



ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL



FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA

OBTENCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE ESTRUCTURAS

BASADAS EN CARBONO A PARTIR DE RESINAS NATURALES POR GRAFITIZACIÓN.

TRABAJO DE TITULACIÓN PREVIO A LA OBTENCIÓN DEL TÍTULO DE INGENIERO MECÁNICO

A handwritten signature in blue ink, likely belonging to Jacqueline Lizeth Pabón Galindo.

PABÓN GALINDO JACQUELINE LIZETH
jacqueline.pabon@epn.edu.ec

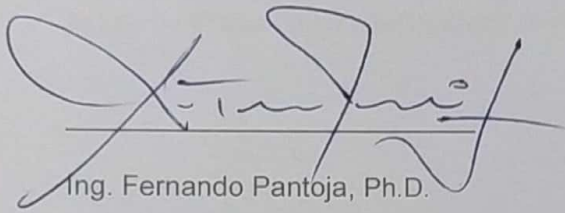
A handwritten signature in blue ink, likely belonging to Luis Fernando Pantoja.

DIRECTOR: ING. LUIS FERNANDO PANTOJA, Ph.D.
fernando.pantoja@epn.edu.ec

Quito, 2022

CERTIFICACIÓN

Certificamos que el presente trabajo fue desarrollado por **JACQUELINE LIZETH PABÓN GALINDO**, bajo mi supervisión.

A handwritten signature in black ink, appearing to read 'Fernando Pantoja', is written over a horizontal line. The signature is fluid and cursive.

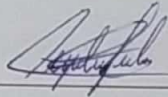
Ing. Fernando Pantoja, Ph.D.

DIRECTOR DE PROYECTO

DECLARACIÓN

Yo **JACQUELINE LIZETH PABÓN GALINDO**, declaro bajo juramento que el trabajo aquí descrito es de nuestra autoría; que no ha sido previamente presentado para ningún grado o calificación profesional; y, que hemos consultado las referencias bibliográficas que se incluyen en este documento.

A través de la presente declaración cedo mis derechos de propiedad intelectual correspondiente a este trabajo, a la Escuela Politécnica Nacional, según lo establecido por la Ley de Propiedad Intelectual, por su Reglamento y por la normativa institucional vigente.



Pabón Galindo Jacqueline Lizeth

A mis padres por su esfuerzo y dedicación en mi desarrollo personal y profesional.

AGRADECIMIENTO

A mis mejores guías de vida Gonzalo y Diana por su apoyo incondicional y por haber infundido en mí valores y sabios consejos.

A mis hermanas Dani, Mile y Kami por demostrarme que los mejores amigos son los hermanos.

A mi sobrina Rafa por llenarme de alegría día a día.

A Ronnie por haberme apoyado y acompañado en la realización de este trabajo.

A la Escuela Politécnica Nacional por brindarme oportunidades y conocimientos.

Al Ing. Santiago Camacho e Ing. Verónica Sotomayor, encargados del laboratorio de Ensayos no destructivos por su guía y colaboración.

De manera especial quiero extender mi más grande y sincero agradecimiento al Ing. Fernando Pantoja Ph.D. por su orientación y colaboración absoluta en el desarrollo de este trabajo.

ÍNDICE DE CONTENIDO

CERTIFICACIÓN.....	i
DECLARACIÓN.....	ii
AGRADECIMIENTO.....	iii
DEDICATORIA.....	iv
ÍNDICE DE CONTENIDO	v
ÍNDICE DE FIGURAS	ix
ÍNDICE DE TABLAS	xi
RESUMEN.....	xii
ABSTRACT	xiii
1. INTRODUCCIÓN.....	1
1.1 OBJETIVO GENERAL	1
1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS	1
1.3 ALCANCE	1
1.4 MARCO TEÓRICO.....	2
1.4.1 Materiales basados en carbono.	2
1.4.2 Técnicas de Obtención.....	5
1.4.3 Grafeno Inducido por Láser.....	6
1.4.4 Técnicas de caracterización.....	7
1.4.5 Resinas naturales (Euphorbia laurifolia) propiedades.....	9
2. METODOLOGÍA.....	11
2.1 Diseño y construcción de spin coating.....	11
2.1.1. Identificación de necesidades	11
2.1.2. Materiales y equipos.....	12
2.1.3. Diseño de spin coating	12
2.2. Recolección.....	16
2.2.1. Lugar de recolección	16
2.2.2. Materiales para recolección.....	17
2.2.3. Procedimiento de recolección	17
2.2.4. Procedimiento de coagulación del látex.....	17
2.3. Formulación de la resina.....	18
2.3.1. Materiales y reactivos.....	18
2.3.2. Procedimiento de formulación.....	18

2.4.	Obtención de película delgada.....	19
2.4.1.	Materiales y equipos.....	19
2.4.2.	Procedimiento de obtención de película delgada.....	20
2.5.	Obtención de LIG	21
2.5.1.	Retardante de fuego.....	21
2.5.2.	Obtención de Estructuras.....	22
2.6.	Caracterización de las estructuras	24
2.6.1.	Microscopía Electrónica de barrido SEM.....	24
2.6.2.	Espectroscopía Raman	24
2.6.3.	Caracterización electrónica Método Van der Pauw	25
3.	RESULTADOS Y DISCUSIÓN	26
3.1.	Análisis de resultados de Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)	26
3.2.	Análisis de resultados de Espectroscopía Raman.....	29
3.3.	Análisis de resultados de la técnica Van der Pauw.	34
4.	CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES.....	37
4.1.	Conclusiones.....	37
4.2.	Recomendaciones.....	38
5.	Referencias Bibliográficas	39

ÍNDICE FIGURAS

Figura 1.1: a. Unión de láminas de grafeno constituye el grafito. b. Lámina de grafeno	2
Figura 1.2: Estructura del fullereno C60.....	3
Figura 1.3: a. Nanotubo de pared simple o SWCNTs y b. Nanotubo de pared múltiple ó MWCNTs	4
Figura 1.4: Diferencia entre nanotube y nanofibras de carbono.....	5
Figura 1.5: LIG en diversos sustratos. a)LIG en patrón R en un coco. e) LIG en forma de un búho en corcho. f) LIG patrón R en una papa.	7
Figura 1.6: Espectro Raman de grafeno (rojo), nanotubos de carbono (negro), grafito (verde) y negro de humo (azul)	8
Figura 1.7: Método cerrado de Van der Pauw. a) Vista superior de dispositivo con película delgada. b) Vista transversal de dispositivo. c) Mapa de líneas de corriente.	9
Figura 2.1: Proceso de deposición en el proceso de spin coating.....	11
Figura 2.2: Arduino Nano ATmega328P	13
Figura 2.3: ESC 30A Driver Motor Brushless	13
Figura 2.4: Sensor Velocidad Motores Encoder Arduino Robot	14
Figura 2.5: Motor Brushless A2212/13T 1000KV	14
Figura 2.6: Diagrama esquemático de conexiones para el spin coater.	15
Figura 2.7: Circuito de spin coater armado	15
Figura 2.8: Carcasa de spin coater	16
Figura 2.9: Látex de Euphorbia laurifolia coagulado	17
Figura 2.10: Solución pura de látex de E. Laurifolia	19
Figura 2.11: Solución de látex con FeCl ₃ (cloruro de hierro)	19
Figura 2.12: a) Muestra con 1 capa de solución. b) Muestra con 8 capas de solución.	20
Figura 2.13: a) Muestra sin retardante de fuego. b) Muestra con retardante de fuego	21
Figura 2.14: Espectroscopía Raman de muestra Ab, punto 1	25

Figura 3.1: "bigotes" CNC antes del paso del láser nanopartículas LIG después del paso del láser aplicando un enfoque láser de +1,1 mm, una velocidad del láser de 5,8 cm/s a una potencia del láser de 4 W.....	27
Figura 3.2: Micrografía SEM muestra Ac 1000x.....	28
Figura 3.3: Micrografía SEM muestra Bd, 1000x.....	28
Figura 3.4: Espectro de la muestra Ab	30
Figura 3.5: Resultados de análisis de picos muestra Ab	30
Figura 3.6: Espectro 2 de la muestra Ab	31
Figura 3.7: ID/IG frente a la relación ID'/IG. El recuadro muestra la dependencia lineal entre los dos parámetros a baja concentración de defectos, dando diferentes ID/ID', para diferentes tipos de defectos.	34
Figura 3.8: Relaciones de intensidad, muestras A	34
Figura 3.9: Relaciones de intensidad, muestras B	35
Figura 3.10: LIG en diversos sustratos. (a) Imagen de LIG estampada en forma de "R" sobre un coco (2 cm de altura). (b) Espectro Raman de la LIG de coco laqueada dos veces al 10% de velocidad y al 5% de potencia. (c) TEM de baja resolución de la LIG de coco después de 5 láseres. La barra de escala es de 50 nm. (d) TEM de alta resolución del LIG de coco (10% de velocidad, 5% de potencia, 5×) mostrando el espacio d característico de 0,34 nm del grafeno.....	36

ÍNDICE TABLAS

Tabla 2.1: Porcentaje de Formulación	18
Tabla 2.2: Parámetros fijos para grabado láser	22
Tabla 2.3: Parámetros de obtención de estructuras con potencia variable.	22
Tabla 2.4: Nomenclatura de muestras.....	23
Tabla 2.5: Resultados de Resistencia de las muestras.	26
Tabla 3.1: Datos obtenidos de Raman muestras A	32
Tabla 3.2: Datos obtenidos de Raman muestras B	33

RESUMEN

El presente proyecto tiene como propósito la obtención y caracterización de estructuras de carbono a partir de una resina natural de una especie endémica de la región Andina del Ecuador *Euphorbia laurifolia*, con la finalidad de obtener un método económico para la obtención de las estructuras basadas en carbono. El LIG basado en resina del lechero, fue producido con un láser de 445 nm. El tipo de investigación realizada fue de tipo experimental, los instrumentos de recopilación de información utilizados fueron documentos y experimentos de laboratorio. Las muestras obtenidas fueron caracterizadas mediante microscopía electrónica de barrido (SEM), espectroscopía Raman y técnica de Van der Pauw con lo que se pudo determinar que las estructuras obtenidas presentan morfología porosa que está constituida de redes gráficas desordenadas, con presencia de carbón amorfo además de presentar una resistencia superficial muy elevada.

Palabras clave: *Euphorbia laurifolia*, grafeno inducido por láser, spin coater, carbonización, caracterización de estructuras

ABSTRACT

The purpose of this project is to obtain and characterize carbon structures from a natural resin of a species endemic to the Andean region of Ecuador, *Euphorbia laurifolia*, in order to obtain an economical method for obtaining carbon-based structures. The LIG based on lechero Resin, was produced with a 445 nm laser. The type of research carried out was of experimental type, the information gathering instruments used were documents and laboratory experiments. The samples obtained were characterized by scanning electron microscopy (SEM), Raman spectroscopy and Van der Pauw's technique with which it was possible to determine that the structures obtained present porous morphology that is constituted of disordered graphitic networks, with the presence of amorphous carbon besides presenting a very high surface resistance.

Keywords: *euphorbia laurifolia, laser induced graphene, spin coater, structure characterization.*

OBTENCIÓN Y CARACTERIZACIÓN ESTRUCTURAS BASADAS EN CARBONO A PARTIR DE RESINAS NATURALES POR GRAFITIZACIÓN.

1. INTRODUCCIÓN

1.1 OBJETIVO GENERAL

- Obtener y caracterizar estructuras basadas en carbono a partir de resinas naturales por grafitización.

1.2 OBJETIVOS ESPECÍFICOS

- Obtener una resina natural a partir de 1 planta endémica de la Región Andina del Ecuador.
- Diseñar y construir un sistema de “spin coating” para depositar la resina sobre un sustrato rígido.
- Obtener estructuras de carbono por inducción láser.
- Caracterizar las estructuras de carbono.
- Comparar los resultados obtenidos.

1.3 ALCANCE

El presente proyecto de titulación comprende la extracción de una resina natural de la *Euphorbia laurifolia*, para formar una lámina delgada depositada sobre un sustrato rígido con ayuda del diseño y construcción de un sistema de spin coating consecuentemente se obtienen estructuras de carbono por inducción láser, mismas que serán caracterizadas con 3 métodos, microscopía electrónica de barrido (SEM), espectroscopía Raman y método de Van der Pauw con lo que se llega a la comparación y discusión de los datos obtenidos.

1.4 MARCO TEÓRICO

1.4.1 Materiales basados en carbono.

El carbono al ser uno de los materiales más abundantes y tener una gran capacidad para combinarse con otros elementos y consigo mismo, da lugar a una diversidad de estructuras, las cuales permiten desarrollar materiales con propiedades diferentes. (Borrel & Salvador, 2015)

Los materiales de carbono presentan una extensa variedad de aplicaciones en diferentes ramas como la química, biotecnología, medicina, ingeniería espacial, aeronautica, etc. Esto es gracias a que los materiales de carbono pueden trabajar a elevadas temperaturas conservando sus propiedades y en algunos casos mejorándolas. (Borrel & Salvador, 2015)

1.4.1.1 Nanomateriales basados en Carbono

Los nanomateriales de carbono, son materiales conformados principalmente por carbono los cuales son obtenidos de manera artificial con un tamaño a escala nanométrica. (Loreto, 2017)

Pueden adoptar diferentes formas debido a que presenta una extensa variedad de formas alotrópicas con diferentes propiedades físicas y químicas, entre las que se tiene: grafeno, fullereno, nanotubos, nanofibras, nanocuernos. (López, 2009)

- **Grafeno:** Es una estructura bidimensional (lámina), formada por átomos de carbono con hibridación sp^2 , organizados formando una red hexagonal muy similar a un panal de Abejas. La asociación de varias láminas de grafeno constituye el grafito. (López, 2009)

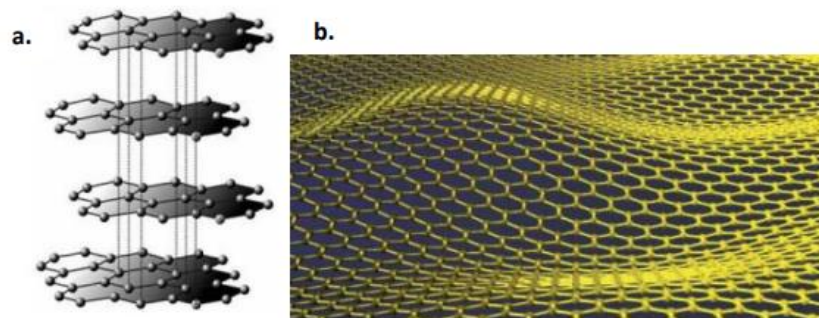


Figura 1.1: a. Unión de láminas de grafeno constituye el grafito. b. Lámina de grafeno

(Fuente: Loreto, 2017)

Como se observa en la figura 1.1 el grafeno aparenta ser una estructura delicada y frágil, sin embargo, es un material extremadamente resistente (aproximadamente 200 veces mayor al acero) que incluso posee una alta conductividad térmica y eléctrica. Entre otras propiedades relevantes se tiene: alta elasticidad y dureza, facilidad de reacción química con diferentes sustancias para formar compuestos con distintas propiedades, más flexible que la fibra de carbono, efecto Joule menor, generador de electricidad, es más, algunos científicos de la Universidad de Illinois afirman que posee propiedades de auto enfriamiento. (Díaz del Castillo Rodríguez, 2012)

- **Fullerenos:** Son moléculas de carbono que presentan formas de esfera también llamados buckyesferas y de cilindros llamados buckytubos, antecedido por el diamante y el grafito los fulleneros son la forma más estable del carbono. (Díaz del Castillo Rodríguez, 2012)

El más habitual es el C60 el cual está conformado por 60 carbonos que forman 12 pentágonos y 20 hexágonos. Los cuales presentan una forma similar a la de un balón de fútbol. Sin embargo, existen fullerenos con diversos átomos de carbono como: C70, C76, C32, C58, etc. los cuales forman una familia de nanomateriales. (Loreto, 2017)

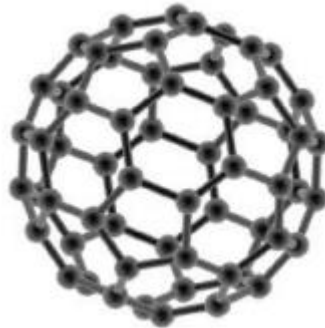


Figura 1.2: Estructura del fullereno C60.

(Fuente:Loreto, 2017)

Entre algunas propiedades de los fullerenos está la estabilidad de los enlaces por lo que no son muy reactivos y además poco solubles, ésta forma alotrópica del carbono tiene la exclusividad de ser disuelta. Para variar la organización de dicho nanomaterial es necesario llegar a temperaturas mayores a los 1000°C, esto dependiendo del número de carbonos. (Zavala & Vasilievna, 2002).

- **Nanotubos:** Son láminas de grafito enrollada como un cilindro con diámetros nanométricos, forman otra estructura alotrópica del carbono que poseen diferentes propiedades de acuerdo con la manera de enrollamiento de la lámina de grafeno. Cuando el enrollamiento es de una lámina, se generan nanotubos de carbono de pared simple (SWCNTs) y si el enrollamiento es de varias láminas se producen los nanotubos de carbono de pared múltiple (MWCNTs), mismo que se muestran en la figura 1.3. (Varcárcel & Alario, 2010)

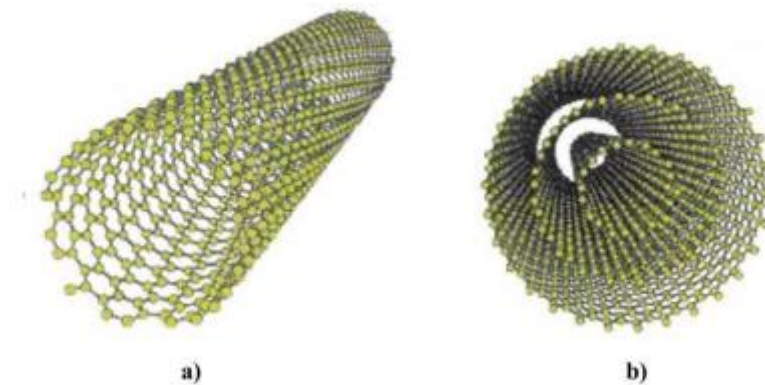


Figura 1.3: a. Nanotubo de pared simple o SWCNTs y b. Nanotubo de pared múltiple ó MWCNTs

(Fuente: Díaz del Castillo, 2012)

Los nanotubos de carbono poseen diferentes propiedades mecánicas, son mucho más ligeros y resistentes que el acero (6 y 110 veces) respectivamente, electrónicas, tienen la capacidad de conducir grandes corrientes, de manera que pueden llegar a sustituir al cobre y térmicas transfieren 20 veces más calor que el cobre y otros metales. (Loreto, 2017)

- **Nanofibras:** De estructura análoga al de los nanotubos, que se forma de láminas hexagonales de átomos de carbono, con la diferencia que las nanofibras no se enrollan sobre sí mismas, es decir no poseen un hueco a lo largo de su eje longitudinal. (Quoc, Toshishige, Makoto, Yusuke, & Alan M, 2007)

Las nanofibras pueden ser consideradas como sustratos conductores, éstas pueden comportarse como aislantes, semimetales o metales, sujetándose a la estructura helicoidal tridimensional y a su diámetro. (Jiménez, 2011)

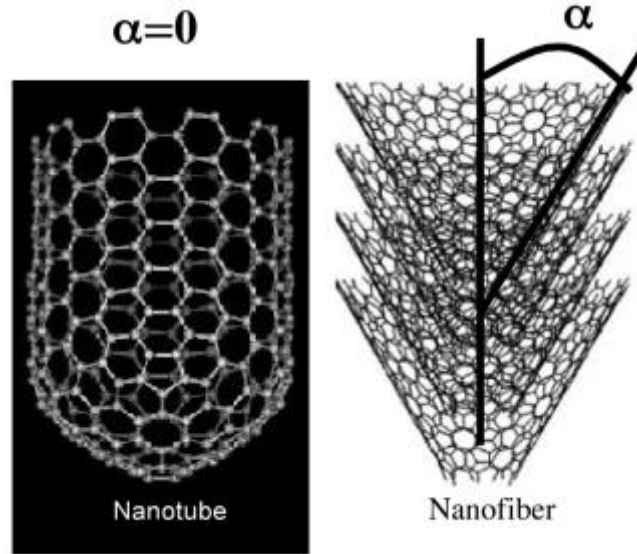


Figura 1.4: Diferencia entre nanotube y nanofibras de carbono

(Fuente: Quoc,2007)

1.4.2 Técnicas de Obtención

Hoy en día se realiza la obtención de nanotubos de carbono (CNT) de varias maneras y se puede ver como éstas van incrementando de manera exponencial debido a que hay varios desafíos al momento de sintetizar nanotubos de carbono. Entre las principales razones que menciona (López, 2009) se tiene la necesidad de producción a gran escala, con bajos costos y de elevadas purezas.

Se han desarrollado algunos tipos de técnicas para elaborar nanotubos de carbono, entre las más importantes se encuentran: síntesis por arco de descarga, síntesis por deposición química de la fase vapor (CVD) y la síntesis por ablación láser.

- **Síntesis por arco de descarga:** En este proceso se someten 2 electrodos (uno de grafito) a una elevada diferencia de potencial eléctrico lo que hará que se desarrolle entre ellos un arco eléctrico, para así alcanzar elevadas temperaturas lo que conducirá a la formación de plasma entre los electrodos, de esta manera el material grafitico de uno de los electrodos se auto ensambla generando nanotubos de carbono CNT.

Una desventaja de utilizar este método es que la producción en volumen es baja además se convierte en un método de difícil repetitividad, ahora bien, una ventaja de este método es que los nanotubos poseen una cantidad menor de defectos estructurales, si los comparamos con los obtenidos por CVD. (Jiménez, 2011)

- **Síntesis por deposición química de la fase vapor (CVD):** Ésta es una de las técnicas de obtención más sencilla para la aplicación a gran escala, sin embargo, como se mencionó anteriormente estos nanotubos elaborados estarán llenos de defectos. (Alcca, 2005).

El método consiste en colocar un sustrato (catalizador) fino de 1 a 50nm de espesor de Fe, Co, Ni en un horno de atmósfera a baja presión, se eleva la temperatura hasta los 600°C y se va añadiendo gas de acetileno, benceno o metano para que se vayan liberando átomos de carbono y de esta manera se formen los nanotubos. El diámetro del nanotubo que se forme depende del tamaño de la partícula que fue aglutinada. (Jiménez, 2011)

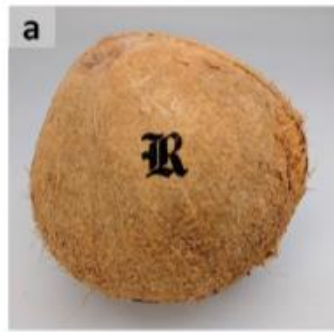
- **Síntesis por ablación láser:** Este proceso al igual que el de arco por descarga, necesita ser llevado a elevadas temperaturas en una atmósfera inerte, con la diferencia de que es necesaria la incidencia de un láser para que pueda ser vaporizado el grafito que lleva incorporado el catalizador. De esta manera se obtienen los nanotubos de carbono SWCNT, mismos que serán parecidos tanto en su estructura como en su longitud a los obtenidos por arco eléctrico. (López, 2009)

1.4.3 Grafeno Inducido por Láser

El grafeno inducido por láser es una forma tridimensional de grafeno, el cual consta de múltiples capas. Consiste en hacer incidir un rayo láser sobre la superficie de un material que contiene carbono para de esta manera obtener grafeno, esta técnica se basa en el proceso de carbonización (incremento de nivel de carbono). (Nandini & Swatantra, 2022)

La formación de dicho grafeno nos brinda la oportunidad de obtener grafeno conductivo con alta precisión, fácil procesamiento y bajo costo, que ha demostrado disponer de aplicaciones en dispositivos de almacenamiento y construcción de sensores. (Zhang, Song, & Hao, 2017)

En la actualidad se están realizando diferentes patrones de grafeno inducido por láser (LIG) en diversos sustratos como resinas, madera, tela, papel, alimentos, etc. Demostrando así que este es un proceso muy versátil del que se pueden obtener algunos beneficios ya que sus recursos principales son los naturales y renovables. (Ye, Chyan, & Zang, 2017)



de electrones. (Ipohorski & Bozzano, 2013)

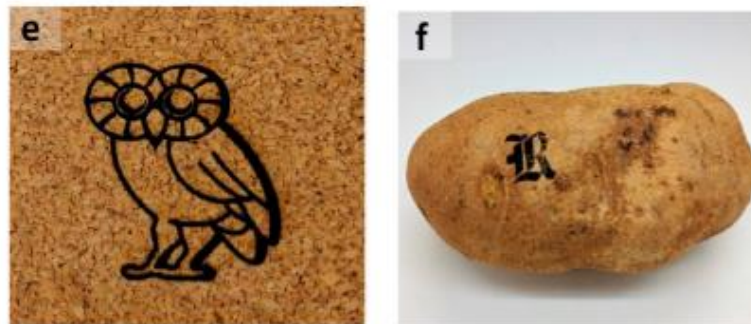


Figura 1.5: LIG en diversos sustratos. a) LIG en patrón R en un coco. e) LIG en forma de un búho en corcho. f) LIG patrón R en una papa.

Fuente: (Chyan, Ye, & Li, 2018)

1.4.4 Técnicas de caracterización.

1.4.4.1 Microscopía electrónica de barrido SEM

La microscopía electrónica de barrido SEM (scanning electron microscope), es una técnica de caracterización de materiales, la cual consiste en la obtención de imágenes, mediante la localización, procesamiento y visualización de señales de las interacciones entre la materia y un haz de electrones.

