	Espectroscopía Ultravioleta Visible
SEM	Microscopía de Barrido Electrónico
EDS	Espectroscopía de Rayos X por Dispersión en Energía
RPM	revoluciones por minuto
min	Minutos
ml	Mililitros
h	Horas
mg	Miligramos
µg	Microgramos
µm	Micrómetros
kV	Kilovoltios
µS	micro Siemens
msnm	metros sobre el nivel del mar
hPa	presión atmosférica

RESUMEN

Debido a sus propiedades únicas, el grafeno ha atraído una gran atención en muchos campos de investigación. Diferentes métodos de síntesis de grafeno se han desarrollado buscando un enfoque eficiente y amigable al medio ambiente. En este trabajo de integración curricular, se presentó la exfoliación en fase líquida (LPE) de grafito, proceso que ha ido generando un aumento de interés en los investigadores, académicos e industriales, debido a su simplicidad, bajo costo y escalabilidad. Esta exfoliación del grafito se logró mediante la sonicación asistida por zeolita natural en un medio acuoso, en este caso, como medio acuoso se utilizó etanol e isopropanol, en las proporciones adecuadas. Durante el desarrollo del experimento, se varió tanto el tiempo de sonicación, así como la proporción de grafito y zeolita, para de esta manera identificar cuál de las muestras presentó el mejor resultado respecto a concentración y conductividad. Se determinó que el tiempo de sonicación y la proporción de grafito zeolita tienen influencia directa en la obtención de la concentración y de la conductividad. La energía generada por la disipación de ondas ultrasónicas se utilizó tal cual; y posterior la centrifugación para homogenizar los resultados. Evidenciándose así, que la dispersión de grafeno fue estable y se observó que la zeolita ayuda a evitar la agregación de grafeno. Los resultados de caracterización mostraron grafeno multi capas bien dispersado, sin ningún daño significativo en su estructura general, esto se consiguió establecer mediante la comprobación de las muestras utilizando el microscopio electrónico de barrido. El grafeno obtenido por este método tiene varias aplicaciones potenciales como son: materiales compuestos, recubrimientos conductores, almacenamiento de energía, dispositivos electrónicos, entre otros.

Palabras clave: <GRAFENO>, <ZEOLITA>, <SONICACIÓN>, <ISOPROPANOL>, <ETANOL>, <EXFOLIACIÓN MECÁNICA>, <CONDUCTIVIDAD>.



ABSTRACT

Due to its unique properties, graphene has attracted great attention in many research fields. Different graphene synthesis methods have been developed in search of an efficient and environmentally friendly approach. In this curriculum integration work, the liquid phase exfoliation (LPE) of graphite was presented, a process that has been generating increasing interest among researchers, academics, and industrialists, due to its simplicity, low cost and scalability. This exfoliation of graphite was achieved by natural zeolite-assisted sonication in an aqueous medium, in this case, ethanol and isopropanol were used as the aqueous medium, in the appropriate proportions. During the experiment, the sonication time was varied, as well as the proportion of graphite and zeolite, in order to identify which of the samples showed the best results in terms of concentration and conductivity. It was determined that the sonication time and the ratio of graphite to zeolite had a direct influence on the concentration and conductivity. The energy generated by the dissipation of ultrasonic waves was used as is and then centrifugation was used to homogenise the results. The graphene dispersion was found to be stable, and the zeolite was observed to help prevent graphene aggregation. The characterisation results showed well dispersed multi-layered graphene, without any significant damage to its overall structure, which was established by checking the samples using the scanning electron microscope. The graphene obtained by this method has several potential applications such as: composite materials, conductive coatings, energy storage, electronic devices, among others.

Keywords: <GRAPHENE>, <ZEOLITE>, <SONICATION>, <ISOPROPANOL>, <ETHANOL>, <MECHANICAL EXFOLIATION>, <CONDUCTIVITY>.



Dra. Carmita Eulalia Rojas Castro. Mgs.

0602890469

1052-DBRA-UTP-2022

INTRODUCCIÓN

El grafeno es una de las últimas formas descubiertas del carbono, a la que no se le había dado importancia, ni apreciado su potencial. El término grafeno se empieza a utilizar a partir del año 1986 con el afán de definir a cada una de las capas del grafito, sin embargo, el término grafeno se puede utilizar solamente cuando se trata de las reacciones, las relaciones estructurales o propiedades de varias capas, definiéndose el grafeno como hidrocarburo aromático policíclico infinitamente alternante de anillos, con solo seis átomos de carbono. Se considera por tanto que el grafeno es un material bidimensional donde cada átomo de carbono se une a otros tres mediante enlaces sp^2 , mostrando una estructura semejante al de un panal de abejas. (Menéndez , y otros, 2014 pág. 3).

En la presente investigación se va a realizar la obtención y caracterización de pocas capas de grafeno en fase líquida asistido con zeolita natural, con la utilización de solventes de bajo punto de ebullición, material que puede ser utilizado en remediación ambiental, biológica, nanomedicina y principalmente en nanoelectrónica.

En base a una investigación previa se pretende probar una alternativa para producir grafeno en fase líquida, con disolventes de bajo punto de ebullición, mediante el uso de zeolitas naturales, a fin de lograr mayor estabilidad de los copos de grafeno en el tiempo, comparada con la estabilidad lograda mediante métodos tradicionales.

Profundizar en el estudio de la obtención de grafeno en fase líquida es de interés académico e industrial, para realizar aportes a investigaciones previas, ayudando a mejorar las imperfecciones ya conocidas.

El trabajo de titulación es de índole cuantitativa con objetivo aplicado. Según la manipulación de variables se considera experimental y según el tipo de inferencia es deductivo. Se tomará una muestra por cada tipo de análisis y por cada tipo de disolvente, aproximadamente un mínimo de 72 muestras. El método para la recolección de muestras será aleatorio simple, tomando en cuenta las diferentes espectroscopias y apoyados en el análisis con software especializado científico.

En el capítulo I, se aborda el marco teórico, incluyendo conceptos como el del carbono, grafito, grafeno, así como sus propiedades, sin descuidar sus métodos de obtención, información relevante para el desarrollo de los experimentos. Se abordan los métodos de obtención del grafeno en fase líquida, como procedimiento fundamental para el desarrollo de esta investigación.

En el capítulo II, se aborda el marco metodológico, el cual consta de los procedimientos para la obtención del grafeno en fase líquida, sumados a los procesos experimentales, preparación y enfoque de muestras, uso y procesamiento de los datos e información obtenida.

El análisis e interpretación de resultados abarca el capítulo III, donde se describen los efectos alcanzados en la obtención de grafeno multicapa, identificando el método más adecuado para su obtención mediante las pruebas realizadas en el experimento.

Finalmente, como resultado del experimento y su respectivo análisis, se pudo comprobar que la zeolita ayuda a la exfoliación del grafeno, pues se obtuvieron muestras con mejor conductividad y concentración, siendo estas las propiedades más relevantes que debe poseer el grafeno para identificar que tiene una mejor calidad.

CAPÍTULO I

1. MARCO REFERENCIAL

1.1. Antecedentes

Obtener grafeno es conseguir un nano material, con una cantidad de propiedades estructurales, que admiten la producción de nanocompuestos poliméricos, y se caracterizan principalmente por la dispersión homogénea de partículas con dimensiones nanométricas como es el caso del grafeno. Con este antecedente, el grafeno es considerado como la unidad básica estructural de ciertos alótropos de carbono, entre ellos: nanotubos de carbono, fullerenos y grafito. Debido a sus propiedades mecánicas químicas y eléctricas, han sido considerados en varios campos de aplicación entre los cuales tenemos: medicina, electrónica, espintrónica, detecciones, conversión y almacenamiento de energía y revestimientos inteligentes Debido a su interés industrial y académico se han propuesto métodos químicos y físicos para su obtención (Cayambe, 2015: p.7).

En el año 2010 (Cayambe, 2015: p.7). pudo obtener grafeno mediante sonicación de grafito, como se detalla en el trabajo titulado “High concentration few-layer graphene sheets obtained by liquid phase exfoliation of graphite in ionic liquid” utilizando un líquido iónico como un conveniente método para dispersar grafito y obtener grafeno fácilmente en alta concentración.

En el 2015 lograron obtener grafeno a través de la exfoliación en fase líquida por sonicación, en el estudio titulado “Enhancing the Liquid-Phase Exfoliation of Graphene in Organic Solvents upon Addition of n-Octylbenzene”. En esta investigación han utilizado moléculas de n-octilbenceno como agentes estabilizadores de la dispersión de grafeno durante el proceso de exfoliación en fase líquida (LPE) de grafito. Las dispersiones de grafeno procesadas con LPE se depositaron aún más sobre sustratos sólidos mediante la explotación de una nueva técnica de deposición llamada fundición de gota controlada por giro, que se demostró que produce películas de grafeno transparentes y altamente conductoras uniformes (Haar *et al.*, 2015: p.1).

En 2018 en el trabajo titulado “ESTUDIO DE MÉTODOS ALTERNATIVOS DE PRODUCCIÓN DE GRAFENO”, detalla varios métodos sobre la obtención de este material, en la conclusión de esta tesis pudieron desarrollar un nuevo método de crecimiento de mono y bicapas de grafeno de alta calidad sobre láminas de cobre basado en la deposición de vapores químicos donde la síntesis se realizó en un único paso y en condiciones extremadamente desfavorables para la obtención de grafeno tales como cámara abierta, gases de síntesis de mediana pureza y sin la adición de hidrógeno (Antonio *et al.*, 2018: p.19).

En el estudio desarrollado por Tubón (2015, p.1). se estudia la síntesis de grafeno desde el grafito mediante exfoliación en fase líquida, para lo cual se empleó dos disolventes con diferentes puntos

de ebullición y coeficiente dispersivo, además se variaron diferentes parámetros en el proceso como el tiempo de sonicación, tiempo y velocidad de centrifugación, así como, la proporción de soluto-disolvente.

Por último, (Tubon *et al.*, 2019: p.38). busca preparar grafeno de pocas capas utilizando un método simple, de bajo costo y energía. La propuesta consistió en la exfoliación de las escamas de grafito natural mediante colisiones inelásticas entre las escamas de grafito y partículas de zeolita en un fluido coloidal dinámico, esto mediante los respectivos estudios espectroscópicos y morfológicos mediante espectroscopía Raman, microscopía de barrido SEM, microscopía electrónica de transmisión TEM. Esto resultó en muestras cubiertas por capas de grafeno homogéneas, libres de defectos basales, bien dispersas y auto interconectadas.

1.2. Planteamiento del problema

El grafeno, es un material monocapa bidimensional organizado en anillos bencénicos similar a un panel de abejas, mediante interacciones de Van der Waals estas monocapas pueden formar una estructura cristalina tridimensional, es decir, el grafito (Meyer *et al.*, 2007: p.60). El grafeno está compuesto de átomos de carbono, unidos por enlaces covalentes, presenta una hibridación de tipo sp^2 constituido de tres enlaces σ que se distribuyen de forma trigonal plana separados por ángulos de 120° . El electrón del orbital $2p$, da lugar al enlace π perpendicular, el cual confiere las propiedades físicas y químicas únicas del grafeno (Gu *et al.*, 2019: p.1).

Varios son los campos de investigación a los cuales el grafeno despierta interés y hasta el momento desde el 2004 de su descubrimiento ha sido un reto obtenerlo a escala industrial, a fin de usarlo en las diferentes aplicaciones, en el área de remediación ambiental, biológica, nanomedicina y nanoelectrónica.

El problema por el cual atraviesan los investigadores al obtener grafeno en fase líquida es que, para conseguir una alta dispersabilidad hace falta disolventes cuya tensión superficial sea cercana a 40mJ/m^2 , y, cuyos parámetros de solubilidad de Hansen (δD , δP , δH), en especial el parámetro de dispersión (δD) se encuentre en rangos de $15\text{MPa}^{1/2} < \delta D < 21\text{MPa}^{1/2}$ (Sandusky, 1997: p.6083), de esta forma los copos de grafeno logran mayor estabilidad en el tiempo. Cuando no se logra la estabilidad adecuada, las dispersiones de grafeno tienen a precipitar formando nuevamente grafito, por lo tanto, el inconveniente que se genera al momento de la producción en masa.

De manera similar, al producir grafeno en fase líquida se usa sonicación, que es un método por el cual usando fuerzas de cavitación se obtiene una exfoliación de los copos de grafito, y, mediante centrifugación se recupera el sobrenadante que contiene grafeno (Tubon *et al.*, 2019: p.1).

Teniendo en cuenta que la exfoliación producida mediante sonicación es altamente demandante en cuanto a energía, puesto que el sonicador trabaja en el orden de los 5000 W de potencia, es altamente costoso en cuanto a energía eléctrica.

Por lo expuesto, se ha tomado una alternativa para producir grafeno en fase líquida, usando el trabajo previamente liderado por Tubón (Tubon *et al.*, 2019: p.1), donde se propone un modelo usando un homogenizador de aspa helicoidal y la asistencia de zeolita sintética, este proceso, provee a las suspensiones de grafeno una alta estabilidad en el tiempo mayor que aquella obtenida por los métodos tradicionales.

1.2.1. Justificación

El grafeno es uno de los materiales más estudiados de los últimos tiempos gracias a sus propiedades y aplicaciones. Este tiene gran conductividad lo cual le hace el material ideal para el uso en nanotecnología, creación de pantallas de celulares de última generación y muchas otras que se las menciona posteriormente.

La síntesis de grafeno se ha llevado a cabo mediante varios métodos como exfoliación y escisión. La producción masiva de grafeno o grafeno de pocas capas se ve obstaculizada por el alto costo y la amenaza ambiental de su síntesis convencional. Por ejemplo, las desventajas de la deposición de vapor químico son el alto costo y la limitación del área. Las rutas químicas, el llamado método de Hummers, sufrieron el uso de ácidos fuertes y oxidantes durante los procesos de oxidación. Una gran cantidad de ácidos de desecho resultó en contaminación y problemas ambientales

Se propone producir suspensiones de grafeno con disolventes de bajo punto de ebullición usando la asistencia de zeolitas naturales, a fin de lograr mayor estabilidad de los copos de grafeno en el tiempo. Esto representaría un ahorro en el tiempo de consumo y permite obtener un método de escalabilidad a nivel industrial. Los copos de grafeno obtenidos pueden ser de alta pureza, lo que significa que pueden ser usados en aplicaciones en las áreas de nanomedicina, nanoelectrónica y fotónica.

1.3. Objetivos

1.3.1. Objetivo General

Exfoliar grafeno multicapa en fase líquida asistido con zeolita natural usando disolventes de bajo punto de ebullición.

1.3.2. Objetivos Específicos

- Establecer dos disolventes de bajo punto de ebullición para probar la producción de copos multicapa de grafeno usando sonicación con asistencia de zeolita natural.
- Caracterizar la zeolita natural.
- Caracterizar las dispersiones obtenidas usando microscopía y espectroscopía disponibles.
- Establecer parámetros de las dispersiones como: conductividad, concentración, tiempo de sonicación y temperatura, a fin de generar una estadística descriptiva asociada a los experimentos.

1.4. Marco Teórico

1.4.1. Estado del arte

1.4.1.1. Carbono

El carbono es el elemento más importante para la vida. Sin este elemento, la vida tal como la conocemos no existiría ya que el carbono es el elemento central de los compuestos necesarios para la vida. Su importancia se debe a la capacidad del carbono para formar enlaces estables con muchos elementos, incluido él mismo. Esta propiedad permite que el carbono forme una gran variedad de moléculas muy grandes y complejas. De hecho, hay casi 10 millones de compuestos basados en carbono en los seres vivos. Sin embargo, los millones de compuestos orgánicos se pueden agrupar en solo cuatro tipos principales: carbohidratos, lípidos, proteínas y ácidos nucleicos.

1.4.1.2. Grafito

El grafito natural es un material abundante en diversas regiones del mundo, se ha venido empleando desde tiempos remotos, aunque hasta 1855 fue identificado como una de las formas alotrópicas del carbono. El grafito contiene numerosas imperfecciones e impurezas, a pesar de su abundancia, para ciertas aplicaciones se hace necesario la producción de grafito de origen sintético de mayor cristalinidad. Para producir grafito sintético existen varias maneras, donde destacan la grafitización de carbón no grafitico, el CVD (depósito químico en fase vapor) de hidrocarburos a altas temperaturas y la cristalización de metales fundidos saturados con carbono (grafito Kish). El grafito se viene empleando en diversas aplicaciones prácticas desde hace varios siglos. Entre sus aplicaciones industriales destaca su empleo para la fabricación de electrodos,

como material refractario y lubricante, así como moderador de neutrones en reactores nucleares (Solís, 2011: p.8).

El grafito presenta una estructura laminar en la cual cada una de las láminas es conocida como grafeno (Solís, 2011: p.13).

1.4.1.3. Grafeno

El grafeno es uno de los materiales más interesantes que se están investigando en la actualidad, no solo por curiosidad académica, sino también con posibles aplicaciones. Es un material bidimensional, compuesto por capas de átomos de carbono que forman anillos de seis miembros, una especie de red hexagonal plana. El grafeno es la madre de todas las formas gráficas, incluidos los fullerenos Zero dimensionales, los nanotubos de carbono unidimensionales y el grafito tridimensional (Figura 1-1). Aunque los nanotubos de carbono se forman mediante el enrollado de láminas de grafeno, las propiedades de los dos son bastante diferentes. Por lo tanto, los espectros electrónicos y Raman de los nanotubos de carbono y el grafeno difieren significativamente, al igual que otras propiedades como la conductividad eléctrica y la resistencia mecánica. Aunque se supone que el grafeno es plano, se producen ondas para eliminar el efecto de fluctuaciones térmicas. El grafeno, como se define, es un material bidimensional de una sola capa, pero las muestras de grafeno con dos capas (grafeno de dos capas) y más de dos, pero menos de diez capas (grafeno de pocas capas) son igualmente interesantes. La mayoría de los estudios físicos del grafeno se han realizado en láminas monocapa obtenidas mediante técnicas de escisión micromecánica (Rao *et al.*, 2009: p.2458).

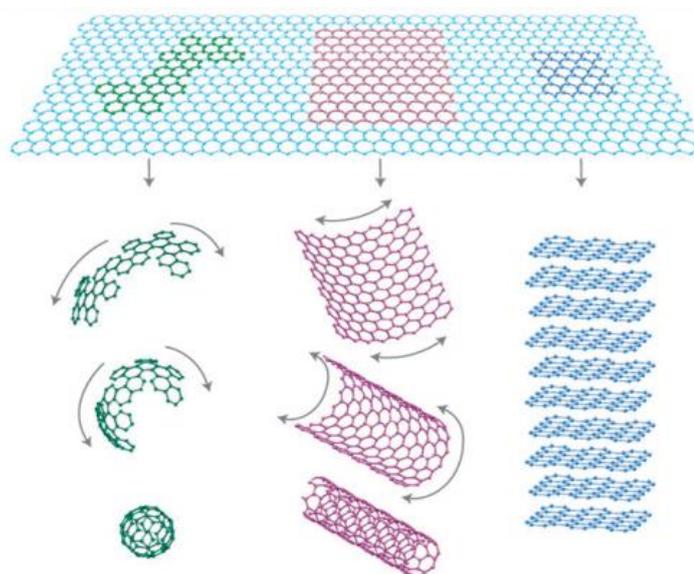


Figura 1 - 1. Grafeno. Madre de todas las formas gráficas.

Realizado por: (Rao *et al.*, 2009: p.2458).

1.4.1.4. Propiedades del grafeno

Las extraordinarias características del grafeno se derivan del espesor de un solo átomo de carbono que tiene, por lo que se han dirigido los esfuerzos de la investigación científica para poder comprender estas características de entre las que se pueden destacar:

Es casi completamente transparente y tan denso, que ni siquiera el helio lo atraviesa. Es más duro que el diamante y 200 veces más resistente que el acero. Es igual de ligero y más flexible que las fibras de carbono. Es capaz de soportar la radiación ionizante. Prácticamente no presenta efecto Joule

Tiene alta movilidad de portadores, así como un bajo nivel de ruido, lo que permite que sea utilizado como canal en transistores de efecto de campo (Field-Effect Transistor o FET, en inglés)

Tiene un gap de energía nulo, lo que hace que ese material se comporte como un metal y semiconductor.

Puede reaccionar químicamente con otras sustancias para formar compuestos con diferentes propiedades (Rodríguez, 2016: p.11).

1.4.1.5. Propiedades electrónicas del grafeno

El grafeno tiene un arreglo hexagonal de átomos de carbono con una hibridación tipo sp^2 , este tipo de hibridación conduce a una estructura trigonal plana en la que cada átomo de carbono forma un enlace covalente con otros tres átomos vecinos, el orbital $2p_z$ remanente puede visualizarse como un par de lóbulos orientados perpendicularmente al plano, lo que origina un solapamiento lateral entre éstos, dando lugar a un estado electrónico no localizado denominado orbital π . El electrón que se encuentra en estos orbitales está débilmente ligado, lo que le permite saltar de orbital a orbital, tomando la forma de una distribución electrónica continua por arriba y por debajo del plano del grafeno. La gran movilidad de los electrones π no localizados en las direcciones paralelas al plano, es lo que determina las propiedades electrónicas de este material (Rodríguez, 2016: p.10).

1.4.1.6. Propiedades térmicas del grafeno

La respuesta de un material a la aplicación de calor es definida como propiedad térmica. La conductividad térmica es la propiedad que caracteriza la habilidad de un material para transferir calor, y en este sentido, la conductividad térmica del grafeno es mayor a la de cualquier otro material conocido. El valor de conductividad obtenido del grafeno en 2008 fue de 5000 W/mK a

temperatura ambiente, el cual corresponde al límite superior de los valores más altos reportados para envoltorios de nanotubos de carbono de pared simple (Rodríguez, 2016: p.3).

1.4.1.7. Aplicaciones del Grafeno

Debido a las propiedades que muestra el grafeno, se lo considera como un material excepcional tanto desde el punto de vista de la investigación en física fundamental, como desde el punto de vista de sus aplicaciones prácticas. Considerando su estructura electrónica, el grafeno es un caso especial de semimetal: posee un gap cero como los metales, con la particularidad de que la densidad de estados en el nivel Fermi es nula, como ocurre en los semiconductores, es así, que se le puede considerar como un semiconductor de banda prohibida (gap) nula. Otro aspecto para considerar es que su estructura electrónica de bandas presenta una dispersión lineal respecto al momento para bajas energías, similar a la que proporciona la ecuación de Dirac para fermiones de masa nula. Esto convierte al grafeno monocapa en un sistema bidimensional de fermiones de Dirac de masa nula, lo que ayuda a comprender sus inusuales propiedades electrónicas, como es el caso del efecto Hall cuántico anómalo (Solís Fernández, 2011: p.9).

- **Métodos de obtención del Grafeno**

La obtención de grafeno de gran calidad con el menor número de capas y gran superficie ha llegado a ser una de las tareas más importantes y desafiantes en los últimos años. En este contexto, encontrar las técnicas adecuadas para su fabricación han llevado al desarrollo de diversos métodos de producción que se pueden dividir en dos grupos: Métodos Bottom-Up (BU) y Métodos Top-Down (TD) (SUMBA, 2018: p.9).

- **Métodos Bottom-Up**

Los métodos BU consisten en el ensamblaje de átomos y moléculas individuales en nanoestructuras de mayor tamaño. En estos métodos, el grafeno se obtiene a partir de átomos de carbono generados mediante la descomposición de precursores moleculares u orgánicos, generalmente a temperaturas elevadas, como en la deposición química en fase de vapor (CVD) o mediante la descomposición de un sólido como es el caso del crecimiento epitaxial (SUMBA, 2018: p.2).

- **Métodos Top-Down**

En los métodos TD se utilizan materiales grandes para fabricar elementos con dimensiones menores. En los materiales 2D se pueden utilizar materiales laminares o estratificados. En estos métodos, el grafeno se forma mediante el procesamiento ya sea mecánico, químico u otro, principalmente del grafito. Entre estos tenemos exfoliación mecánica y en la actualidad han surgido métodos alternativos.

1.4.1.8. Exfoliación Mecánica.

La exfoliación mecánica fue el primer método usado para la obtención de grafeno. Es un simple proceso de separación donde la energía mecánica es usada para exfoliar grafito. El grafeno se separa de un cristal de grafito pirolítico utilizando cinta adhesiva. La calidad del grafeno preparado es muy alta, casi sin defectos. Produce pequeñas muestras de láminas de grafeno distribuidas aleatoriamente. Desafortunadamente se generan muchas láminas de diferentes espesores y su producción no es eficiente. Este esquema de fabricación sólo es útil para fines de investigación (SUMBA, 2018: p.10).

1.4.1.9. Técnicas de exfoliación en fase líquida del grafito

Tradicionalmente, la LPE incluye principalmente dos técnicas de exfoliación diferentes del grafito: cavitación en la sonicación y fuerzas de cizallamiento en un mezclador de alto cizallamiento. Recientemente, se ha demostrado que el microfluidizador es eficaz para exfoliar el grafito en soluciones acuosas adecuadas con una alta velocidad de cizallamiento. LPE es un procedimiento sencillo con alto potencial para la producción masiva de grafeno. Los dispositivos básicos de sonicación o mezcla de alto cizallamiento están generalmente disponibles (Paton *et al.*, 2014: p.624). Además, las condiciones de funcionamiento de LPE son suaves y no requieren sistemas de vacío o alta temperatura. Sin embargo, la aplicación a gran escala de LPE asistida por sonicación se ha visto obstaculizada debido a la baja concentración de grafeno y el alto consumo de energía durante el proceso de producción. El método de mezcla de alto cizallamiento o microfluidizador es una tecnología emergente de LPE, que puede exfoliar el grafito con éxito utilizando la dinámica de fluidos impulsada por un mezclador de alto cizallamiento (Yi y Shen, 2016: p.68).

1.4.1.10. Sonicación

Se logra a través de un sonicador que transforma la energía eléctrica en energía mecánica. Este equipo genera ondas ultrasónicas por la oscilación de los transductores piezoeléctricos con una frecuencia aproximada de 40 kHz. En general, un aparato de ultrasonidos incluye un recipiente, lleno de agua, que pueden transmitir las ondas que se emiten por los transductores. Se utilizan en muchos campos, por ejemplo, para romper las paredes celulares (fragmentación subcelular) o en la limpieza de material de laboratorio químico para eliminar las partículas depositadas sobre los objetos de vidrio o cerámica. Otras aplicaciones típicas incluyen los procesos de mezcla, homogeneización, desintegración y sonoquímica (López, 2013: p.18).

- **Fuerzas de van der Waals**

Interacciones atractivas o repulsivas que estabilizan las uniones entre moléculas y definen su carácter químico, son débiles por lo que no se consideran un enlace, pero sí una atracción. De estas interacciones dependen algunas propiedades como: viscosidad, tensión superficial, difusión, rozamiento y adhesión. Se puede diferenciar tres tipos de interacciones: dipolo-dipolo, dipolo-dipolo inducido y dipolo instantáneo- dipolo inducido (Vasu *et al.*, 2016: p.2).

1.4.2. Disolventes

1.4.2.1. Etanol

Es un líquido incoloro, volátil, con un olor característico y sabor picante, representado químicamente por C_2H_6O con una pureza del 99,9 %. Se conoce como alcohol etílico, presenta un punto de ebullición de 72.3°C, inflamable, miscible en agua, éter, metanol, cloroformo y acetona. Se utiliza industrialmente para la obtención de acetaldehído, vinagre, butadieno, cloruro de etilo y nitrocelulosa, entre otros. Actúa como disolvente en síntesis de fármacos, plásticos, lacas, perfumes y cosméticos (Tubón, 2015: p.39).

1.4.2.2. Alcohol isopropílico

Conocido como Isopropanol, está representado químicamente por C_3H_8O , su peso molecular 60.096 (g/mol), se trata de un alcohol incoloro, inflamable, posee un olor intenso y resulta muy miscible con agua. Para su obtención se requiere principalmente de una reacción de hidratación con propileno, otra forma de obtenerlo consiste en hidrogenación de la acetona. Dentro de las

principales aplicaciones es la de agente limpiador, esto principalmente debido a que deja pocos residuos, utilizado también para limpiar dispositivos electrónicos, pantallas, y como disolvente de determinados analitos con grupos hidroxilo, indicadores y reactivos químicos (Slaughter *et al.*, 2014).

1.4.3.Equipos

1.4.3.1. Microscopio Electrónico de Barrido (SEM)

El Microscopio Electrónico de barrido SEM es aquel que utiliza un haz de electrones para formar una imagen, se caracteriza por tener una gran profundidad de campo, de modo que es posible enfocar a la vez gran parte de la muestra. Devuelve imágenes de elevada resolución, esto permite analizar aspectos específicos en la muestra. La mayoría de SEMs solo requieren que las muestras sean conductoras, de ahí que es relativamente fácil la preparación de estas.

Generalmente en un SEM la muestra es recubierta de una capa ya sea de carbón, o una capa delgada de metal como el oro, esto para proporcionarle propiedades conductoras a la muestra, que a continuación es barrida con los electrones acelerados que viajan a través del cañón, un detector se encarga de medir la cantidad de electrones enviados que arroja la intensidad de la zona de muestra, es capaz además de mostrar figuras en tres dimensiones (Aguirre, 2015:p.7).

Puede presentar resoluciones entre 4 y 20 nm, valor que depende del dispositivo. Fue inventado en el año 1931, por Ernst Ruska, y permite una aproximación profunda al mundo atómico. Dentro de sus capacidades está la de obtener imágenes de muy buena resolución en materiales metálicos, pétreos y orgánicos.

En resumen, en estos dispositivos la luz se sustituye por un haz de electrones, las lentes por electroimanes y las muestras se hacen conductoras metalizando su superficie.

Dentro los principales campos de aplicación se encuentran el fotografiado de muestras de alta resolución y análisis de composición química elemental. (Castroviejo, 2020).

1.4.3.2. Conductímetro

Un medidor de conductividad o conductímetro tiene la función de medir la cantidad de corriente eléctrica o conductancia en una solución.

Hablar de conductividad es referirse a la corriente eléctrica que se encuentra en una solución, valor que depende principalmente de la fuerza iónica del líquido. La fuerza iónica es directamente proporcional a la cantidad de iones que presente, dependiendo de la concentración de la sustancia

y si está en forma líquida o sólida. Al saber esta información es posible conocer el estado de oxidación que tienen dichos iones.

El conductímetro se encuentra equipado con una sonda de mano para mediciones de campo, la sonda se debe sumergir en el líquido a medir, es donde el medidor aplica voltaje entre dos electrodos de la sonda y lee la caída de voltaje de la solución, que es provocada por la resistencia eléctrica, el equipo convierte la lectura a mili o microhoms, o mili o micro siemens por centímetro.

CAPÍTULO II

2. METODOLOGÍA

2.1. Tipo de investigación

El presente estudio es de índole cuantitativa con objetivo aplicado, método donde se analizan y recogen datos con el fin de analizar variables, para el efecto se tomará en cuenta variables dependientes como son la concentración y la conductividad, e independientes como la concentración de zeolita y el tiempo de sonicación como más relevantes, de esta manera se podrá enfocar en la recolección de datos y resultados obtenidos en la exfoliación, centrifugación y lectura espectrofotométrica durante el proceso de obtención de grafeno. Según la manipulación de variables se considera experimental y según el tipo de inferencia es deductivo. Se tomará una muestra por cada tipo de análisis y por cada tipo de disolvente, con un total de 72 muestras. El método para la recolección de muestras será aleatorio simple, tomando en cuenta las diferentes espectroscopias y apoyados en el análisis con software especializado científico.