Esta técnica se ha convertido muy necesaria actualmente para la investigación científica y aplicada en Ciencia de Materiales, pues nos proporciona información de topografía, composición y estructura cristalográfica. (Piqueras & Faura, 1994)

Consiste en incidir un haz de electrones de alta energía en una columna de alto vacío del orden de 10^{-5} mm de Hg, se registran las señales generadas por la interacción, mismas que permitirán la generación de imágenes consecuentemente del avance del haz de electrones. (Ipohorski & Bozzano, 2013)

1.4.4.2 Espectroscopía Raman

Es una técnica de caracterización no destructiva basada en la dispersión inelástica de luz monocromática, la cual consiste en interactuar un haz de radiación electromagnética con la muestra que se requiere analizar. La información que se obtiene es química y estructural de materiales (Saucedo, 2018)

Es un método común para estudiar materiales basados en carbono como el grafeno, nanotubos de carbono, grafito, etc. (Pantoja, 2019) al usar el espectro Raman, se puede diferenciar el tipo de grafeno que presenta un material. (Marquina & Power, 2010)

El espectro Raman del grafeno muestra 3 bandas principales D, G y 2D mismas que nos ayudan a definir aspectos importantes como son: banda D indica la cantidad de defectos se encuentra entre 1200 y 1350cm^{-1} , banda G simboliza el movimiento entre átomos de carbono con unión sp^2 , aparece entre los valores de 1580 y 1620cm^{-1} y la D" se relaciona con las impurezas obtenidas en una red de grafito. (Lavín, 2017) En algunos casos se presenta una banda A que se encuentra a los 1500cm^{-1} la cual indica la presencia de carbón amorfo.

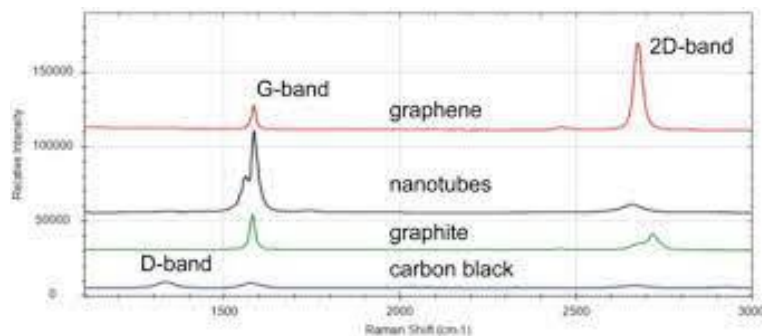


Figura 1.6: Espectro Raman de grafeno (rojo), nanotubos de carbono (negro), grafito (verde) y negro de humo (azul)

Fuente: (Bautista, 2013)

1.4.4.3 Técnica Van der Pauw

Es un método descubierto por L.J. Van Der Pauw en 1958, es usado para medir con precisión la resistividad eléctrica, movilidad y concentración de portadores de carga de materiales especialmente semiconductores y que se presenten en forma de películas delgadas. (Ramadam & Gould, 1994)

La medición se basa en un mapeo desarrollado por el autor, para la realización de dicha medición es importante cumplir con las siguientes condiciones: los contactos son bastante pequeños, deben ser ubicados en las esquinas de la muestra, el espesor del material a ser medido debe ser homogéneo (no contener agujeros). (Bharadwaj & Hamzah, 2017)

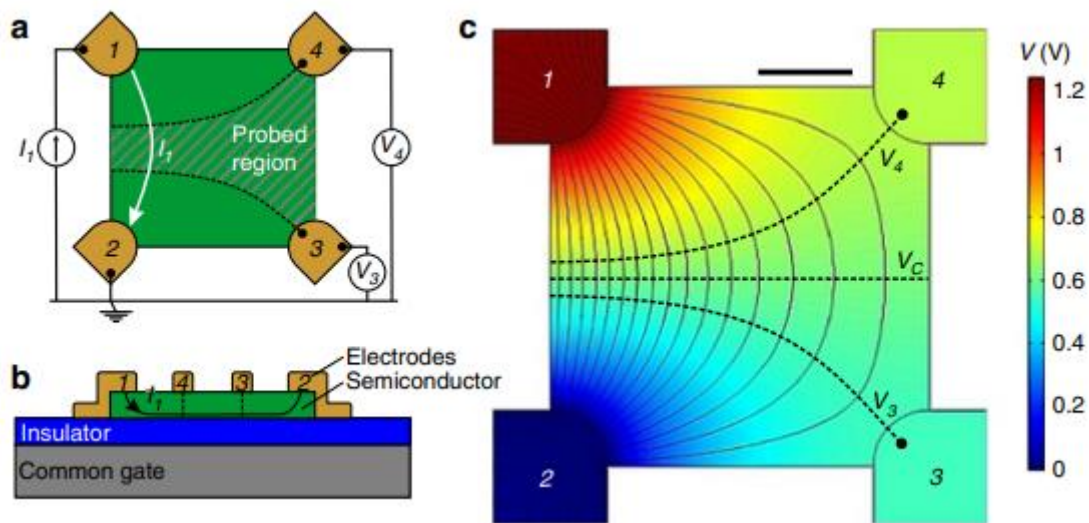


Figura 1.7: Método cerrado de Van der Pauw. a) Vista superior de dispositivo con película delgada. b) Vista transversal de dispositivo. c) Mapa de líneas de corriente.

Fuente: (Cedric & Enpu, 2017)

1.4.5 Resinas naturales (*Euphorbia laurifolia*) propiedades.

Las resinas son materiales orgánicos sólidos, semisólidos o pseudosólidos de acuerdo con la Norma ISO 4618/3 las resinas naturales son de origen vegetal y animal.

Las resinas naturales hacen referencia a la secreción pegajosa de los árboles, la cual es producida como mecanismo de defensa ante infecciones o daños en la corteza. Generalmente son líquidos de alta viscosidad, insolubles en agua y solubles en solventes orgánicos. (Pavón, 2019)

1.4.5.1 Composición de resinas naturales.

La composición de las resinas naturales es compleja debido a que el entorno en el que se encuentren puede generar diferencias en la misma especie y en su composición. Estos materiales resinosos están constituidos por una mezcla de moléculas formadas por polímeros del isopreno y por compuestos terpenos (sustancias formadas por esqueletos de carbonos) (Zalbidea, 2016)

Los terpenos en la naturaleza son estructuras alifáticas insaturadas que presentan uno o varios tipos funcionales (hidroxilo, carbonilo, etc.). De manera general los mono terpenoides y sesqui terpenoides se encuentran como líquidos, en cuanto a los di terpenoides y tri terpenoides son sólidos que se encuentran disueltos en la parte líquida de la mezcla. (Pavón, 2019).

1.4.5.2 Látex de Euphorbia Laurifolia.

La Euphorbia laurifolia es una especie perteneciente a la familia Euphorbiaceae, es uno de los géneros más diversos, se encuentra distribuida en Colombia, Venezuela y Ecuador, crece entre los 1000msnm y 3000msnm y son arbustos frondosos que presentan frutos tricocos. También es conocido con diferentes nombres, de acuerdo con su localización entre los nombres más conocidos están: lechero blanco, pingllo, pinsho, lecherito, palo lechero, lechero de cerco, etc. (Tenesaca & Yandun, 2022).

Esta variedad de plantas, presenta una amplia variedad de actividades biológicas, entre las que se encuentran actividades antimicrobianas, citotóxicas, antivirales (anti- VIH),etc, es por esto que se considera una materia prima de importancia fitoquímica y farmacológica. (Miranda, Vinueza, & Acosta, 2018)

El látex proveniente de la E. laurifolia es de color blanco que contiene sustancias gomosas y es irritante. Está conformado por compuestos terpenicos, diterpenicos y triterpenicos. (Vaca, 2019)

2. METODOLOGÍA

El presente trabajo es de tipo experimental, lo que se trata de obtener son estructuras de carbono a partir del látex de la planta Euphorbia Laurifolia. Para el proceso de experimentación se realiza una formulación con la concentración de látex máxima para luego ser depositada sobre un sustrato con ayuda de un spin coating y así obtener una película delgada que luego pasará a ser inducida por un láser con cuatro diferentes potencias y de esta manera obtener estructuras de carbono con las mejores propiedades posibles.

2.1 Diseño y construcción de spin coating.

El objetivo de construir el spin coating para el presente trabajo es poder crear capas delgadas con la resina de la planta Euphorbia laurifolia. El spin coating será diseñado de acuerdo con las necesidades del presente trabajo.

El spin coating es un método que permite realizar películas delgadas uniformes. Este proceso se puede identificar en 4 etapas las que son: deposición, centrifugado inicial, centrifugado final y evaporación. Las 3 etapas iniciales son secuenciales, mientras que la etapa de evaporación ocurre al final del proceso. (Meftahul, Rashid, & Aatur, 2014)

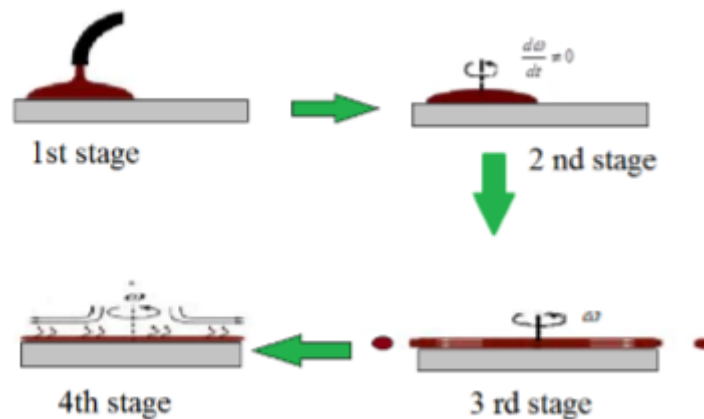


Figura 2.1: Proceso de deposición en el proceso de spin coating.

Fuente: (Meftahul, Rashid, & Aatur, 2014)

2.1.1. Identificación de necesidades

De acuerdo con la investigación de equipos de este tipo y con las necesidades, los requerimientos fueron los siguientes:

- Genere películas delgadas

- Rango de velocidad debe estar entre 2000rpms y 4000 rpms.
- Control de velocidad
- Económico, componentes existentes en nuestro mercado.
- Ligero y fácil de limpiar

2.1.2. Materiales y equipos

- Motor brushless A2212/13T 1000KV
- Controlador ESC 30A
- Sensor encoder
- Arduino Nano ATMEL ATmega328P
- Placa electrónica
- Fuente de poder de 12V
- Pantalla LCD
- Potenciómetro
- Cables para conexión
- Cable de corriente
- Acrílico

2.1.3. Diseño de spin coating

El diseño y construcción del equipo consta de 2 etapas: electrónica y mecánica. La parte electrónica está conformada por una fuente de poder de 12V, microcontrolador ESC 30A, placa electrónica, Arduino nano, pantalla LCD, sensor encoder. La etapa mecánica se conforma por: un motor brushless, superficie giratoria. A continuación, se detalla cada uno de los componentes con sus funciones.

- **Diseño de spin coating parte electrónica**

Placa de control Arduino Nano ATMEL ATmega328P

Se ha preferido el uso de una placa Arduino nano, ya que es una tarjeta de las favoritas ya que el acoplamiento es muy bueno con las protoboard, funciona igual que un Arduino Uno con las mismas capacidades, pero con un tamaño reducido.

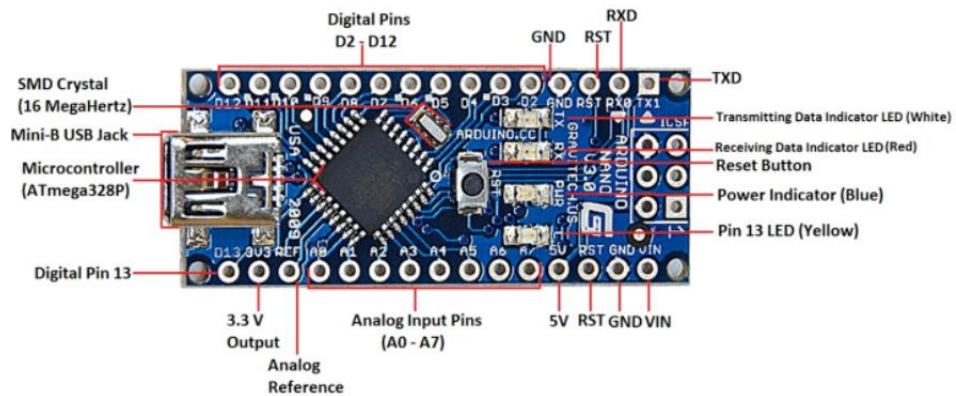


Figura 2.2: Arduino Nano ATmega328P

Fuente: (Shereefdeen & Kehinde, 2019)

Microcontrolador ESC 30A

Es un controlador como su nombre lo indica el cual permite dar velocidad y dirección al motor brushless mediante la generación de pulsos, además puede actuar como un freno dinámico. Consta de 3 cables, el sentido de giro dependerá de la conexión de éstos y para invertir el sentido de giro es necesario permutar 2 conexiones. (Delgado & Bolaños, 2013)

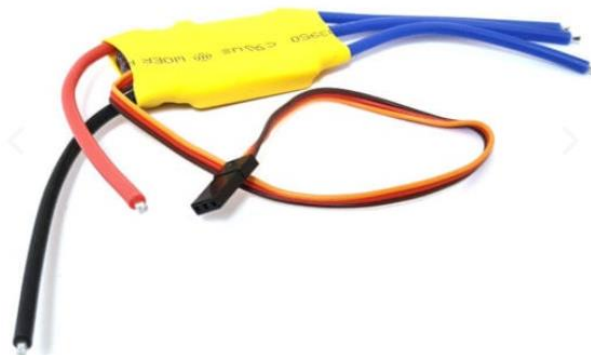


Figura 2.3: ESC 30A Driver Motor Brushless

Fuente: (Vera, 2017)

Sensor Encoder

Es un dispositivo electromecánico que permite medir velocidad, posición, longitud lineal o posición angular. Su función principal es transformar los movimientos en señales que puedan ser interpretadas por un controlador. (West, 2018)

El uso de este encoder permite tener precisión en las medidas, elevado rendimiento en comparación con otro tipo de sensores.

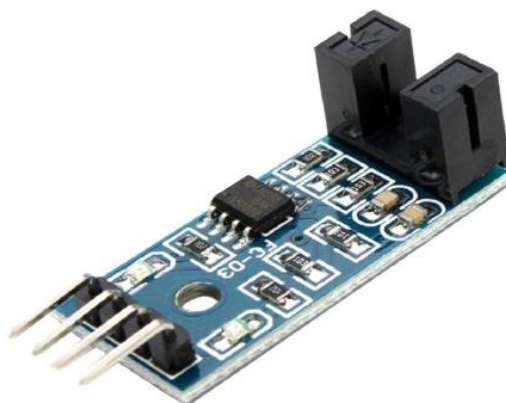


Figura 2.4: Sensor Velocidad Motores Encoder Arduino Robot

Fuente: (West, 2018)

Para el presente trabajo se realizó una programación que permite controlar el contador del encoder debido a que la velocidad de trabajo es muy elevada (hasta 12000rpm), se puede ver el código en el ANEXO I.

- **Parte mecánica**

- **Motor brushless**

- Son motores DC de tamaño compacto y alta eficiencia que no utilizan escobillas para cambiar su polaridad en el rotor, el elemento que controla el giro en el rotor es el variador electrónico. (Delgado & Bolaños, 2013)

- Para el presente proyecto se utilizó el motor brushless A2212/13T 1000KV.



Figura 2.5: Motor Brushless A2212/13T 1000KV

Fuente: Propia

- **Diagrama esquemático de conexiones:**

A continuación se presenta el diagrama principal de conexiones electrónicas realizadas para el spin coater.

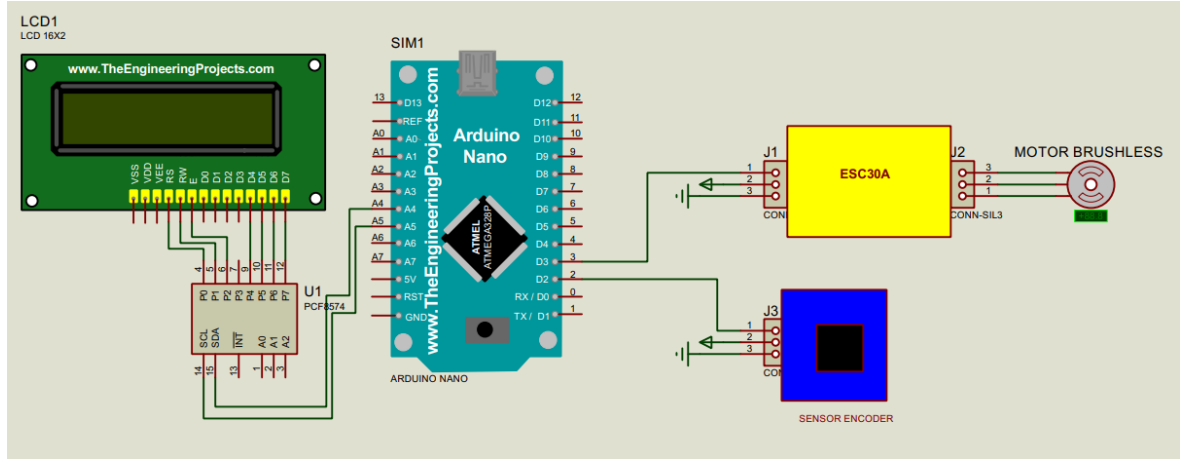


Figura 2.6: Diagrama esquemático de conexiones para el spin coater.

Fuente: Propia

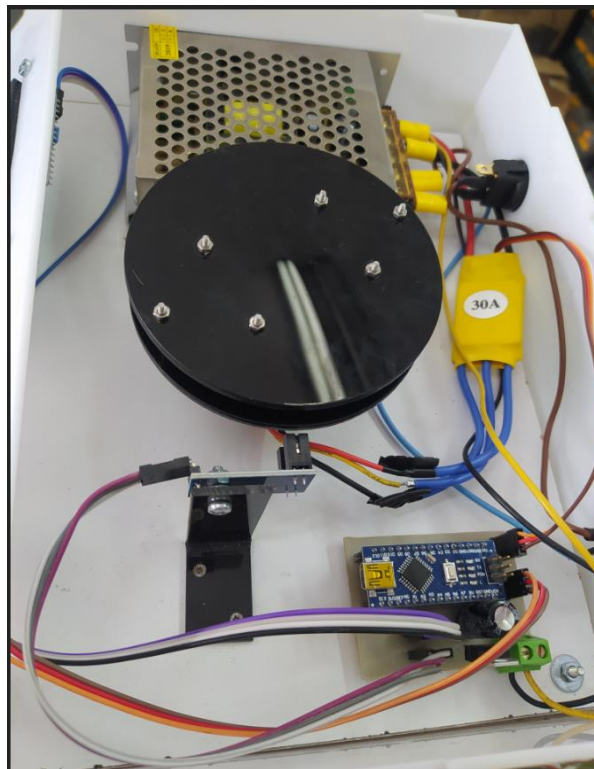


Figura 2.7: Circuito de spin coater armado

Fuente: Propia

- **Carcasa de spin coater**

Para la fabricación de la parte exterior del spin coater se optó por el uso de un material ligero, de bajo costo, que se encuentre en el mercado y que permita adaptarse a las necesidades el material que cumplió con las necesidades fue el acrílico de color blanco, a continuación, se muestra una imagen de la carcasa del spin coater armada, los planos de fabricación se los puede ver en ANEXO II.

Para la tapa se utilizó un contenedor de CDs debido a que la resina con la que se trabaja tiende a ensuciar la superficie y ésta al encontrarse con facilidad en el mercado, puede ser reemplazada de acuerdo con la necesidad.

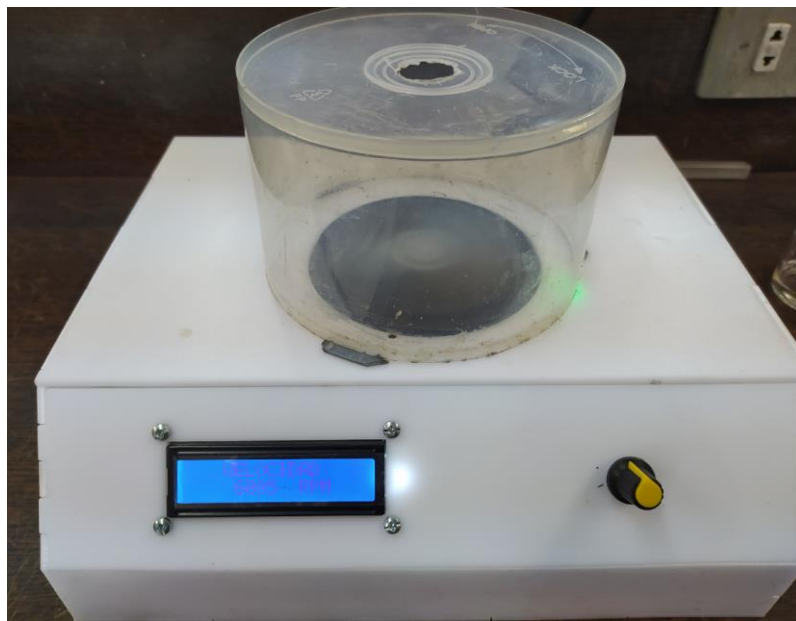


Figura 2.8: Carcasa de spin coater

Fuente: Propia

2.2. Recolección

2.2.1. Lugar de recolección

El látex de *E. Laurifolia* fue recolectado en la Parroquia de Angochagua en la provincia de Imbabura- Ecuador entre noviembre del 2021 y julio del 2022. Esta parroquia se encuentra entre los 2800msnm y los 3800msnm de altitud por lo que su clima es frío y su temperatura varía entre los 10°C y 16°C.

Es importante mencionar que el horario de recolección del látex es una variable importante ya que a través de la exploración realizada se pudo comprobar que la producción de látex es mayor en el horario de 6:00am a 11:30am y de 16:00pm a 20:00pm.

2.2.2. Materiales para recolección

- Recipientes de vidrio
- Malla
- Bisturí
- Guantes
- Tapabocas

2.2.3. Procedimiento de recolección

La recolección del látex de *Euphorbia laurifolia* se realiza con un corte transversal en el tronco y en las ramas con ayuda de un bisturí, de esta manera empieza a emanar el látex en los cortes realizados. Inmediatamente se recolecta las sustancias en frascos de vidrio que tienen una malla, la cual nos ayuda a evitar que ingresen impurezas como hojas, insectos, etc.

2.2.4. Procedimiento de coagulación del látex.

La coagulación del látex de la *E. laurifolia* al contacto con el aire, se da de forma natural por lo que una vez recolectado, se espera un tiempo mayor a 3 días a temperatura ambiente para obtener la máxima cantidad de látex coagulado ya que es lo único que va a ser utilizado para la formulación de la resina.

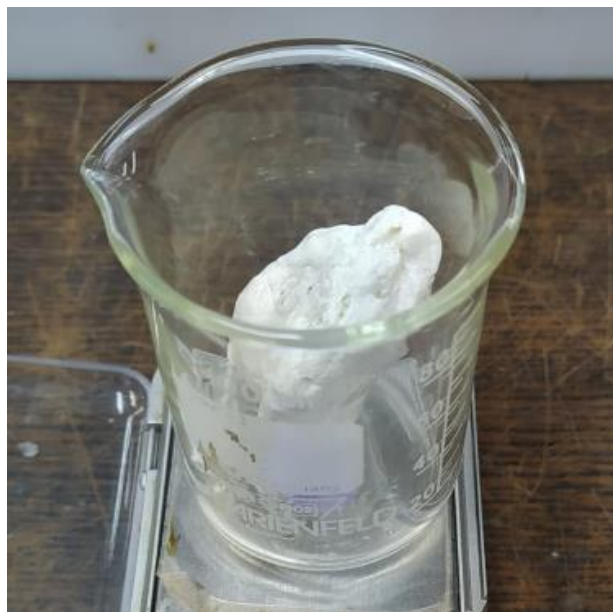


Figura 2.9: Látex de *Euphorbia laurifolia* coagulado

Fuente: Propia

2.3. Formulación de la resina

2.3.1. Materiales y reactivos

2.3.1.1. Materiales de laboratorio

- Balanza digital
- Vasos de precipitación
- Pipeta
- Agitador magnético

2.3.1.2. Reactivos

- Cloroformo
- Formaldehído
- Cloruro de Hierro

2.3.2. Procedimiento de formulación

Inicialmente se separa el látex coagulado de la parte líquida que no alcanzó su coagulación a continuación se pesa el látex en un vaso de precipitación, mismo que nos ayudará para realizar la mezcla completa. Seguidamente se añade el 69.2% de disolvente (cloroformo) hasta la disolución completa seguidamente se añade 0.4% de formaldehído y finalmente se añade el 0.4% de cloruro de hierro.

Para la formulación de la resina, el presente fue basado en la 4ta formulación de la tesis “Evaluación de los beneficios del látex de lechero para su aplicación como adhesivo” (Lema & Solórzano, 2020)

Tabla 2.1: Porcentaje de Formulación

Componente	Porcentaje (%p/p)
Látex coagulado	30
Cloroformo	62.9
Formaldehído	0.4
Cloruro de hierro	0.4
TOTAL	100

Fuente: Propia

La mezcla se realizó con ayuda de un agitador magnético y se agita hasta que todos los componentes estén totalmente disueltos. El recubrimiento preparado a partir de las soluciones puras del látex de *E. laurifolia* es de color blanquecino (figura 2.10) y al secar es semitransparente lo que no podrá carbonizarse mediante el grabado láser. Sin embargo,

se añade FeCl_3 (cloruro de hierro), para que se pueda formar una capa color marrón al ser grabado mediante el láser. (Zhang, Song, Hao, & Wu, 2018)



Figura 2.10: Solución pura de látex de E. Laurifolia

Fuente: Propia



Figura 2.11: Solución de látex con FeCl_3 (cloruro de hierro)

Fuente: propia

2.4. Obtención de película delgada

2.4.1. Materiales y equipos

- Resina formulada
- Portaobjetos
- Pipetas plásticas

- Spin Coater
- Horno o mufla

2.4.2. Procedimiento de obtención de película delgada.

Para la obtención de una película delgada, con ayuda de una pipeta plástica de 1,0 ml se deposita la solución sobre toda la superficie de un portaobjetos para posteriormente ser llevada al proceso de spin coating a una velocidad de 3000 rpm durante 30 s para formar una película delgada.

De acuerdo con la experimentación realizada se pudo observar que es necesario tener al menos 6 capas, caso contrario al ser sometidas a la inducción laser la muestra es evaporada totalmente, por lo que se decide de realizar 8 capas en cada una de las muestras.

Para la ejecución de cada capa fue necesario realizar un secado en cada una el cual se lo realizó con ayuda de un horno, mismo que debió ser precalentado a 60°C, la temperatura de trabajo fue de 60°C y por cada capa la muestra debe permanecer en el horno durante 20min. Se realizaron 2 probetas bajo las mismas condiciones.

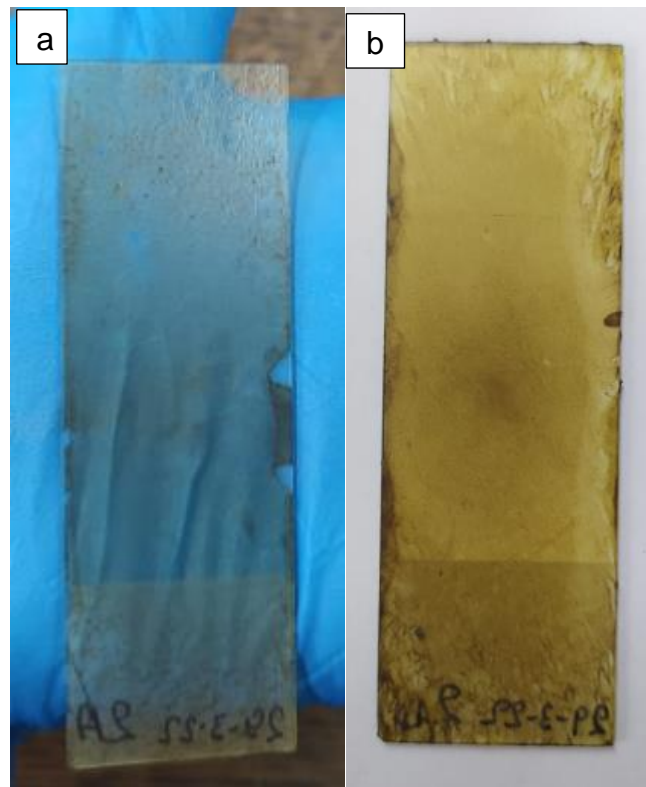


Figura 2.12: a) Muestra con 1 capa de solución. b) Muestra con 8 capas de solución.

Fuente: Propia

2.5. Obtención de LIG

2.5.1. Retardante de fuego

(Chyan, Ye, & Li, 2018) mencionan que existen métodos para aumentar el rendimiento de carbono obtenido mediante LIG en estructuras naturales que contienen celulosa y lignina, uno de estos métodos es el uso de retardantes de fuego con base en fosfato, detalles del producto ver ANEXO III.

Para el proceso de obtención de LIG (grafeno inducido por láser) se realizó 2 tipos de muestras una con retardante de fuego (muestra A) y la otra sin retardante (muestra B) para poder comparar los resultados.

El retardante de fuego se aplicó una sola vez a la muestra a una distancia de 30cm con un rociador, el tiempo de secado fue de 30min para luego ser sometidos al láser. Los datos fueron tomados de (Claro, Marques, & Cunha, 2021)



Figura 2.13: a) Muestra sin retardante de fuego. b) Muestra con retardante de fuego

Fuente: Propia

2.5.2. Obtención de Estructuras.

Los sustratos recubiertos se sometieron al grabado láser con un láser CNC Ortur Master 2 de 445 nm y potencia máxima de salida de 4,5 W, utilizando patrones de diseño propio cuadrados de 10 mm x 10 mm.

De acuerdo con (Espinoza, 2022) el láser CNC Ortur Master 2 para láminas de poliimida genera estructuras de grafeno a 225 mW y con una velocidad cercana a 1000 mm/min, tomando en cuenta los parámetros mencionados y de acuerdo con la experimentación realizada se establecen parámetros fijos para los 2 tipos de muestras:



Tabla 2.2: Parámetros fijos para grabado láser







Parámetro	Valor
Altura del láser (mm)	51
Longitud de onda del láser (nm)	445
Velocidad del láser (mm/min)	700
Número de líneas de grabado	20
Orientación de líneas de grabado	horizontal

Fuente: Propia

Una variable que se utilizó para las diferentes muestras es la potencia de grabado láser, en la tabla que se muestra a continuación se presenta los resultados de las diferentes potencias.

Tabla 2.3: Parámetros de obtención de estructuras con potencia variable.

Muestras		Potencia de grabado mW	Imagen
A sin retardante	a	260	
	b	270	

	c	280	
	d	290	
B Con retardante de fuego	a	260	
	b	270	
	c	280	
	D	290	

Fuente: Propia

De acuerdo con las probetas obtenidas se ha visto pertinente utilizar la siguiente nomenclatura para cada una de ellas en el desarrollo de este trabajo:

Tabla 2.4: Nomenclatura de muestras.

MUESTRA	IDENTIFICACIÓN	NOMENCLATURA
A	a	Aa
	b	Ab
	c	Ac
	d	Ad
B	a	Ba
	b	Bb
	c	Bc
	d	Bd

Fuente: Propia

2.6. Caracterización de las estructuras

2.6.1. Microscopía Electrónica de barrido SEM.

Este ensayo fue realizado en el Laboratorio de Nuevos Materiales (LANUM) perteneciente a la Facultad de Ingeniería Mecánica de la Escuela Politécnica Nacional con los equipos:

- Microscopio electrónico de barrido: marca ASPEX, modelo PSEM eXpress, rango de detección 500 nm a 5 mm.
- Termohigrómetro marca ELITECH, modelo RCW-800 wifi con una apreciación de 0,1°C y 0,1 % HR.

El ensayo se realizó a los 2 tipos de muestras A y B, con el objetivo de examinar las estructuras características del material con la cual se puede definir el tipo y distribución del carbono. Para la visualización de estas estructuras se utilizó una amplificación de magnitud 1000x.

Las microscopías se adquirieron en las siguientes condiciones:

Voltaje de aceleración: 20 kV.

Filamento: 62,1%

Presión de vacío: $2,3 \times 10^{-5}$ Torr.

Magnificaciones: 25x, 100x, 250x, 500x, 750x, 1000x.

2.6.2. Espectroscopía Raman.

Este ensayo fue realizado en el Laboratorio de Nuevos Materiales (LANUM) perteneciente a la Facultad de Ingeniería Mecánica de la Escuela Politécnica Nacional con el equipo Espectroscopio Raman marca: Horiba Scientific, modelo: Lab Ram Evolution. ANEXO V

El análisis de las muestras se realizó con las siguientes condiciones:

- Longitud de onda del láser utilizado: 532 nm
- Rejilla de difracción utilizada: 600 gr/mm
- Potencia del láser: 50 mW
- Potencia del láser filtrada y utilizada: 10%
- Apertura confocal: 120 μ m

- Lente objetiva utilizada: 50X – LWD
- Rango del número de onda utilizado: 100 cm^{-1} a 40000 cm^{-1}
- Resolución espectral: 0.35 cm^{-1}
- Tiempo de adquisición: 9s
- Acumulaciones: 16

El equipo permitió obtener las curvas de cada una de las probetas, en dichas curvas se pueden ver picos los cuales representan bandas que permiten identificar la composición del material a continuación, se muestra una imagen obtenida de la espectroscopía Raman.

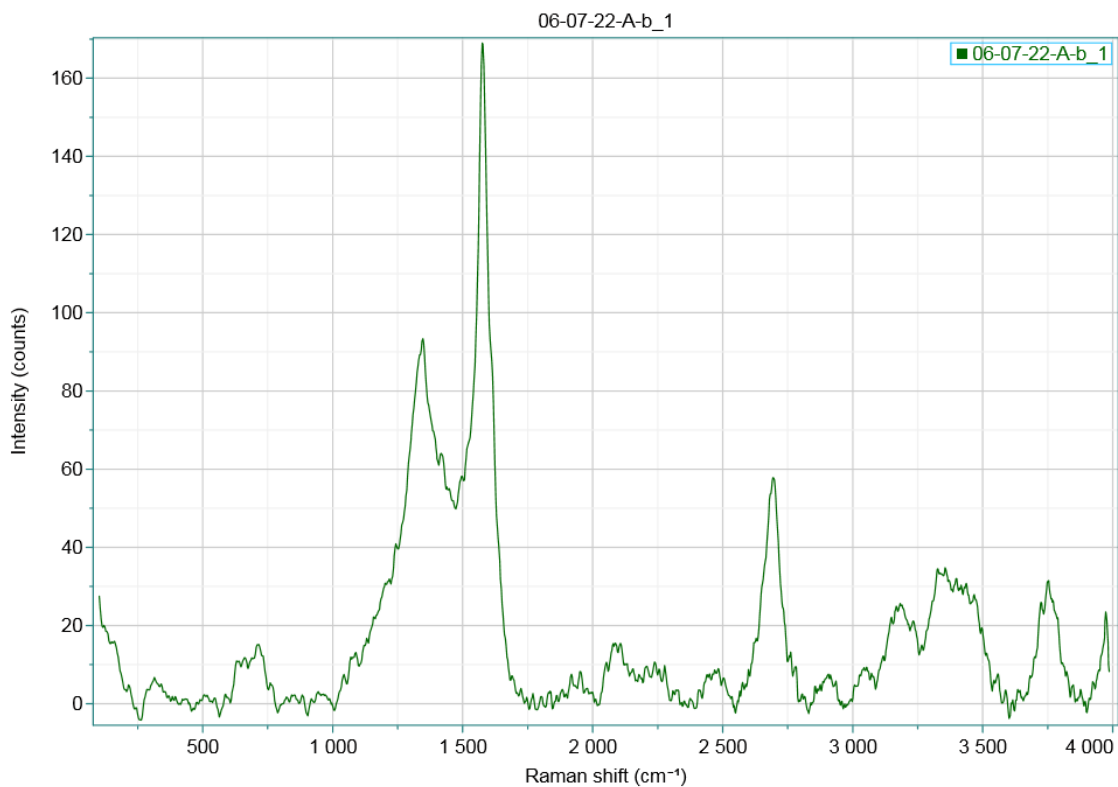


Figura 2.14: Espectroscopía Raman de muestra Ab, punto 1

Fuente: LANUM, 2021

2.6.3. Caracterización eléctrica Método Van der Pauw.

El ensayo fue realizado en el Laboratorio de Materia Condensada del departamento de Física de la Escuela Politécnica Nacional, con 2 fuentes de marca: KEITHLEY, modelo: 2450, el software utilizado fue KickStart Instrument Control Software y un equipo de 4 puntas que fue realizado por estudiantes como una tesis de pregrado.

Las condiciones para las fuentes fueron:

- Rango de Voltaje: 10 mV – 200 V

- Rango de corriente: 10 nA – 1 A
- Precisión Básica: 0,012%

El ensayo mide la resistencia entre 4 puntos de la muestra, mediante medición de voltaje de salida de 8 combinaciones diferentes, dicha resistencia se calcula mediante las siguientes ecuaciones:

$$R_A = \frac{R_{2134} + R_{1243} + R_{4312} + R_{3421}}{4}$$

$$R_B = \frac{R_{3241} + R_{2314} + R_{4132} + R_{1423}}{4}$$

Estos valores fueron reemplazados en la ecuación de Van der Pauw:

$$e^{-\frac{\pi t}{\rho} R_A} + e^{-\frac{\pi t}{\rho} R_B} = 1$$

De acuerdo con, las combinaciones realizadas se logra obtener R_A y R_B , de las cuales aplicando la ecuación de Van der Pauw se logra obtener R_s para así determinar si el material es un conductor, semiconductor o aislante. Los resultados obtenidos se muestran en la siguiente tabla:

Tabla 2.5: Resultados de Resistencia de las muestras.

MUESTRA	R_s (Ω/sq)
Aa	2,59
Ab	0,57
Ac	0,95
Ad	7,68
Ba	88,51
Bb	14,59
Bc	165,12
Bd	106,75

Fuente: Propia

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

3.1. Análisis de resultados de Microscopía Electrónica de Barrido (SEM)

Como resultado del ensayo realizado se obtuvieron 8 microscopías las cuales se las puede ver en el ANEXO IV el detalle de cada una está descrito en la sección 2.5.2.

De acuerdo con el estudio de (Claro, Marques, & Cunha, 2021), donde detalla los materiales por los que está compuesto la probeta indica que “Es claro que las condiciones del rayo láser modifican la apariencia de las tabletas, mostrando una coloración más oscura, que se intensifica con el aumento de los parámetros del láser. La coloración oscura es una fuerte indicación de que se produjo una posible formación de LIG en la superficie de las muestras”. Como se muestra en la Figura 1 c del mismo documento.

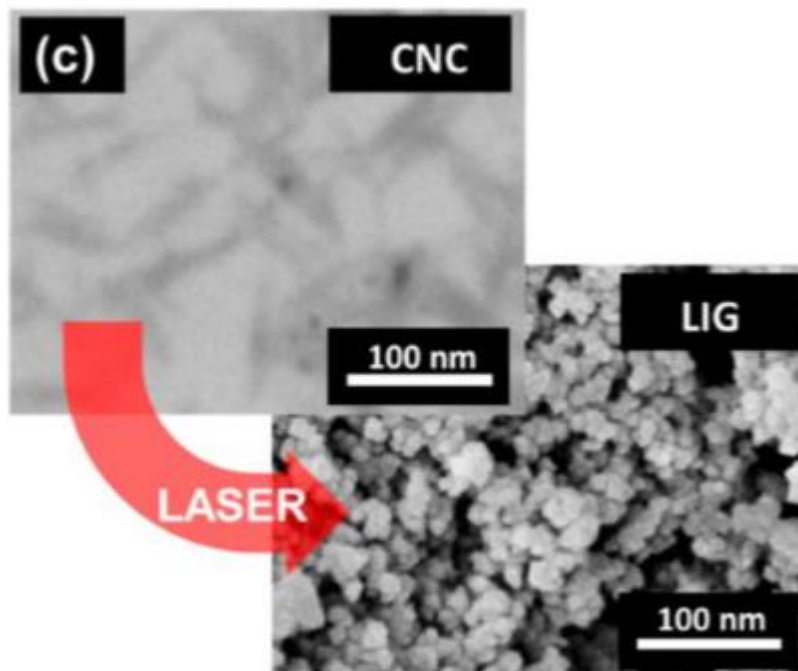


Figura 3.1: "bigotes" CNC antes del paso del láser nanopartículas LIG después del paso del láser aplicando un enfoque láser de +1,1 mm, una velocidad del láser de 5,8 cm/s a una potencia del láser de 4 W.

Fuente: (Claro, Marques, & Cunha, 2021)

Así pues, con los resultados obtenidos en el presente estudio se puede observar como factor común la coloración oscura que denota la presencia de LIG.

De acuerdo con el presente trabajo se cree conveniente comparar las muestras del grupo A y aparte las del grupo B para tener una comparación diferenciada por cada proceso de grafitización.

De acuerdo con la teoría de (Claro, Marques, & Cunha, 2021), y tomando en cuenta que se comparte el procedimiento en un material de origen natural, se ha elegido las muestras Ac y Bd, siendo estas las que permiten visualizar mayor cantidad de LIG (coloración oscura) dentro de cada uno de sus grupos. Ver Anexo: IV

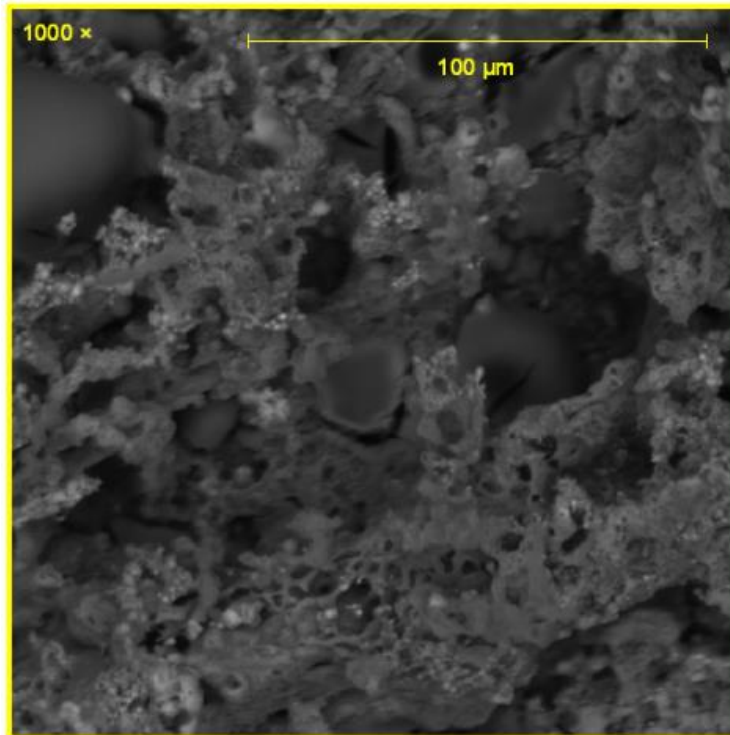


Figura 3.2: Micrografía SEM muestra Ac 1000x

Fuente: LANUM

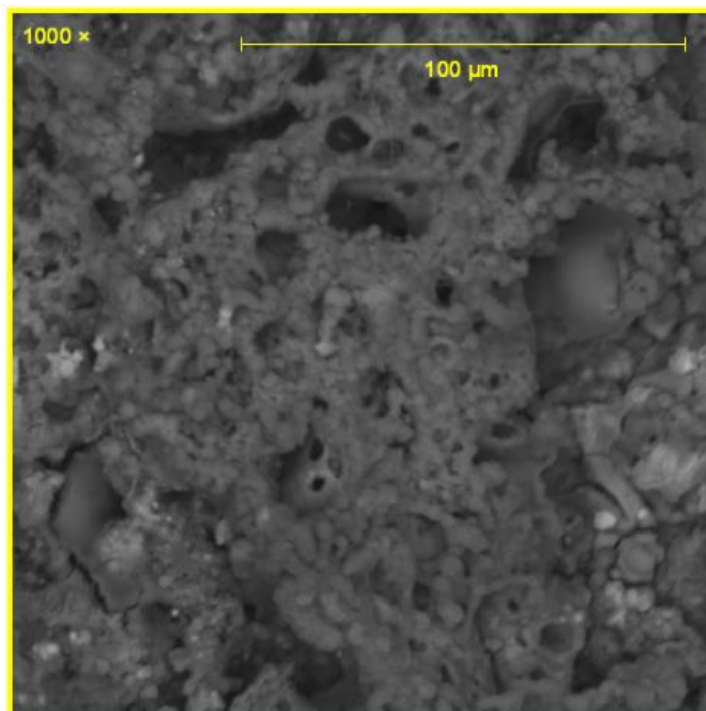


Figura 3.3: Micrografía SEM muestra Bd, 1000x

Fuente: LANUM

Al analizar las muestras elegidas con respecto al procedimiento de obtención de estructuras detallado en la sección 2.5.2 del presente documento se concluye que la potencia en la cual se puede obtener mayor LIG se encuentra entre los 280 mW y 290 mW.

De la misma manera al realizar la comparación directa entre las 2 muestras figura 3.2 y 3.3 (Ac y Bd) se deduce que la microscopía con mayor coloración oscura pertenece a la muestra del grupo A, misma que no fue aplicada el retardante de fuego, previo al proceso de grafitización.

Analizando las microscopías de las muestras ANEXO IV se observa una morfología porosa, ésta es la principal característica del grafeno inducido por láser (LIG), la cual de acuerdo con (Saqib, Li, & Hu, 2015) es una estructura en la que existe una rápida transferencia de calor en la formación de LIG.

3.2. Análisis de resultados de Espectroscopía Raman.

Para el presente estudio se ha visto la necesidad de realizar la deconvolución de gráficos de la espectroscopia Raman, este proceso denota que existe una serie de operaciones matemáticas las cuales permitan recobrar información de señales y datos los cuales aportan información referente al tipo de material.

Para este procedimiento se inicia con la recopilación de datos entregados por el Laboratorio de Nuevos Materiales (LANUM) de la Escuela Politécnica Nacional, ANEXO V, mismos que fueron procesados con la ayuda del software OriginPro versión 2016.

Se realiza un análisis de picos y bandas, se inicia con el normalizado (0,1) de datos entregados por el LANUM, con ayuda de la herramienta *plot* se grafica los datos normalizados. Para el análisis de picos se utiliza la función *peak analyzer*, posteriormente se selecciona la opción *Fit Peaks (Pro)* para continuar a definir *Baseline Mode* constante, el siguiente paso es seleccionar los picos de interés para analizarlos y realizar la deconvolución. Se utilizó un análisis Lorentziano para G, D, D", D', 2D y para la banda A se utilizó un análisis gaussiano. (Pantoja, 2019). Ver ANEXO VI

Con el procedimiento anteriormente mencionado se detalla el ejemplo realizado para la muestra Ab.

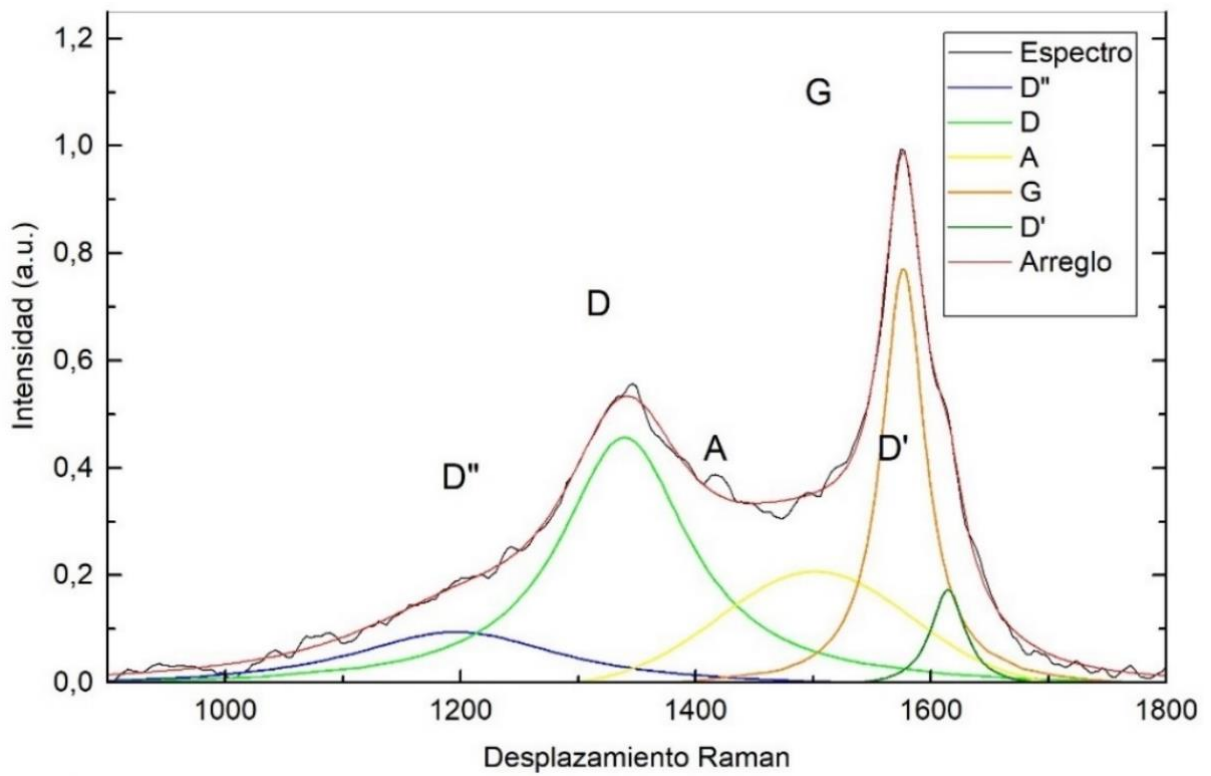


Figura 3.4: Espectro de la muestra Ab

Fitting Results

Peak Index	Peak Type	Area Intg	FWHM	Max Height	Center Grvty	Area IntgP
1	Banda D''	4,22634	49,15236	0,05718	1176,67536	1,84516
2	Banda D	116,41813	143,72392	0,56887	1340,46304	50,82643
3	Banda A	31,02541	175,51931	0,16606	1497,7905	13,54523
4	Banda G	63,80159	52,05965	0,80891	1585,65354	27,85483
5	Banda D'	13,57892	32,70909	0,27064	1622,29771	5,92836

Figura 3.5: Resultados de análisis de picos muestra Ab

Fuente: Propia

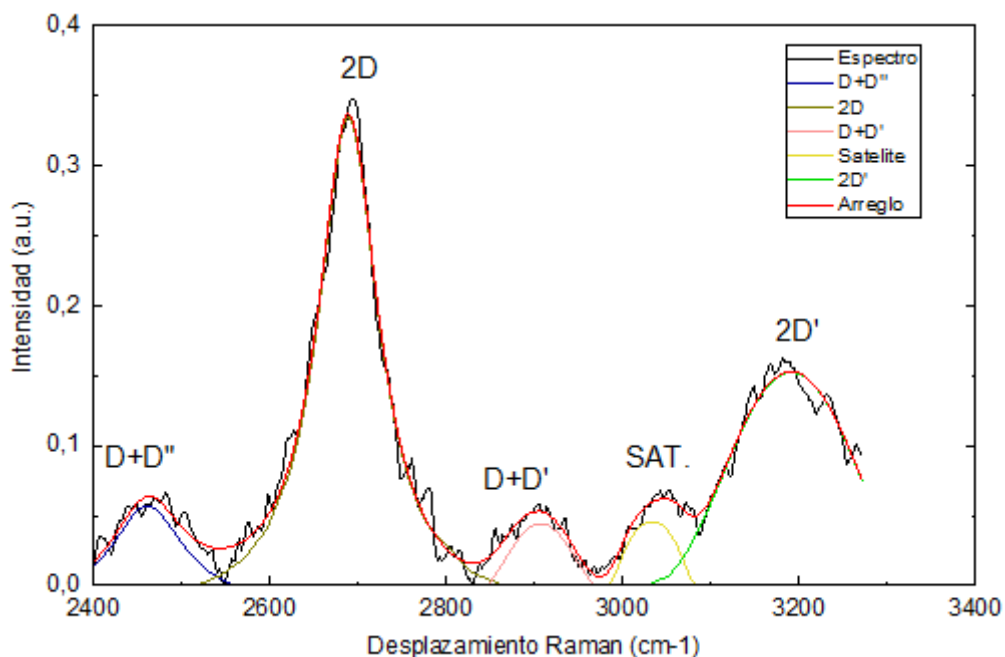


Figura 3.6: Espectro 2 de la muestra Ab

Fuente: Propia

Al analizar las figuras 3.4 y 3.6 se observó la presencia de los picos 2D y D'' los cuales de acuerdo con (Merlen & Buijnsters, 2017) son características principales del grafeno.