Este estudio se basa en la hipótesis de producción de grafeno de pocas capas, misma que será comprobada por medio de la ejecución de la experimentación.

2.2. Diseño de la investigación

Para el desarrollo de la presente investigación según la manipulación de variables se considera experimental y según el tipo de inferencia es deductivo. Se tomará una muestra por cada tipo de análisis y por cada tipo de disolvente, con un total de 72 muestras. El método para la recolección de muestras será aleatorio simple, tomando en cuenta las diferentes espectroscopias y apoyados en el análisis con software especializado científico.

Este estudio se basa en la hipótesis de producción de grafeno de pocas capas, misma que será comprobada por medio de la ejecución de la experimentación.

La investigación contará con las siguientes etapas: inicia con el desarrollo de la Hipótesis, continúa con la experimentación, haciendo referencia a las diferentes proporciones y tiempos utilizados en el experimento, visualizando los resultados en el SEM, con el Uv-vis y conductímetro respectivamente. Finalizando con el análisis y discusión de resultados, que permiten generar las respectivas conclusiones.

2.3. Diseño Experimental

Se utilizó escamas de grafito, etanol al 99,9 % de pureza adquirido en novachem y alcohol isopropílico al 99,8% de pureza adquirido en Thermo. Obteniendo al final 36 muestras para cada disolvente con las siguientes relaciones soluto-disolvente (0,5:1) – (1:1) y (2:1). En cada una de las muestras se varía el tiempo de sonicación (2, 4 y 6 horas), manteniendo constante la centrifugación y velocidad utilizadas y se realiza el proceso detallado en la figura 2-1.

2.3.1. Obtención de la muestra para 2-4-6 horas con proporción grafito zeolita (1:1)

Para obtener grafeno se utilizó el método Top-down, exfoliación de grafito en fase líquida, se pesó 50mg de grafito y 50mg de zeolita los cuales fueron mezclados con 50 ml de etanol, los cuales fueron colocados en un vaso sonicador, sonicando la muestra por 2-4-6 horas respectivamente. Se controló la temperatura mediante un baño de hielo para no superar los 20°C, cada 2 horas se prelevó 15 mL de muestra hasta completar las 4 horas de sonicación. La muestra prelevada, fue colocada en un tubo Falcon de BOECO GERMANY para luego pasar a la centrifugadora por 10min a 1000 rpm. Posteriormente, se prelevó el sobrenadante, se retiró 10 mL de muestra y se almacena. Completando el proceso hasta 6 horas, se lleva a centrifugar a las condiciones preestablecidas 20ml del restante grafito + zeolita, prelevando al final del proceso 15 ml del sobrenadante, obteniendo así el grafeno en fase líquida. Se realizó el mismo proceso con el Alcohol isopropílico.

2.3.2. Obtención de la muestra para 2-4-6 horas con proporción grafito zeolita (1:0,5)

Para obtener grafeno se utilizó el método Top-down, exfoliación de grafito en fase líquida, se pesó 50mg de grafito y 25mg de zeolita los cuales fueron mezclados con 50 ml de etanol, los cuales fueron colocados en un vaso sonicador, sonicando la muestra por 2-4-6 horas respectivamente. Se controló la temperatura mediante un baño de hielo para no superar los 20°C, cada 2 horas se prelevó 15 mL de muestra hasta completar las 4 horas de sonicación. La muestra prelevada, fue colocada en un tubo Falcon de BOECO GERMANY para luego pasar a la centrifugadora por 10min a 1000 rpm. Posteriormente, se prelevó el sobrenadante, se retiró 10 mL de muestra y se almacena. Completando el proceso hasta 6 horas, se lleva a centrifugar a las condiciones preestablecidas 20ml del restante grafito + zeolita, prelevando al final del proceso 15 ml del sobrenadante, obteniendo así el grafeno en fase líquida. Se realizó el mismo proceso con el Alcohol isopropílico.

2.3.3. Obtención de la muestra para 2-4-6 horas con proporción grafito zeolita (1:2)

Para obtener grafeno se utilizó el método Top-down, exfoliación de grafito en fase líquida, se pesó 50mg de grafito y 100mg de zeolita los cuales fueron mezclados con 50 ml de etanol, los cuales fueron colocados en un vaso sonicador, sonicando la muestra por 2-4-6 horas respectivamente. Se controló la temperatura mediante un baño de hielo para no superar los 20°C, cada 2 horas se prelevó 15 mL de muestra hasta completar las 4 horas de sonicación. La muestra prelevada, fue colocada en un tubo Falcon de BOECO GERMANY para luego pasar a la centrifugadora por 10min a 1000 rpm. Posteriormente, se prelevó el sobrenadante, se retira 10 mL de muestra y se almacena. Completando el proceso hasta 6 horas, se lleva a centrifugar a las condiciones preestablecidas 20ml del restante grafito + zeolita, prelevando al final del proceso 15 ml del sobrenadante, obteniendo así el grafeno en fase líquida. Se realizó el mismo proceso con el Alcohol isopropílico.



Figura 1 - 2. Diagrama de bloques de las etapas para la obtención de grafeno

Realizado por: Ayala Robalino, Karla, 2021.

2.4. Diseño de análisis estadístico

El presente estudio se desarrollará siguiendo el diseño experimental de tipo factorial de dos factores, incluyendo un análisis de ANOVA para dos factores, descrito en la Tabla 4-2, donde se identifican los dos factores como son el tiempo de sonicación y la proporción de grafito – zeolita

Se aplica el modelo lineal, tomando en cuenta dos factores como son el tiempo de sonicación (2,4 o 6) y como segundo factor la proporción de grafito – zeolita que realizó en 5 niveles, mediante 72 muestra aleatorias.

Una vez realizado el análisis lineal, se utilizó un análisis de ANOVA, trabajando con los **p – valores**, que inciden directamente en la obtención de la conductancia y concentración. Según el siguiente esquema:

Tabla 1-2: Análisis de varianza (ANOVA) respecto al disolvente Etanol.

	Df	Sum Sq	Mean Sq	F value	Pr	
CONCENTRACIÓN	4	217.24	54.31	2311.142	< 2e-16	***
HORAS	2	5.92	2.96	125.989	< 2e-16	***
SEMANA	1	1.14	1.14	48.415	8.53e-09	***
CONCENTRACIÓN: HORAS	6	2.80	0.47	19.866	1.68 e-11	***
CONCENTRACIÓN: SEMANAS	3	0.39	0.13	5.590	0.00227	**
CONCENTRACIÓN: HORAS: SEMANAS	8	1.41	0.18	7.505	1.93 e-06	***
Residuals	48	1.13	0.02	N/A	N/A	

Realizado por: Ayala Robalino, Karla, 2021.

Tabla 2-2: Análisis de varianza (ANOVA) respecto al disolvente Isopropanol

	Df	Sum Sq	Mean Sq	F value	Pr	
CONCENTRACIÓN	4	51.08	12.771	3922.765	< 2e-16	***
HORAS	2	1.26	0.630	193.643	< 2e-16	***
SEMANA	1	0.13	0.134	41.104	5.88e-08	***
CONCENTRACIÓN: HORAS	6	0.15	0.025	7.635	8.74 e-06	***
CONCENTRACIÓN: SEMANAS	3	0.02	0.005	1.643	0.192	
CONCENTRACIÓN: HORAS: SEMANAS	8	0.04	0.005	1.624	1.143	
Residuals	48	0.16	0.003	N/A	N/A	

Realizado por: Ayala Robalino, Karla, 2021.

Tabla 3-2: Diseño experimental

NOMBRE	CONSTANTES DEL EXPERIMENTO							VARIABLES DEL EXPERIMENTO					
	GRAFITO (mg)	CONCENTRACION INICIAL (GRAF+SOLV)	TEMPERATURA	CENTRIFUGACIÓN		VOLUMEN DEL DISOLVENTE	TIPO	TIPO DE DISOLVENTE	ZEOLITA		EXFOLIACIÓN	PRUEBAS	Numero de repetibilidad
				VELOCIDAD (RPM)	TIEMPO (MIN)		BAÑO SONICADOR	NOMBRE	PROPORCIÓN ZEO/GRAF	PESO (mg)	TIEMPO (h)		
EXPERIMENTO 1	50	1:01	<20°C	1000	10	50ml	BAÑO SONICADOR	ETANOL	N/A	N/A	2, 4, 6		3
EXPERIMENTO 2	50	1:01	<20°C	1000	10	50ml	BAÑO SONICADOR	ETANOL	1:01	50	2, 4, 6		
EXPERIMENTO 3	50	1:01	<20°C	1000	10	50ml	BAÑO SONICADOR	ETANOL	1:0,5	25	2, 4, 6	UV-VISIBLE	
EXPERIMENTO 4	50	1:01	<20°C	1000	10	50ml	BAÑO SONICADOR	ETANOL	1:02	100	2, 4, 6	CONDUCTIVIDAD	
EXPERIMENTO 5	50	1:01	<20°C	1000	10	50ml	BAÑO SONICADOR	ALCOHOL ISOPROPILICO	N/A	N/A	2, 4, 6	SEM	3
EXPERIMENTO 6	50	1:01	<20°C	1000	10	50ml	BAÑO SONICADOR	ALCOHOL ISOPROPILICO	1:01	50	2, 4, 6	*PRUEBAS ELECTRICAS	
EXPERIMENTO 7	50	1:01	<20°C	1000	10	50ml	BAÑO SONICADOR	ALCOHOL ISOPROPILICO	1:0,5	25	2, 4, 6		
EXPERIMENTO 8	50	1:01	<20°C	1000	10	50ml	BAÑO SONICADOR	ALCOHOL ISOPROPILICO	1:02	100	2, 4, 6		
TOTAL	400					400							72

Realizado por: Tubón Usca, Gabriela, 2021.

Tabla 4-2. Identificación de variables

Variables Dependientes:	Concentración, Conductividad.
Variables Independientes:	Masa de Grafito, Volumen del disolvente, Velocidad de sonicación, Velocidad de centrifugación, Temperatura, Tiempo en horas, tipo de disolvente, Tiempo de Sonicación, Peso de Zeolita.

Realizado por: Ayala Robalino, Karla, 2021.

2.5. Operacionalización de las variables

Tabla 5-2: Operacionalización de Variables

VARIABLE INDEPENDIENTE	CONCEPTO	INDICADOR	INSTRUMENTO
Peso del grafito	Mineral negro y lustroso que está formado por un carbono cristalizado.	Tamaño de grano y pureza del material de partida	Balanza y microscopio electrónico de barrido
Volumen del disolvente	Medida de concentración del líquido que propicia la separación de las moléculas o las partículas de un gas, un sólido u otro fluido.	Solución química basado en las características mostradas en la hoja técnica del fabricante	Pipeta de precisión
Velocidad de sonicación	Espacio recorrido por la energía del sonido en un instante de tiempo.	Lectura del instrumento	Sonicador de baño
Velocidad de centrifugación	Velocidad con la que se emplea la fuerza centrífuga para lograr la separación de los componentes de una mezcla o el secado de determinados materiales.	Lectura del instrumento	Centrifugadora
Temperatura	Nivel de energía térmica con que cuenta un cuerpo	Estabilidad del ambiente y de la suspensión por debajo de los 20 °C	Termómetro

VARIABLE DEPENDIENTE	CONCEPTO	INDICADOR	INSTRUMENTO
Concentración	Proporción o relación que hay entre la cantidad de soluto y la cantidad de disolución	Tamaño de absorbancia y cálculo de la concentración en base al coeficiente de extensión.	Espectrofotómetro Uv-visible
Conductividad	Medida de la capacidad de un material o sustancia para dejar pasar la corriente eléctrica a través de él	Lectura del Instrumento	Conductímetro
Estabilidad	Permanencia de las características de un elemento o de una situación a través del tiempo, de su condición de estable o constante.	Lectura óptica, análisis cualitativo de la suspensión	Espectrofotómetro y cuantificación visual.
Tiempo de Sonicación	Duración o separación que tiene la energía del sonido para agitar las partículas de una muestra	Mezcla homogénea de la suspensión	Cronómetro
Peso de Zeolita	Aluminosilicato cuya estructura forma cavidades ocupadas por iones grandes y moléculas de agua con gran libertad de movimiento que permiten el intercambio iónico y la deshidratación reversible	Proporción Zeolita: Grafito	Balanza de precisión.
Tipo de disolvente	Sustancia química en la que se diluye un soluto (un sólido, líquido o gas	Tipo de disolvente que se utilice en las muestras respectivas.	Pipeta de precipitación

	químicamente diferente), resultando en una disolución		
--	---	--	--

Realizado por: Ayala Robalino, Karla, 2021.

2.6. Localización del estudio

El estudio se desarrolló en el laboratorio de investigación de la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo (ESPOCH) en la ciudad de Riobamba.

2.7. Población de estudio

Las 72 muestras obtenidas de suspensiones de pocas capas de grafeno en base al tipo de disolvente, baño sonicador.

2.8. Tamaño del muestreo

La población estadística para este proyecto integrador será de una muestra por cada tipo de análisis y por cada tipo de disolvente, debido a que la cantidad para lograr una muestra estadística será más accesible con los criterios de estudio para el laboratorio. El tamaño de la muestra va a depender de nuestras variables por lo que se generaron 72 muestras para probar la repetibilidad del evento y asegurar la fiabilidad de datos obtenidos del estudio del proyecto integrador.

2.9. Método de muestreo

El tipo de muestreo será aleatorio simple, donde las muestras seleccionadas serán aquellas que muestren características representativas de una población determinada, las muestras que determinen características prometedoras en base a la conductividad y concentración, de modo que permitan obtener resultados favorables dentro del proceso de investigación.

2.10. Técnicas de recolección de datos

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

2.11. Instrumentación utilizada en la recolección de datos

2.11.1. Espectrofotómetro



Figura 2 - 2. Espectrofotómetro
Realizado por: Ayala Robalino, Karla, 2021.

El grafeno presenta un pico característico que se encuentra en un rango de 242 nm región ultravioleta. Una vez que las muestras fueron sonicadas y centrifugadas estarán listas para leerse en el espectrofotómetro Thermo Fisher Scientific Model: Evolution 220 (figura 3-2), utilizando una celda de cuarzo espacio por el cual es atravesada el haz de luz. Las absorbancias obtenidas de este análisis nos permitirán conocer la concentración de grafeno y seleccionar las condiciones adecuadas para su obtención (Haar *et al.*, 2015: p.5). El proceso para escanear la absorbancia de cada material es el siguiente:

1. Seleccionamos BARRIDO en la interfaz del equipo, llenamos los campos que se solicitan por ejemplo nombre del análisis, las longitudes de onda (mínima 200 y máxima 400), la velocidad del análisis que en este caso es medio y la resolución de 1 nm.
2. Realizamos la línea base, como tenemos dos disolventes nuestros blancos serán etanol y alcohol isopropílico. Si la muestra a leer es grafeno/etanol el blanco será etanol, en cambio si leemos grafeno/alcohol isopropílico el blanco será alcohol isopropílico.
3. Después de realizar la línea base correctamente homogenizamos las muestras y en una celda de cuarzo de 1,2 cm colocamos 0.25 mL de la muestra y 2ml del blanco para disolver la muestra, limpiamos la parte externa de la celda para evitar interferencias en el análisis.
4. Colocar la celda en el porta muestras y seleccionar análisis al finalizar se observará el espectro de absorción.