Los valores de los picos de las bandas de la muestra Ab se indican en la figura 3.5 columna "Center Grvty" y de acuerdo con la caracterización del Spectro Raman, detallado en la sección 1.4.4.2 se observa que la muestra analizada, por presentar una banda A dentro de los límites, tiene carbono amorfo y por los valores de la banda D se muestra un material desordenado con estructura gráfica. (Merlen & Buijnsters, 2017)

La figura 3.6 indica un segmento de curva "satélite", es decir, que no sigue cabalmente el patrón característico del carbono, este segmento se generó por electrones secundarios que se produjeron durante la experimentación, obteniendo dicho factor común en todas las muestras. Ver ANEXO VI. Siendo esto una característica común de un material anisotrópico.

De los datos mostrados en las tablas 3.1 y 3.2 se observa que todas las muestras presentan las bandas G y D'' que se encuentran dentro de los valores establecidos, mencionados en la sección 1.4.4.2 lo que indica la presencia de estructuras gráficas; por lo que se obtuvo un material con una red de grafito.

Para la caracterización de los defectos del material, fueron calculadas las relaciones I_D/I_G que se muestran en las siguientes tablas:

Tabla 3.1: Datos obtenidos de Raman muestras A

		D''	D	A	G	D'	2D	I _D /I _G	I _D /I _{D'}	I _{2D} /I _G
MUESTRA Aa	Posición (cm-1)	1176,68	1340,46	1497,79	1585,65	1622,29	2694,79	0,70	2,1	0,7
	Intensidad (a.u.)	0,0057	0,568	0,166	0,808	0,27	0,202			
	FWHM (cm-1)	49,15	143,72	175,52	52,05	32,7	80,76			
MUESTRA Ab	Posición (cm-1)	1196,45	1339,5	1501,66	1576,56	1614,53	2687,09	0,60	2,6	1,9
	Intensidad (a.u.)	0,10413	0,46596	0,21662	0,78035	0,18232	0,3487			
	FWHM (cm-1)	220,715	133,265	192,484	44,534	35,489	82,73			
MUESTRA Ac	Posición (cm-1)	1193,9	1338,37	1462,34	1574,026	1613,98	2684,61	0,69	2,8	1,8
	Intensidad (a.u.)	0,09	0,55	0,19	0,8	0,2	0,36			
	FWHM (cm-1)	114,29	141,46	134,79	71,92	61,67	141,92			
MUESTRA Ad	Posición (cm-1)	1219,87	1347,86	1454,87	1562,46	1601,18	2767,1	1,15	1,4	0,2
	Intensidad (a.u.)	0,128	0,659	0,183	0,575	0,484	0,099			
	FWHM (cm-1)	164,58	208,11	106,16	109,96	68,04	74,1			

Fuente: Propia

En los resultados de la tabla 3.1 se puede observar que la probeta con una mayor relación I_D/I_G es la Ad la cual de acuerdo con (Gallego & Franco, 2009) presenta un tamaño más grande de los defectos. Así mismo, la probeta que presenta un tamaño menor de los defectos es la Ab.

Al analizar la tabla 3.2 se observó que la muestra Bd presenta un tamaño de defecto mayor y la que presenta un tamaño de defecto menor es la Ba.

Tabla 3.2: Datos obtenidos de Raman muestras B

		D''	D	A	G	D'	2D	I _D /I _G	I _D /I _{D'}	I _{2D} /I _G
MUESTRA Ba	Posición (cm-1)	1177,35	1305,18	1405,18	1554,04	1602,34	2761,19	0,61	0,5	0,6
	Intensidad (a.u.)	0,146	0,291	0,419	0,474	0,586	0,329			
	FWHM (cm-1)	103,67	124,26	217,2	122,59	78,07	257,98			
MUESTRA Bb	Posición (cm-1)	1164,73	1303,29	1435,36	1581,57	1814,58	2655,6	0,66	1,8	1,4
	Intensidad (a.u.)	0,282	0,518	0,432	0,788	0,283	0,4			
	FWHM (cm-1)	85,22	158,4	236,7	108,8	437,94	165,12			
MUESTRA Bc	Posición (cm-1)	1165,46	1332,9	1488,87	1580,75	1607,93	2753,14	1,30	1,9	1,4
	Intensidad (a.u.)	0,137	0,792	0,253	0,608	0,41	0,556			
	FWHM (cm-1)	67,596	155,47	187,52	82,56	48,95	171,65			
MUESTRA Bd	Posición (cm-1)	1184,47	1341,22	1502,17	1580,11	1608,08	2681,05	1,52	2,3	0,4
	Intensidad (a.u.)	0,11	0,93	0,2	0,61	0,41	0,156			
	FWHM (cm-1)	246,59	106,38	170,5	66,35	48,07	225,12			

Fuente: Propia

Se observó que las probetas que tienen defectos más pequeños son la Ab y Ba, lo cual nos permite identificar que la obtención de estructuras es mejor a una potencia de entre 260 mW y 270 mW, para este tipo de caracterización. Sin embargo, se pudo identificar que de acuerdo con las relaciones presentadas, la probeta con defectos más pequeños es la que no fue rociada con el retardante de fuego.

Para el análisis de las relaciones de intensidad es importante entender la información que aporta cada una, para el caso de I_D/I_G indica el tamaño promedio dominante del plano cristalino como también hace relación a la densidad de los defectos puntuales en muestras de carbono. La relación I_D/I_{D'} permite caracterizar el tipo de defectos, los cuales son: valores entre 0,54 y 3,4 indican defectos en los bordes y entre límites de grano, para valores menores a 7 indica las vacancias y para valores mayores a 7 indica la presencia de átomos de carbono híbrido sp³. Finalmente, la relación I_{2D}/I_G se asocia con el número de capas que presenten las muestras de grafeno, las opciones son: monocapa (1,6), bicapa (0,8), tricapa (0,3) o multicapas (0,07), a un mayor número de capas el valor de la relación I_{2D}/I_G disminuye. (Martínez & Reyes, 2021)

El análisis de la relación $I_D/I_{D'}$ se lo realiza con la de figura 3.7, misma que nos ayudó a identificar que los defectos se encuentran en los bordes y entre límites de grano de la estructura ya que sus valores son menores a 3,5. (Merlen & Buijnsters, 2017) ver tabla 3.1 y 3.2.

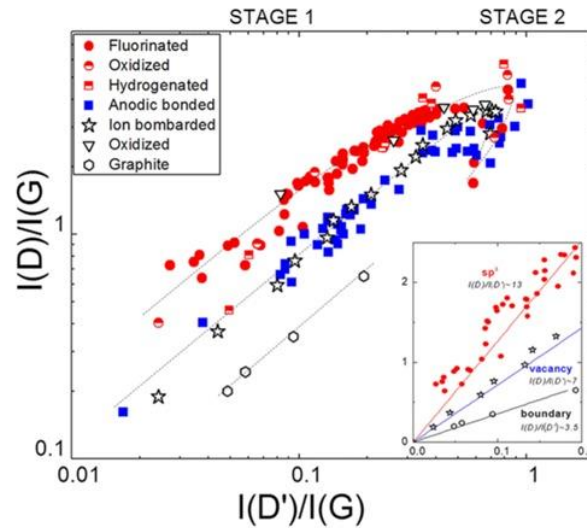


Figura 3.7: I_D/I_G frente a la relación $I_{D'}/I_G$. El recuadro muestra la dependencia lineal entre los dos parámetros a baja concentración de defectos, dando diferentes $I_D/I_{D'}$, para diferentes tipos de defectos.

Fuente: (Eckmann & Felten, 2012)

En la relación I_{2D}/I_G presenta valores inferiores de entre 0,2 y 1,9 por lo que se tiene estructuras monocapa, bicapa y tricapa. Por la presencia de la banda 2D en el rango de ~ 2700 la estructura presenta grafeno. (Pantoja, 2019)

A continuación, se muestran gráficas resumen de las relaciones de intensidad en las que se observa la variación que se tiene entre muestras.

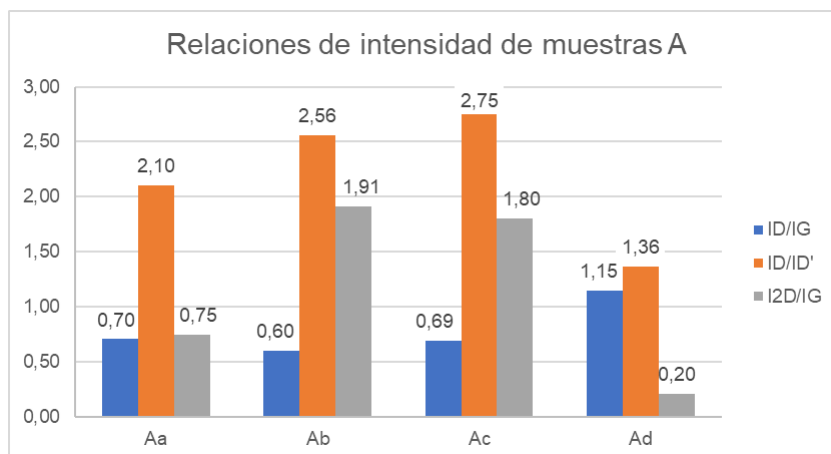


Figura 3.8: Relaciones de intensidad, muestras A

Fuente: Propia

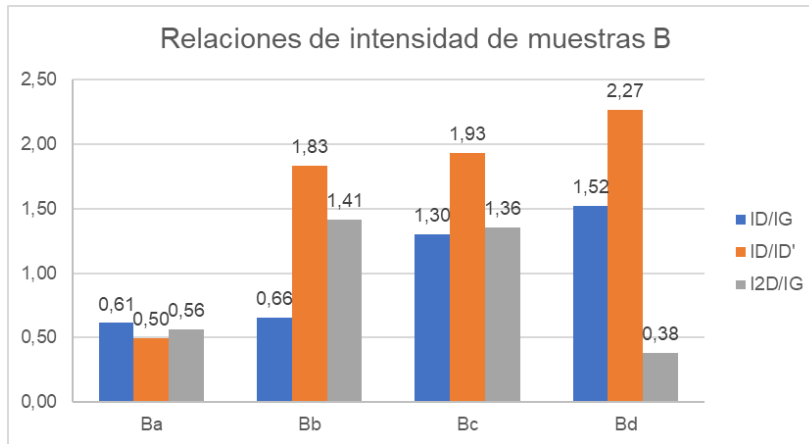


Figura 3.9: Relaciones de intensidad, muestras B

Fuente: Propia

3.3. Análisis de resultados de la técnica Van der Pauw.

De acuerdo con lo que menciona (Fernandez, s,f), los valores de la resistencia permiten clasificar los materiales en: conductores si la R es menor que $10^{-5} \Omega$, semiconductores si el valor de la resistencia se encuentra entre $10^{-5} \Omega$ y $10^6 \Omega$ y aislantes si el valor de la resistencia es mayor a $10^6 \Omega$. Con los valores de resistencia superficial mostrados en la Tabla: 2.5 se dedujo que para las muestras A el material es un conductor, los resultados difieren para las muestras B pues para las muestras Ba y Bb el material es semiconductor y para las muestras Bc y Bd el material es un aislante, estas variaciones se dan debido a que el material que se obtuvo es anisotrópico.

La mejor muestra obtenida fue la Ab, misma que fue grafitizada con una potencia de 270 mW. La caracterización Raman denota una banda 2D muy bien definida lo que representa la presencia de grafeno monocapa. Asimismo, es la muestra que posee una mayor conductividad eléctrica.

En concordancia con el estudio *“Laser-Induced Graphene by Multiple Lasing: Toward Electronics on Cloth, Paper, and Food”* realizado por (Chyan, Ye, & Li, 2018) donde se estudia el desarrollo de un método para mejorar la calidad de LIG concluyen también el apareamiento de una estructura grafeno poroso en la superficie del coco, papa y corcho. Confirman la presencia de grafeno mediante la espectroscopía Raman con el apareamiento de la banda 2D en ~ 2700 junto con la banda G ~ 1500 tal como se observa en la figura 3.10.

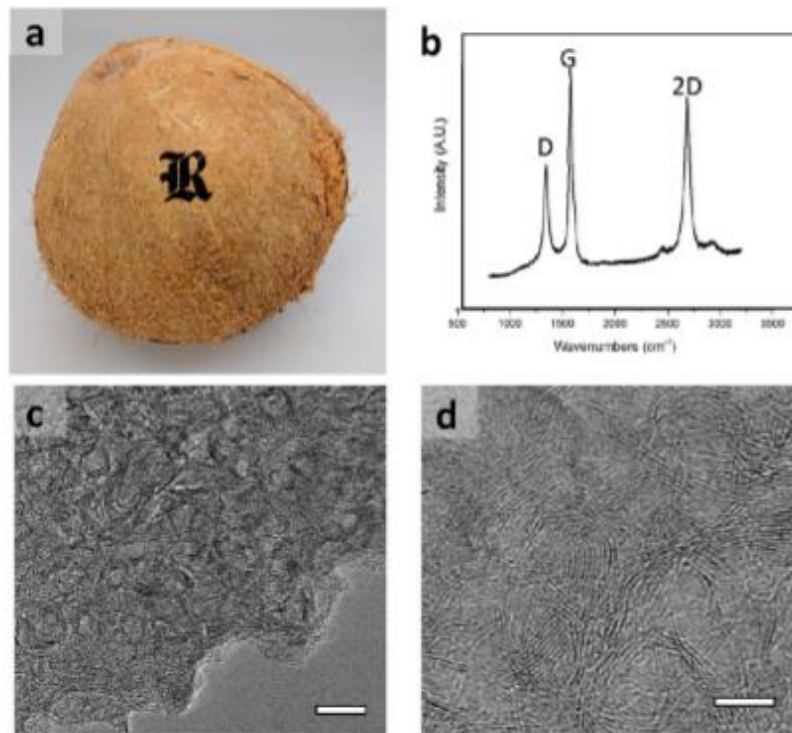


Figura 3.10: LIG en diversos sustratos. (a) Imagen de LIG estampada en forma de "R" sobre un coco (2 cm de altura). (b) Espectro Raman de la LIG de coco laqueada dos veces al 10% de velocidad y al 5% de potencia. (c) TEM de baja resolución de la LIG de coco después de 5 láseres. La barra de escala es de 50 nm. (d) TEM de alta resolución del LIG de coco (10% de velocidad, 5% de potencia, 5×) mostrando el espacio d característico de 0,34 nm del grafeno.

2.2 Fuente: (Chyan, Ye, & Li, 2018)

Con lo mencionado anteriormente se confirma que el resultado que se obtuvo en el presente trabajo es favorable ya que obtuvo una morfología porosa y con la microscopía Raman se observó las bandas principales G y 2D, adicional en estudio mencionado concluyen que el mecanismo de formación de LIG involucra la conversión de un precursor carbono primero en carbono amorfo y luego de la inducción láser se convierte en grafeno.

4. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

4.1. Conclusiones

- El presente trabajo cumple su objetivo general el cual fue obtener y caracterizar estructuras, las cuales posterior a su análisis (sección 3) podemos decir que son basadas en carbono. Dichas estructuras fueron obtenidas por el método de grafitización de la resina natural de la *Euphorbia laurifolia*.
- La recolección de la resina natural de la *Euphorbia laurifolia*, se lo realizó de manera manual, en una cantidad aproximada de 30 g/h de los cuales posterior al proceso de coagulación de la resina se obtuvo el 25% de la cantidad inicial, estos datos son referencia ya que la repetibilidad del presente trabajo se verá afectada por factores que salen del alcance de este proyecto, los principales pueden ser: madurez de la *Euphorbia laurifolia*, ubicación geográfica y hora de recolección, condiciones climáticas, etc.
- Se diseñó, construyó y aplicó un sistema de spin coating el cual tuvo un resultado favorable en el desarrollo de este proyecto, demostrando su funcionalidad al permitir obtener capas delgadas y homogéneas obteniéndolas a una velocidad de 3000 rpm debido a que, a menor velocidad de giro, no permite la generación de una capa delgada, y al sobrepasar este valor produce dispersiones en la capa.
- El procedimiento de inducción láser fue realizado correctamente ya que el 100% de las probetas dieron resultados analizables y comparables para obtener estos resultados se vio indispensable la generación multicapa de resina, con el fin de garantizar la obtención de estructuras de carbono.
- Al trabajar en una atmosfera no controlada se produjo variaciones en la obtención de grafeno, pese a que se utilizó una fuente de energía puntual (LIG) esto se debe a la variación de humedad, cantidad de oxígeno y otros elementos que se encuentran en el aire.
- La caracterización de estructuras de carbono mediante microscopía SEM permite concluir la morfología porosa de las muestras, misma que probablemente es la superficie de crecimiento de grafeno que existe.
- A través de la caracterización del material por el método Raman se concluye que las muestras que no poseen retardante de fuego (A) poseen defectos más pequeños, ya que el promedio de la relación I_D/I_G es de 0,78 a diferencia de las muestras B que tienen una relación I_D/I_G de 1,02, obteniéndose estructuras

monocapa bicapa y tricapa para los 2 tipos de muestra con estructura gráfitica y presencia de carbono amorfo.

- Mediante la técnica de Van der Pauw se logró la medición de resistencia superficial del material, la cual indica materiales conductores, semiconductores y aislantes, estos resultados se dieron debido a que el material obtenido no presentó una isotropía en el espesor de capas.

4.2. Recomendaciones

- Se recomienda desarrollar un método de recolección de resina natural, el cual sea más rápido y genere un mayor porcentaje de obtención de la muestra coagulada.
- Es necesario la elaboración de multicapa para generar estructuras basadas en carbono por inducción laser.
- Se recomienda realizar un estudio previo de espesor o multicapa necesario para la obtención de estructuras de carbono, con su debido proceso de secado.
- Se recomienda la implementación de un control de velocidad tipo escalón con el propósito de evitar un lapso hasta llegar a la velocidad nominal.
- Para futuros trabajos se requiere la mejora del equipo Van der Pauw para la medición de la resistencia de materiales, debido a tener problemas a posicionar las puntas en la muestra.

5. Referencias Bibliográficas

- Alcca, F. (2005). *Estructura y Síntesis de nanotubos de carbono*. Lima: Universidad Nacional Mayor de San Marcos.
- Bautista, C. (2013). Observación de capas de grafeno mediante contraste óptico y dispersión Raman. *Mundo Nano*, 29-39.
- Bharadwaj, P., & Hamzah, B. (2017). *Medición de resistividad de Van der Pauw*. Noruega: Universidad de Noruega.
- Borrel, A., & Salvador, D. (2015). *Materiales de Carbono del grafito al grafeno*. Barcelona: Editorial Reverté S.A.
- Cedric, R., & Enpu, K. (2017). Charge carrier mobility in thin films of organic semiconductors by the gated Van der Pauw method. *Nature Communications*, 1-9.
- Chyan, Y., Ye, R., & Li, Y. (2018). Laser-Induced Graphene by multiple Lasing: Toward Electronics on Cloth, Paper, and Food. *ACS Nano*, A-H.
- Chyan, Y., Ye, R., & Li, Y. (2018). Laser-Induced Graphene by Multiple Lasing: Toward Electronics on Cloth, Paper, and Food. *ACS Nano*, A-H.
- Claro, P., Marques, A., & Cunha, I. (2021). Tuning the Electrical Properties of Cellulose Nanocrystals through Laser-Induced Graphitization for UV Photodetectors. *ACS Publications*, A-H.
- Delgado, J., & Bolaños, C. (2013). *Control de velocidad para motor DC Brushless sin sensores*. Bogotá: Pontificia universidad Javeriana.
- Díaz del Castillo Rodríguez, F. (2012). *Introducción a los nanomateriales*. Cuatitlán Izcalli: Unam.
- Eckmann, A., & Felten. (2012). Probing the Nature of Defects in Graphene by Raman Spectroscopy. *ACS Publications*, 3925-3930.
- Espinoza, K. (2022). *Elaboración de Micro-supercondensadores a partir de grafeno inducido por láser*. Quito: Escuela Politécnica Nacional.
- Fernandez, J. (s,f). *Fiscalab*. Obtenido de Fiscalab: <https://www.fiscalab.com/apartado/resistencia-electrica-conductor>
- Gallego, J., & Franco, L. (2009). Caracterización Raman y EDX de películas delgadas de CNx crecidas por Ablación Láser. *Revista Latinoamericana de Metalurgia y Materiales*, 109-114.
- Ipohorski, M., & Bozzano, P. (2013). Microscopía Electrónica de Barrido en la Caracterización de Materiales. *Ciencia e Investigación- Tomo 63*, 44-53.
- Jiménez, V. (2011). *Síntesis, Activación Química y Aplicaciones de Nanoestructuras de Carbono*. Ciudad Real: Universidad de Castilla- La Mancha (Tesis Doctoral).
- Lavín, M. (2017). *Definición y optimización de la síntesis de nanomateriales basados en grafeno*. España: Universidad de Castilla- La Mancha.

- Lema, M., & Solórzano, L. (2020). *Evaluación de los beneficios del látex de lechero (euphorbia laurifolia) para su aplicación como adhesivo*. Guayaquil: Universidad de Guayaquil.
- López, V. (2009). *Nanomateriales basados en Carbono*. Madrid: Universidad Autónoma de Madrid.
- Loreto, Z. (2017). *Aplicaciones en medicina de los*. Santander: Universidad de Cantabria.
- Marquina, J., & Power, C. (2010). Espectroscopía Raman del grafeno monocapa y el grafito: acoplamiento electrón fonón y efectos no adiabáticos. *Revista Tumbaga*, 183-194.
- Martínez, J., & Reyes, D. (2021). Determinación del tamaño de cristalito y densidad de defectos para grafito recuperado de pilas nuevas y usadas Zn-C. En J. Martínez, *Determining crystallite size and density of recovered graphite defects from new and used Zn-C batteries* (pág. Chapter 3). Mexico: ECORFAN.
- Meftahul, M., Rashid, M., & Aatur, M. (2014). Desing and Fabrication of a Simple Cost Effective Spin Coater for Deposition of Thin Film. *AENSI Journals*, 729-733.
- Merlen, A., & Buijnsters, J. (7 de 2017). *A Guide to and Review of the Use of Multiwavelength Raman Spectroscopy for Characterizing Defective Aromatic Carbon Solids: from Graphene to Amorphous Carbons*. Obtenido de HAL archib¿ves-ouvertes: <https://hal.archives-ouvertes.fr/hal-01596681>
- Miranda, A., Vinueza, D., & Acosta, K. (2018). *Estudio Fitoquímico preliminar y evaluación de la Actividad Citotóxica del Látex de Euphorbia Laurifolia Juss. Ex. Lam latex on Artemia salina*. Riobamba, Ecuador: Escuela Superior Politécnica de Chimborazo.
- Nandini, D., & Swatantra, P. (20 de febrero de 2022). *Laser-Induced Graphene: A Novel and Sustainable Way to Synthesize Graphene*. Obtenido de ACS Omega: https://www.researchgate.net/publication/358274045_Laser-Induced_Graphene_LIG_as_a_Smart_and_Sustainable_Material_to_Restrain_Pandemics_and_Endemics_A_Perspective
- Pantoja, L. (2019). *Carbon nanotubes grown on stainless steel for supercapacitor applications*. Barcelona: Universidad de Barcelona.
- Pavón, C. (2019). *Material para impresión #D basado en resinas naturales de colofonia*. Alcoy: Universidad Politécnica de Valencia.
- Piqueras, J., & Faura, M. (1994). *Principios básicos del Microscopio Electrónico de Barrido*. Valencia: Centro de Investigación. Hospital "La Fe".
- Quoc, N., Toshishige, Y., Makoto, S., Yusuke, O., & Alan M, C. (2007). Structural and Electrical Characterization of Carbon Nanofibers for Interconnect Via Applications. *IEEE transactions on Nanotechnology*, Vol.6 688-695.
- Ramadam, A., & Gould, R. (1994). On the Van der Pauw method of resistivity measurements. *Thin Solid Films, Volume 239*, 272-275.
- Saqib, S., Li, S., & Hu, R. (2015). Synthesis of graphene from biomass: A green chemistry approach. *Elseiver*, 476-479.

- Saucedo, B. (2018). *Fundamentos de la espectroscopia Raman heterodina*. León, Guanajuato: Centro de Investigaciones en Óptica, A.C.
- Shereefdeen, S., & Kehinde, O. (2019). Desing and Implementation of Home Appliance Energy Monitoring Device. *ISOMAsE*, 1-7.
- Tenesaca, M., & Yandun, A. (2022). *Obtención de Caucho a partir de látex de la planta Euphorbia laurifolia*. Guayaquil, Ecuador: Universidad de Guayaquil.
- Vaca, D. (2019). *Establecimiento in vitro de líneas celulares de lechero blanco (Euphorbia laurifolia Juss. ex Lam.) a partir de segmentos de tallo para la posterior aplicación en análisis de la actividad citotóxica y antimicrobiana*. Quito, Ecuador: Universidad de las Fuerzas Armada ESPE. Carrera de Ingeniería en Biotecnología.
- Varcárcel, M., & Alario, M. (2010). *Las Nanoestructuras de Carbono en la Nanociencia y Nanotecnología Analíticas*. Madrid: Real Academia de Ciencias Exactas, Físicas y Naturales.
- Vera, N. (22 de Mayo de 2017). *Doc Player*. Obtenido de Controlador de velocidad (ESC) para motores brushless: <https://docplayer.es/51013640-Controlador-de-velocidad-esc-para-motores-brushless-18a-o-30a.html>
- West. (2018). Manual de Aplicación de Encoders. *West, Instruments de México, S.A.*, 1-21.
- Ye, R., Chyan, Y., & Zang, J. (2017). Laser-Induced Graphene Formation on Wood. *Advanced Materials*.
- Zalbidea, A. (2016). *Las resinas naturales y su léxico*. Valencia, España: Universidad Politécnica de Valencia.
- Zavala, E., & Vasiliévna, O. (2002). Síntesis de nanotubos y fullerenos. *Ingenierías*, Vol (14) 7-13.
- Zhang, Z., Song, M., & Hao, J. (2017). Visible light laser-induced graphene from phenolic resin: A new approach for directly writing graphene-based electrochemical devices on various substrates. *Elsevier*, 287-296.
- Zhang, Z., Song, M., Hao, J., & Wu, K. (2018). Visible light laser-induced graphene from phenolic resin: A new approach for directly writing graphene-based electrochemical devices on various substrates. *Elseiver*, 287-296.

ANEXOS

ANEXO I

Código de programación de spin coater

```
#include <Servo.h>
#include <LiquidCrystal_I2C.h>
Servo myservo; // create servo object to control a servo
int potpin = 0; // analog pin used to connect the potentiometer
int val; // variable to read the value from the analog pin
const byte interruptPin = 2;
double tiempoAhora=0;
int cnt;
int rpm;
LiquidCrystal_I2C lcd(0x27, 16, 2); //
(0x3f,16,2)(0x27,16,2)ó(0x20,16,2)
void setup() {
  myservo.attach(3); // attaches the servo on pin 9 to the servo object
  pinMode(interruptPin, INPUT);
  attachInterrupt(digitalPinToInterrupt(interruptPin), blink1, RISING);
  lcd.init();
  lcd.backlight();
  lcd.clear();
  lcd.setCursor(0, 0);
  lcd.print("INICIANDO");
  delay(1000);
  myservo.write(1);
  delay(1000);
  Serial.begin(9600);
```

```

for(int x=1;x<100;x++){
    myservo.write(x);
    delay(20);
}
delay(500);
for(int x=100;x>1;x--){
    myservo.write(x);
    delay(20);
}
delay(2200);
lcd.clear();
}

```

```

void loop() {
    // sets the servo position according to the scaled value
    // waits for the servo to get there
    if(millis() > (1000 + tiempoAhora)){
        tiempoAhora = millis();
        lcd.setCursor(3, 0);
        lcd.print("VELOCIDAD");
        lcd.setCursor(1, 1);
        lcd.print("      ");
        cnt=cnt*60/3;
        lcd.setCursor(4, 1);
        if(rpm<2200){
            lcd.print(cnt);

```



```

    }else{
        lcd.print(rpm);
    }
    lcd.setCursor(10, 1);
    lcd.print("RPM");

    cnt=0; //Reiniciamos contador

}

val = analogRead(potpin);
rpm = map(val, 0, 1023, 0, 12000); // reads the value of the
potentiometer (value between 0 and 1023)

val = map(val, 0, 1023, 13, 35); // scale it to use it with the servo
(value between 0 and 180)
Serial.println(val);

//rpm=rpm*2;
myservo.write(val);
delay(200);

}

void blink1() {
    cnt++;
}

```


ANEXO III

Ficha técnica de Retardante de fuego

ORIGINAL

CSI 09 96 43

TECHNICAL DATA SHEET (TDS)

1-800-989-8577 www.noburn.com

MANUFACTURER

No-Burn, Inc.
1392 High Street, Suite 211
Wadsworth, Ohio 44281
www.noburn.com

DESCRIPTION

No-Burn® Original is a transparent, water-based fire retardant coating when exposed to high temperatures and flame, reduces flame spread and smoke developed. Certified to be applied to a variety of *Substrates*, fire performance compliance is achieved with the appropriate wet film thickness.

1. PRIMARY USES

For use in new and existing buildings, complying with the IBC® and other applicable codes or standards, Original is utilized in applications where it provides:

- Surface Burning Characteristics
- Interior Finish Classification Class I or Class A: FS 5-6 / SD 5-122

View [Evaluation Report \(ER 305\)](#) for more information.

2. SPECIFICATIONS

Color: Transparent/Tinted
Finish: Flat
VOC Content: 0 g/L EPA Method 24
Dry Time: 60-90 Minutes
Pails: 5 Gallons (19 L), 55 lbs.
Drums: 55 Gallons (208 L), 605 lbs.
Shelf Life: 24 Months
Cure Time: 24 Hours
Boiling Point: 212°F
Freezing Point: 32°F
% Volatile by Volume: 68%
Specific Gravity: 1.17

View product [Safety Data Sheet \(MSDS\)](#) for more information.

3. PRODUCT PERFORMANCE

No-Burn® Original may be used in the *Primary Uses* expressed. Limiting flame spread and smoke developed, Original provides Class A or Class 1 fire protection.

Offering the best interior finish classification as code requires, Original is a transparent fire protective coating for exposed wood *Substrate(s)* and finish carpentry.

4. APPLICABLE STANDARDS

No-Burn® Original may be specified in compliance of the following:

ANSI/ASHRAE/ICC/USGBC Standard 189.1	GSA PBS-P100
ASTM E84	ICC/ASHRAE 700 NGBS
CAN/ULC-S102	IgCC
CARB	LEED v3 2009
CDPH (CA Spec 01350)	LEED v4
CHPS	NFPA 255
CSFM Flame Retardant: C-24301	SCAQMD Rule 1113
EC017	UL 723

Table 1

Material	Substrates		
	Film Thickness	Spread Rate	Max Moisture Content
Douglas Fir	3 wet	300 sq. ft./gal. 75 sq. ft./quart	19%
Oriented Strand Board (OSB)	3 wet	300 sq. ft./gal. 75 sq. ft./quart	16%

5. MIXING and TINTING

Original must be thoroughly mixed before use in accordance with the manufacturer's recommendations. Shaking No-Burn® Original is ONLY permissible when packaged in a quart bottle; otherwise, Original should be mixed with a Squirrel™ 5 gallon power mixing wand or equivalent at or between 500-900 RPM for a mixing time of 10 minutes per pail. Shaking No-Burn® Original with a paint shaker is NOT sufficient. Use the product as is: **DO NOT DILUTE**. If No-Burn® Original is mixed more than 24 hours prior to use, mix it again according to manufacturer's instructions.

Original should never be allowed to freeze 32°F (0°C), stored between 40°F and 90°F (4.4°C and 32.2°C), and kept out of direct sunlight; if you cannot verify that these conditions have been maintained, the product may be disposed of in accordance with the manufacturer's (M)SDS.

If tinting is desired, Original may be tinted at a maximum rate of 1 oz. of tint per gallon. It is recommended that No-Burn® Green Dye, manufactured by No-Burn, Inc., be used for tinting. Contact the manufacturer for additional tinting information.

To recycle pails visit, <http://www.wbds.org/tools/cwm.php>.

6. APPLICATION

When applying No-Burn® Original, the coating shall be applied to *Substrate(s)*, as applicable, in accordance with Evaluation Report (ER) 305 and/or manufacturer's technical data sheet/instructions. Copies of relevant technical data and/or documents shall be available at the jobsite.

Before and during coating application, the *Substrates'* surfaces shall be dry, clean and free from loose debris, dust, dirt, grease, oil, and all prior coating materials, such as paint, stains and sealers. The *Substrate(s)* shall not have, nor have been exposed to, treatments, chemicals, coatings, etc. prior to the application of Original. Sanding the *Substrate(s)* may be necessary. Essentially, the *Substrate(s)* to be coated must be porous and properly prepared to receive No-Burn® Original.

When verification of the transparent coating is required by the code official, field testing shall be conducted as follows: flame from a propane-fueled torch shall be applied to the coated area and to a sample of uncoated *Substrate* for a minimum of 10 seconds. The presence of the coating shall be observable through the comparison of the reactions of the coated and uncoated *Substrates* to the flame. The finished dry mil thickness will be 0.40-0.70 times the wet mil thickness.

Original shall be applied to the *Substrate(s)* and immediately before placing the fire retardant coating, the applicator shall verify the moisture content of the *Substrate(s)* with a moisture meter, as applicable, in accordance with manufacturer recommendations. The *Substrate(s)* shall be in the final position in the building, directly exposed to the



interior, protected from the weather, in conditioned and unconditioned locations. Furthermore, Original shall be applied to areas within the weatherproofing membrane or surfaces not exposed to weather, where the *Substrates'* in-service dry-use moisture content conditions are expected to be at or less than recommended.

Surface and ambient temperatures before and during application shall be 40°F (4.4°C) minimum. Surface temperatures shall not exceed 100°F (37.7°C) during application. The coating shall be applied at the application rate set forth by spraying or brush. Dry time is typically 60-90 minutes and cure time is 24 hours minimum, depending on the ambient temperature and relative humidity conditions. If more than one coat is required or before the addition of a top coat, allow No-Burn® Original to dry completely between coats. Overcoats shall be water-based with a pH of 7-8. Prior to the use of any overcoat, it is recommended that an inconspicuous area be tested for compatibility before widespread application. Compatibility may be noted as the overall satisfactory condition of the *Substrate(s)* once No-Burn® Original and an overcoat have been applied.

For exterior applications, Original must be overcoated with a high quality exterior water-based, UV resistant sealer. Exterior topcoats may be recommended by the manufacturer. When overcoated in exterior applications, special consideration should be paid to the overcoat's instructions and recommendations. Prior to the reapplication of an overcoat, No-Burn® Original may need to be reapplied.

No-Burn® Original coated *Substrate(s)*, other than during normal construction delays, may need protection from prolonged exposure to adverse weather conditions. Use plastic sheets or tarps to protect from extended weather exposure while in transit, storage or during construction. Follow manufacturer instructions and APA's Engineered Wood Construction Guide Form E30 for storage and handling recommendations.

Store No-Burn® Original coated *Substrate(s)* in clean, dry areas off the ground. It is recommended to store No-Burn® Original coated *Substrate(s)* indoors; if stored outside, cover with plastic sheets or tarps, and keep cover open and away from the sides and bottom of *Substrate(s)* to allow for air circulation. No-Burn® Original coated *Substrate(s)* being transported on open truck beds or railcars should be covered with tarps to avoid extended weather exposure.

7. EQUIPMENT

Methods of application include airless sprayer, compressed air sprayer, trigger sprayer or brush. Manufacturers and models of airless spray *Equipment* vary and examples of applicable *Equipment* follow. Airless spray *Equipment* recommendations have been linked for reference to manufacturer specifications.

Manufacturer	Equipment	
	Model	
Graco®	Ultra 395	Ultra 395 PC
	Ultra Max II 795*	Ultra Max II 1595*
	Ultra Max II 4083*	TexSpray Mark V*
Titan®	Impact™ 440	Impact™ 540
	Impact™ 840*	PowrTwin™ 6900 Plus*
	Impact™ 1140*	PowrTwin™ 8900 Plus*

*Also applicable for No-Burn® Intumescent Coatings

Airless spray *Equipment* must be capable of producing a minimum of 1,200 psi, and recommended tip orifice sizes are .012-.017. Variations in spray pattern width and tip size may be required depending on the surface area and the *Substrate(s)* to which Original is being applied. Cleanup of *Equipment* may be with water, or other methods recommended by the *Equipment* manufacturer.

8. PERSONAL PROTECTION & EXPOSURE CONTROLS

For larger projects, wearing a certified respirator and goggles to avoid overspray and splashing are recommended. Eye and face protection should be in accordance with OSHA 29 CFR 1910.133. Rubber or plastic gloves are recommended for hand and arm protection. Personal cleanup may be with soap and water.

If sprayed, wear an air-purifying respirator approved by NIOSH in accordance with OSHA 29 CFR 1910.134(d)(1)(ii). If used in a confined area, a full-face, powered air-purifying respirator (PAPR) or supplied-air respirator (SAR) is recommended. Use respirators in accordance with 29 CFR 1910.134(d)(3)(i)(A) Table 1, 29 CFR 1910.134(d)(3)(iii)(B) and 29 CFR 1910.134(d)(3)(iv)(B).

Use appropriate engineering controls, such as proper ventilation. Where such systems are not effective, wear suitable personal protective equipment, which performs satisfactorily and meets OSHA or other recognized standards.

Table 3		
Code Compliance		
INTERNATIONAL BUILDING CODE® (IBC®)		
2018		2015
Chapter 8 Interior Finish		Chapter 8 Interior Finish
803.1.2 Interior Wall and Ceiling Finish Materials ASTM E84 or UL 723		803.1.1 Interior Wall and Ceiling Finish Material
803.13 Interior Finish Requirements Based on Occupancy		803.11 Interior Finish Requirements Based on Group
806.7 Interior Trim		806.7 Interior Trim
806.8 Interior Floor-wall Base		806.8 Interior Floor-wall Base
2012		2009
Chapter 8 Interior Finish		Chapter 8 Interior Finish
803.1.1 Interior Wall and Ceiling Finish Material		803.1.1 Interior Wall and Ceiling Finish Material
803.9 Interior Finish Requirements Based on Group		803.9 Interior Finish Requirements Based on Group
806.5 Interior Trim		806.5 Interior Trim
806.6 Interior Floor-wall Base		806.6 Interior Floor-wall Base
INTERNATIONAL RESIDENTIAL CODE® (IRC®)		
2018		2015
Chapter 3 Building and Planning		Chapter 3 Building and Planning
R302.9 Flame Spread and Smoke Developed Index for Wall and Ceiling Finishes		R302.9 Flame Spread and Smoke Developed Index for Wall and Ceiling Finishes
2012		2009
Chapter 3 Building and Planning		Chapter 3 Building and Planning
R302.9 Flame Spread and Smoke Developed Index for Wall and Ceiling Finishes		R302.9 Flame Spread and Smoke Developed Index for Wall and Ceiling Finishes
NATIONAL FIRE PROTECTION ASSOCIATION® (NFPA®) 101		
2018	2015	2012
Chapter 10 Interior Finish		Chapter 10 Interior Finish
10.2.3 Interior Wall/Ceiling Finish Testing & Class	10.2.3 Interior Wall/Ceiling Finish Testing & Class	10.2.3 Interior Wall/Ceiling Finish Testing & Class
10.2.3.4 Required to be Tested ASTM E84 or UL 723	10.2.3.4 Required to be Tested ASTM E84 or UL 723	10.2.3.4 Required to be Tested ASTM E84 or UL 723
10.2.6.1 Fire Retardant Coatings FSI/SD	10.2.6.1 Fire Retardant Coatings FSI/SD	10.2.6.1 Fire Retardant Coatings FSI/SD

Table 4		
Green Standards		
ANSI/ASHRAE/ICC/USGBC STANDARD 189.1		
2017		2014
8. Indoor Environmental Quality (IEQ)		8. Indoor Environmental Quality (IEQ)
8.4.2.2 Paints and Coatings		8.4.2.2 Paints and Coatings
8.4.2.2.1 Emissions Requirements		8.4.2.2.1 Emissions Requirements
8.4.2.2.2 VOC Content Requirements: a and b		8.4.2.2.2 VOC Content Requirements: a and b
8.5.2 Materials		8.5.2 Materials
9. The Buildings Impact on the Atmosphere, Materials, and Resources		9. The Buildings Impact on the Atmosphere, Materials, and Resources
9.3.1.1 Diversion		9.3.1.1 Diversion
9.3.1.2 Total Waste		9.3.1.2 Total Waste
9.3.1.3 Construction Waste Management Plan		9.3.1.3 Construction Waste Management Plan
9.4.1.1.2 Salvaged Material Content		9.4.1.1.2 Salvaged Material Content
9.4.1.2 Regional Materials		9.4.1.2 Regional Materials
CALIFORNIA AIR RESOURCES BOARD (ARB)		
2008		
8. Compliance and Test Methods		
8.1 Calculation of VOC Content		
8.2 VOC Content of Coatings		
8.5.1 Flame Spread Index		
8.5.9 VOC Content of Coatings		
Table 1, VOC Content Limits for Architectural Coatings: Flat Coatings		
CALIFORNIA DEPARTMENT OF PUBLIC HEALTH (CDPH)		
2017		2010
STANDARD METHOD FOR THE TESTING AND EVALUATION OF VOC EMISSIONS FROM INDOOR SOURCES USING ENVIRONMENTAL CHAMBERS V1.2 California Specification 01350		STANDARD METHOD FOR THE TESTING AND EVALUATION OF VOC EMISSIONS FROM INDOOR SOURCES USING ENVIRONMENTAL CHAMBERS V1.1 California Specification 01350
COLLABORATIVE FOR HIGH PERFORMANCE SCHOOLS (CHPS)		
2017		2016
Core Criteria New Construction and Renovation		Core Criteria New Construction and Renovation
Indoor Environmental Quality		Indoor Environmental Quality
Prerequisite: EQ 7.0 Low Emitting Materials/Paints & Coatings		Prerequisite: EQ 7.0 Low Emitting Materials/Paints & Coatings
EQ 7.1 Additional Low Emitting Materials/EQ 7.1.5 Paints & Coatings		EQ 7.1 Additional Low Emitting Materials/EQ 7.1.5 Paints & Coatings
Materials & Waste Management		Materials & Waste Management
Prerequisite MW 1.0 Storage & Collection Recyclables		Prerequisite MW 1.0 Storage & Collection Recyclables
MW 6.1 Single Attribute – Materials Reuse		MW 6.1 Single Attribute – Materials Reuse
MW 9.1 Building Reuse - Interior		MW 9.1 Building Reuse - Interior



Table 4 Continued	
GENERAL SERVICES ADMINISTRATION (GSA) PUBLIC BUILDING SERVICE (PBS) - P100	
2017	2016
<p>Chapter 3 Architecture and Interior Design 3.5.2 Interior Finishes and Materials 3.5.2.19 Interior Coatings 3.5.4 Fire Performance and Smoke Development</p> <p>Chapter 4 Prescriptive Structural Engineering 4.3.1 Innovative Materials and Methods</p> <p>Chapter 7 Fire Protection 7.1.3.3 Alternative Designs 7.5 Interior Finishes 7.15 Performance-Based Design</p>	<p>Chapter 3 Architecture and Interior Design 3.5.2 Interior Finishes and Materials 3.5.2.19 Interior Coatings 3.5.4 Fire Performance and Smoke Development</p> <p>Chapter 4 Structural Engineering 4.3.1 Innovative Materials and Methods</p> <p>Chapter 7 Fire Protection and Life Safety 7.3.1.3 Alternative Designs 7.5 Interior Finishes 7.15 Performance-Based Design</p>
ICC/ASHRAE 700 NATIONAL GREEN BUILDING STANDARD™ (NGBS)	
2015	2012
<p>Chapter 4 Site Design 403.9 Existing Buildings</p> <p>Chapter 6 Resource Efficiency 601.2 Material Usage – Option (2) 603.1 Reuse of Existing Building 603.2 Salvaged Materials 605.3 Recycled Construction Materials 609.1 Regional Materials</p> <p>Chapter 9 Indoor Environmental Quality 901.8 Wall Coverings 901.9 Interior Architectural Coatings 901.9.1 VOC Content Limits Architectural Coatings Flat Coatings or 901.9.3 904.1 Indoor Air Quality (IAQ) During Construction 904.2 Indoor Air Quality (IAQ) Post Construction</p> <p>Chapter 11 Remodeling 11.601.2 Material Usage – Option (2) 11.603.1 Reuse of Existing Building 11.605.3 On-site Recycling 11.605.4 Recycled Construction Materials 11.609.1 Regional Materials 11.901.8 Wall Coverings 11.901.9 Interior Architectural Coatings 11.901.9.1 VOC Content Limits Architectural Coatings Flat Coatings or 11.901.9.3 11.901.9.4 Mandatory Requirement 11.904.1 Indoor Air Quality (IAQ) During Construction 11.904.2 Indoor Air Quality (IAQ) Post Construction</p> <p>Chapter 12 Remodeling of Functional Areas 12.1.601.2 Material Usage – Option (2) 12.1(A).603.2 Reused and Salvaged Materials 12.1(A).609.1 Regional Materials 12.1.901.8 Interior Wall Coverings 12.1.901.9 Architectural Coatings 12.1.901.9.1 VOC Content Limits Architectural Coatings Flat Coatings or 12.1.901.9.2</p>	<p>Chapter 4 Site Design 403.9 Existing Buildings</p> <p>Chapter 6 Resource Efficiency 601.2 Material Usage – Option (2) 603.1 Reuse of Existing Building 603.2 Salvaged Materials 605.3 Recycled Construction Materials 609.1 Regional Materials</p> <p>Chapter 9 Indoor Environmental Quality 901.8 Wall Coverings 901.9 Interior Architectural Coatings 901.9.1 VOC Content Limits Architectural Coatings Flat Coatings or 901.9.3</p> <p>Chapter 11 Remodeling 11.601.2 Material Usage – Option (2) 11.603.1 Reuse of Existing Building 11.605.3 On-site Recycling 11.605.4 Recycled Construction Materials 11.609.1 Regional Materials 11.901.8 Wall Coverings 11.901.9 Interior Architectural Coatings 11.901.9.1 VOC Content Limits Architectural Coatings Flat Coatings or 11.901.9.3 11.901.9.4 Mandatory Requirement</p> <p>Chapter 12 Remodeling of Functional Areas 12.1.601.2 Material Usage – Option (2) 12.1(A).603.1 Reused and Salvaged Materials 12.1(A).609.1 Regional Materials 12.1.901.8 Interior Wall Coverings 12.1.901.9 Architectural Coatings 12.1.901.9.1 VOC Content Limits Architectural Coatings Flat Coatings or 12.1.901.9.2</p>
INTERNATIONAL GREEN CONSTRUCTION CODE® (IgCC®)	
2018	2015
<p>8. Indoor Environmental Quality (IEQ) 8.4.2.2 Paints and Coatings 8.4.2.2.1 Emissions Requirements 8.4.2.2.2 VOC Content Requirements: a and b 8.5.2 Materials</p> <p>9. The Buildings Impact on the Atmosphere, Materials, and Resources 9.3.1.1 Diversion 9.3.1.2 Total Waste 9.3.1.3 Construction Waste Management Plan 9.4.1.1.2 Salvaged Material Content 9.4.1.2 Regional Materials</p>	<p>Chapter 5 Material Resource Conservation and Efficiency 503.1 Construction Material and Waste Management Plan 505.2.3 Recyclable Building Materials and Building Components</p> <p>Chapter 8 Indoor Environmental Quality and Comfort 806.3 Architectural Paints and Coatings/ Table 806.3(1) or 806.3(2)</p>
U.S. GREEN BUILDING COUNCIL® LEED®	
v4 2018	v3 2009
<p>BUILDING DESIGN (BD) AND CONSTRUCTION (C) Materials and Resources (MR) MR Prerequisite: Storage and Collection of Recyclables MR Credit: Building Life-Cycle Impact Reduction: Option 1, Option 2 or Option 3 MR Credit: Building Product Disclosure and Optimization- Material Ingredients: Option 2 International Alternative Compliance Path- Reach Optimization</p>	<p>NEW CONSTRUCTION AND MAJOR RENOVATIONS Materials and Resources (MR) MR Credit 1.1 Building Reuse- Maintain Existing Walls, Floors & Roofs MR Credit 1.2 Building Reuse- Maintain Interior Nonstructural Elements MR Credit 2 Construction Waste Management MR Credit 3 Materials Reuse</p>

Table 4 Continued	
U.S. GREEN BUILDING COUNCIL® LEED® Continued	
v4 2018	v3 2009
<p>MR Credit: Construction and Demolition Waste Management</p> <p>Indoor Environmental Quality (EQ)</p> <p>EQ Credit: Low-Emitting Materials: Option 1</p> <p>Innovation in Design (ID)</p> <p>Credit 1 Innovation in Design</p> <p>HOMES DESIGN (HD) and CONSTRUCTION (C)</p> <p>Materials and Resources (MR)</p> <p>MR Credit: Construction Waste Management</p> <p>Indoor Environmental Quality (EQ)</p> <p>EQ Credit: Low-Emitting Products</p> <p>INTERIOR DESIGN (ID) and CONSTRUCTION (C)</p> <p>Materials and Resources (MR)</p> <p>MR Prerequisite: Storage and Collection of Recyclables</p> <p>MR Credit: Building Product Disclosure and Optimization- Material Ingredients:</p> <p>Option 2 International Alternative Compliance Path- Reach Optimization</p> <p>MR Credit: Construction and Demolition of Waste Management</p> <p>Indoor Environmental Quality (EQ)</p> <p>EQ Credit: Low-Emitting Materials: Option 1</p> <p>Innovation in Design (ID)</p> <p>Credit 1 Innovation in Design</p>	<p>MR Credit 5 Regional Materials</p> <p>Indoor Environmental Quality (IEQ)</p> <p>IEQ Credit 4.2 Low Emitting Materials- Paints & Coatings</p> <p>Innovation in Design (ID)</p> <p>Credit 1 Innovation in Design</p>
SOUTH COAST AIR QUALITY MANAGEMENT DISTRICT (SCAQMD) RULE 1113	
2016	2013
<p>Table of Standards 1, VOC Limits</p> <p>Flats</p> <p>(e) Test Methods</p> <p>(e)[1](A) U.S. EPA Reference Test Method 24</p>	<p>Table of Standards 1, VOC Limits</p> <p>Flats</p> <p>(e) Test Methods</p> <p>(e)[1](A) U.S. EPA Reference Test Method 24</p>

No-Burn, Inc.
SALES INFORMATION AND ORDER PLACEMENT
1-800-989-8577
TECHNICAL INFORMATION
1-800-989-8577
www.noburn.com

TRADEMARKS No-Burn, No-Burn logo and Fire Wise are trademarks owned by or licensed to No-Burn®, Inc. **LIMITED WARRANTY** No-Burn®, Inc. warrants that the No-Burn® formula will be manufactured to the same specifications and quality, and will perform equally to the tests performed by the independent laboratories when properly applied. Warranty coverage is limited solely to the cost of product purchased hereunder and specifically excludes incidental expenses and consequential damages. The applicator warrants that the product, in its original form from the manufacturer, will be stored, mixed and/or applied as directed in the guidelines published by No-Burn®, Inc., to every reasonably accessible area that has been specified for protection. On occasion, No-Burn® Original may be applied to substrates that need protection from the environment in transit or on a jobsite. The Warranty may be void if the No-Burn® Original coated substrates, while in transit or during construction, are not protected from prolonged exposure to adverse weather conditions as specified by manufacturer recommendations. All implied warranties, from No-Burn®, Inc. or the applicator are excluded. There may be situations and materials for which No-Burn® will not prevent a fire from igniting or retard the progress of a fire.