5. Ajustamos el gráfico para encontrar el pico característico, este procedimiento se aplica a todas las muestras para después ingresar los resultados a una base de datos para su posterior análisis estadístico. (Tubón, 2015: p.39).

Para el procesamiento de datos las concentraciones de grafeno obtenidos se obtuvieron a partir del pico de absorbancia del UV-vis. Se hicieron un promedio de las 3 concentraciones para los experimentos como se observa en el modelo experimental (Tubón, 2015: p.39).

2.11.2. Microscopio Electrónico de Barrido



Figura 3 - 2. Microscopio electrónico de barrido (SEM)
Realizado por: Ayala Robalino, Karla, 2021.

Para estudiar la morfología de las muestras de grafeno suspendido en etanol y alcohol isopropílico se utiliza un microscopio electrónico de barrido (modelo: JSM-IT100 Intouchscope™) (Figura 4-2). Las suspensiones son colocadas sobre un stub de aluminio con pedazos de cinta de carbono para que estas sean más conductivas y así tener una muestra adecuada para el análisis; el estudio morfológico se lo realiza al vacío para así obtener la imagen y así permitir distinguir las estructuras presentes en cada muestra.

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

2.11.3. Medidor multiparamétrico de pH y CE



Figura 4 - 2. Medidor multiparámetros pH y CE
Realizado por: Ayala Robalino, Karla, 2021.

Con el Medidor multiparámetros Thermo Scientific Orion TM pH y CE (figura 5-2) se puede obtener la conductividad eléctrica de los iones en una disolución. Para ello aplica un campo eléctrico entre dos electrodos y mide la resistencia eléctrica de la disolución. Para evitar cambios en las sustancias, efectos de capa sobre los electrodos, etc. se aplica una corriente alterna.

1. Prepara la muestra
2. Configurar el equipo para medir la conductividad
3. Introducir la punta de pin en la muestra hasta que todo el pin quede cubierto
4. Leer la conductividad que marca el instrumento

2.12. Determinación de la concentración de grafeno

Utilizamos la ley de Lambert Beer para poder calcular la concentración de grafeno en la suspensión de etanol y alcohol isopropílico esto gracias a la relación que existe entre la absorbancia y la concentración la cual se representa con la siguiente formula ecuación (Ma *et al.*, 2017: p.6).

$$A = \alpha \times b \times c$$

Donde:

A= Absorbancia (adimensional)

α = absortividad molar (mL/mg. m)

b = espesor de la cubeta que contiene a la muestra

c = concentración molar (mg/mL)

Donde el coeficiente de absorción que se emplea para el cálculo de la concentración es de 4851,43 mL/(mg*M) para el Etanol y 2460 mL/ (mg* M) para el alcohol isopropílico y el espesor que tiene la cubeta es de 0,012 m (Coleman, 2013: p.4).

2.13. Materiales y reactivos

Tabla 6-2: Reactivos

REACTIVOS	PUREZA	MARCA
Etanol	99.9 %	HAYMAN
Alcohol Isopropílico	99 %	THERMO CIENTIFIC
Grafito	99 %	ALGIN

Realizado por: Ayala Robalino, Karla, 2021.

Tabla 7-2: Materiales

MATERIAL	CARACTERISTICAS
Tubos Falcon	BOECO GERMANY (50mL)
Espátula	FISHER
Balanza Analítica	OHAUS MODEL EX224
Baño Ultrasonico Sonificador	SOLITEC SOLUZIONI TECNOLOGICHE (SONICA 3300ETH S3)
Pera de succión	FRANCE 8
Termómetro digital	CHECKTEMP MODEL: HI98501
Centrífuga	ORTO ALRESA MODEL: DIGITOR 21 C
Vasos de Precipitación	PYREX (50mL)
Pipetas Pasteur	FISHERBRAND (2mL)

Realizado por: Ayala Robalino, Karla, 2021.

CAPÍTULO III

3. MARCO DE ANÁLISIS E INTERPRETACIÓN DE RESULTADOS

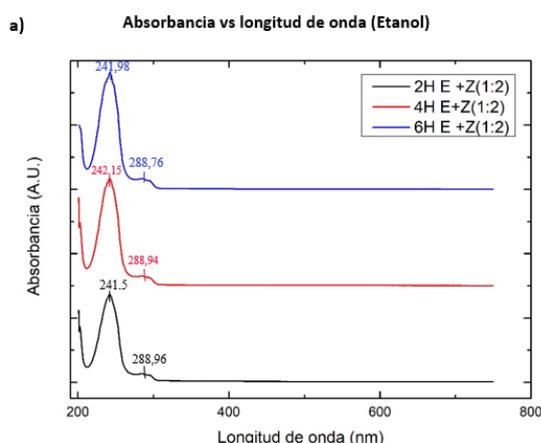
3.1. UV-visible

Para evidenciar los resultados del presente estudio se realizó un análisis UV-vis, con el cual se determinó el nivel de absorbancia (a) en cada medida de longitud de onda (λ) de las diferentes dispersiones. Por encontrarse las muestras a analizar en dos diferentes solventes etanol y alcohol isopropílico, los blancos iniciales fueron diferentes, dados el caso del análisis.

El pico reportado en literatura para el grafeno exfoliado está en 242 nm (Abro, 2015: p.16), en el experimento se obtuvo un pico que oscila en un rango de 241-242 nm, parámetro que se confirma según lo revisado en la literatura, estos resultados dan a conocer la existencia de las transiciones $\pi - \pi^*$, que representan los enlaces C=C.

Luego de la ejecución del Uv-vis, se ha encontrado un hombro en el espectro que resuena entre 288-289 nm como se observa en la figura 1-3, se aduce que este hombro resuena a la zeolita, según como se indica en la literatura de (Hu *et al.*, 2017). cuyo efecto se evidencia en la figura 2-3, en base a este fenómeno, es posible, que las muestras presenten cierta cantidad de zeolita en el sobrenadante con el cual se realizó el Uv-vis.

La razón por la que se coloca esta información es debido a que muestran los mejores resultados de absorbancias, en función de las diferentes proporciones probadas en los experimentos y a los tiempos.



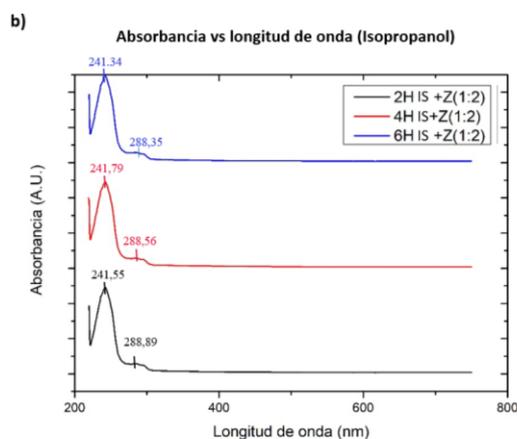


Figura 1 - 3. Espectros UV-vis de muestras de zeolita.
Realizado por: (Hu *et al.*, 2017: p.41205).

En los análisis del UV-vis que se presentan en la Figura 1-3, los picos van en el mismo rango de todas las proporciones, por lo cual se establece una medida homogénea de resultados. Debemos establecer que tanto para el caso que se utilizó como solvente ETANOL y ALCOHOL ISOPROPILICO los picos altos no varían en lo referente a la longitud de onda.

Según los datos obtenidos por el análisis UV-visible, la muestra que fue sonicada en 4h, donde su proporción es 2:1 en Etanol como solvente, presenta los mejores resultados conforme a la caracterización obtenida, pero en el caso del Alcohol isopropílico utilizado como solvente base, la muestra que fue sonicada en 4h, donde su proporción es 2:1, presenta propiedades aceptables, que pueden ser mejoradas para una obtención de grafeno más estable. Haciendo un contraste con todas las muestras, se establece que la muestra que fue sonicada a 2 h sin utilizar zeolita en Alcohol Isopropílico como solvente, no cumple con el rendimiento deseado y por ende no muestra características favorables para considerarla como una opción para la producción de grafeno útil.

3.2. Microscopía electrónica de barrido (SEM)

Para el desarrollo de la investigación en su parte de comprobación de resultados, se utilizó el microscopio de barrido de emisión de campo (SEM) configurado en un voltaje de aceleración de 5 a 10 keV y un aumento de hasta 100000x para visualizar la producción de pocas capas de grafeno. Además, se utilizó el modelo de Microscopía Electrónica de Transmisión JEOL, para la obtención de las imágenes del estudio.

Para el estudio de la morfología de las muestras 2H E+Z (1:1) se realizó sobre el sólido resultante de la centrifugación. En este se puede apreciar cristales rotos de zeolita debido al proceso de sonicación, así como escamas transparentes de grafeno (Figura 3-3 b). En la Figura 3-3 (a) se evidencia que los restos de zeolita están cubriendo las capas de grafito que no pudieron exfoliarse, esto se atribuye a que los cristales de zeolita y las capas más gruesas de grafito son más pesados

que el grafeno de pocas capas, por lo que precipitan primero, dejando una solución sobrenadante compuesta por capas más delgadas de grafeno. Es importante mencionar que, los cristales residuales continúan separados de las capas de grafeno después de la sonicación debido a la observación del grafeno de pocas capas transparentes y plegado más grande como se puede apreciar en la Figura 3-3. b, estas imágenes están tomadas de la misma muestra antes mencionada a 5 μm (Figura 3-3 a), en la cual se aprecia restos de Zeolita natural con grafito poco exfoliado, 2 μm (Figura 3-3 b).

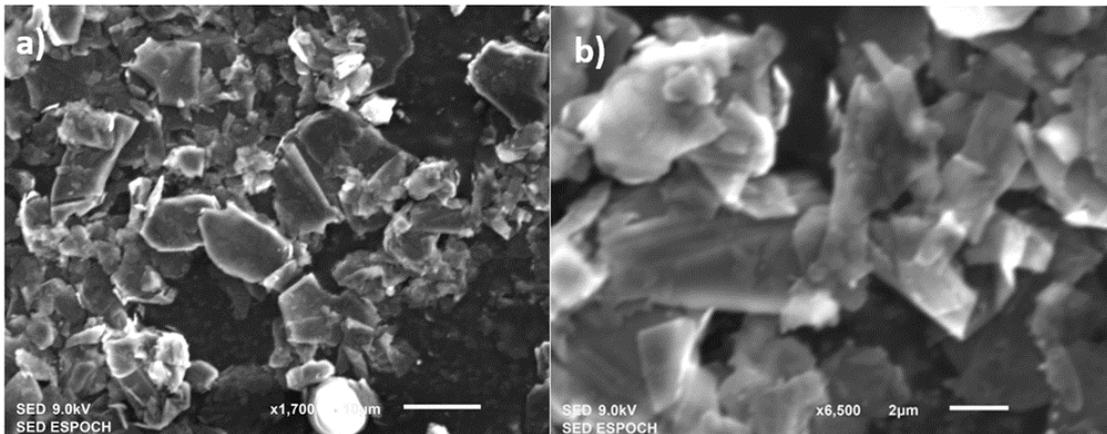


Figura 2 - 3. SEM Etanol

a) muestra 2HE+Z (1:1) a 10 μm b) muestra 2HE+Z (1:1) a 2 μm

Realizado por: Ayala Robalino, Karla, 2021.

El estudio de la morfología de las muestras 6H IS+Z (1:0,5) se presenta en las Figura 4-3.a y 4-3. b, en donde se evidencia que los restos de zeolita están cubriendo las capas de grafito que no llegaron a exfoliarse por completo (Figura 4-3.a). En la Figura 4-3. b se evidencia grafito poco exfoliado, y es posible observar grafeno con pocas capas que ha sido exfoliado. La Figura 4-3.c nos muestra capas de grafeno poco exfoliado.

Para esta investigación se utilizó zeolita natural por lo que en la Figura 4-3 d con la ayuda del SEM se logra apreciar su forma irregular característica, además con la información proporcionada en la ficha técnica (ver anexo F) de la zeolita fue posible confirmar sus características, además del análisis EDS se concluye que la composición de este tipo de zeolita incorpora mayores cantidades de Oxígeno seguido por silicio, carbono y aluminio respectivamente, como principales elementos, este resultado es el esperado, confirmando que la zeolita es un aluminosilicato, de esta forma queda caracterizada completamente la zeolita seleccionada para esta investigación. (Figura 4-3) (Tabla 1-3).

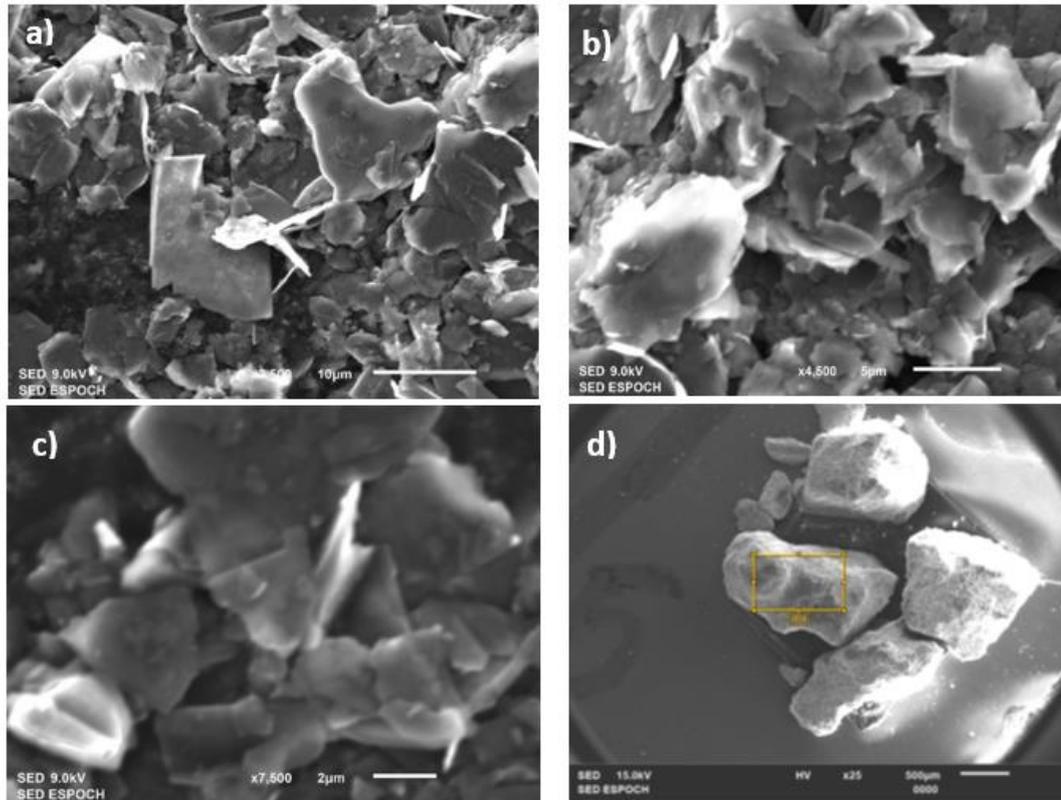


Figura 3 - 3. SEM Isopropanol y zeolita: a) muestra 6H IS+Z(1:0,5) a 10 µm b) muestra 6H IS+Z(1:0,5) a 5 µm c) muestra 4H IS+Z(1:2) a 2 µm d) Zeolita a 500 µm

Realizado por: Ayala Robalino, Karla, 2021.

Tabla 1-3: Composición de la zeolita natural

Composición de la zeolita natural		
Elemento	% en masa	% atómico
O	0.52	63.23
Si	0.24	16.49
C	0.08	13.74
Al	0.05	3.85
Na	0.01	0.82
K	0.02	1.22
Ca	0.01	0.65

Realizado por: Ayala Robalino, Karla, 2021.

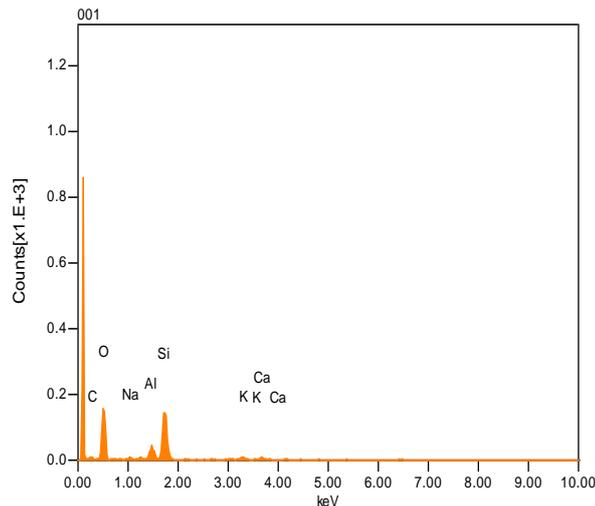


Figura 4 - 3. Espectro EDS de la Zeolita natural
Realizado por: Ayala Robalino, Karla, 2021.

3.3. Efectos de la temperatura

La presente investigación se desarrolló en el laboratorio de investigación en la Facultad de Ciencias de la ESPOCH, que se encuentra ubicado en la ciudad de Riobamba, es importante indicar que la ciudad se encuentra a 2756 m sobre el nivel del mar y su presión atmosférica bordea los 1014 hPa. Se citan estos parámetros porque podrían ser considerados relevantes en el desarrollo de la investigación, al momento de verificar los efectos que la temperatura pueda ejercer sobre las muestras.

Luego del desarrollo de los experimentos no se pudo evidenciar efectos relevantes producidos por la temperatura, debido a la altura sobre el nivel del mar ni la presión atmosférica que se registra en la ciudad, no se debe descuidar únicamente las características de temperatura que exigen los equipos utilizados, ya que este parámetro si pudiera influir significativamente en los resultados.

3.4. Estadística descriptiva en función del tiempo y la concentración final

3.4.1. Estadística descriptiva en función del tiempo de sonicación

La Figura 5-3 muestra una media de la concentración de grafeno obtenido en diferentes tiempos de exfoliación a 2, 4 y 6 horas respectivamente. La figura 5-3 a, presenta el análisis estadístico en forma gráfica de los resultados obtenidos al utilizar como solución el etanol. La figura hace referencia al análisis de medias de los experimentos A, B y C tomando en cuenta la concentración vs las horas de sonicación; en tanto que utilizando como solución el isopropanol del análisis estadístico de los resultados se obtuvo la información que se refleja en la Figura 5-3 b, en donde

se ha representado la media de los experimentos A, B y C con las mismas variables. Se observa que para la síntesis de grafeno en donde los únicos precursores utilizados son el solvente (etanol o isopropanol) y el grafito, la concentración final de grafeno es baja. Al añadir zeolita a la muestra analizada, el comportamiento de la concentración de grafeno obtenido cambia, es decir, al aumentar la cantidad de zeolita obtenemos una concentración más alta. (Figura 6-3). Por otra parte, si se analiza el tiempo de sonicación se puede observar que a medida que este aumenta (de 2 a 4 horas), aumenta también la concentración, pero al paso de 4 a 6 horas, es decir, un nuevo incremento del tiempo, la concentración de grafeno sintetizado disminuye, efecto que se evidencia gráficamente, con la ayuda del análisis estadístico en la Figura 6-3, obteniendo este mismo resultado utilizando los dos disolventes. Este efecto no se debe a que se obtiene menos cantidad de grafeno sintetizado, sino más bien se le atribuye al incremento del tiempo de sonicación, la interacción entre el grafeno y la zeolita aumenta, la zeolita se adhiere al grafeno, y por ello en la centrifugación el grafeno exfoliado precipita (debido a que el grafeno aumenta de masa) junto con el grafito poco exfoliado. Se desprende entonces del análisis de las figuras 6-3 que el tiempo óptimo de exfoliación es de 4 horas para obtener la máxima concentración de grafeno.

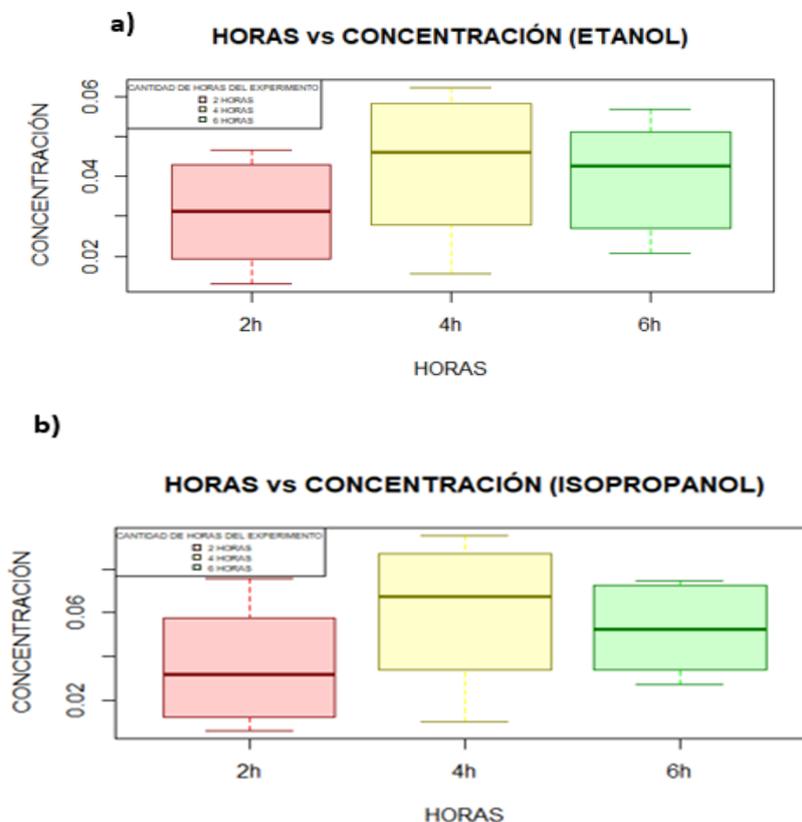


Figura 5 - 3. Análisis de tiempo vs concentración final
 Realizado por: Ayala Robalino, Karla, 2021.

3.4.2. Estadística descriptiva en función de la concentración final

Para el análisis de la concentración con respecto a la proporción se realizó un análisis de varianza ANOVA del cual se pudo obtener la información que generó la Figura 7-3, la cual muestra una media de la concentración de grafeno obtenido en diferentes proporciones de grafito-zeolita como son 1:0,5; 1:1 y 1:2 (Ver anexo A).

En el cual se observa que, al aumentar la cantidad inicial de zeolita, incrementa también la concentración de grafeno obtenido. Por ello, para las soluciones de etanol e isopropanol la máxima concentración de grafeno obtenida fue de 0.062 mg/ml y 0.095 mg/ml respectivamente. Estos valores son obtenidos para ambos casos con una proporción de grafito-zeolita 1:2 y aplicando 4 horas de exfoliación (4 H E + Z (1:2)) y (4 H IS + Z (1:2)). (Ver anexo B y C)

Es importante mencionar que el comportamiento del grafeno exfoliado es similar para las dos soluciones precursoras utilizadas en la síntesis. Pero, utilizando isopropanol las concentraciones de grafeno obtenidas son mayores para todos los casos.

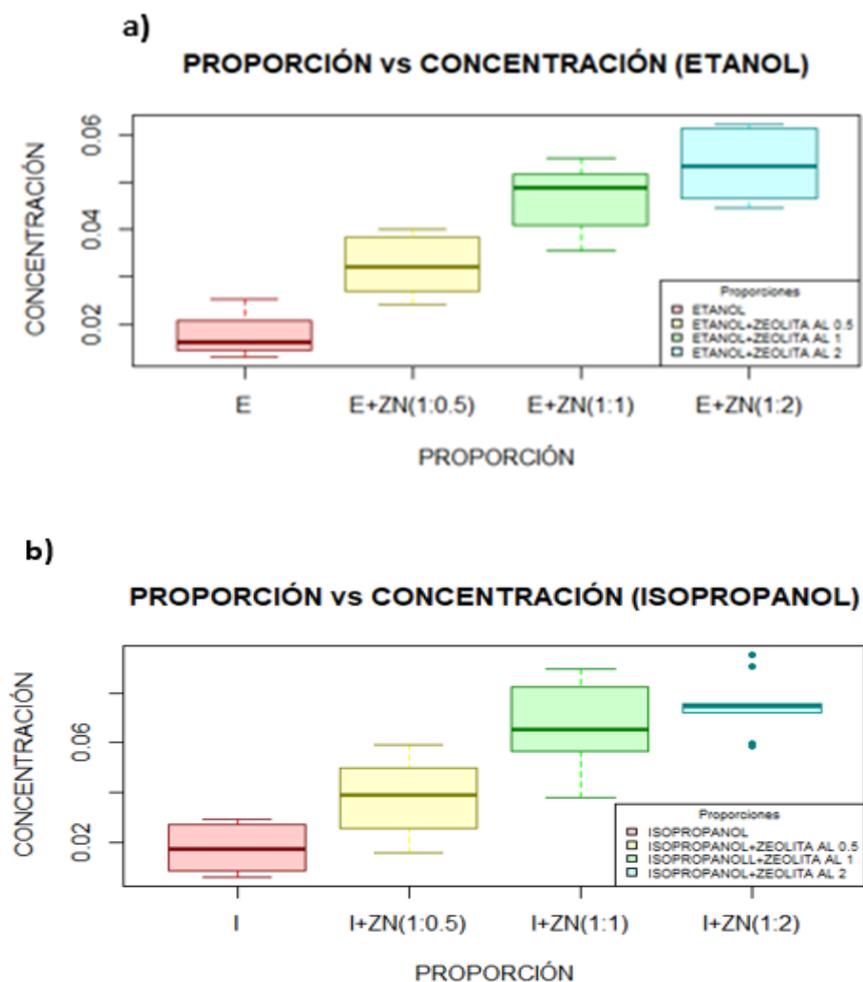
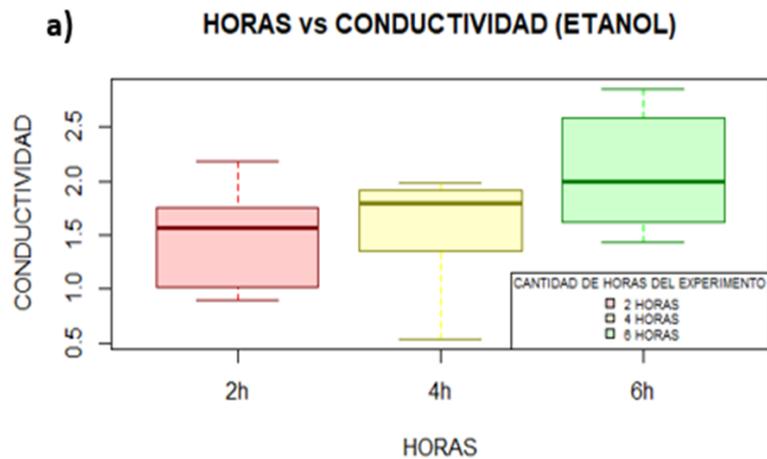


Figura 6 - 3: Análisis de tiempo vs concentración final
Realizado por: Ayala Robalino, Karla, 2021.

3.5. Conductividad del grafeno

En principio, mayor concentración de grafeno en la muestra implica una mayor conductividad. En el punto pasado se observa que la mayor concentración de grafeno se obtiene para 4 horas de exfoliación 4 H E + Z (1:2). Sin embargo, la mayor conductividad (Figura 7-3 a) del grafeno sintetizado se obtiene para 6 horas, cuando la concentración es menor, con un valor de 2.83 $\mu\text{S}/\text{m}$ para las síntesis utilizado etanol (6h E+Z(1:0,5)) y 1.18 $\mu\text{S}/\text{m}$ para las exfoliaciones utilizando isopropanol (6h IS+Z(1:1)) (Ver ANEXO D). Esto se debe a que el grafeno conseguido por tiempos de exfoliación prolongados tiende a tener menores capas (i. e., monocapa o bicapa) (Abro, 2015: p.9). que para exfoliaciones rápidas. Recordemos que las magníficas propiedades eléctricas del grafeno son descritas para grafeno monocapa. Es decir, a medida que aumentan las capas de grafenos superpuestas entre sí, la conductividad que presenta se reduce.

En todos los casos, añadir zeolita a la exfoliación incrementa la conductividad obtenida. La proporción de grafito-zeolita para obtener gran conductividad depende significativamente de la solución precursora utilizada. Por ejemplo, cuando se usa etanol (Figura 7-3. b) la proporción de grafito-zeolita 1:0,5 (50mg grafito/25mg zeolita) genera la mayor conductividad; en cambio cuando el solvente utilizado es isopropanol (Figura 8-3. b), la proporción de grafito-zeolita 1:1 (50mg grafito/50mg zeolita) generan los más altos valores de conductividad. Finalmente, el solvente que proporciona mayores valores de conductividad resulta ser el etanol.



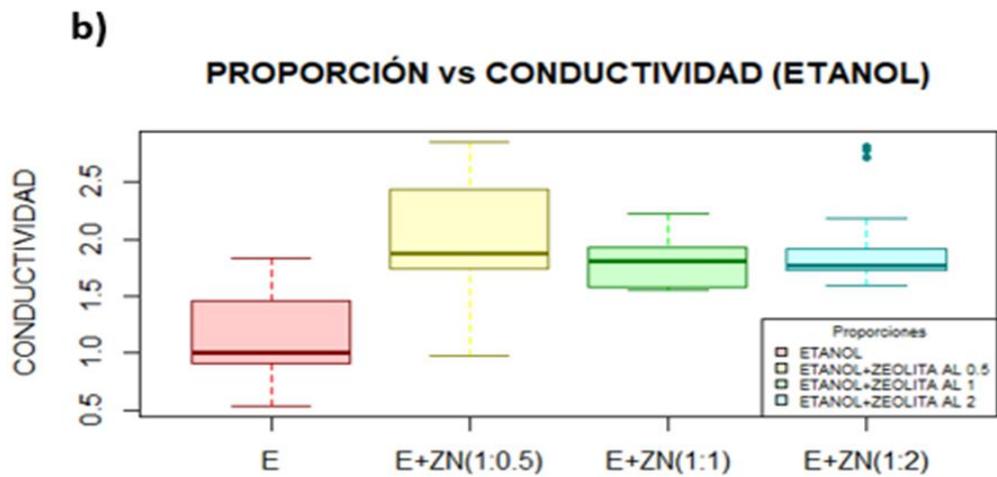


Figura 7 - 3. Conductividad del grafeno en función de tiempo de exfoliación en etanol
 Realizado por: Ayala Robalino, Karla, 2021.