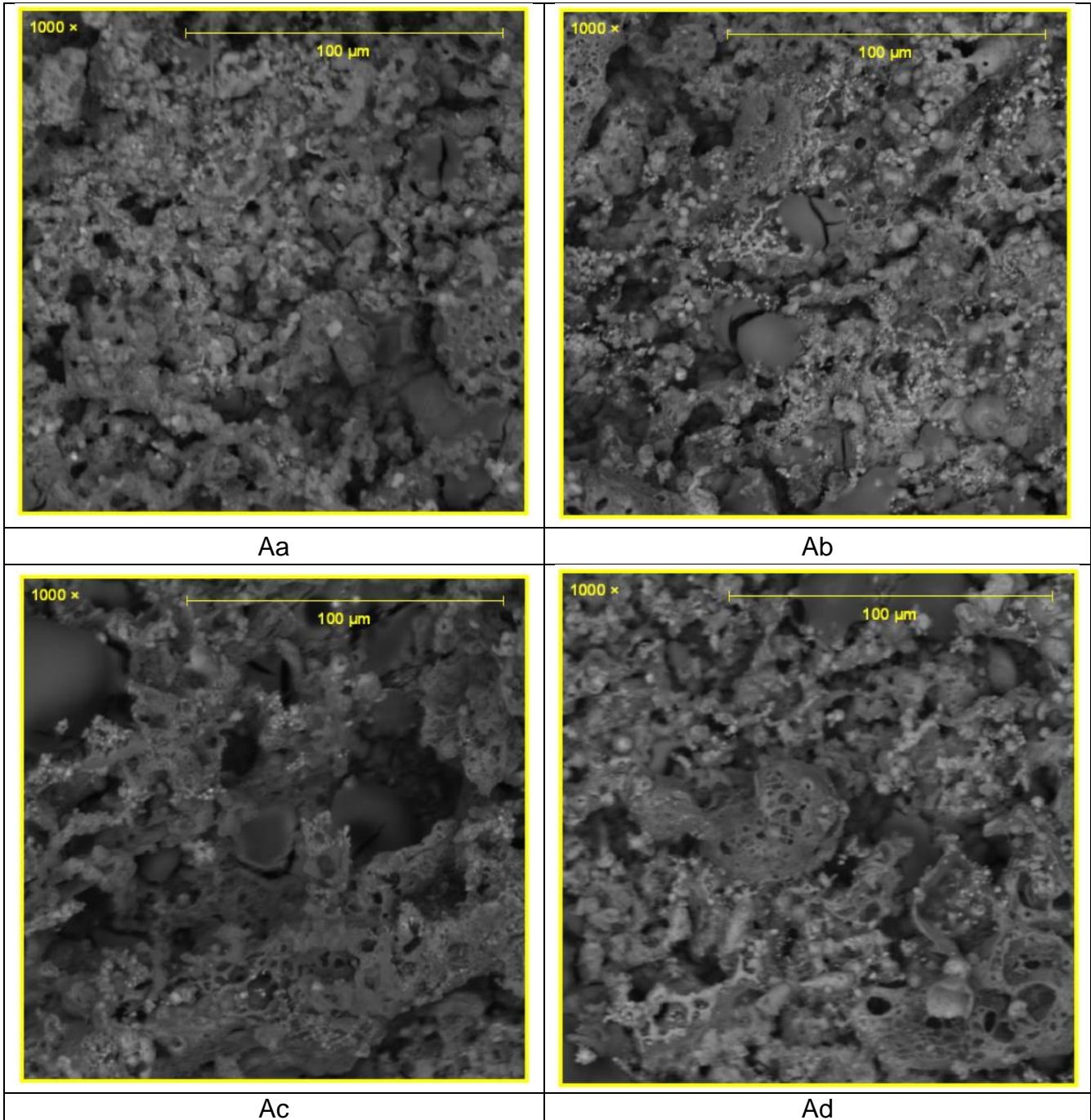
POLICY & PROCEDURES All sales of this product by No-Burn, Inc. are subjected to our Policy & Procedures available at <http://noburn.com/policies-procedures>
UPDATES AND CURRENT INFORMATION Revised 18-Feb-2019. The information in this document may change without notice.

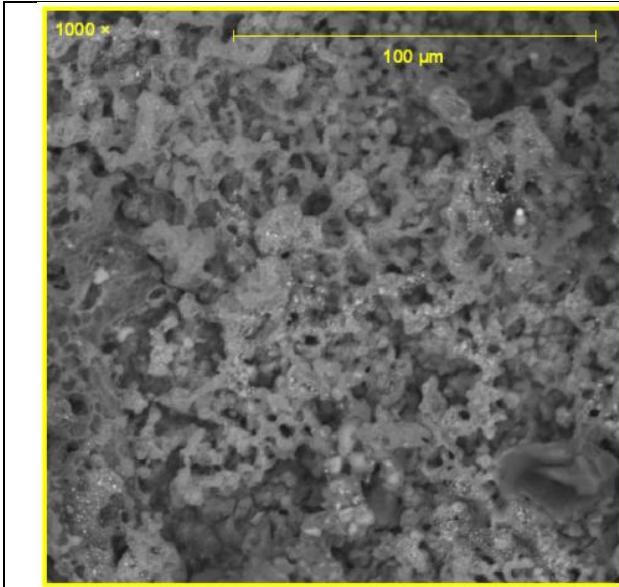
© 2019 No-Burn, Inc.



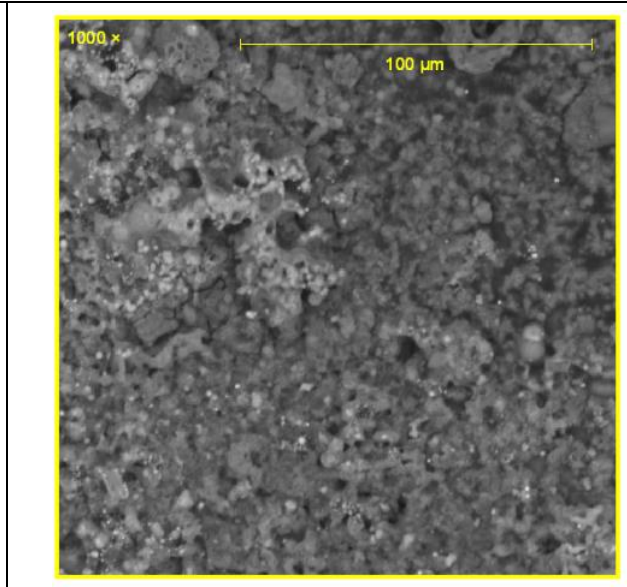
ANEXO IV

Microscopías SEM de las muestras

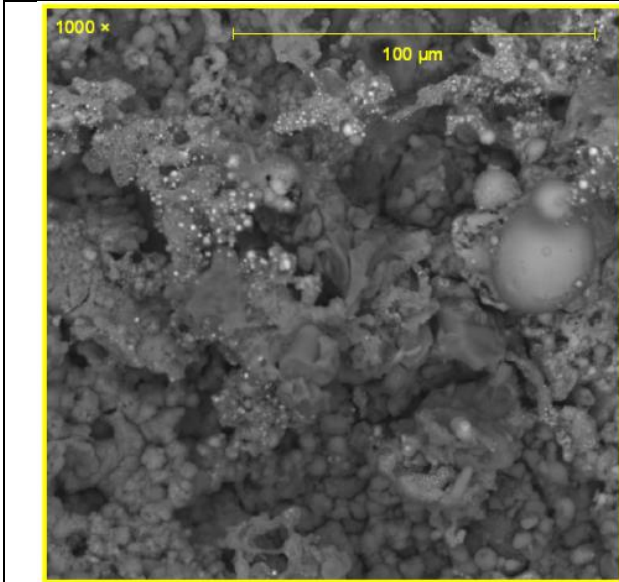




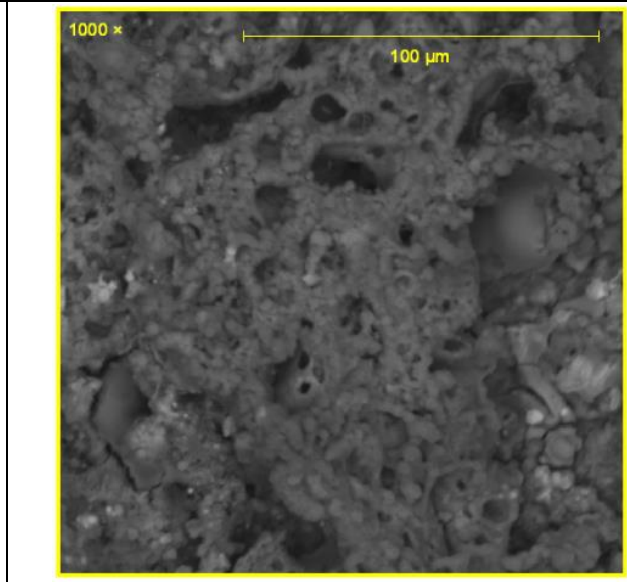
Ba



Bb



Bc



Bd

ANEXO V

Informe emitido por el LANUM



**ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL
LABORATORIO DE NUEVOS MATERIALES (LANUM)**

Campus Politécnico "José Rubén Orellana Ricaurte" • Calle Isabela Católica S/N y Alfredo Mena Caamaño
RUC: 1760005620001 • Tel.: (00593-2) 2976300 Ext.: 3000
Apartado 17-01-2759 • E-mail: lanum.fim@epn.edu.ec • Quito – Ecuador



INFORME DE RESULTADOS No. II-2022-034

Orden de trabajo: LANUM-2022-ST.030

Quito, 29 de julio de 2022

DATOS DE LA EMPRESA/INSTITUCIÓN SOLICITANTE

Solicitado por: Fernando Pantoja, P.h.D.
Empresa / Institución: EPN-DMT
Teléfono: 2976-300 ext. 5859
Dirección: Ladrón de Guevara E11-253
E-Mail: fernando.pantoja@epn.edu.ec

Identificación de la(s) muestra(s) (cliente):

Para SEM

- Aa
- Ab
- Ac
- Ad
- Ba
- Bb
- Bc
- Bd

Para espectroscopía Raman:

- 06-07-22-A-a
- 06-07-22-A-b
- 06-07-22-A-c
- 06-07-22-A-d
- 06-07-22-B-a
- 06-07-22-B-b
- 06-07-22-B-c
- 06-07-22-B-d

Descripción de la(s) muestra(s):

Láminas a base de carbono y resinas naturales.

LABORATORIO

Fecha de ingreso al Laboratorio:

Para SEM:

20/07/2022

Para espectroscopía Raman:

18/07/2022

Identificación de la(s) muestra(s) (código LANUM):

Para SEM:

- MI-22-0408 para "Aa"

F-PT-07-05

Página 1 de 6



ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL
LABORATORIO DE NUEVOS MATERIALES (LANUM)

Campus Politécnico "José Rubén Orellana Ricaurte" • Calle Isabela Católica S/N y Alfredo Mena Caamaño
RUC: 1760005620001 • Tel.: (00593-2) 2976300 Ext.: 3000

Apartado 17-01-2759 • E-mail: lanum.fim@epn.edu.ec • Quito – Ecuador



- MI-22-0409 para "Ab"
- MI-22-0410 para "Ac"
- MI-22-0411 para "Ad"
- MI-22-0412 para "Ba"
- MI-22-0413 para "Bb"
- MI-22-0414 para "Bc"
- MI-22-0415 para "Bd"

Para espectroscopía Raman:

- MI-22-0399 para "06-07-22-A-a"
- MI-22-0400 para "06-07-22-A-b"
- MI-22-0401 para "06-07-22-A-c"
- MI-22-0402 para "06-07-22-A-d"
- MI-22-0403 para "06-07-22-B-a"
- MI-22-0404 para "06-07-22-B-b"
- MI-22-0405 para "06-07-22-B-c"
- MI-22-0403 para "06-07-22-B-d"

Fecha en que se realizaron los ensayos:

Para SEM:

20/07/2022 y 25/07/2022

Para espectroscopía Raman:

19/07/ 2022, 22/07/2022 y 25/07/2022

Área del laboratorio donde se realizó el ensayo: Área de análisis

Condiciones ambientales corregidas:

Para SEM:

No se reportan las condiciones ambientales, ya que no son relevantes para el análisis realizado.

Para espectroscopía Raman:

En la tabla 1 se reportan las condiciones ambientales en las fechas en que se realizaron las caracterizaciones.

Tabla 1. Condiciones ambientales

Id. Muestra	Fecha	Temperatura inicial (°C)	Temperatura final (°C)	Humedad inicial (% HR)	Humedad final (% HR)
"06-07-22-A-a" (MI-22-0399)	19/07/2022	20,0	21,6	49,1	42,8
"06-07-22-A-b" (MI-22-0400)					
"06-07-22-A-c" (MI-22-0401)					



ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL
LABORATORIO DE NUEVOS MATERIALES (LANUM)

Campus Politécnico "José Rubén Orellana Ricaurte" • Calle Isabela Católica S/N y Alfredo Mena Caamaño
RUC: 1760005620001 • Tel.: (00593-2) 2976300 Ext.: 3000

Agartado 17-01-2759 • E-mail: lanum.fim@epn.edu.ec • Quito – Ecuador



"06-07-22-A-c" (MI-22-0401)	22/07/2022	21,6	21,8	42,9	41,5
"06-07-22-A-d" (MI-22-0402)					
"06-07-22-B-a" (MI-22-0403)	25/07/2022	19,6	18,8	58,6	60,6
"06-07-22-B-b" (MI-22-0404)					
"06-07-22-B-c" (MI-22-0405)					
"06-07-22-B-d" (MI-22-0406)					

EQUIPOS UTILIZADOS

- Microscopio electrónico de barrido: Marca ASPEX, Modelo PSEM eXpress, rango de detección 500 nm a 5 mm.
- Termohigrómetro marca ELITECH, modelo RCW-800 wifi con una apreciación de 0,1 °C y 0,1 %HR.
- Espectroscopio Raman marca: Horiba Scientific, modelo: Lab Ram Evolution.

MÉTODO EMPLEADO

Para SEM:

Las micrografías fueron adquiridas con las siguientes condiciones:

Voltaje de aceleración: 20 kV .

Filamento: 62.1%.

Presión de vacío: $2,3 \times 10^{-5}$ Torr.

Magnificaciones: 25X, 100X, 250X, 500X, 750X, 1000X y 2500X.

Para Espectroscopía Raman:

Se procedió a tomar los espectros en dos puntos al azar de las muestras de acuerdo con indicaciones del solicitante.

Para el análisis de las muestras se utilizaron las siguientes condiciones:

- Longitud de onda del láser utilizado: 532 nm
- Rejilla de difracción utilizada: 600 gr/mm
- Potencia del láser: 50 mW
- Potencia del láser filtrada y utilizada: 10%
- Apertura confocal: 120 μ m
- Lente objetiva utilizada: 50X – LWD
- Rango del número de onda utilizado: 100 cm^{-1} a 4000 cm^{-1}
- Resolución espectral: 0,35 cm^{-1}
- Tiempo de adquisición: 9 s
- Acumulaciones: 16



ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL
LABORATORIO DE NUEVOS MATERIALES (LANUM)

Campus Politécnico "José Rubén Orellana Ricaurte" • Calle Isabela Católica 5/N y Alfredo Mena Caamaño
RUC: 1760005620001 • Tel.: (00593-2) 2976300 Ext.: 3000
Apartado 17-01-2759 • E-mail: lanum.fim@epn.edu.ec • Quito – Ecuador



RESULTADOS

Para microscopía SEM

A continuación, se presentan las microscopías obtenidas a 500X para cada muestra. Cabe señalar que las micrografías obtenidas con otras magnificaciones y en áreas adicionales se enviaron en formato digital al cliente, incluidas las que se muestran en el presente informe.

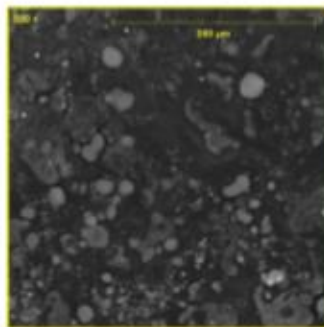


Figura 1. Imagen SEM de la MI-22-0408 para Aa

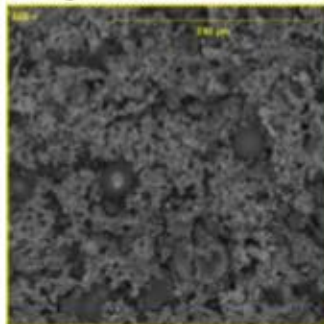


Figura 2. Imagen SEM de la MI-22-0409 para Ab

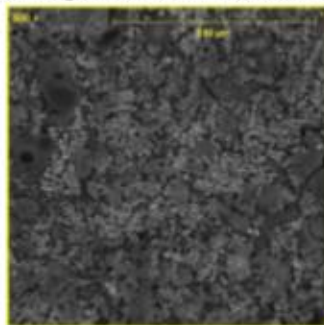


Figura 3. Imagen SEM de la MI-22-0410 para Ac



ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL
LABORATORIO DE NUEVOS MATERIALES (LANUM)

Campus Politécnico "José Rubén Orellana Ricaurte" • Calle Isabela Católica S/N y Alfredo Mena Caamaño
RUC: 1760005620001 • Tel.: (00593-2) 2976300 Ext.: 3000
Apartado 17-01-2759 • E-mail: lanum.fim@epn.edu.ec • Quito – Ecuador

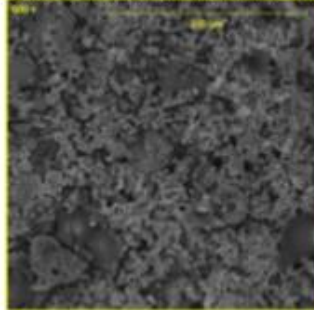


Figura 4. Imagen SEM de la MI-22-0411 para Ad

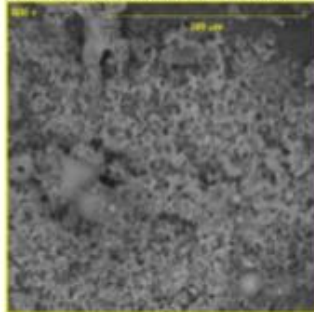


Figura 5. Imagen SEM de la MI-22-0412 para Ba

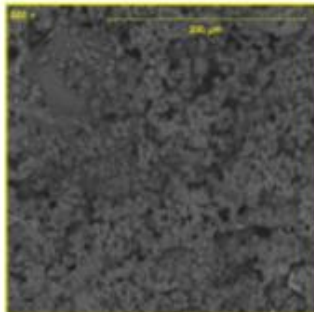


Figura 6. Imagen SEM de la MI-22-0413 para Bb



ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL
LABORATORIO DE NUEVOS MATERIALES (LANUM)

Campus Politécnico "José Rubén Orellana Ricaurte" • Calle Isabela Católica 5/N y Alfredo Mena Caamaño
RUC: 1760005620001 • Tel.: (00593-2) 2976300 Ext.: 3000
Apartado 17-01-2759 • E-mail: lanum.fim@epn.edu.ec • Quito – Ecuador

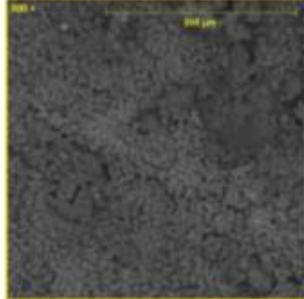


Figura 7. Imagen SEM de la MI-22-0414 para Bc

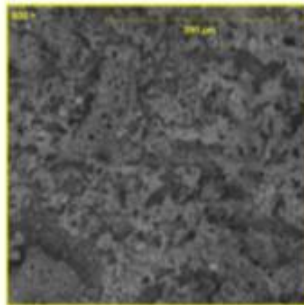


Figura 8. Imagen SEM de la MI-22-0415 para Bd

Para espectroscopía Raman:

En las figuras de la 9 a la 16 se presentan los espectros Raman representativos de la muestra analizadas.



ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL
LABORATORIO DE NUEVOS MATERIALES (LANUM)

Campus Politécnico "José Rubén Orellana Ricaurte" • Calle Isabela Católica S/N y Alfredo Mena Caamaño
RUC: 1760005620001 • Tel.: (00593-2) 2976300 Ext.: 3000

Apartado 17-01-2759 • E-mail: lanum.fim@epn.edu.ec • Quito - Ecuador

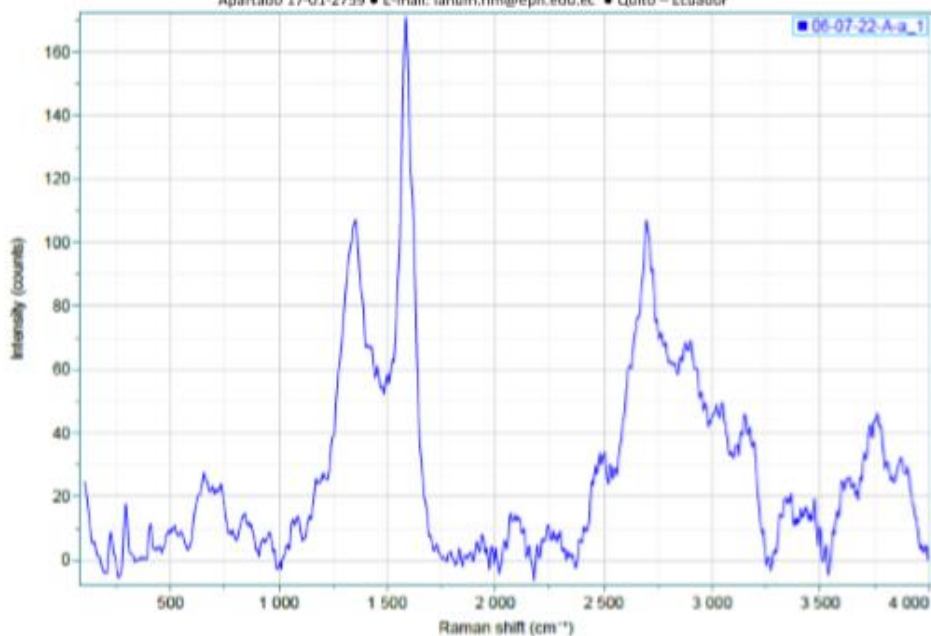


Figura 9. Espectro Raman para la muestra "06-07-22-A-a" (MI-22-0399)

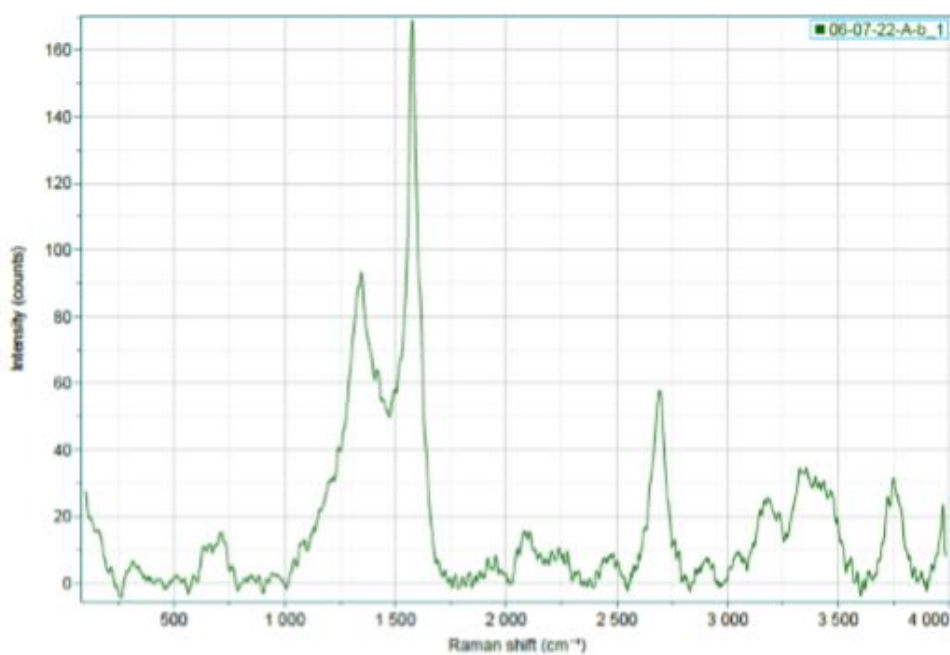


Figura 10. Espectro Raman para la muestra "06-07-22-A-b" (MI-22-0400)



ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL
LABORATORIO DE NUEVOS MATERIALES (LANUM)

Campus Politécnico "José Rubén Orellana Ricaurte" • Calle Isabela Católica S/N y Alfredo Mena Caamaño
RUC: 1760005620001 • Tel.: (00593-2) 2976300 Ext.: 3000

Apartado 17-01-2759 • E-mail: lanum.fim@epn.edu.ec • Quito – Ecuador

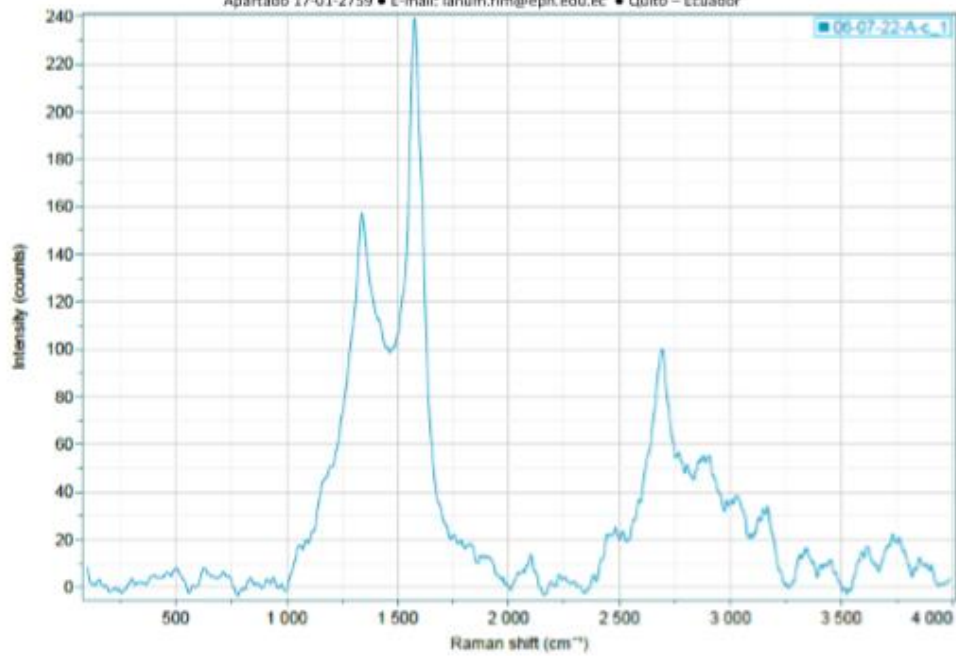


Figura 11. Espectro Raman para la muestra "06-07-22-A-c" (MI-22-0401)

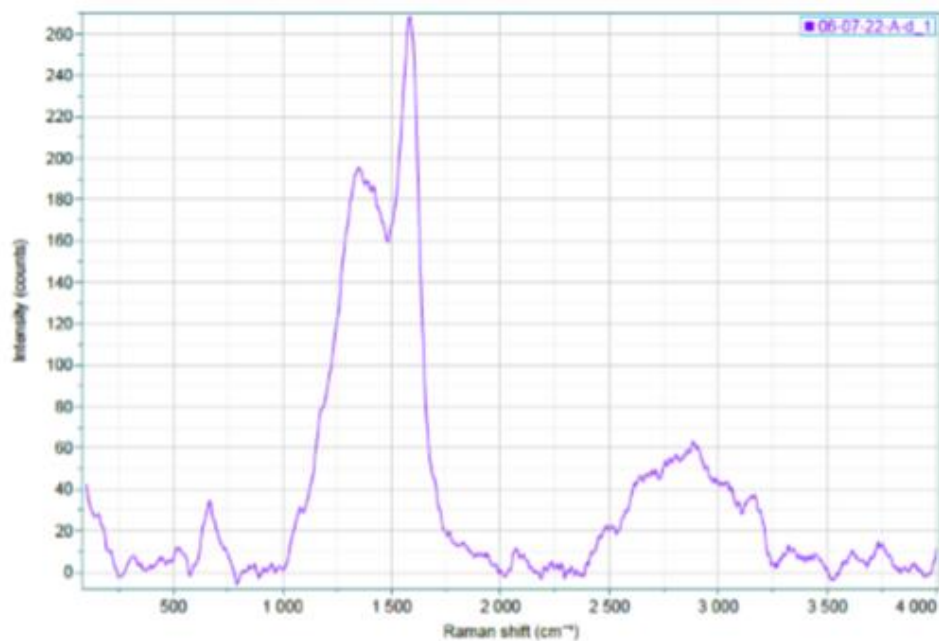


Figura 12. Espectro Raman para la muestra "06-07-22-A-d" (MI-22-0402)



ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL
LABORATORIO DE NUEVOS MATERIALES (LANUM)

Campus Politécnico "José Rubén Orellana Ricaurte" • Calle Isabela Católica S/N y Alfredo Mena Caamaño
RUC: 1760005620001 • Tel.: (00593-2) 2976300 Ext.: 3000
Apartado 17-01-2759 • E-mail: lanum.fim@epn.edu.ec • Quito – Ecuador

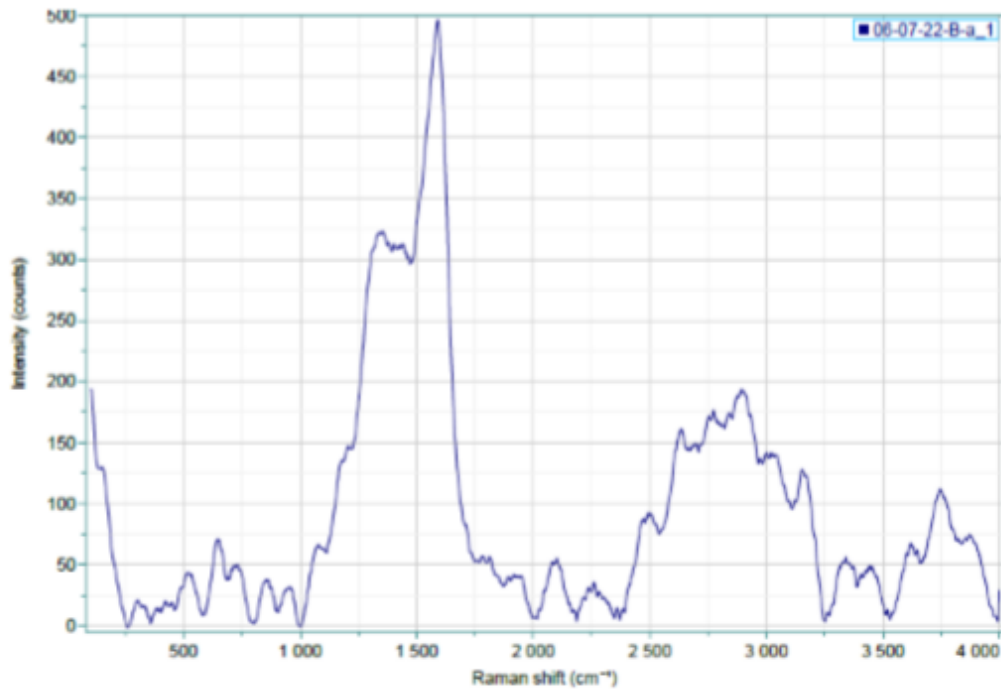


Figura 13. Espectro Raman para la muestra "06-07-22-B-a" (MI-22-0403)

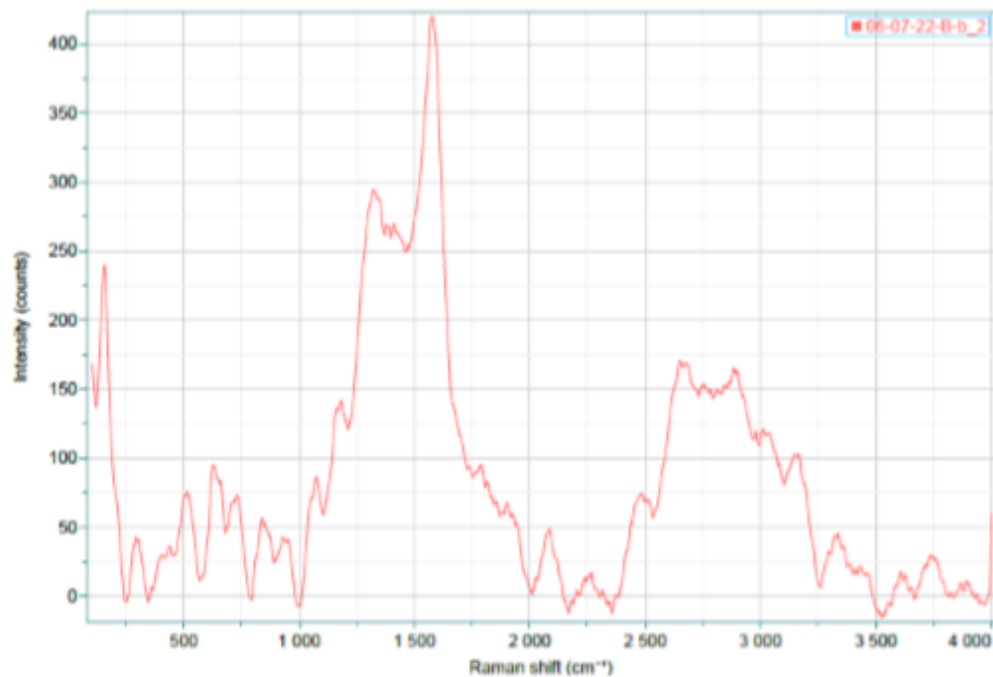


Figura 14. Espectro Raman para la muestra "06-07-22-B-b" (MI-22-0404)



ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL
LABORATORIO DE NUEVOS MATERIALES (LANUM)

Campus Politécnico "José Rubén Orellana Ricaurte" • Calle Isabela Católica S/N y Alfredo Mena Caamaño
RUC: 1760005620001 • Tel.: (00593-2) 2976300 Ext.: 3000

Apartado 17-01-2759 • E-mail: lanum.fim@epn.edu.ec • Quito - Ecuador

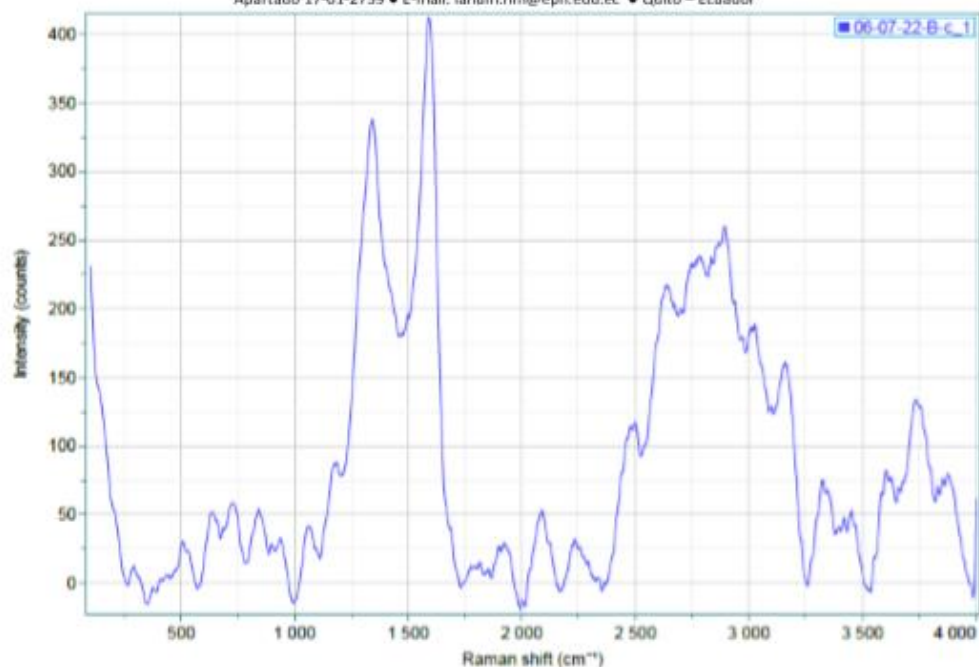


Figura 15. Espectro Raman para la muestra "06-07-22-B-c" (MI-22-0405)

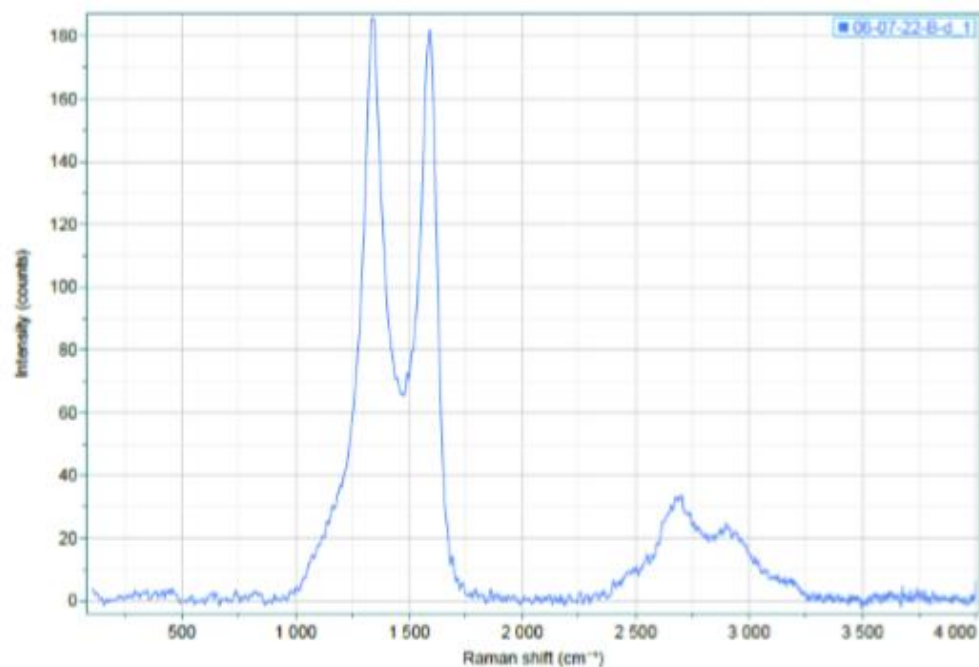


Figura 16. Espectro Raman para la muestra "06-07-22-B-d" (MI-22-0406)



ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL
LABORATORIO DE NUEVOS MATERIALES (LANUM)

Campus Politécnico "José Rubén Orellana Ricaurte" • Calle Isabela Católica 5/N y Alfredo Mena Caamaño
RUC: 1760005620001 • Tel.: (00593-2) 2976300 Ext.: 3000
Apartado 17-01-2759 • E-mail: lanum.fim@epn.edu.ec • Quito – Ecuador



Los resultados de espectroscopía Raman fueron enviados al cliente el 26/07/2022, mientras que los resultados de microscopía SEM fueron enviados el 25/07/2022.

"El cliente puede hacer uso académico de los resultados presentados en este informe, así como de los respaldos entregados en formato digital para su tratamiento".

NOTA: ESTOS RESULTADOS ESTÁN RELACIONADOS ÚNICAMENTE A LA(S) MUESTRA(S) SOMETIDA(S) A ENSAYO

NOTA DE DESCARGO DE RESPONSABILIDAD: En caso de que las muestras entregadas no cumplieran con las especificaciones solicitadas por el LANUM (dimensiones, cantidad de muestra), y a pesar de eso el cliente diera su consentimiento para la realización de análisis, el LANUM no se responsabiliza si los resultados son afectados debido a estas desviaciones (no cumplimiento de especificaciones)

Realizado por:

Ing. Karina Lagos
Analista Técnico

Revisado y aprobado por:

Ing. Orlando Campaña
Responsable Técnico(s)

Autorizado por:

Paulina Romero
Coordinadora del LANUM

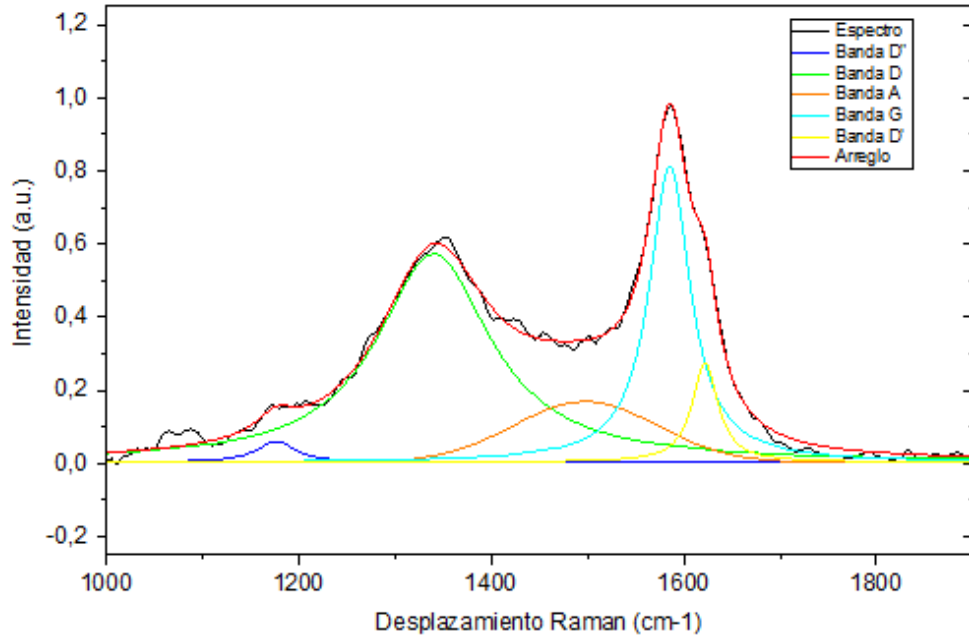
Ing. Orlando Campaña
Analista Técnico

Ing. Karina Lagos
Responsable Técnico

ANEXO VI

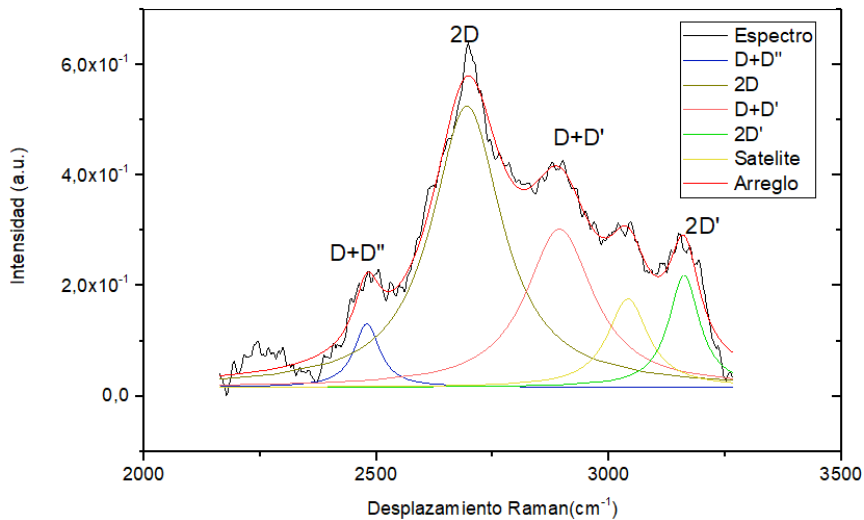
Informes de deconvolución de bandas, mediante OriginPro

Muestra Aa



Fitting Results

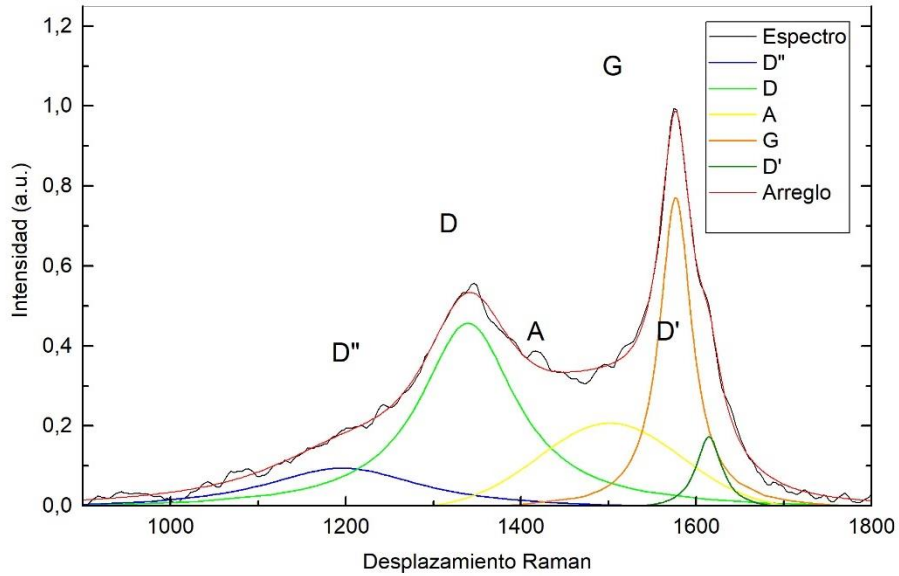
Peak Index	Peak Type	Area Intg	FWHM	Max Height	Center Grvty	Area IntgP
1	Banda D''	4,22634	49,15236	0,05718	1176,67536	1,84516
2	Banda D	116,41813	143,72392	0,56887	1340,46304	50,82643
3	Banda A	31,02541	175,51931	0,16606	1497,7905	13,54523
4	Banda G	63,80159	52,05965	0,80891	1585,65354	27,85483
5	Banda D'	13,57892	32,70909	0,27064	1622,29771	5,92836



Fitting Results

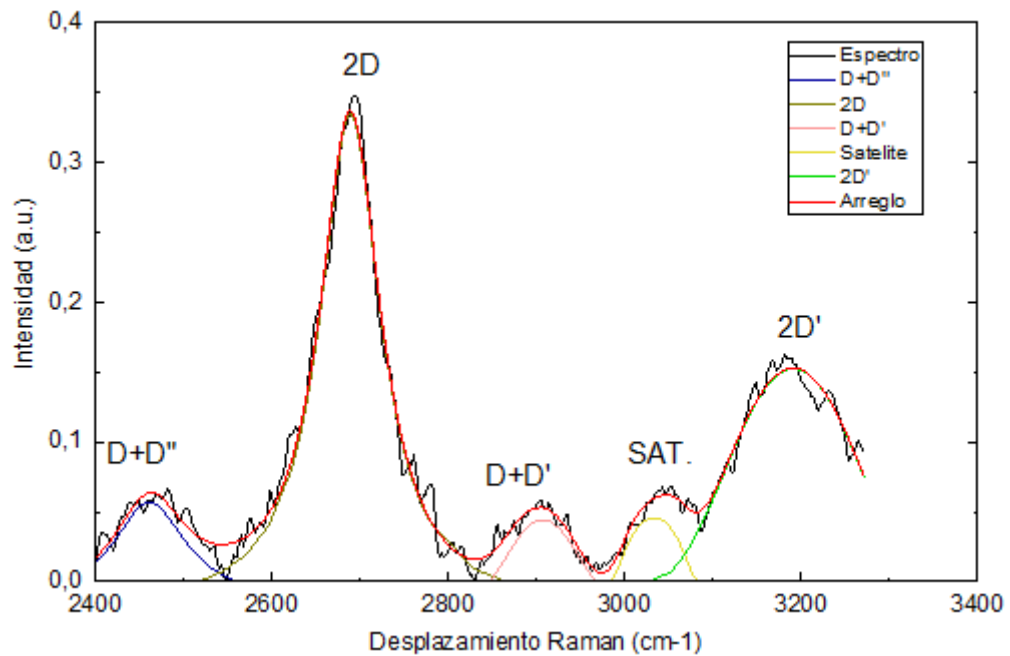
Peak Index	Peak Type	Area Intg	FWHM	Max Height	Center Grvty	Area IntgP
1	Banda D+D'	11,47912	66,7004	0,11496	2479,79863	4,42388
2	Banda 2D	130,9588	183,26385	0,50825	2694,79236	50,46952
3	Banda D+D''	70,47037	176,62946	0,28612	2894,06799	27,1582
4	Banda 2D	22,36392	80,76096	0,20249	3161,8853	8,61871
5	Satelite	24,20874	106,2457	0,15987	3040,96256	9,32968

Muestra Ab

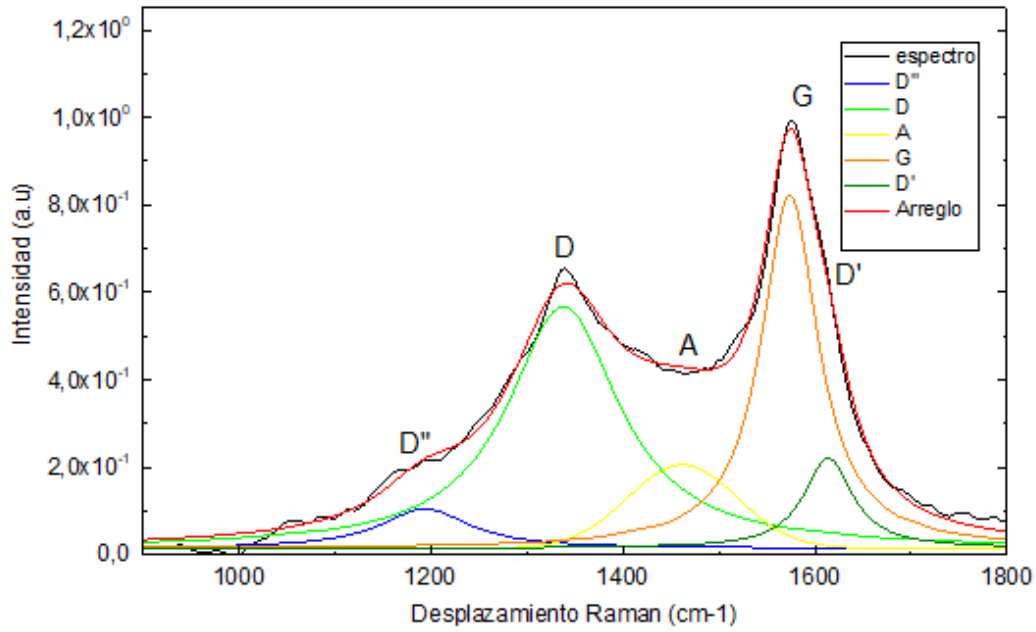


Fitting Results

Peak Index	Peak Type	Area Intg	FWHM	Max Height	Center Grvty	Area IntgP
1	Banda D''	30,52951	220,71504	0,10413	1196,45185	13,4941
2	Banda D	89,04955	133,26561	0,46596	1339,49842	39,36007
3	Banda A	44,38164	192,48492	0,21662	1501,65766	19,61677
4	Banda G	52,47247	44,53451	0,78035	1576,55643	23,19293
5	Banda D'	9,81021	35,48957	0,18232	1614,53472	4,33613

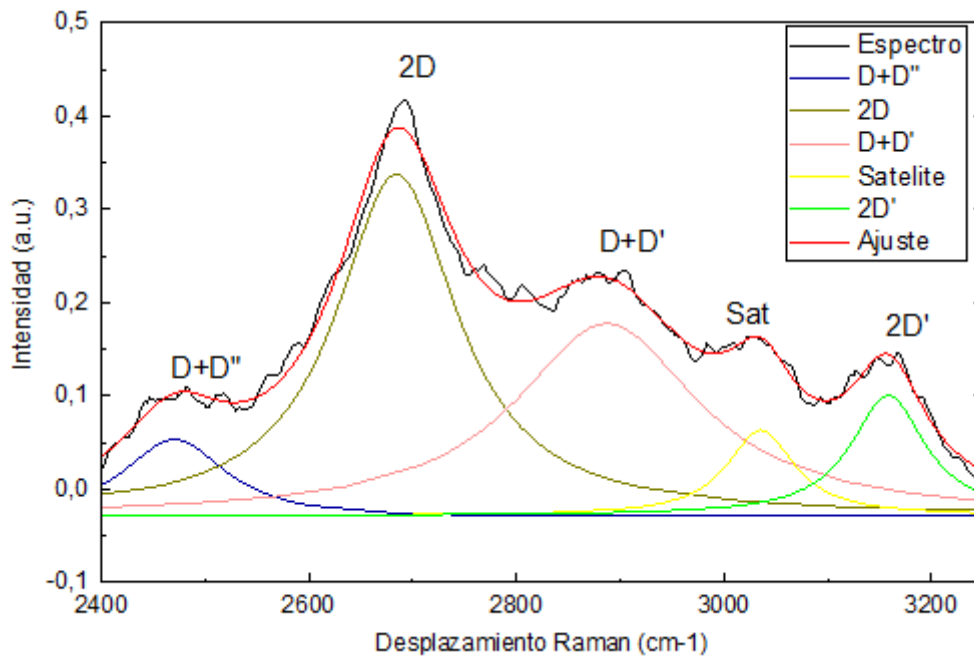


Muestra Ac

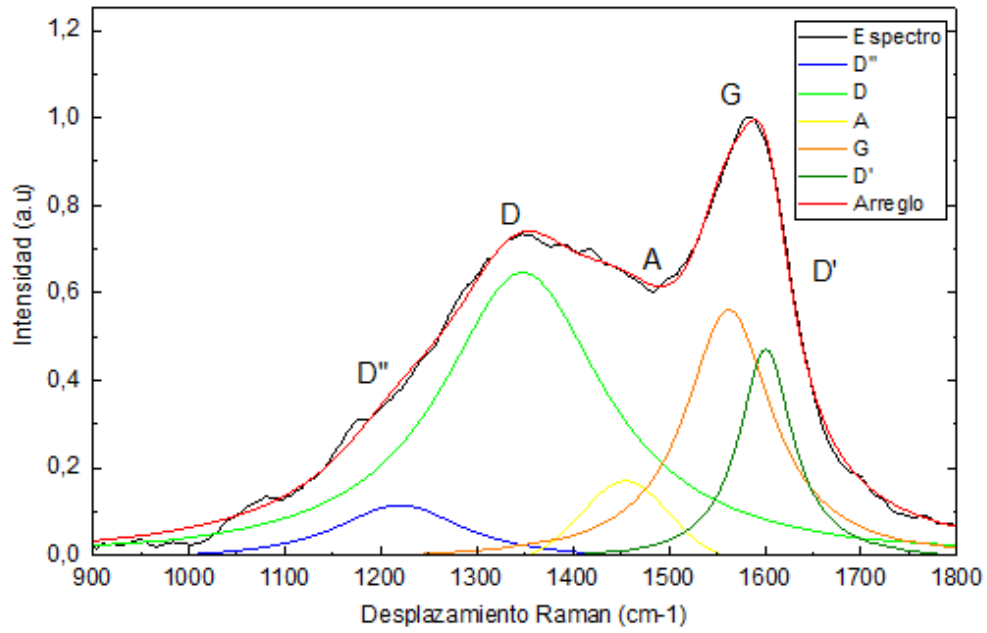


Fitting Results

Peak Index	Peak Type	Area Intg	FWHM	Max Height	Center Grvty	Area IntgP
1	Banda D''	14,87684	114,29124	0,0901	1193,90369	5,68978
2	Banda D	112,73654	141,46353	0,55286	1338,3709	43,11712
3	banda A	27,37691	134,7928	0,1908	1462,34631	10,47055
4	Banda G	87,24003	71,91593	0,80644	1574,02664	33,36575
5	Banda D'	19,23552	61,66542	0,20637	1613,98566	7,3568

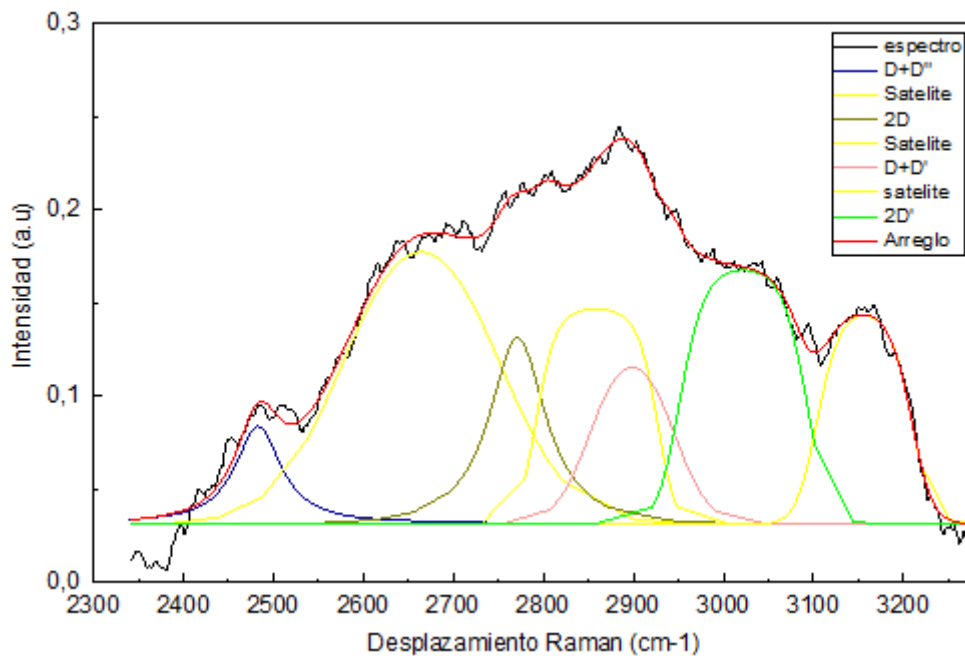


Muestra Ad

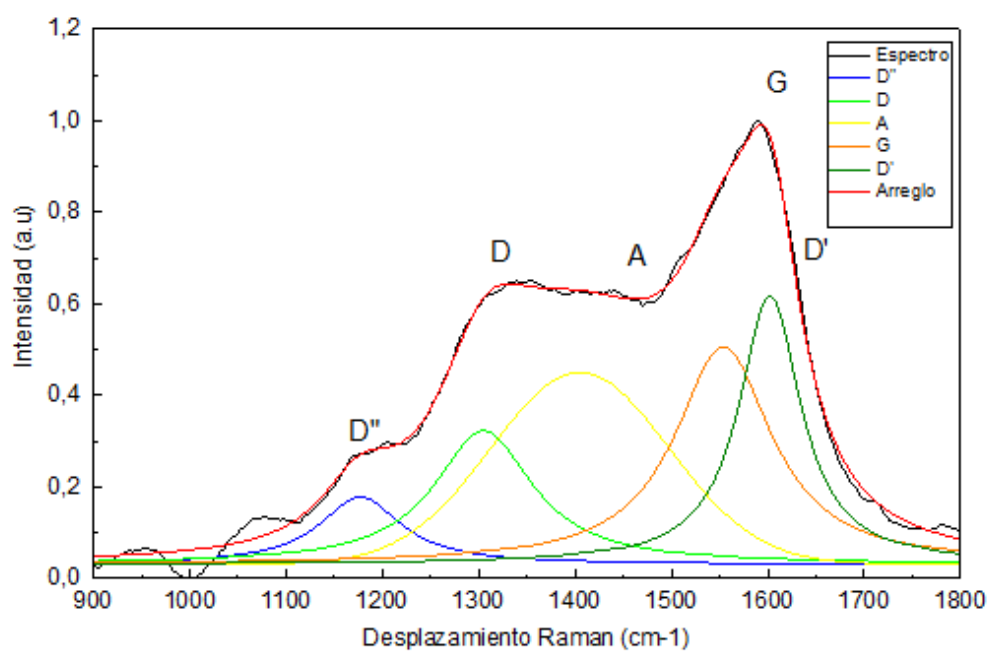


Fitting Results

Peak Index	Peak Type	Area Intg	FWHM	Max Height	Center Grvty	Area IntgP
1	Banda D''	30,14177	164,58465	0,12846	1219,87161	7,79785
2	Banda D	192,52015	208,10944	0,65958	1347,85572	49,80608
3	Banda A	20,72681	106,1596	0,18342	1454,87252	5,36215
4	Banda G	93,38777	109,95701	0,57542	1562,45842	24,15996
5	Banda D'	49,76295	68,04046	0,48446	1601,18031	12,87396

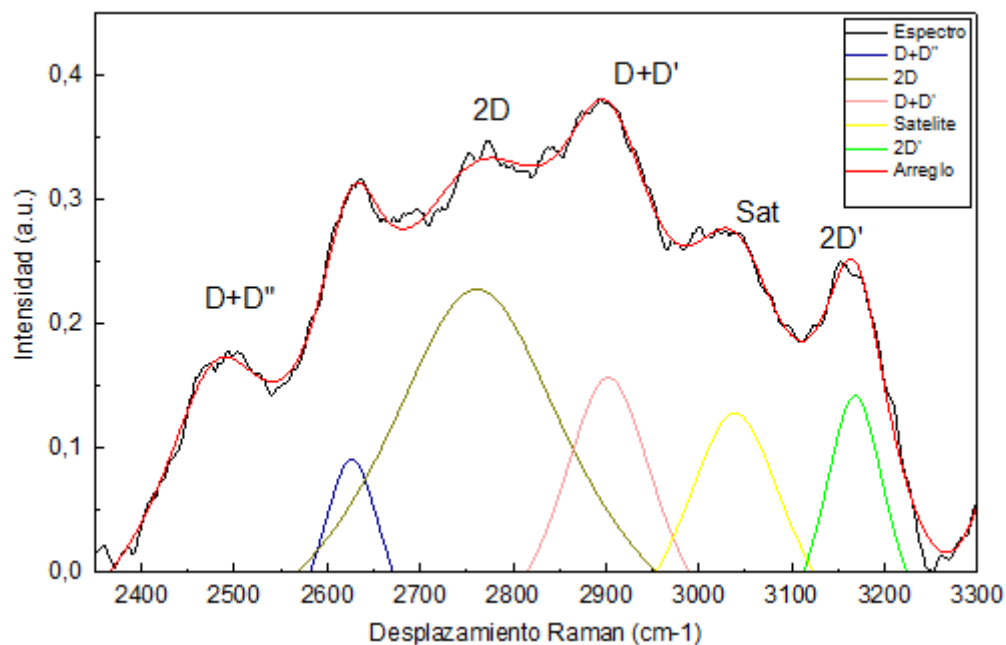


Muestra Ba

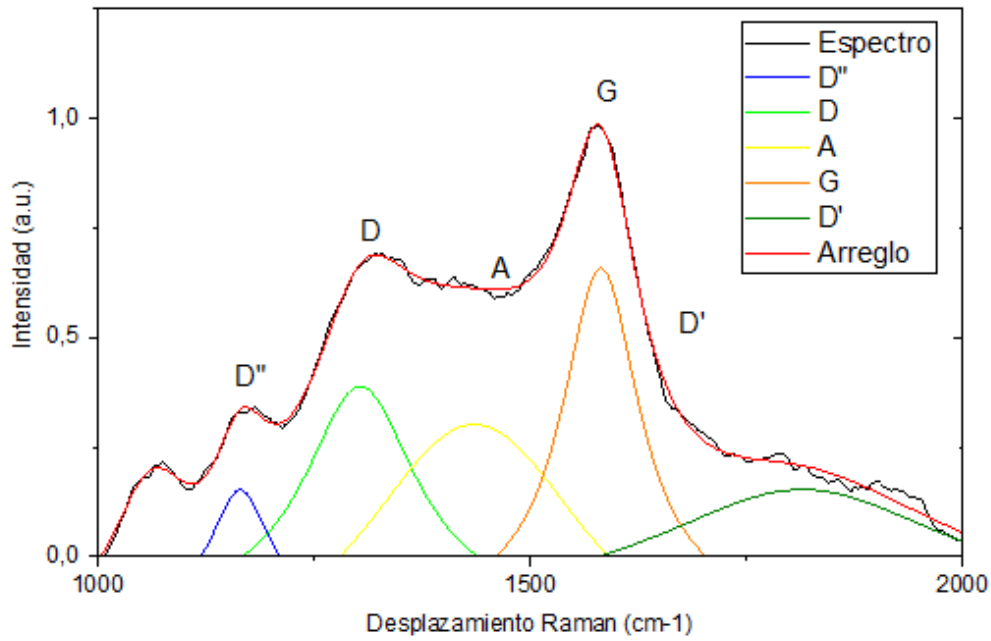


Fitting Results

Peak Index	Peak Type	Area Intg	FWHM	Max Height	Center Grvty	Area IntgP
1	Banda D''	22,41536	103,67511	0,14675	1177,3535	6,86396
2	Banda D	53,20608	124,26801	0,2917	1305,18126	16,29259
3	Banda A	96,88904	217,20261	0,41906	1405,18294	29,66904
4	Banda G	85,31334	122,59612	0,47432	1554,0468	26,12437
5	Banda D'	68,74236	78,07498	0,58633	1602,33852	21,05005

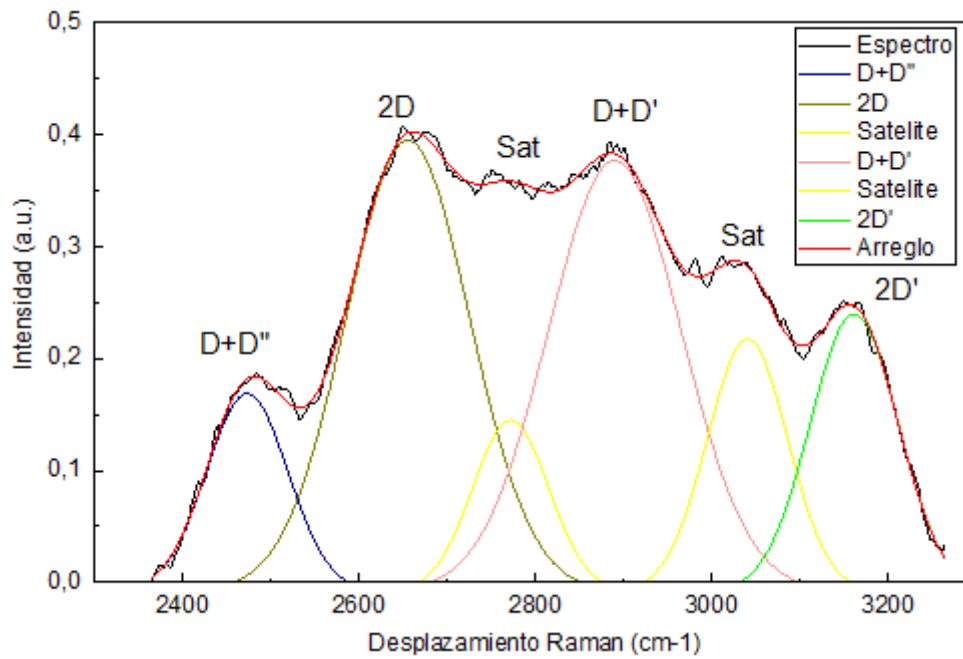


Muestra Bb

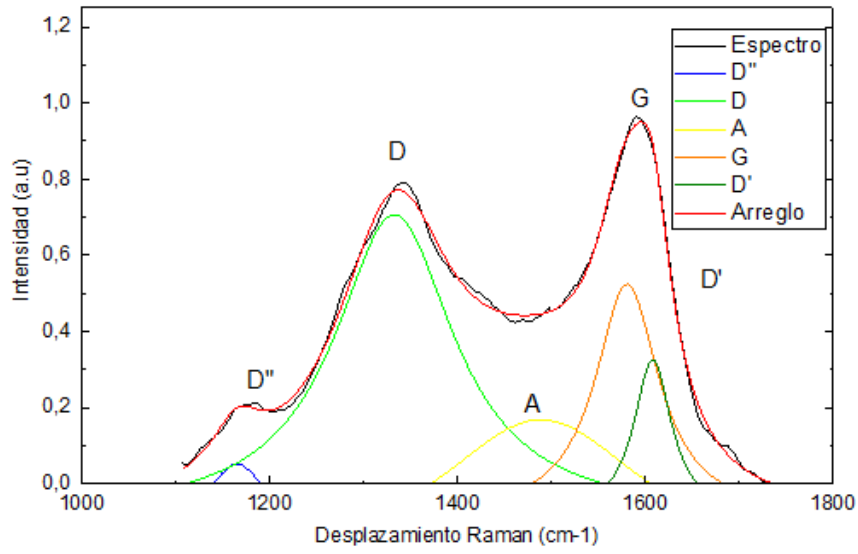


Fitting Results

Peak Index	Peak Type	Area Intg	FWHM	Max Height	Center Grvty	Area IntgP
1	Banda D''	34,34178	85,22432	0,28263	1164,72913	6,51025
2	Banda D	114,34664	158,40469	0,51891	1303,28884	21,67695
3	Banda A	108,84947	236,70805	0,432	1435,35767	20,63484
4	Banda G	125,49742	108,80321	0,78896	1581,5745	23,79082
5	Banda D'	126,86928	437,93879	0,28354	1814,58429	24,05089

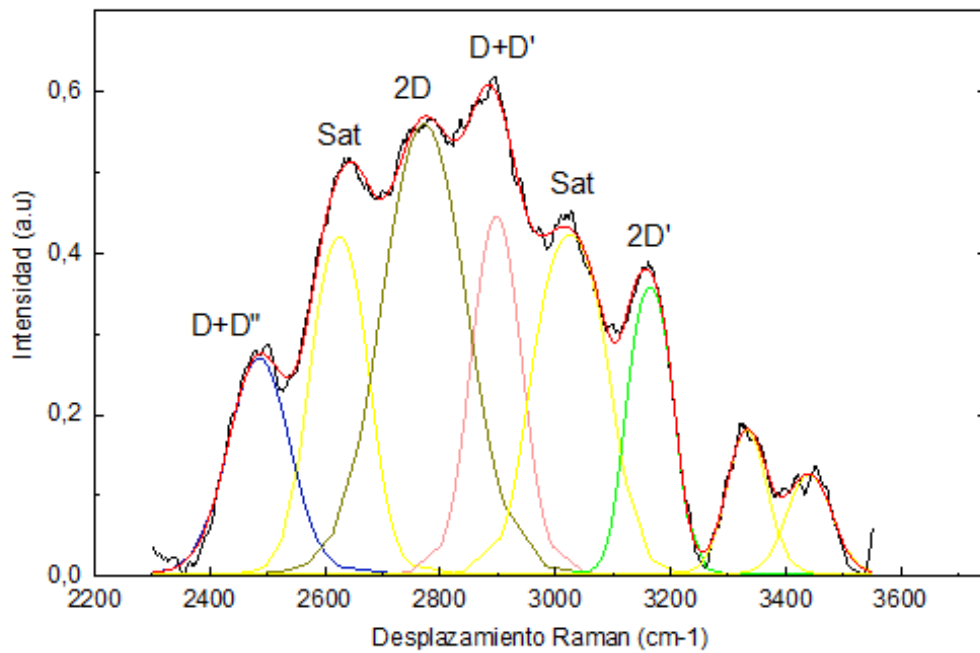


Muestra Bc

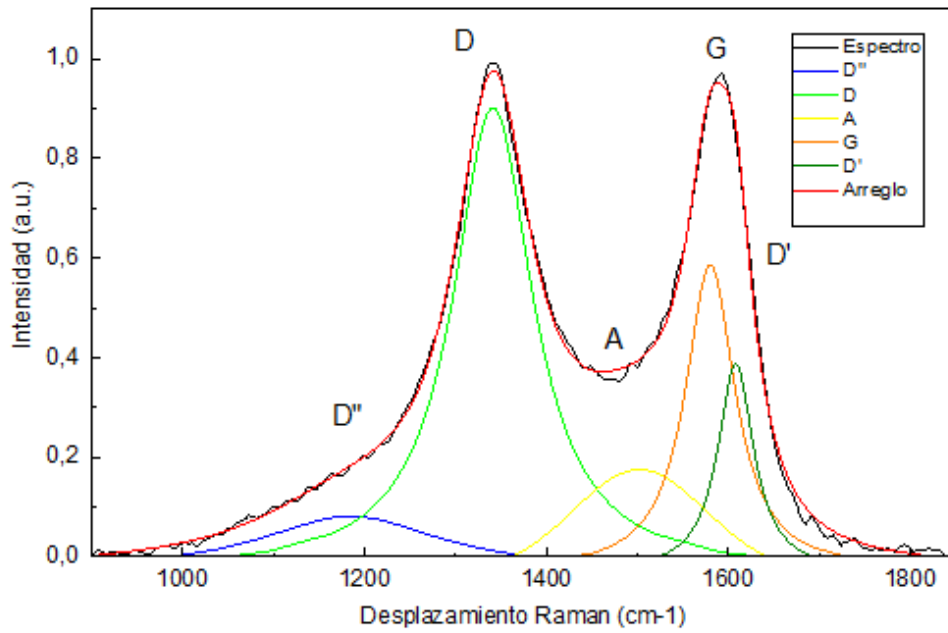


Fitting Results

Peak Index	Peak Type	Area Intg	FWHM	Max Height	Center Grvty	Area IntgP
1	Banda D''	11,87803	67,5964	0,13759	1165,46167	3,67598
2	Banda D	161,25392	155,47359	0,79203	1332,90705	49,90444
3	Banda A	50,4841	187,52763	0,25315	1488,86676	15,62369
4	Banda G	70,2581	82,56596	0,60889	1580,75049	21,74329
5	Banda D'	29,25125	48,94615	0,41155	1607,93878	9,0526



Muestra Bd



Fitting Results

Peak Index	Peak Type	Area Intg	FWHM	Max Height	Center Grvty	Area IntgP
1	Banda D''	35,45744	246,596	0,11173	1184,47372	11,46295
2	Banda D	145,18501	106,37747	0,93289	1341,21874	46,93649
3	Banda A	37,27504	170,50444	0,20538	1502,16729	12,05055
4	Banda G	61,09327	66,3492	0,61766	1580,11207	19,75068
5	Banda D'	30,31152	48,07134	0,41783	1608,08922	9,79933