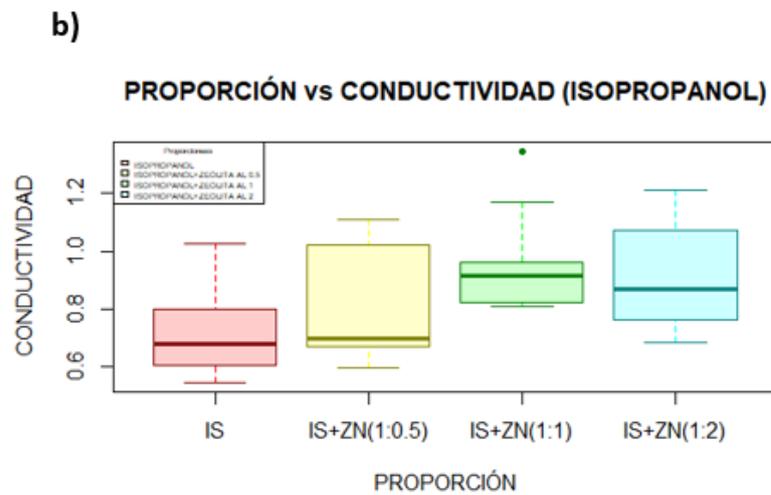
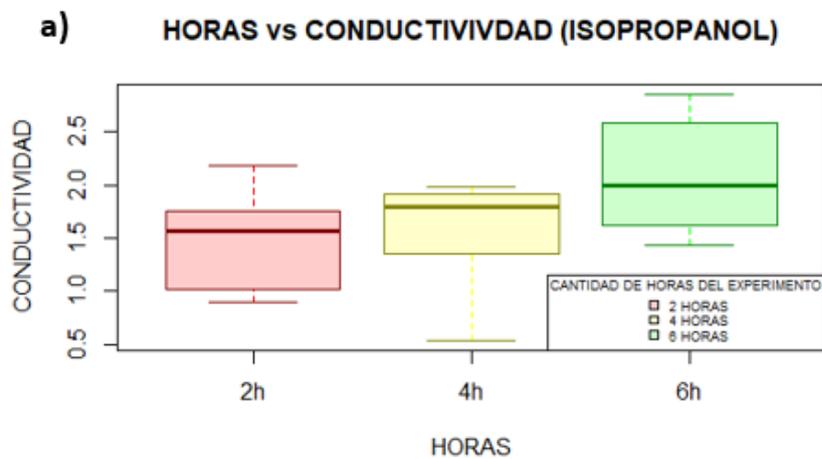


Figura 8 - 3. Conductividad del grafeno en isopropanol
 Realizado por: Ayala Robalino, Karla, 2021.

3.6. Estabilidad de la conductividad del grafeno

Uno de los puntos más críticos de las síntesis en fase líquida de grafeno es el tiempo que perduran los copos de grafeno antes de que las interacciones de van der Waals provoquen la formación de grafito, reduciendo así la conductancia del material sintetizado. Por ello, una combinación de precursores en la síntesis para reducir la interacción entre capas de grafeno al paso del tiempo (tiempo después de la exfoliación) es necesaria. La Figura 9-3 muestra el análisis estadístico y gráfico de las diferentes conductancias del material sintetizado con los resultados obtenidos para las diferentes combinaciones de los precursores.

Figura 9.3.a (etanol como solvente) refleja gráficamente el comportamiento de la conductividad del material, una semana después de haber sido sintetizado. Siendo la mayor conductividad de $2.42 \mu\text{S/m}$ (6h E+Z (1:0,5)) (Anexo E). Es decir, al paso de una semana la conductividad se redujo en 14.48%. Por otra parte, cuando no se utilizó zeolita, la conductividad al paso de una semana se redujo en una proporción de 13.69%. Por tanto, cuando utilizamos zeolita en la síntesis, las propiedades electrónicas del grafeno son menos estables al paso del tiempo.

Del mismo modo, la Figura 9.3.b (isopropanol como solvente) es la comparación de los resultados de conductividad después de una semana. En el punto pasado se observó que la conductancia máxima correspondía a la proporción 1:1 de grafito-zeolita. Para este caso, la conductividad máxima es de $1.09 \mu\text{S/m}$ que pertenece a la proporción 6h IS+Z (1:2) (Anexo E). Este cambio en la conductividad máxima (Cambio de la proporción 1:1 a la proporción 1:2 de grafito-zeolita) es atribuido a la interacción entre el grafeno y la zeolita. Es decir, la zeolita no evita la agrupación de grafeno, por ello esta no puede utilizarse como un agente estabilizante. Por otra parte, al usar únicamente como precursores isopropanol-grafito, la conductividad luego de una semana se redujo de $0.898 \mu\text{S/m}$ a $0.806 \mu\text{S/m}$, correspondiendo a una reducción de 10.17%. Debido al análisis realizado, el isopropanol es el mejor agente estabilizante de la conductividad al paso del tiempo dentro del presente estudio.

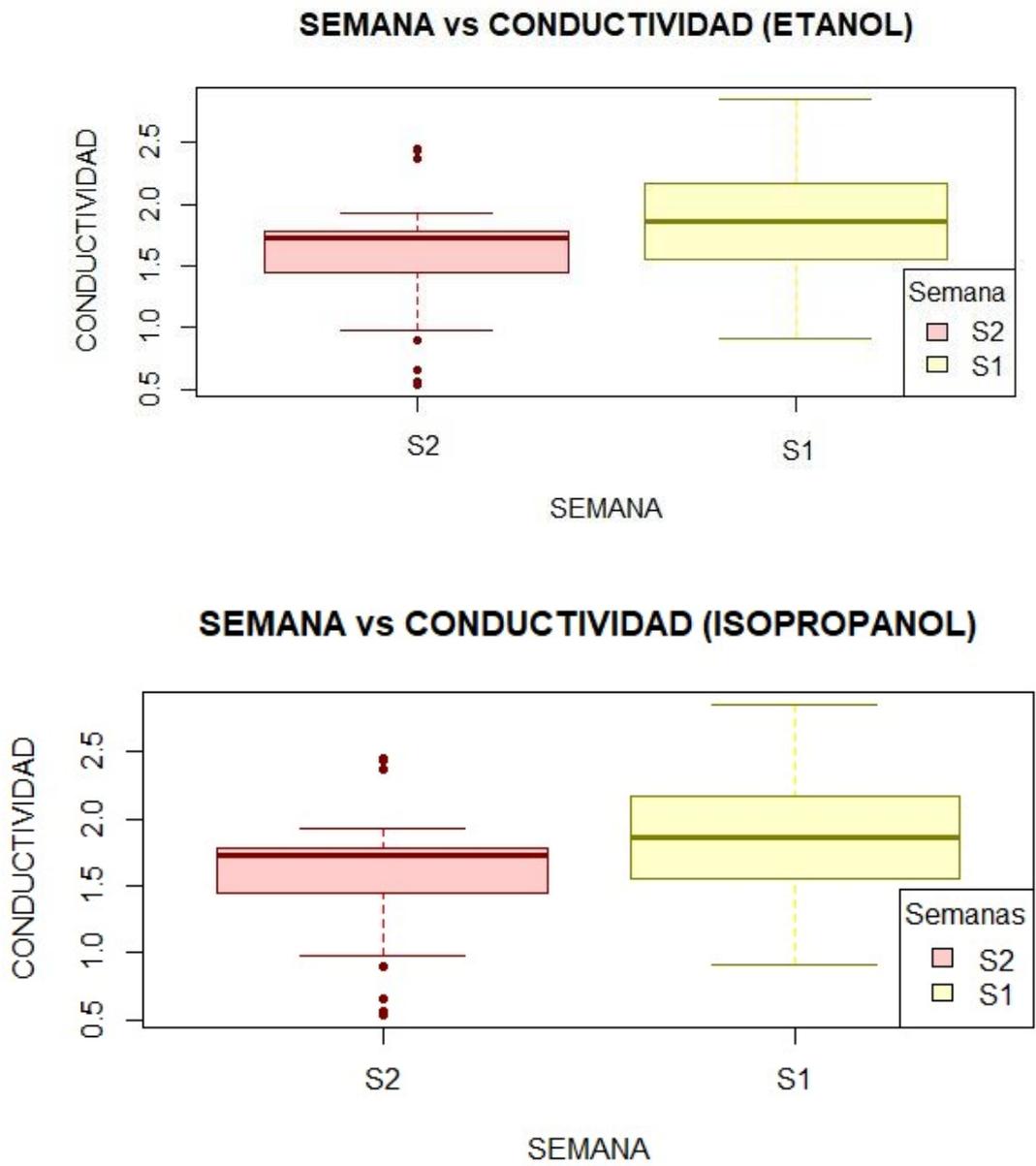


Figura 9 - 3. Conductividad del grafeno una semana después.
 Realizado por: Ayala Robalino, Karla, 2021.

3.7. Análisis de varianza con dos factores

Las tablas que se muestran a continuación presentan el análisis de la varianza con dos factores, tomando en cuenta los diferentes experimentos ejecutados en la presente investigación. Se evidencia en la Tabla 2-3 y Tabla 3-3 el análisis de ANOVA en el experimento, donde se utilizó etanol y alcohol isopropílico respectivamente.

Tabla 2-3: ANOVA del etanol con los valores concentración

	Df	Sum Sq	Mean Sq	F value	Pr
HORAS	2	0,0011062274	0,00553113685	70,617568	8,816700e-11
COMPOSICIÓN	3	0,0068590941	0,002286364702	291,906565	5,165187e-19
HORAS: COMPOSICION	6	0,0003456545	0.000057609076	7,355112	1,515154e-04
Residuals	24	0,0001879805	0,00007832522	N/A	N/A

Realizado por: Ayala Robalino Karla, 2021.

	Df	Sum Sq	Mean Sq	F value	Pr	Código de significancia
CONCENTRACIÓN	4	224.51	56.13	2388.43	< 2e-16	***
HORAS	2	8.54	4.27	181.79	< 2e-16	***
SEMANAS	1	0.30	0.30	12.73	0,000829	***
CONCENTRACIÓN: HORAS	6	3.97	0.66	28.13	3.89e-14	***
CONCENTRACIÓN: SEMANAS	3	1.54	0.51	21.82	4.69e-09	***
CONCENTRACIÓN: HORAS: SEMANA	8	3.31	0.41	17.61	6.65e-12	***
Residuals	48	1.13	0.02	-	-	

Signif. Codes: 0 '****' 0.001 '***' 0.01 '**' 0.05 '.' 0.1 ' ' 1

Realizado por: Ayala Robalino, Karla, 2021.

Tabla 3-3: ANOVA del alcohol isopropílico

	Df	Sum Sq	Mean Sq	F value	Pr
HORAS	2	0,0012054654	0,00432156984	68,325146	7,624781e-10
COMPOSICIÓN	3	0,0053509837	0,002154878207	369,321549	6,132548e-15
HORAS: COMPOSICION	6	0,0004529571	0.000062957416	6,598724	2,435218e-04
Residuals	24	0,0006985741	0,00006398517	N/A	N/A

Realizado por: Ayala Robalino, Karla, 2021

	Df	Sum Sq	Mean Sq	F value	Pr	Código de significancia
CONCENTRACIÓN	4	140.22	35.06	1646.153	< 2e-16	***
HORAS	2	3.83	1.91	89.896	< 2e-16	***
SEMANAS	1	13.52	13.52	634.760	< 2e-16	***
CONCENTRACIÓN:HORAS	6	0,62	0,10	4,828	0,0000629	***
CONCENTRACIÓN:SEMANAS	3	2.82	0.94	44.131	7.69e-14	***
CONCENTRACIÓN:HORAS:SEMANA	8	4.31	0.54	25.282	9.77e-15	***
Residuals	48	1.02	0,02	-	-	

Signif. Codes: 0 '****' 0.001 '***' 0.01 '**' 0.05 '.' 0.1 ' ' 1

Realizado por: Ayala Robalino, Karla, 2021.

Se aplicó el análisis de varianza ANOVA con la finalidad de realizar el estudio de las hipótesis planteadas en este proyecto de investigación, se hace referencia especialmente la siguiente hipótesis:

- Los parámetros como: conductividad, concentración, tiempo de sonicación y temperatura de las dispersiones podrán generar la estadística descriptiva asociada a los experimentos.

Hipótesis nula (H_0): Los parámetros como: conductividad, concentración, tiempo de sonicación no afectan significativamente en la obtención de grafeno de pocas capas.

Hipótesis Alternativa (H_1): Los parámetros como: conductividad, concentración, tiempo de sonicación afectan significativamente en la obtención de grafeno multicapas.

Como se pudo demostrar en la tabla 9-3 del análisis ANOVA, se acepta la hipótesis alternativa, se puede observar que todos los factores mencionados en la hipótesis estimada como válida, influyen considerablemente en la obtención del grafeno multicapas, sin embargo, cabe destacar que el factor más relevante es la CONCENTRACIÓN que presenta un P valor de $< 2e-16$ y un F valor 1646.153.

CONCLUSIONES

- Fue posible realizar el proceso para sintetizar el grafeno multicapa en fase líquida, incorporando Zeolita natural y disolventes de bajo punto de ebullición, evidenciando que la incorporación de la zeolita natural favoreció al proceso de exfoliación, por lo que se pudo obtener mayor concentración de grafeno multicapa en dichas muestras.
- Utilizando etanol y alcohol isopropílico como disolventes de bajo punto de ebullición se logró la producción de copos multicapa usando sonicación, como se pudo evidenciar en las imágenes obtenidas mediante el SEM.
- Las imágenes del SEM nos permitieron apreciar la forma irregular característica de la zeolita natural y el análisis EDS nos devolvió la composición de la zeolita utilizada en esta investigación confirmando la presencia de oxígeno, silicio, carbono y aluminio.
- Realizar el análisis espectroscópico de UV-vis permitió determinar en las muestras un pico característico del grafeno multicapa, además de un hombro que se considera proveniente de la Zeolita, en cuanto a la absorbancia presentada en las muestras se determina que es mayor para la proporción 1:2, con lo que podemos concluir que esta presenta las características más adecuadas para obtener una mejor absorbancia y consecuentemente mayor producción de grafeno.
- Fue posible establecer parámetros de conductividad, concentración, tiempo de sonicación y temperatura para cada uno de los ensayos. Al analizar esta información aplicando el análisis de varianza de dos factores, se pudo establecer que el tiempo de sonicación y la proporción de grafito – zeolita tienen influencia directa en la obtención de la concentración y de la conductividad. Determinando que respecto a conductividad el mejor ensayo es el sonicado durante 6 horas con etanol y una proporción de grafito-zeolita 1:0,5 (50mg-25mg) (6h E+Z (1:0,5)) y respecto a concentración el mejor ensayo es el sonicado durante 4 horas con isopropanol y una proporción de grafito-zeolita 1:2 (50mg-100mg) 4 H IS + Z (1:2)

RECOMENDACIONES

- Es realmente importante prestar el interés debido a los tiempos y procesos de los experimentos, en especial al de sonicación, que no debe ser interrumpido y tiene que ser controlado de manera rigurosa, pues es ahí donde radica la diferencia para obtener los mejores resultados.
- Se debe prestar especial interés a las características y pureza de los materiales, ante mayor pureza mejores resultados se obtendrán y estos a su vez serán realmente confiables, de ahí que es importante fijarse en las características de ebullición de los disolventes, que debido a la temperatura que se manejan en los equipos puede incidir notablemente en los resultados.
- Se recomienda ampliar el estudio obtenido en función de la variación de temperatura o de algún otro parámetro termodinámico para saber si la influencia de la temperatura es un parámetro clave en la concentración final y conductividad de grafeno multicapa

GLOSARIO

Grafeno: Cristal de carbono en el que los átomos están dispuestos en un plano de forma hexagonal. (Rao *et al.*, 2009: p.2457).

Sonicación: Acto de aplicación de la energía del sonido para agitar las partículas de una muestra, con diversos fines científicos o industriales. (Paton *et al.*, 2014).

Zeolita: Es un aluminosilicato cuya estructura forma cavidades ocupadas por iones grandes y moléculas de agua con gran libertad de movimiento que permiten el intercambio iónico y la deshidratación reversible. (Zambrano, 2008: p.20)

Bajo punto de ebullición: es la temperatura a la cual la presión de vapor del líquido es igual a la presión que rodea al líquido y se transforma en vapor. (Vasu *et al.*, 2016: p.5).

Caracterización: La RAE lo define como determinar las propiedades físicas o químicas de una sustancia, solución o cualquier muestra.

Rapidez de reacción: Es la variación de la concentración de un reactante en función del tiempo. (Cárcamo, 2012)

BIBLIOGRAFÍA

ABRO, M et al. "Modelling the exfoliation of graphite for production of graphene". *UPPSALA UNIVERSITET*. [En línea]. 2015. (Suecia). Disponible en: <https://www.teknat.uu.se/utbildning/student/>.

AGUIRRE, F et al. "Síntesis y caracterización de capas conductoras de Oxido de grafeno (GO): propiedades vibracionales bajo condiciones extremas de presión y temperatura." [En línea] (Trabajo de titulación). (Maestría). Universidad del País Vasco. 2015. p. 16. [Consulta: 2021 - 08-10]. Disponible en: <https://repositorio.unican.es/xmlui/handle/10902/7850>.

ORELLANA GÓMEZ, C. "ESTUDIO DE MÉTODOS ALTERNATIVOS DE PRODUCCIÓN DE GRAFENO". [En línea]. (Trabajo de titulación). (Doctorado) Universidad Técnica Federico Santa María. Departamento de Física. Chile. Valparaíso. 2018. [Consulta: 2022-01-10]. Disponible en: <https://repositorio.usm.cl/bitstream/handle/11673/42603/3560900257401UTFSM.pdf?sequence=1&sAllowed=y>

MORENO CÁRCAMO, A. "Cinética Química". Lugar: Instituto de Química: UNAM. 2012. p.19. [Consulta: 10 de enero de 2022].

COLEMAN, Jonathan et al. "Liquid Exfoliation of Defect-Free Graphene". *American Chemical Society*, [en línea], 2012, Vol 46 No. 1, Trinity College Dublin, Dublin 2, (Ireland), p.14 - 22. [Consulta: 10 de enero de 2022]. Disponible en: <https://doi.org/10.1021/ar300009f>

GU, X. "Method of ultrasound-assisted liquid-phase exfoliation to prepare graphene", *Ultrasonics Sonochemistry*, [en línea], 2019, Vol 58, p. 104630. Disponible en: doi: <https://www.sciencedirect.com/science/article/abs/pii/S1350417719304109?via%3Dihub>

HAAR, S et al. "Enhancing the Liquid-Phase Exfoliation of Graphene in Organic Solvents upon Addition of n-Octylbenzene", *Scientific Reports* [en línea], 2015, pp. 1–9. doi: 10.1038/srep16684.

HU, J et al. "Design and synthesis of bi-functional Co-containing zeolite ETS-10 catalyst with high activity in the oxidative coupling of alkenes with aldehydes for preparing α,β -epoxy ketones", *RSC Advances* [en línea], 2017, Vol 7, 7(65), pp. 41204–41209. Disponible en: 10.1039/c7ra06828j.

CAYAMBE GUAMÁN, M; & ZAMBRANO VERA, C. "Obtención de grafeno mediante exfoliación en fase líquida y optimización de la parte experimental a través de tratamiento hidrotérmico" [En línea] (Trabajo de titulación). Escuela Superior Politécnica de Chimborazo. Riobamba. 2015. [Consulta: 2022-01-10]. Disponible en: <http://dspace.esPOCH.edu.ec/handle/123456789/8668>

MA, H. SHEN, Z et al. "Direct exfoliation of graphite in water with addition of ammonia solution", *Journal of Colloid and Interface Science*, 503, pp. 68–75. Disponible en: [10.1016/j.jcis.2017.04.070](https://doi.org/10.1016/j.jcis.2017.04.070).

Meyer, J. GEIM, Ak et al. "The structure of suspended graphene sheets", *Nature*, , 2007, 446(7131), pp. 60–63. doi: [10.1038/nature05545](https://doi.org/10.1038/nature05545).

LÓPEZ AYALA, O. "Producción de PHA por bacterias aisladas del estado de Nuevo León, México." [En línea] (Trabajo de titulación) (Maestría). Universidad Autónoma de Nuevo León. Facultad de Ciencias Forestales. México. Nuevo León. [Consulta: 2022-02-10]. Disponible en: <http://eprints.uanl.mx/13989/>.

PATON, K et al. "Scalable production of large quantities of defect-free few-layer graphene by shear exfoliation in liquids", *Nature Mater* [En línea] 2014, 13(6), pp. 624–630. Disponible en: <https://www.nature.com/articles/nmat3944?report=reader#citeas>.

RAO, Cnr et al. "Graphene, the new nanocarbon", *Journal of Materials Chemistry* [En línea], 2009, 19(17), pp. 2457–2469. Disponible en: <https://pubs.rsc.org/en/content/articlelanding/2009/jm/b815239j>.

RODRÍGUEZ VILLALÓN, Alba. Grafeno : síntesis , propiedades y aplicaciones. [En línea] (Trabajo de titulación). Universidad Complutense de Madrid. España. Madrid. Facultad de Farmacia. [Consulta: 2021-12-10]. Disponible en: <https://eprints.ucm.es/id/eprint/50453/#:~:text=Conclusi%C3%B3n%3A%20E1%20grafeno%20y%20sus,tan%20novedoso%20est%C3%A9n%20apogeo>.

SANDUSKY, R et al. "Bringing design to software", *Journal of the American Society for Information Science*, 1997. 48(12), pp. 1149–1150. Disponible en: [https://doi.org/10.1002/\(SICI\)1097-4571\(199712\)48:12<1149::AID-ASII10>3.0.CO;2-0](https://doi.org/10.1002/(SICI)1097-4571(199712)48:12<1149::AID-ASII10>3.0.CO;2-0).

SLAUGHTER, R. J. et al. "Isopropanol poisoning". *Clinical Toxicology* (2014). [En línea],

2014, (USA) pp. 470–478. doi: 10.3109/15563650.2014.914527.

SOLÍS FERNÁNDEZ, P. Modificación superficial de materiales de carbono: grafito y grafeno. [En línea] 2011. (Trabajo de titulación) (Doctorado). Universidad de Oviedo. Disponible en: <http://digital.csic.es/handle/10261/34323>

SUMBA LUSERO, C et al. Obtención de grafeno mediante exfoliación electroquímica de grafito para fabricar sensores de presión usando esponjas de poliuretano (Trabajo de Titulación) (Físico). Escuela Politécnica Nacional. Facultad de Ciencias. Quito. 2018.

TUBÓN PÉREZ, K et al. Estudio termodinámico de la adsorción de colorantes catiónicos en oxido de grafeno reducido. (Trabajo de Titulación) Escuela Superior Politécnica de Chimborazo. Riobamba. 2021. Disponible en: <http://dspace.espace.edu.ec/handle/123456789/15351>

TUBÓN, G. "Zeolite-assisted shear exfoliation of graphite into few-layer graphene", Crystals. [En línea]. 2019. 9(8), pp. 1–9. doi: 10.3390/cryst9080377.

VASU, K S. "Van der Waals pressure and its effect on trapped interlayer molecules", Nature Communications [En línea]. 2016. Vol. 7, pp. 1–6. doi: 10.1038/ncomms12168.

YI, M. SHEN, Z. "Fluid dynamics: An emerging route for the scalable production of graphene in the last five years", RSC Advances. Royal Society of Chemistry, pp. 72525–72536. doi: 10.1039/c6ra15269d.

ZAMBRANO, Y. Síntesis y caracterización de una zeolita del tipo MFI con incorporación de Ni por el método de Sol-Gel para el uso en la reducción catalítica selectiva de NOx. (Trabajo especial de grado). Universidad de los Andes, Facultad de Ciencias, Departamento de Química, Laboratorio de Cinética y Catálisis, Venezuela. 2008. p. 80.

ANEXOS

ANEXO A: CÓDIGOS DE MUESTRAS

Código de muestra	Disolvente	Tiempo de sonicación	Cantidad de grafito	Cantidad de Zeolita	Cantidad de disolvente
2 H E	Etanol	2 horas	50 mg	N/A	50 ml
2H E + Z (1:0,5)	Etanol	2horas	50 mg	25 mg	50 ml
2H E + Z (1:1)	Etanol	2horas	50 mg	50 mg	50 ml
2H E + Z (1:2)	Etanol	2horas	50 mg	100 mg	50 ml
4 H E	Etanol	4 horas	50 mg	N/A	50 ml
4 H E + Z (1:0,5)	Etanol	4 horas	50 mg	25 mg	50 ml
4 H E + Z (1:1)	Etanol	4 horas	50 mg	50 mg	50 ml
4 H E + Z (1:2)	Etanol	4 horas	50 mg	100 mg	50 ml
6 H	Etanol	6 horas	50 mg	N/A	50 ml
6H E + Z (1:0,5)	Etanol	6horas	50 mg	25 mg	50 ml
6H E + Z (1:1)	Etanol	6horas	50 mg	50 mg	50 ml
6H E + Z (1:2)	Etanol	6horas	50 mg	100 mg	50 ml
2 H IS	Alcohol Isopropílico	2 horas	50 mg	N/A	50 ml
2H IS + Z (1:0,5)	Alcohol Isopropílico	2horas	50 mg	25 mg	50 ml
2H IS + Z (1:1)	Alcohol Isopropílico	2horas	50 mg	50 mg	50 ml
2H IS + Z (1:2)	Alcohol Isopropílico	2horas	50 mg	100 mg	50 ml
4 H IS	Alcohol Isopropílico	4 horas	50 mg	N/A	50 ml
4 H IS + Z (1:0,5)	Alcohol Isopropílico	4 horas	50 mg	25 mg	50 ml
4 H IS + Z (1:1)	Alcohol Isopropílico	4 horas	50 mg	50 mg	50 ml
4 H IS + Z (1:2)	Alcohol Isopropílico	4 horas	50 mg	100 mg	50 ml
6 H IS	Alcohol Isopropílico	6 horas	50 mg	N/A	50 ml
6H IS + Z (1:0,5)	Alcohol Isopropílico	6horas	50 mg	25 mg	50 ml
6H IS + Z (1:1)	Alcohol Isopropílico	6horas	50 mg	50 mg	50 ml
6H IS + Z (1:2)	Alcohol Isopropílico	6horas	50 mg	100 mg	50 ml

Realizado por: Ayala Robalino Karla, 2021

ANEXO B: TABLA DE CONCENTRACIONES (ETANOL)

TEST A	absorbancia	c=A/al(mg/ml)	TEST B	absorbancia	c=A/al(mg/ml)	TEST C	absorbancia	c=A/al(mg/ml)
2 H E	0,76725	0,0131791	B-2 H E	0,84764	0,01455997	C-2 H E	0,82787	0,01422038
2H E + Z (1:0,5)	1,40191	0,0240807	B-2H E + Z (1:0,5)	1,574774	0,02705	C-2H E + Z (1:0,5)	1,39991	0,02404635
2H E + Z (1:1)	2,07485	0,03563984	B-2H E + Z (1:1)	2,1546	0,03700971	C-2H E + Z (1:1)	2,3891	0,04103773
2H E + Z (1:2)	2,59837	0,04463237	B-2H E + Z (1:2)	2,710765	0,04656299	C-2H E + Z (1:2)	2,59823	0,04462997
4 H E	0,91754	0,01576065	B-4 H E	0,98829	0,01697592	C-4 H E	0,94789	0,01628197
4 H E + Z (1:0,5)	2,24056	0,03848625	B-4 H E + Z (1:0,5)	2,341959	0,04022798	C-4 H E + Z (1:0,5)	2,29835	0,03947891
4 H E + Z (1:1)	3,01729	0,05182819	B-4 H E + Z (1:1)	3,21541	0,05523131	C-4 H E + Z (1:1)	3,12546	0,05368623
4 H E + Z (1:2)	3,62245	0,06222306	B-4 H E + Z (1:2)	3,570109	0,061324	C-4 H E + Z (1:2)	3,57231	0,0613618
6 H	1,47056	0,02525991	B-6 H	1,224074	0,021026	C-6 H	1,204513	0,02069
6H E + Z (1:0,5)	1,87301	0,03217282	B-6H E + Z (1:0,5)	1,67358	0,02874719	C-6H E + Z (1:0,5)	2,106296	0,03617999
6H E + Z (1:1)	2,9853	0,0512787	B-6H E + Z (1:1)	2,84988	0,04895258	C-6H E + Z (1:1)	2,85031	0,04895996
6H E + Z (1:2)	3,31187	0,05688821	B-6H E + Z (1:2)	3,1157	0,05351858	C-6H E + Z (1:2)	2,98952	0,05135118

Realizado por: Ayala Robalino Karla, 2021

ANEXO C: TABLA DE CONCENTRACIONES (ISOPROPANOL)

TEST A	absorbancia	c=A/ul (mg/ml)	TEST B	absorbancia	c=A/ul(mg/ml)	TEST C	absorbancia	c=A/ul(mg/ml)
2 H IS	0,253872	0,0086	B-2 H IS	0,17676576	0,005988	C-2 H IS	0,19937808	0,006754
2H IS + Z (1:0,5)	0,755712	0,0256	B-2H IS + Z (1:0,5)	0,4684824	0,01587	C-2H IS + Z (1:0,5)	0,48778848	0,016524
2H IS + Z (1:1)	1,6655184	0,05642	B-2H IS + Z (1:1)	1,1244168	0,03809	C-2H IS + Z (1:1)	1,17713952	0,039876
2H IS + Z (1:2)	2,237616	0,0758	B-2H IS + Z (1:2)	1,765296	0,0598	C-2H IS + Z (1:2)	1,7340048	0,05874
4 H IS	0,5056776	0,01713	B-4 H IS	0,5263416	0,01783	C-4 H IS	0,2946775	0,0099823
4 H IS + Z (1:0,5)	1,6740792	0,05671	B-4 H IS + Z (1:0,5)	1,7399088	0,05894	C-4 H IS + Z (1:0,5)	1,47209746	0,0498678
4 H IS + Z (1:1)	2,4424848	0,08274	B-4 H IS + Z (1:1)	2,4962112	0,08456	C-4 H IS + Z (1:1)	2,64950856	0,089753
4 H IS + Z (1:2)	2,816208	0,0954	B-4 H IS + Z (1:2)	2,67610608	0,090654	C-4 H IS + Z (1:2)	2,2340736	0,07568
6 H IS	0,80442	0,02725	B-6 H IS	0,8259696	0,02798	C-6 H IS	0,85531248	0,028974
6H IS + Z (1:0,5)	1,1492136	0,03893	B-6H IS + Z (1:0,5)	1,15197077	0,0390234	C-6H IS + Z (1:0,5)	1,18469664	0,040132
6H IS + Z (1:1)	1,8984312	0,06431	B-6H IS + Z (1:1)	1,9282464	0,06532	C-6H IS + Z (1:1)	2,15557992	0,073021
6H IS + Z (1:2)	2,129868	0,07215	B-6H IS + Z (1:2)	2,17544688	0,073694	C-6H IS + Z (1:2)	2,20215362	0,0745987

Realizado por: Ayala Robalino Karla, 2021

ANEXO D: TABLA DE CONDUCTIVIDAD

CONDUCTIVIDAD	TEST A (μS/m)	TEST B(μS/m)	TEST C(μS/m)	PROMEDIO(μS/m)
2h E	0,983	0,95	1,042	0,99166667
4h E	0,915	0,943	0,977	0,945
6h E	1,833	1,67	1,626	1,70966667
2h E+Z(1:1)	1,548	1,549	1,631	1,576
4h E+Z(1:1)	1,801	1,885	1,932	1,87266667
6h E+Z(1:1)	2,221	2,182	2,16	2,18766667
2h E+Z(1:0,5)	0,979	1,021	1,818	1,27266667
4h E+Z(1:0,5)	1,945	1,952	1,985	1,96066667
6h E+Z(1:0,5)	2,854	2,798	2,825	2,82566667
2h E+Z(1:2)	1,771	1,857	2,188	1,93866667
4h E+Z(1:2)	1,878	1,909	1,92	1,90233333
6h E+Z(1:2)	2,817	2,723	2,784	2,77466667
2h IS	0,606	0,605	0,611	0,60733333
4h IS	0,708	0,715	0,694	0,70566667
6h IS	0,712	1,028	0,954	0,898
2h IS+Z(1:1)	0,963	0,978	0,897	0,946
4h IS+Z(1:1)	0,943	0,825	0,874	0,88066667
6h IS+Z(1:1)	1,345	1,025	1,168	1,17933333
2h IS+Z(1:0,5)	0,695	0,655	0,686	0,67866667
4h IS+Z(1:0,5)	0,713	0,705	0,747	0,72166667
6h IS+Z(1:0,5)	1,072	1,078	1,083	1,07766667
2h IS+Z(1:2)	0,804	0,861	0,803	0,82266667
4h IS+Z(1:2)	0,901	0,878	0,886	0,88833333
6h IS+Z(1:2)	1,075	1,213	1,187	1,15833333

Realizado por: Ayala Robalino Karla, 2021

ANEXO E: TABLA DE CONDUCTIVIDAD UNA SEMANA DESPUÉS

CONDUCTIVIDAD	TEST A (µS/m)	TEST B (µS/m)	TEST C (µS/m)	PROMEDIO (µS/m)
2h E	0,892	1,021	1,262	1,05833333
4h E	0,538	0,566	0,654	0,586
6h E	1,435	1,523	1,466	1,47466667
2h E+Z(1:1)	1,573	1,579	1,575	1,57566667
4h E+Z(1:1)	1,926	1,874	1,874	1,89133333
6h E+Z(1:1)	1,824	1,791	1,763	1,79266667
2h E+Z(1:0,5)	0,979	1,021	1,81	1,27
4h E+Z(1:0,5)	1,745	1,771	1,783	1,76633333
6h E+Z(1:0,5)	2,366	2,4343	2,459	2,41976667
2h E+Z(1:2)	1,762	1,739	1,731	1,744
4h E+Z(1:2)	1,773	1,734	1,744	1,75033333
6h E+Z(1:2)	1,615	1,619	1,6	1,61133333
2h IS	0,547	0,555	0,556	0,55266667
4h IS	0,661	0,654	0,652	0,65566667
6h IS	0,803	0,798	0,819	0,80666667
2h IS+Z(1:1)	0,808	0,873	0,901	0,86066667
4h IS+Z(1:1)	0,824	0,825	0,822	0,82366667
6h IS+Z(1:1)	0,93	0,932	0,941	0,93433333
2h IS+Z(1:0,5)	0,611	0,595	0,601	0,60233333
4h IS+Z(1:0,5)	0,671	0,675	0,68	0,67533333
6h IS+Z(1:0,5)	1,001	1,021	1,108	1,04333333
2h IS+Z(1:2)	0,704	0,761	0,803	0,756
4h IS+Z(1:2)	0,686	0,747	0,753	0,72866667
6h IS+Z(1:2)	1,128	1,108	1,035	1,09033333

Realizado por: Ayala Robalino Karla, 2021

ANEXO F: PREPARACIÓN DE LAS MUESTRAS



PESAJE DE GRAFITO



PESAJE DE ZEOLITA



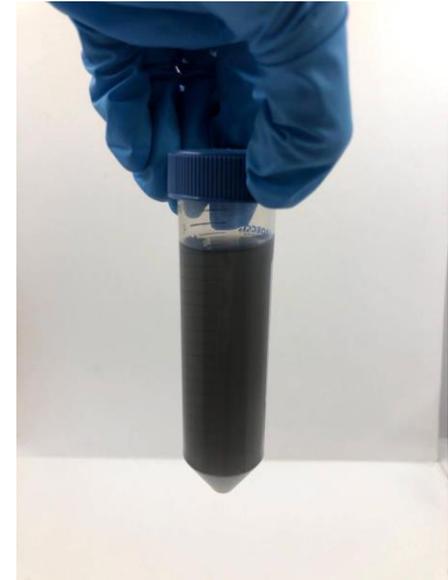
ADICIÓN DE SOLVENTES EN VASO SONICADOR



SONICACIÓN DE MUESTRAS



BAÑO SONICADOR EMPLEADO



**MUESTRA A 4 HORAS
PROPORCIÓN 2:1 EN
ISOPROPANOL**



MUESTRAS PREELEVADAS

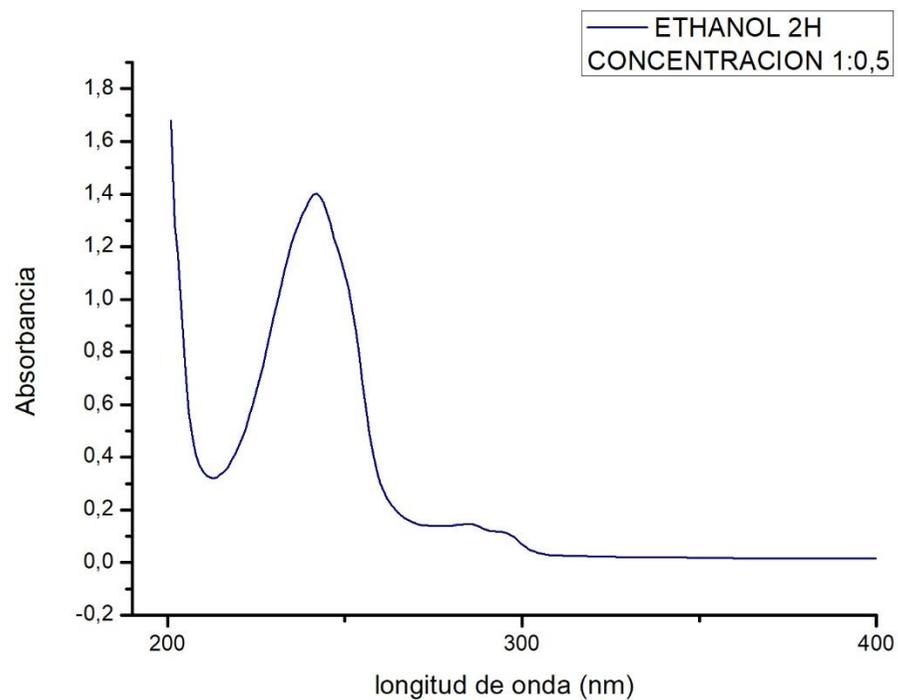


OBTENCIÓN DE IMÁGENES EN EL SEM

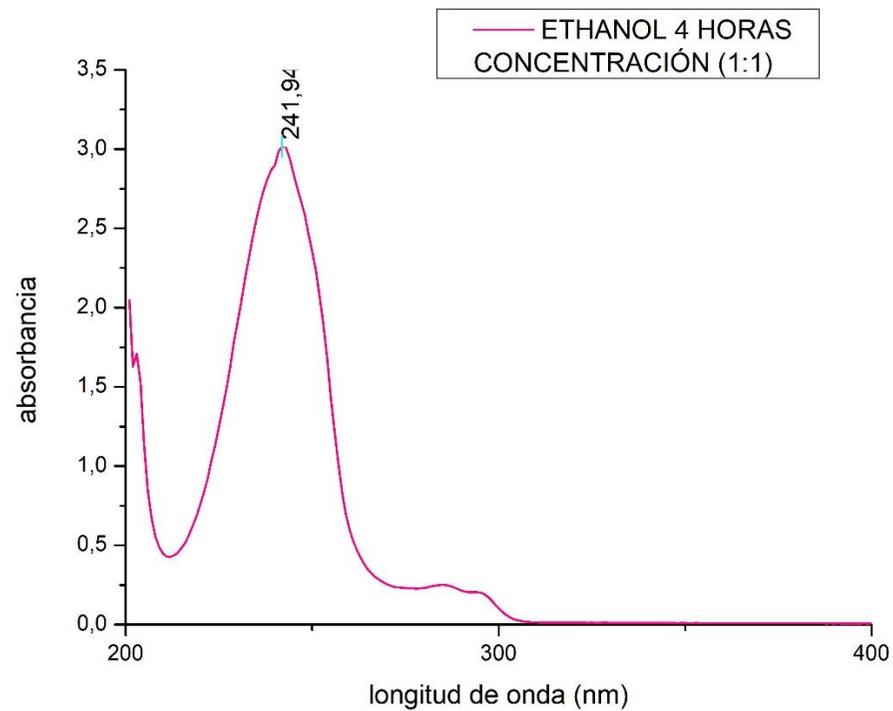


OBTENCIÓN DE CONDUCTIVIDAD

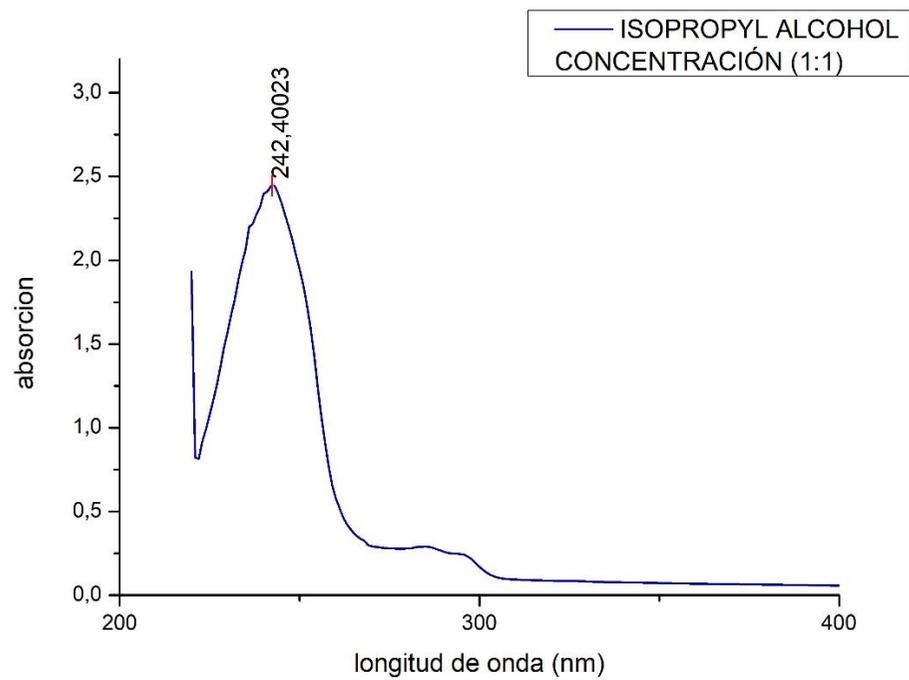
ANEXO G: ESPECTRO DE UV – VISIBLE ABSORBANCIA VS LONGITUD DE ONDA



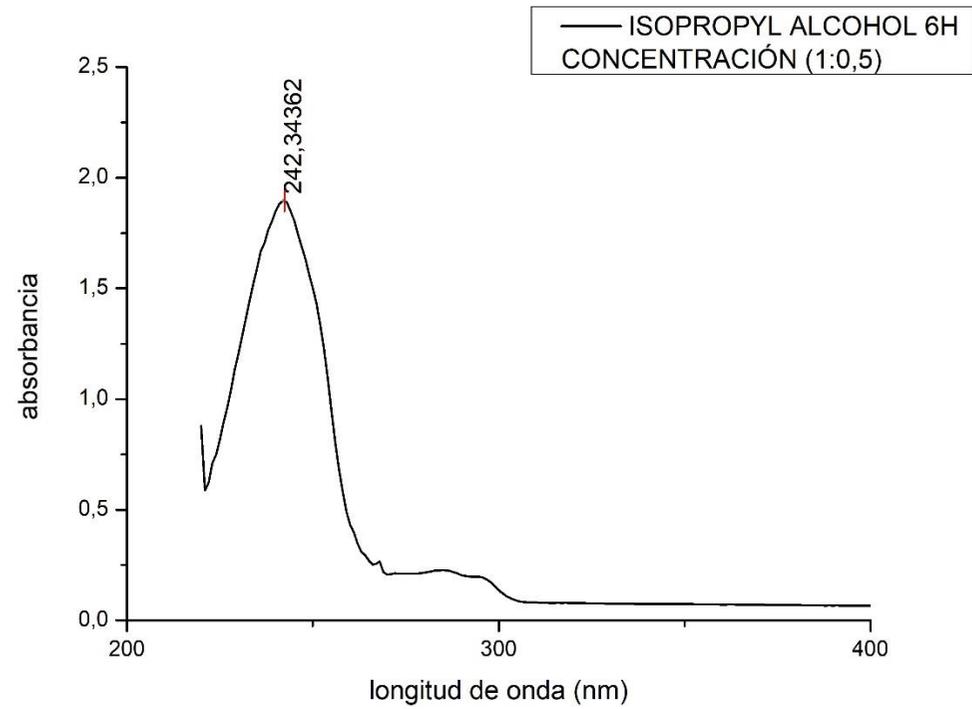
ESPECTRO DE UV-VIS DE ETANOL EN PROPORCIÓN 1:0,5 A 2H DE SONICACIÓN



ESPECTRO DE UV-VIS DE ETANOL EN PROPORCIÓN 1:1 A 4H DE SONICACIÓN



ESPECTRO DE UV-VIS DE ISOPROPANOL EN PROPORCIÓN 1:1 A 4H DE SONICACIÓN



ESPECTRO DE UV-VIS DE ISOPROPANOL EN PROPORCIÓN 1:0,5 A 6H DE SONICACIÓN

ANEXO H: FICHA TÉCNICA DE LA ZEOLITA

Especificaciones técnicas



Certified to
NSF/ANSI 61

Características físicoquímicas

Tipo de dato	Estándar / metodología	Zeomedia 12-20	Zeomedia 14-40	Zeomedia 12-40
Peso volumétrico	ASTM D7263-09	690 - 730 kg/m ³		
Peso específico	ASTM D854-14	1.5 - 2.2 g/cm ³		
Rango de tamaño efectivo de mallas	ASTM D1921-18	8 - 20	14 - 40	12 - 20
Coefficiente de uniformidad		1.48	1.27	1.57
Material por debajo de la malla		2% max.		
Material disgregable en peso	Método Zeomex	3.5%		
Firmeza del grano	Texturómetro TVT	79	77.4	78.1
Trabajo de compresión		33	29	30
Coefficiente de Poisson		.418	.375	.384
Área superficial	Método BET	35 - 40 m ² /g		
Clinoptilolita	Difracción rayos X	75 - 83 %		
Arcillas		3% max.		

Parámetros operacionales

	Zeomedia 12-20	Zeomedia 14-40
Tasa de flujo	8-20 gpm/ft ²	10-12 gpm/ft ²
	20-50 m ³ /h/m ²	26-32 m ³ /h/m ²
Máx tasa de flujo	20 gpm/ft ²	
	50 m ³ /h/m ²	
Flujo retrolavado	18 gpm/ft ²	
	44 m ³ /h/m ²	
Altura de expansión	50%	
Altura de la cama	30'-48' pg	30'-48' pg
	0,76-1,22 m	0,76-1,22 m
Máxima presión	45 psi	
Presión diferencial-para filtro de agua	10-15 psi	10-15 psi



**ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE
CHIMBORAZO**



**DIRECCIÓN DE BIBLIOTECAS Y RECURSOS
PARA EL APRENDIZAJE Y LA INVESTIGACIÓN**

**UNIDAD DE PROCESOS TÉCNICOS
REVISIÓN DE NORMAS TÉCNICAS, RESUMEN Y BIBLIOGRAFÍA**

Fecha de entrega: Día / Mes / Año

INFORMACIÓN DEL AUTOR/A (S)
Nombres – Apellidos:
INFORMACIÓN INSTITUCIONAL
Facultad:
Carrera:
Título por optar:
f. Analista de Biblioteca responsable: