



ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL



FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA

**“ESTUDIO DE LA DEFORMACIÓN A FLEXIÓN DE UN PROTOTIPO
DE SENSOR OBTENIDO A PARTIR DE GRAFENO INDUCIDO POR
LÁSER”**

**TRABAJO DE TESIS PREVIO A LA OBTENCIÓN DEL TÍTULO DE MAGISTER
EN MATERIALES**

YESSENIA IBETH PAUCAR ESPINOSA
yessenia.paucar@epn.edu.ec

DIRECTOR: LUIS FERNANDO PANTOJA SUÁREZ
fernando.pantoja@epn.edu.ec

30 de junio de 2023

CERTIFICACIÓN

Certifico que el presente trabajo fue desarrollado por **YESSENIA IBETH PAUCAR ESPINOSA**, bajo mi supervisión.

Dr. Luis Fernando Pantoja Suárez

DIRECTOR DE PROYECTO

DECLARACIÓN

Yo, **Yessenia Ibeth Paucar Espinosa**, declaro bajo juramento que el trabajo aquí descrito es de mi autoría; que no ha sido previamente presentado para ningún grado o calificación profesional; y, que he 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.

Yessenia Ibeth Paucar Espinosa

AGRADECIMIENTO

Al Dr. Fernando Pantoja, por su infinito apoyo, ideas, compromiso, tiempo y conocimientos compartidos, expreso mi profunda gratitud por orientarme en el desarrollo de este trabajo.

A los profesores y profesoras que impartieron de manera impecable sus conocimientos a lo largo de mis estudios.

A los colaboradores de esta investigación de la comunidad universitaria, los miembros del laboratorio de Nuevos Materiales y los colegas del laboratorio de Conformado Mecánico por Deformación plástica.

A la Dra. Patricia Pontón, cuya dedicación y apoyo ha contribuido en esta formación.

A los miembros del equipo de investigación del Departamento de Física Aplicada de la Universidad de Barcelona, cuyas ideas y conocimientos fomentaron este trabajo.

Al Dr. Enric Bertran, por su valioso tiempo, disposición y conocimientos y que han hecho posible este trabajo.

ÍNDICE

INTRODUCCIÓN	1
1. MARCO TEÓRICO	5
1.1 Grafeno y métodos de síntesis	5
1.2 Grafeno inducido por láser	8
1.3 Sensores de deformación y caracterización eléctrica	12
2. MATERIALES Y MÉTODOS	15
2.1 Materiales	15
2.2 Diseño experimental	15
2.3 Caracterización del grafeno y sensores de deformación	20
3. ANÁLISIS DE RESULTADOS	29
3.1 Resultados	29
3.2 Discusión	51
4. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	57
5. Bibliografía	59
<i>Anexos</i>	73

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. Ilustración del principio de funcionamiento: a) Fototérmico, b) Fotoquímico.	10
Figura 2. Resumen de las aplicaciones del LIG en distintas áreas.....	12
Figura 3. Irradiación del láser 450 nm sobre poliimida.	16
Figura 4. Irradiación del láser en poliimida a diferentes potencias.	17
Figura 5. Representación de la dirección del primer escaneo con láser.	17
Figura 6. Opciones de geometrías para los sensores de grafeno.	18
Figura 7. Sensores deformados vs no deformados.	18
Figura 8. Proceso para obtener los sensores.	19
Figura 9. Preparación de muestras para SEM.	21
Figura 10. Mediciones de imágenes SEM con ImageJ.....	21
Figura 11. Espectros Raman típicos de materiales basados en carbono.	22
Figura 12. Ubicación de electrodos para medición van der Pauw.	25
Figura 13. Adherencia de sensor a la probeta y montaje en el equipo.	26
Figura 14. Equipo de ensayo a flexión 3 puntos.....	27
Figura 15. Medidor de potencia Thorlabs PM121D midiendo la potencia del láser.....	28
Figura 17. Representación de los 20 escaneos en 1 milímetro.	30
Figura 18. Micrografías SEM de la muestra 1.	33
Figura 19. Micrografías SEM de la muestra 5 tomado con PSEM express.	34
Figura 20. Micrografías SEM de la muestra 7.	35
Figura 21. Micrografías SEM de la muestra 9.	37
Figura 22. Micrografías SEM de la muestra 10.	38

Figura 23. Micrografías SEM de la muestra 11.	40
Figura 24. Micrografías SEM de la muestra 12.	41
Figura 25. Puntos de análisis EDS de la muestra 9.	42
Figura 26. Evolución de relación de intensidades Raman vs. Fluencia.	43
Figura 27. Espectros Raman de la muestra 1 obtenidos en puntos aleatorios (a) y deconvolución del espectro punto 1 de la muestra 1 (b).	44
Figura 28. Espectros Raman de la muestra 5 obtenidos en puntos aleatorios (a) y deconvolución del espectro punto 6 de la muestra 5 (b).	44
Figura 29. Espectros Raman de la muestra 7 obtenidos en puntos aleatorios (a) y deconvolución del espectro punto 8 de la muestra 7.	45
Figura 30. Espectros Raman de la muestra 9 obtenidos en puntos aleatorios (a) y deconvolución del espectro punto 5 de la muestra 9.	45
Figura 31. Espectros Raman de la muestra 11 obtenidos en puntos aleatorios (a) y deconvolución del espectro punto 1 de la muestra 11.	46
Figura 32. Espectros Raman de la muestra 12 obtenidos en puntos aleatorios (a) y deconvolución del espectro punto 1 de la muestra 12.	46
Figura 33. Resistencia laminar por muestra.	47
Figura 34. Resistencia normalizada vs. deformación a flexión 3 puntos muestra 1.	48
Figura 35. Resistencia normalizada vs. deformación a flexión 3 puntos muestra 5.	48
Figura 36. Resistencia normalizada vs. deformación a flexión 3 puntos muestra 7.	49
Figura 37. Resistencia normalizada vs. deformación a flexión 3 puntos muestra 9.	49
Figura 38. Resistencia normalizada vs. deformación a flexión 3 puntos muestra 11.	50
Figura 39. Resistencia normalizada vs. deformación a flexión 3 puntos muestra 12.	50
Figura 40. Co-occurrence Network	73
Figura 41. Producción anual de investigaciones de LIG strain sensors.	73

Figura 42. Frecuencia de producción de artículos científicos por países.....	74
Figura 43. Circuito electrónico con el puente de Wheatstone.....	77

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. Resumen de las variables independientes seleccionadas.....	16
Tabla 2. Diseño experimental de múltiples niveles de esta investigación.....	17
Tabla 3. Bandas de espectroscopía Raman de materiales basados en carbono.	23
Tabla 4. Tamaño de probetas de ensayo de flexión.....	26
Tabla 5. Porcentaje de solapamiento de los escaneos con el láser.	30
Tabla 6. Mediciones de distancia entre picos de zonas afectadas con láser.....	30
Tabla 7. Distancia entre picos y parámetros de escaneo del láser sobre poliimida.	31
Tabla 8. Resultados de la composición elemental de la muestra 9.	41
Tabla 9. Resultados de espectroscopía Raman.....	42
Tabla 10. Resultados de resistencia laminar de 12 muestras	47
Tabla 11. Cálculo de fluencia del láser.....	51
Tabla 12. Valores de Strain Gauge Factor obtenidos en los sensores de grafeno.	55

RESUMEN

En este estudio, se investigó el efecto de la potencia, distancia focal y cantidad de grabados en sensores de grafeno fabricados con un láser de diodo de 450 nm, es decir en el límite superior del espectro UV, sobre poliimida y se sometió a deformación por flexión de tres puntos a los sensores obtenidos. Se seleccionó la geometría que mejor se ajustó a los requerimientos planteados para obtener los sensores de grafeno. Estos sensores fueron caracterizados morfológicamente con microscopía electrónica de barrido (SEM, por sus siglas en inglés). Se evaluaron las características del material con espectroscopía Raman y se caracterizó eléctricamente las muestras mediante el método Van der Pauw. Los resultados indicaron que se logró obtener grafeno de bajo costo cuyas propiedades variaron según las variables estudiadas. Se concluyó que la potencia del láser fue determinante en la fabricación de sensores de flexión con grafeno. Además, se resaltó que la distancia focal tuvo un impacto poco significativo en la producción de grafeno mediante láser, mientras que el aumento en la cantidad de grabados redujo la calidad del material y el gauge factor del sensor. En este estudio se demostró que es posible obtener grafeno de bajo costo mediante la irradiación de un láser comercial.

Palabras clave: Diodo láser, flexión, gauge factor, grafeno, Raman, SEM, UV.

ABSTRACT

This study investigates the effect of power, focal length and number of engravings on graphene sensors fabricated using a 450 nm diode laser at the upper limit of the UV spectrum. The laser was irradiated over polyimide and the resulting sensors were subjected to deformation by bending at three points. The geometry that best met the requirements was selected to obtain the graphene sensors. These sensors were morphologically characterized by scanning electron microscopy. The material properties were evaluated by Raman spectroscopy and the samples were electrically characterized using the Van der Pauw method. The results showed that it was possible to obtain low-cost graphene whose properties varied according to the variables studied. It was concluded that the power of the laser was critical in the fabrication of graphene bending sensors. It was also highlighted that the focal length had a negligible effect on the laser production of graphene, while increasing the number of etchings reduced the quality of the material and the caliber factor of the sensor. This study shows that it is possible to obtain low-cost graphene by irradiating a commercial laser.

Keywords: Bending, gauge factor, graphene, Laser diode, Raman, SEM, UV.

INTRODUCCIÓN

El estudio de materiales y nuevos materiales representa un pilar fundamental de la ingeniería y por ende del desarrollo mismo. Desde su descubrimiento en 2004, el grafeno es un componente básico de otros alótropos del carbono, por ejemplo, materiales como grafito [1] o diamante. Este asombroso material, grafeno, ha mostrado propiedades físicas y químicas extraordinarias, mismas que se pueden traducir en aplicaciones tales como: almacenamiento de energía, sensores de alto desempeño, recubrimientos, aplicaciones térmicas, adsorción de contaminantes y desalinización de agua, aplicaciones biomédicas, entre otras [2] [3].

El grafeno es un material nanométrico organizado en una estructura hexagonal. Debido a sus características distintivas, el grafeno es un material que presente una notable importancia dentro de la comunidad científica y para la industria, específicamente para desarrollo de la electrónica. En este campo se requiere de materiales que aporten con propiedades de alta eficiencia. Por ejemplo, la conductividad eléctrica increíblemente alta y característica del grafeno se puede utilizar para el desarrollo de dispositivos livianos.

El grafeno inducido por láser es un campo que ha captado la atención de los científicos, así lo muestra el análisis bibliométrico mostrado en el ANEXO I donde se analizaron 87 artículos científicos de la base de datos Scopus. En el análisis se puede observar la red de co-ocurrencia de las palabras clave que tienen relación con este estudio, el nodo más conectado es el de término grafeno, seguido de grafeno inducido por láser y sensores portátiles. Estos términos a su vez se relacionan con el término deformación. Los clústeres formados se agrupan de la siguiente manera: en color rojo se presenta el grafeno y caracterización, en lila el *strain gauge* y sensores, en color naranja las aplicaciones y en color azul se observa el clúster de polímeros y materiales precursores.

En el análisis también se ilustra la producción científica anual de artículos relacionados a este estudio, se muestra un aumento en la cantidad de investigación sobre este campo, el valor disminuye en 2023, sin embargo, solo han pasado 6 meses del presente año y ya se han presentado 12 artículos relacionados al tema.

Finalmente, en el análisis se presenta la frecuencia de publicación de artículos por países, siendo China el país que más producción científica ha aportado sobre el tema, seguido por Corea del Sur, Estados Unidos y Japón. Cabe recalcar que en la lista no

figuran países de Latinoamérica, demostrando así la importancia de investigar este campo.

Dentro del contexto de obtención de grafeno, los sensores son los dispositivos que más se benefician de este material. Siendo los sensores de deformación y detección química los que tienen un mayor potencial de aplicación [4].

Los métodos conocidos de obtención de grafeno de alta calidad, resultan relativamente costosos [5] y complejos al compararlos con otros tipos de materiales, tales como: silicio [6], cobre [7] y litio [8]. Al ser de elevado costo, la investigación y estudio del grafeno se limitaba a realizarse principalmente en aquellos países y universidades que cuentan con más recursos. Hoy en día la investigación, para obtención de grafeno, se centra en la búsqueda de métodos seguros, ecológicos y económicos [9].

Dentro de la investigación de métodos de obtención de grafeno, existe un método en particular que presenta un enfoque escalable a un relativo bajo costo de producción. Este método se denomina grafeno inducido por láser (también conocido como LIG, por sus siglas en inglés). Reportado por primera vez en 2014 y obtenido sobre un sustrato polimérico, el grafeno inducido por láser fue presentado por Lin et al. En el estudio se obtuvo grafeno poroso en redes tridimensionales induciendo un láser infrarrojo de CO₂ sobre láminas comerciales de polímero.

La tecnología de sensores de grafeno inducido por láser es simple y escalable a bajo costo [10]. Y como la producción en masa del grafeno ha sido un desafío desde su descubrimiento, el grafeno inducido por láser es un gran avance para solucionar este problema. Los métodos reportados para obtención de sensores de deformación, a base de grafeno obtenido por láser de CO₂ son abundantes y de gran calidad. Lastimosamente, el problema con estos materiales radica en que los estudios de obtención de grafeno son escasos cuando se trata de la carbonización sobre sustratos poliméricos con láseres de bajo costo, específicamente con diodos láser. Esto representa una barrera para la investigación de obtención de grafeno. Es necesario demostrar que se pueden obtener sensores de deformación funcionales mediante el uso de láseres comerciales.

En esta investigación se busca obtener grafeno inducido con un diodo láser a partir de un sustrato de poliimida. Para generar los sensores se utilizará el láser comercial de longitud de onda 450 nm. El estudio se realizará de acuerdo con un diseño de experimentos que tendrá como variables independientes cantidad de las pasadas del

láser, potencia del láser y tamaño del spot. La variable dependiente será el factor de galga o *strain gauge factor* del sensor. Para determinar el patrón del sensor se realizará previamente pruebas con diferentes geometrías, se evaluará la resistencia eléctrica y se seleccionará aquel patrón que presente la menor resistencia eléctrica independientemente de la potencia o tamaño del spot. Una vez obtenida la geometría del patrón se ejecutarán los experimentos bajo condiciones ambientales. Se realizará una caracterización de microscopía SEM y espectroscopía Raman del grafeno obtenido.

Para determinar las propiedades eléctricas del grafeno obtenido, se evaluará la resistencia laminar con el método de Van der Pauw. Posteriormente los sensores, serán ubicados en una probeta de polipropileno de dimensiones correspondientes a la norma ASTM D790. Finalmente, se adherirán los sensores a la probeta y se realizarán ensayos de flexión de tres puntos para obtener el *strain gauge factor*.

En este estudio se busca demostrar la factibilidad de inducir la formación de grafeno con un diodo láser de baja potencia, en específico elaborar sensores de deformación a flexión. Con este estudio se podrá determinar los parámetros que rigen la variación del *strain gauge factor* en los sensores de grafeno elaborados con láser de diodo. Esta investigación tiene una gran repercusión en la escalabilidad de los dispositivos electrónicos basados en grafeno con el valor agregado de que el método es amigable con el medio ambiente y de bajo costo. La potencial aplicación de los sensores que se fabricarán en esta investigación es el campo de la mecánica.

Objetivo general

Estudiar la deformación a flexión de un prototipo de sensor obtenido a partir de grafeno inducido por láser.

Objetivos específicos

- Determinar la geometría más adecuada del patrón de grafeno y los valores de cantidad de las pasadas del láser, potencia del láser y tamaño del spot para obtener grafeno con el diodo láser irradiado sobre una lámina de poliimida.
- Obtener el sensor de deformación con grafeno inducido por láser sobre una lámina de poliimida.
- Caracterizar el grafeno obtenido mediante microscopía electrónica de Barrido (SEM, por sus siglas en inglés), espectroscopía Raman y Van der Pauw.

- Determinar mediante los ensayos de flexión en 3 puntos los valores de *strain gauge factor* de los sensores obtenidos con diferentes parámetros de fabricación.

1. MARCO TEÓRICO

1.1 Grafeno y métodos de síntesis

Los materiales basados en carbono han tenido un gran éxito dentro del campo de la investigación y en la industria. Esto se debe a las notables propiedades químicas, físicas, térmicas y eléctricas que presenta este tipo de materiales [11]. La elevada dureza, resistencia, densidad y conductividad eléctrica es el resultado de los fuertes enlaces covalentes formados por este tipo de materiales. Gracias a su desempeño químico, los materiales basados en carbono han demostrado ser compatibles con otros elementos, donde también se forman enlaces covalentes [12]. Dando paso a la creación de nuevos materiales de variadas aplicaciones.

Dentro de un contexto idealista, el grafeno se puede explicar como una red bidimensional de átomos de carbono de enlace sp^2 , con el espesor de uno solo de estos átomos [13]. En la realidad es poco factible obtener grafeno monocapa, en su lugar el término grafeno se extiende desde grafeno monocapa hasta multicapa [14]. Estas capas de grafeno se conectan mediante fuerzas de Van der Waals, es por ello que las capas pueden ser fácilmente separadas unas de otras [15].

El grafeno presenta un área superficial específica de aproximadamente 2640 m^2 por cada gramo del material lo cual le permite ser utilizado en aplicaciones electroquímicas y energéticas [16]. Las aplicaciones en el campo de la electrónica se ven sustentadas por un valor alto de movilidad de electrones de $200000 \text{ cm}^2 \text{ V}^{-1} \text{ s}^{-1}$, esta movilidad se refiere a la rapidez con la que un electrón se mueve sobre el material mientras está bajo el efecto de un campo eléctrico [17]. La conductividad eléctrica del grafeno asciende a $1738 \text{ Siemens m}^{-1}$ [18]. En términos termodinámicos, una sola capa de grafeno puede presentar una conductividad térmica entre 3500 y $5000 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$, en contraste con los disipadores de calor típicos formados de grafito de los dispositivos electrónicos, que oscilan alrededor de $1950 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$, el grafeno presenta hasta un 250% mejor conductividad térmica [19]. Las propiedades mecánicas del grafeno y de los materiales basados en grafeno resultan excepcionales, por ejemplo el módulo de Young se aproxima a 1100 GPa [20], la resistencia a la rotura por tracción se aproxima a 125 GPa [21] en una densidad de apenas 2270 kg m^{-3} [22].

El grafeno es la unidad fundamental mediante la cual se forman otras importantes estructuras de carbono, que dependiendo de su arreglo, resultan en materiales entre

cero a tres dimensiones, como el grafito (3D) [23], grafeno multicapa (2D), nanotubos de carbono (1D) [24], puntos cuánticos de grafeno (0D) [25], entre otros.

El grafeno es necesario para el desarrollo de la industria tecnológica, médica, medioambiental y energética. En búsqueda de alternativas que sean capaces de producir grafeno de buena calidad, se han desarrollado varios procesos de obtención de grafeno que se pueden dividir en i) top-down y ii) bottom-up [26]:

i) Métodos top-down

Son técnicas utilizadas para la producción de grafeno a partir de materiales de origen en escala macroscópica. Estos métodos implican la reducción y fragmentación de materiales más grandes hasta obtener láminas de grafeno. Para realizar el proceso puede ser necesario la aplicación de fuerza física. Estos métodos permiten la producción controlada y escalable de grafeno, lo que facilita su aplicación en diversas áreas, como la electrónica, la energía y la nanotecnología. Estos métodos buscan dividir materiales precursores, por ejemplo el grafito, en láminas hasta formar grafeno [27]. Los métodos top-down más importantes son:

a) Exfoliación mecánica

Este método consiste en separar al grafeno capa por capa mediante el uso de energía mecánica sobre el grafito [28]. La fuerza de Van der Waals que une las capas de grafeno puede ser superada al aplicar esfuerzos normales o cortantes. Por lo tanto, existen varias formas de exfoliar mecánicamente el grafito hasta obtener grafeno. Por ejemplo, remover cinta adherida al grafito, es una forma común de separar el grafeno mediante una fuerza normal [29]. La aplicación de este método no garantiza homogeneidad en la producción del grafeno, tanto en tamaño como en cantidad de capas [30].

b) Exfoliación en fase líquida

A diferencia del método mecánico, la exfoliación en fase líquida se distingue por la obtención de grafeno de mejor calidad. Para lograrlo es necesario utilizar solventes químicos en combinación con aplicación de esfuerzos mecánicos cortantes, como el caso de la sonicación [31]. El grafito en polvo se vierte en el solvente, compuesto de agentes intercalantes y tensoactivos, el grafeno es obtenido principalmente por acción de los agentes químicos en colaboración de esfuerzos externos que favorecen la separación de las capas [32].

c) Exfoliación electroquímica

Este método consiste en utilizar grafito como electrodos en un medio de solución electrolítica y exfoliar las capas de grafeno de los electrodos mediante la aplicación de un diferencial de voltaje, este método da como resultado láminas de óxido de grafeno en solución electrolítica [33]. Este método es más controlable y descarta el uso de químicos peligrosos típicos de la exfoliación electroquímica [34].

ii) Métodos bottom-up

Los métodos bottom-up consisten partir de materiales precursores, que en el caso del grafeno son compuestos de hidrocarburos [35]. Esta clasificación de métodos consiste en la construcción de las estructuras hexagonales de grafeno partiendo de moléculas o átomos individuales de carbono.

a) Crecimiento epitaxial

Es un método mediante el cual se usa un sustrato para provocar el crecimiento de grafeno sobre una superficie, dentro de esta clasificación destaca la deposición química de vapor [36]. Este es el método más popular y estudiado dentro de esta clasificación, conocido por sus siglas como CVD (chemical vapor deposition), implica formar las capas de grafeno a partir de precursores en estado gaseoso, por ejemplo, el metano que está confinado en una cámara cerrada y generalmente en vacío. La capas se van construyendo y organizando sobre una placa metálica, también llamada zona de reacción [37], que alcanza temperaturas entre 900 a 1000 grados Celsius. Posteriormente el grafeno se transfiere al sustrato de interés [38].

Este método es importante debido a la homogeneidad de las capas de grafeno que se pueden obtener y la selectividad de la localización donde se requiere depositar el grafeno, es decir, se pueden obtener patrones específicos con este método [39].

b) Pirólisis térmica

Bajo este método se puede producir grandes cantidades de grafeno de relativa buena calidad en costos relativamente bajos [40]. El método se basa en calentar el ambiente cerrado en un rango de 800 a 1000 grados Celsius, dentro de este ambiente se coloca un material que sea precursor del grafeno, por ejemplo, el grafito o distintos polímeros como la poliimida. El aumento de temperatura provoca que los enlaces de carbono del material sólido se reorganicen en estructuras hexagonales, es decir formar capas de

grafeno. Para lograr este proceso es necesario que el ambiente cerrado contenga poco o nada de oxígeno [41].

c) Síntesis orgánica

Este método está fundamentado en una reacción de precursores de grafeno, a partir de las moléculas orgánicas que se descomponen para formar las estructuras propias del grafeno [42]. La técnica más popular de método es la reducción química del óxido de grafeno (GO) [43]. Esta técnica permite obtener grafeno en altas cantidades en bajo costo, sin embargo la calidad y uniformidad del grafeno producido bajo esta técnica es de difícil control [44].

d) Síntesis asistida por láser

La producción de grafeno se basa en utilizar la energía de un láser sobre un sustrato precursor, como un polímeros o sustratos orgánicos [45]. La producción de grafeno con láser es un método rápido y generalmente de bajo costo, sin embargo, el material obtenido puede ser de baja homogeneidad en comparación con el grafeno obtenido por otros métodos más elaborados. A pesar de sus limitantes, la síntesis asistida por láser presenta alta precisión, rapidez en la fabricación y su aplicación puede ampliarse a campos relevantes de la electrónica [46].

e) Grafeno flash

Esta nueva forma de obtención de grafeno de gran calidad se realiza a partir de precursores poliméricos, específicamente el caucho. Una vez pirolizado el material, queda un material sólido llamado “negro de caucho”, el material se inserta en un tubo que tiene externos conductores, donde se aplicará de forma instantánea una descarga de corriente eléctrica [47]. Este nuevo método de obtención de grafeno puede ser una de las claves para abordar la producción en masa del grafeno [48]. Este método resulta fácil y económico para obtener grafeno de alta calidad a partir de desechos de desechos sólidos que contengan elementos de carbono en su composición [49].

1.2 Grafeno inducido por láser

Por sus siglas LIG (laser induced graphene), es un método de un solo paso, mediante el cual se puede obtener estructuras de carbono, como el grafeno, a partir de precursores poliméricos u orgánicos a partir de la irradiación directa de láseres como:

CO₂ sobre poliimida [50], sobre madera [51], compuestos de polímero y metal [52], entre otros.

El principio de funcionamiento depende de la naturaleza de las reacciones producto de la interacción del láser con el sustrato, el principio de funcionamiento del LIG puede ser de tipo: fototérmico o fotoquímico [53].

a) Efecto fototérmico

A su vez, este principio se divide en 2 categorías:

- En la primera, el grafeno se obtiene mediante reducción fototérmica del óxido de grafeno. Este proceso es escalable, no requiere del uso de productos químicos y puede realizarse a temperatura ambiente [54]. En este proceso el óxido de grafeno, que presenta muchas estructuras hexagonales, es irradiado con un láser infrarrojo. El láser tiene la suficiente energía para que, al ser absorbido por el material precursor, se genere calor y se rompan los grupos funcionales de la estructura, dando como resultado grafeno puro [55]. El calor generado puede rondar los 2000 grados Celsius [53].
- La segunda categoría es la síntesis directa por calentamiento térmico inducido por láser, que a diferencia de la primera, en esta categoría el grafeno se obtiene de un sustrato de carbono, por ejemplo el carburo de silicio [56].

b) Efecto fotoquímico

La generación de grafeno por este principio se basa en la utilización de láser de mayor energía que los utilizados en el efecto fototérmico. Específicamente los láseres UV presentan mayor energía en cada fotón mientras menor es la longitud de onda. La diferencia del principio yace en que en el efecto fotoquímico los enlaces son destruidos directamente por el efecto de la energía fotónica absorbida, mas no por el calor generado [57]. Por lo tanto, el sustrato sufre un aumento significativo de temperatura. En la Figura 1 se aprecian los dos principios.

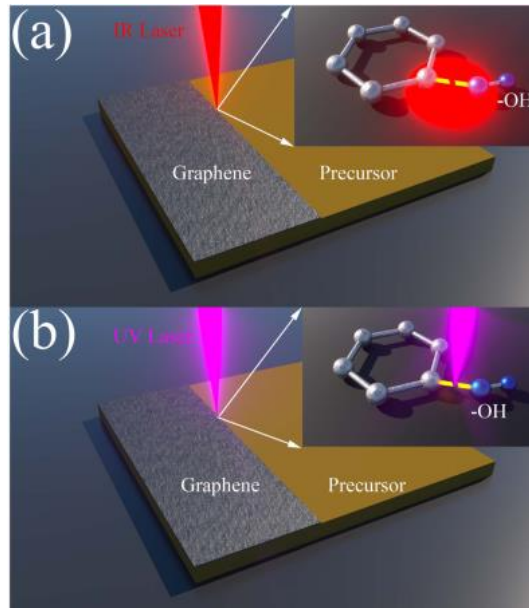


Figura 1. Ilustración del principio de funcionamiento: a) Fototérmico, b) Fotoquímico.
(Fuente: [53])

Los láseres típicamente utilizados para generar grafeno son los láseres de CO₂, láseres de femto- y nano- segundos [58], láseres de luz infrarroja y recientemente los láseres de diodo. Los componentes necesarios para producir grafeno LIG fueron: I) Láser de diodo, II) Diseño asistido por ordenador, III) Firmware GRBL, IV) Poliimida

I) Láser de diodo

El término láser proviene del acrónimo light amplification by stimulated emission of radiation. Un láser es un dispositivo que genera luz coherente, realmente focalizado [59]. Los láseres de diodo emiten el haz de luz, coherente y monocromático, debido a la estimulación de un material semiconductor [60]. A este tipo de láser también se le conoce como láser de estado sólido. Los láseres de diodo tienen costos bajos y permiten generar variados diseños asistidos por computadora [61].

El funcionamiento de un láser de diodo se basa en la corriente que fluye mediante la interfaz formada por la unión de dos regiones de semiconductor dopadas de manera diferente (positiva y negativa). Cuando se aplica una tensión directa al diodo, los electrones y huecos se inyectan en la región de la unión. Estos portadores de carga recombinan en la región activa del diodo. La recombinación de los portadores de carga en la región activa produce una emisión espontánea de fotones. Estos fotones estimulan la emisión de otros fotones idénticos y coherentes, lo que da lugar a un proceso de amplificación y retroalimentación positiva mediante espejos reflectantes en los extremos

de la región activa. La retroalimentación positiva y la amplificación permiten que la luz se amplifique y se genere un haz láser altamente coherente y monocromático [62].

II) Diseño asistido por ordenador (CAD)

La tecnología de los diseños asistidos por computador ha permitido generar los patrones de diferentes tamaños y formas, proyectándolos en la realidad mediante motores que se mueven en las coordenadas programadas en un archivo digital [63]. La tecnología permite que los láseres de diodo sean controlados por softwares que obedecen a los diseños generados en CAD. Por ende, para generar el patrón/geometría de grafeno, se utilizan programas de diseño [64]. La imagen es procesada y se envía a un firmware que controlará el movimiento del láser sobre el sustrato base.

III) Firmware GRBL

Es un tipo de software que se ejecuta en la computadora para controlar el funcionamiento de los dispositivos conectados a la misma. GRBL es un firmware, de código abierto, CNC (control numérico por computadora) ampliamente utilizado para controlar los motores a paso a los que se sujetan los láseres de diodo. El control incluye: velocidad de movimiento, potencia del láser, dirección y orden de movimientos [65].

IV) Poliimida

Es un polímero clasificado como termoestable que, por sus características, es utilizado en la industria, también en la investigación para crear dispositivos electrónicos. Además de sus excelentes propiedades tanto mecánicas como térmicas, la poliimida tiene abundante carbono cristalino dentro de sus estructuras de imida, carbonos sp^3 que sirven como precursores directos para el grafeno sp^2 [53]. La poliimida también presenta flexibilidad y gran robustez química que le permite tener buena absorción del láser en la región IR y UV, es decir la poliimida se convertirá en grafeno gracias a la influencia del láser [66]. En estudios recientes se ha encontrado que el método de inducción láser sobre láminas de poliimida es rápido y además permite una elevada producción [67].

En comparación con otros polímeros, la poliimida muestra una elevada temperatura de transición vítrea (T_g) cercana a los 250 grados Celsius, sin embargo, la poliimida Kapton DuPont presenta una T_g de hasta 400 grados Celsius, incluso a periodos prolongados de tiempo [68] (Ver ANEXO II).

Estos componentes permiten obtener el grafeno inducido por láser, este material ha sido utilizado en varios ámbitos de la ciencia. Se pueden destacar los campos resumidos en la Figura 2.

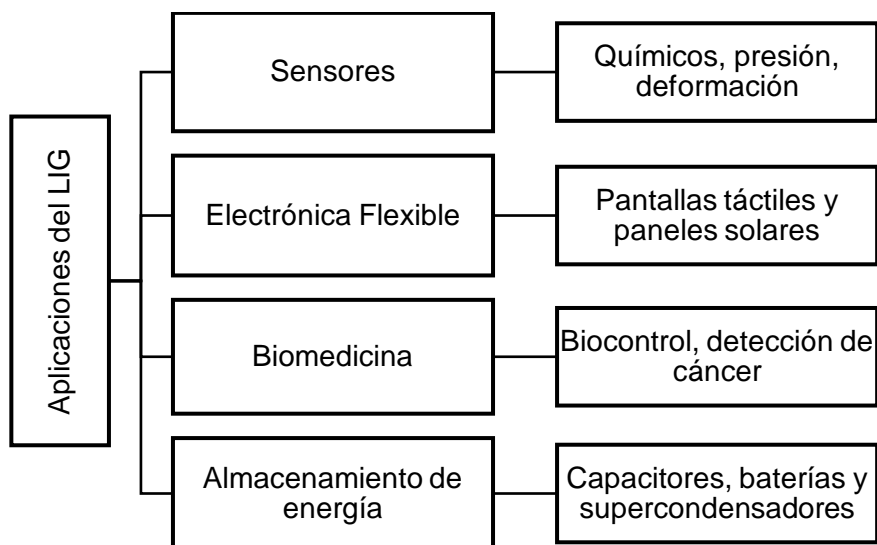


Figura 2. Resumen de las aplicaciones del LIG en distintas áreas.
(Fuente: propia)

Dentro del campo de los sensores, el grafeno inducido por láser ha servido para detectar el pH en aplicaciones biomédicas [69]. En el aspecto de la electrónica, los sensores LIG tienen una respuesta lineal y buena estabilidad frente a deformaciones cíclicas [70]. Al ser un proceso de un solo paso, es posible utilizar LIG para generar dispositivos electrónicos flexibles [71]. En el campo de la biomedicina, el LIG sirve para desarrollar sensores de alto desempeño con costos bajos [72]. Gracias a la flexibilidad y calidad del grafeno obtenido por este método, se pueden incluso producir micro-supercondensadores de energía de alto voltaje [73].

1.3 Sensores de deformación y caracterización eléctrica

Un sensor de deformación es un dispositivo que sirve para determinar la tensión o deformación que se produce en un material a causa de la aplicación de una fuerza externa [74]. El funcionamiento de este tipo de sensores obedece a la Ley de Hooke, es decir que la deformación presentada por el material, será directamente proporcional a la fuerza aplicada sobre este. Los sensores de deformación tienen gran campo de aplicación en la industria y la investigación. Estos sensores se utilizan para realizar mediciones muy precisas de deformación, presión y tensión en: estructuras metálicas, tanques a presión, piezas y elementos mecánicos. Las mediciones se realizan a modo de monitoreo y prevención de posibles fallas, razón por la cual la investigación de los

sensores de deformación son importantes para el progreso de la tecnología [75]. Los sensores de deformación pueden ser de tipo magnéticos, de capacitancia o piezo-resistivos.

Los sensores de deformación magnéticos basan su funcionamiento en la variación de resistencia eléctrica de un material ferromagnético en función de la aplicación de un campo magnético aplicado, donde a su vez, la deformación es afectada. Se han desarrollado este tipo de sensores en dimensiones nanométricas, por lo cual presentan un amplio campo de aplicación en la biomedicina [76].

Los sensores de deformación capacitivos tienen como principio la relación existente entre la deformación y la capacitancia eléctrica. Constan de dos placas metálicas paralelas separadas por un dieléctrico. El sensor funciona cuando al aplicar la carga, esta provoca el desplazamiento de las placas y por lo tanto la capacitancia. Este tipo de sensores presentan gran linealidad y baja histéresis, sin embargo y a pesar de presentar alta sensibilidad, ésta se ve afectada en buena medida por la temperatura y campos magnéticos adyacentes, principalmente si las placas son relativamente pequeñas [77].

Finalmente, los sensores de tipo piezo-resistivos son los más utilizados en el campo de la ingeniería y ciencia de los materiales. Su funcionamiento se rige por la relación entre variación de resistencia eléctrica sobre deformación sufrida en el material debido a la aplicación de una carga externa. Estos sensores son menos elaborados que los anteriores y para ello se utiliza generalmente materiales semiconductores como por ejemplo el silicio [78].

Las galgas extensiométricas son sensores que basan su funcionamiento en el efecto piezo-resistivo. Sirve para determinar la deformación mecánica en función del cambio de resistencia. Este tipo de sensores consta de un conductor de área transversal constante dispuesto en una geometría determinada, el conductor se conecta a un circuito electrónico que al aplicarse una deformación en la zona del alambre, este se deforma en su área transversal y provoca un cambio en la resistencia eléctrica [79].

La caracterización eléctrica de los sensores de deformación implica evaluar su respuesta eléctrica en relación con la tensión mecánica o deformación aplicada [80]. El *strain gauge factor* es el valor adimensional utilizado para caracterizar eléctricamente a las galgas extensiométricas. El factor se refiere a la sensibilidad de las galgas. De acuerdo con Chung, este concepto se refiere a la relación entre el cambio de resistencia con la unidad de deformación [81]. Valores más elevados de gauge factor responden a

cambios de resistencia mayores, lo cual significa que se trata de dispositivos de mayor sensibilidad de detección [82]. Los valores típicos de gauge factor en sensores con elementos metálicos se aproximan a 2, mientras que en el caso de los elementos piezoresistivos como el silicio está cerca de 100 [83]. Esta diferencia de valores de strain gauge brinda una idea general de la importancia de este tipo de materiales, sobre todo en aplicaciones donde se tengan valores de deformación extremadamente bajos, como por ejemplo los movimientos de los dedos, pestañeo, e incluso el ligero movimiento de la garganta al gesticular palabras [84].

2. MATERIALES Y MÉTODOS

2.1 Materiales

Materiales

- Película de poliimida: Kapton® HN. Espesor 75 μm .
- Tinta conductiva de plata: PELCO® Colloidal Silver.
- Cinta adhesiva de cobre.
- Polipropileno: Braskem H 503HS. (Ver ANEXO III)

Además de los materiales previamente mencionados, también se emplearon los siguientes dispositivos:

- Equipo de corte láser: Sistema de movimiento cartesiano hasta 1000 mm/min.
- Láser de diodo: Ortur LU2-4, longitud de onda 450 ± 5 nm.
- Espectroscopio Raman marca: Horiba Scientific, modelo: Lab Ram Evolution.
- Termohigrómetro marca ELITECH, modelo RCW-800 wifi con una apreciación de 0,1 °C y 0,1 %HR.
- Microscopio electrónico de barrido: Marca ASPEX, Modelo PSEM express, rango de detección 500 nm a 5 mm.
- Microscopio Electrónico de Barrido de Emisión de Campo FESEM JSM-7100-F (JEOL).
- Equipo Van der Pauw: mesa de pruebas eléctricas con dos fuentes de poder SMU-Keithley.
- Máquina universal de ensayos marca: Tinius Olsen, modelo: H25KS; capacidad máxima 25 KN; precisión utilizada: 0,01 N

2.2 Diseño experimental

En esta investigación se estudió la deformación a flexión de un prototipo de sensor obtenido a partir de grafeno inducido por láser, por lo cual en una primera instancia se obtuvo el grafeno de acuerdo a un diseño experimental. Durante el experimento se irradió el láser de 450 nm sobre una lámina de poliimida en condiciones ambientales, sin atmósfera controlada. El proceso inició con el diseño de la geometría que se generó en un software de procesamiento de imágenes. La imagen se llevó al firmware GRBL y la poliimida se ubicó bajo el láser como se puede observar en la Figura 3. En el firmware se programaron los parámetros de grabado láser y se ejecutaron los ensayos. Los parámetros, o dicho de otra forma variables utilizadas, se describen a continuación.

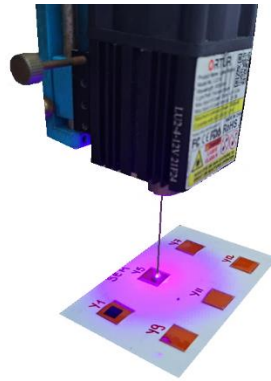


Figura 3. Irradiación del láser 450 nm sobre poliimida.
(Fuente: propia)

Esta investigación es de tipo experimental debido a que permite establecer una relación causal entre las variables independientes con la dependiente y además permite obtener resultados replicables en futuros trabajos. El enfoque utilizado fue de carácter mixto puesto que se recolectaron datos cuantitativos como resistencia laminar, valores de strain gauge factor y valores obtenidos de los espectros Raman. También se obtuvieron datos cualitativos referentes a la morfología analizada en la microscopía SEM. Estos datos sirvieron para analizar la relación existente entre las variables independientes de: cantidad de las pasadas del láser, potencia del láser y distancia de enfoque, con la variable dependiente: *strain gauge factor* del sensor.

Para realizar el DOE (Design of experiments) se seleccionó el diseño experimental de múltiples niveles. Se utilizaron tres factores, con diferente número de niveles, cómo se muestra en la Tabla 1.

Tabla 1. Resumen de las variables independientes seleccionadas.

Factores	Niveles
Cantidad de pasadas del láser	1 – 2
Potencia del láser (W)	0,33 – 0,44 – 0,55
Distancia focal (mm)	50 – 51 mm

(Fuente: propia)

La variable de respuesta del DOE fue el *strain gauge factor*. Se realizaron 12 experimentos de una sola réplica. La velocidad de grabado fue de 1000 mm/min. En la Tabla 2 se resumen los experimentos realizados.

Previo a la selección de los niveles, se realizaron pruebas con el fin de seleccionar el rango en el cual se exploraría el experimento. Se probaron diferentes potencias del láser y mediante inspección visual se determinó un valor mínimo en el cual se observó carbonización de la poliimida (ver Figura 4).



Figura 4. Irradiación del láser en poliimida a diferentes potencias.
(Fuente: propia)

El patrón de grafeno fue grabado mediante el movimiento del láser sobre la poliimida, para el caso de la cantidad de pasadas de láser se seleccionó uno y hasta dos grabados. Siendo la primera pasada en dirección paralela al eje de acción del sensor como se ve en la Figura 5. En el caso de los sensores con dos pasadas, la segunda se ejecutó en dirección perpendicular a la primera.

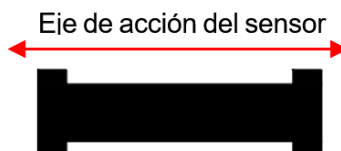


Figura 5. Representación de la dirección del primer escaneo con láser.
(Fuente: propia)

Tabla 2. Diseño experimental de múltiples niveles de esta investigación.

Orden	Potencia (W)	Distancia focal (mm)	Cantidad de pasadas
1	0,330	50	1
2	0,33	50	2
3	0,33	51	1
4	0,33	51	2
5	0,44	50	1
6	0,44	50	2
7	0,44	51	1
8	0,44	51	2
9	0,55	50	1
10	0,55	50	2
11	0,55	51	1
12	0,55	51	2

(Fuente: propia)

Obtención y selección de la geometría de los sensores

En la determinación del patrón del sensor, se llevaron a cabo pruebas utilizando diferentes geometrías. Durante la evaluación de la resistencia eléctrica, se seleccionó el patrón que demostró la menor resistencia en una sola pasada del láser con potencias, sin importar la potencia o distancia focal utilizada. Inicialmente, se probaron geometrías basadas en investigaciones relacionadas, y dichas geometrías se presentan en la Figura 6. Estas geometrías fueron elaboradas siguiendo el proceso descrito a continuación, y para su obtención se utilizó una potencia de 0,55 W, enfoque de 50 mm y una sola pasada. La resistencias medidas fueron de (289,5 – 4934 – 126,9 – 194,2 – 4563 - 501,3) Ω , respectivamente. Por lo tanto, la geometría seleccionada fue la c) mostrada en la figura.

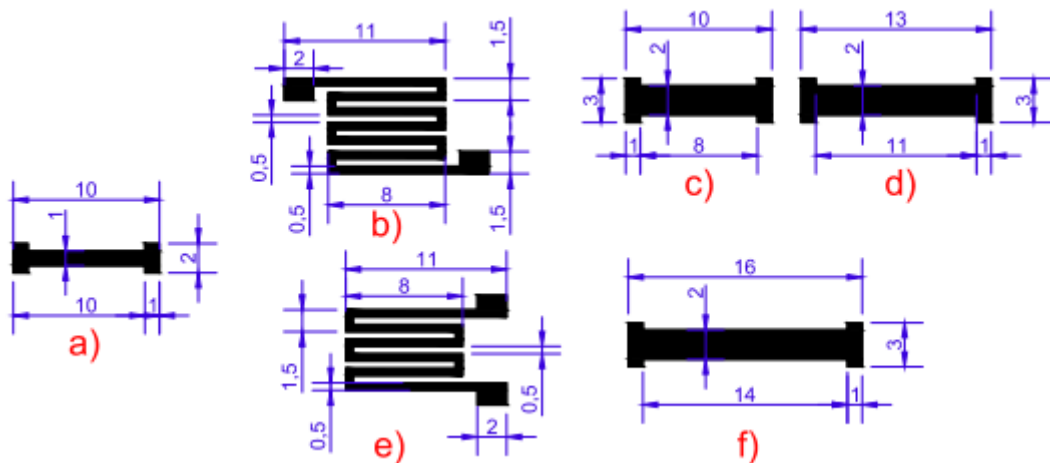


Figura 6. Opciones de geometrías para los sensores de grafeno.
(Fuente: [85], [86], [87], [88], [89], [84], [90])

Otra consideración importante fue que, al intentar obtener geometrías muy grandes, como la d o f, estas presentaron una tendencia a deformarse cuando se irradiaba el sustrato de poliimida, como se ve en la Figura 7. Además, al deformar estas geometrías alargadas, el material carbonizado mostró una tendencia a desprenderse del sustrato.

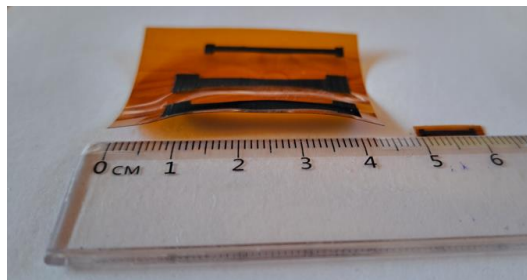


Figura 7. Sensores deformados vs no deformados.
(Fuente: propia)

El proceso para obtener los sensores se muestra en detalle en la Figura 8. Para comenzar, se procedió al recorte de la lámina de poliimida, asegurándose de obtener la forma deseada para los sensores. Luego, esta lámina fue cuidadosamente ubicada sobre una superficie lisa y estable.

La siguiente etapa consistió en cargar la imagen deseada en el firmware GRBL. En este paso, se definieron los parámetros esenciales, como la potencia del láser, la dirección de pasada, la velocidad de grabado y otros ajustes específicos según las necesidades del diseño de los sensores.

Una vez completada la configuración del firmware, se procedió a posicionar el láser de acuerdo a la distancia focal determinada previamente.

Tras finalizar el proceso de grabado, se obtuvo la muestra de poliimida carbonizada. En esta etapa, se aplicó cuidadosamente la tinta conductiva sobre los patrones grabados y se colocó la cinta de cobre para establecer las conexiones eléctricas necesarias en los sensores.

Para obtener los sensores se recortó la lámina de poliimida, se programó la configuración de parámetros en el firmware GRBL, se irradió con el láser, se aplicó la tinta conductiva y se colocó la cinta de cobre.

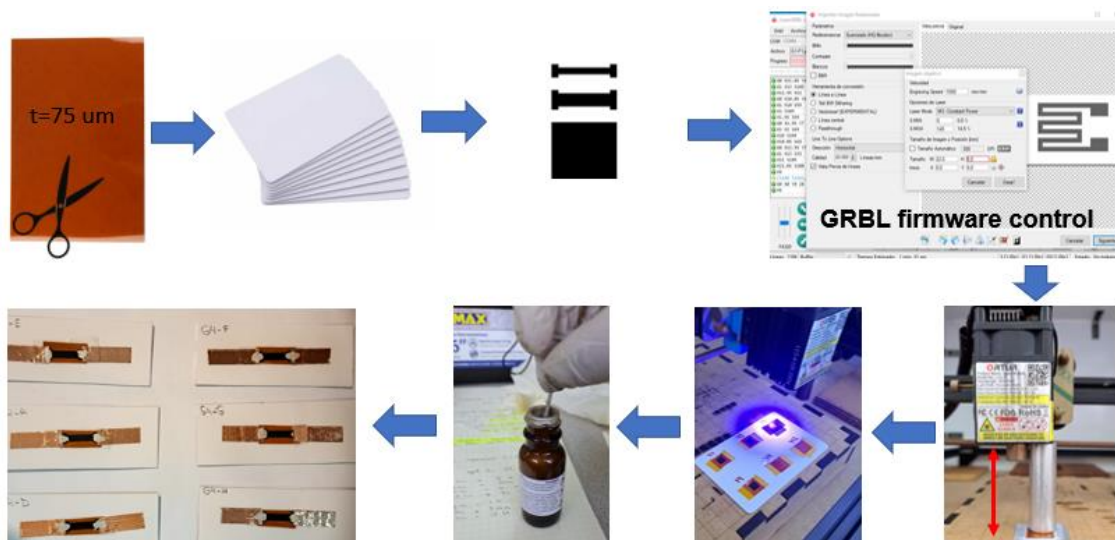


Figura 8. Proceso para obtener los sensores.
(Fuente: propia)

2.3 Caracterización del grafeno y sensores de deformación

a) Microscopía electrónica de Barrido

La técnica de microscopía electrónica de barrido (SEM, por sus siglas en inglés) se utiliza para obtener imágenes de alta resolución que permite analizar muestras a escala micro y nanométrica. Es relevante para el estudio del grafeno obtenido por láser debido a su capacidad para revelar detalles estructurales y morfológicos [91].

En el proceso de SEM, un haz de electrones se barre sobre la superficie del grafeno obtenido por láser. Durante el barrido se recopilan las señales de electrones secundarios, que se utilizan para generar una imagen detallada de la muestra. La información obtenida del SEM incluye detalles sobre la topografía, la morfología y las características de la superficie de la muestra de grafeno [92].

Para la observación de la morfología de las muestras se empleó un Microscopio electrónico de barrido, marca ASPEX. Rango de detección 500 nm a 5 mm. Con este equipo se obtuvieron micrografías en los siguientes aumentos: 750X, 1000X, 2500X, 5000X. Las observaciones se realizaron a 15 kV.

También, se observaron las muestras bajo Microscopio Electrónico de Barrido de Emisión de Campo FESEM JSM-7100-F, una poderosa herramienta de caracterización que permite capturar imágenes de gran resolución. El microscopio fue operado a una aceleración de 20 kV, lo que proporcionó una excelente resolución y contraste en las imágenes obtenidas. Gracias a esta configuración, fue posible explorar la superficie de las muestras a nivel microscópico, revelando detalles estructurales y morfológicos con gran precisión. Con este equipo se obtuvieron micrografías en los siguientes aumentos: 200X, 1000X, 2000X, 5000X, 1000X, 2000X, 40000X y en un caso se llegó a los 100000X.

Las muestras empleadas fueron obtenidas generando un cuadrado de 5 milímetros de lado. Se seleccionaron 7 especímenes elaborados con diferentes condiciones para ser analizados por SEM. Se ubicaron en el portaobjetos con cinta conductora doble faz, es decir cinta de carbono como se puede ver en la Figura 9.

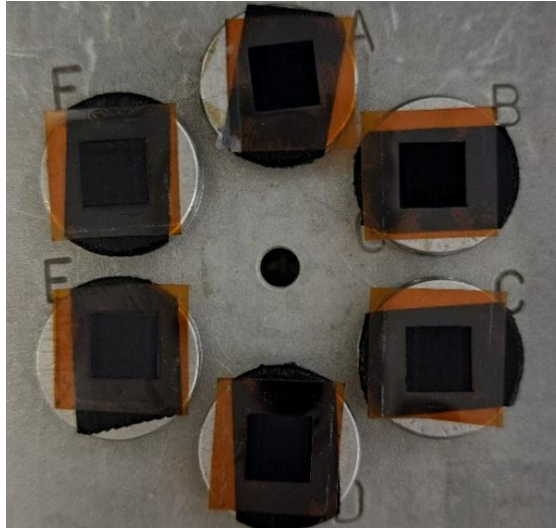


Figura 9. Preparación de muestras para SEM.
(Fuente: propia)

Para medir la distancia entre valles de las líneas escaneadas con el láser, se utilizó el software libre ImageJ, exactamente las herramientas “Set scale” y “Measure” como se puede ver en la Figura 10.

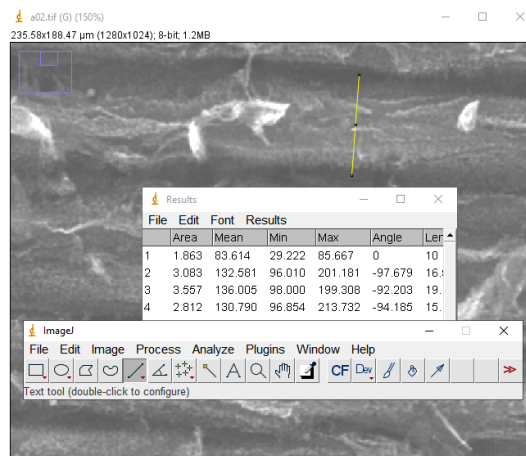


Figura 10. Mediciones de imágenes SEM con ImageJ.
(Fuente: propia)

Adicionalmente se evaluaron tres puntos aleatorios de una de las muestras en Microscopía SEM en modo EDS. Esta técnica funciona mediante la detección y posterior análisis de rayos X que han sido emitidos por la muestra de grafeno después de haber sido bombardeada con un haz de electrones en el SEM. Los rayos X que se detectan son característicos de los elementos presentes. Como resultado se obtienen espectros que se comparan en bibliotecas de referencia donde se identifica los elementos presentes y su concentración relativa [93].

b) Espectroscopía Raman

La espectroscopía Raman es una de las técnicas preferidas para el análisis de muestras de grafeno [94]. Esta técnica tiene sus fundamentos en el efecto Raman, referente a la dispersión inelástica de la luz cuando interactúa con los enlaces moleculares propios de la muestra. El espectro resultante proporciona información sobre las vibraciones moleculares y la estructura cristalina del grafeno u otros materiales basados en carbono. En la Figura 11 se muestran los distintos tipos de espectros característicos de algunos materiales basados en carbono. El proceso de espectroscopía Raman consta de iluminar la muestra de grafeno con un láser y recopilar la intensidad de luz dispersada. La luz dispersada tiene una energía ligeramente diferente debido a las interacciones con las vibraciones moleculares en la muestra [95].

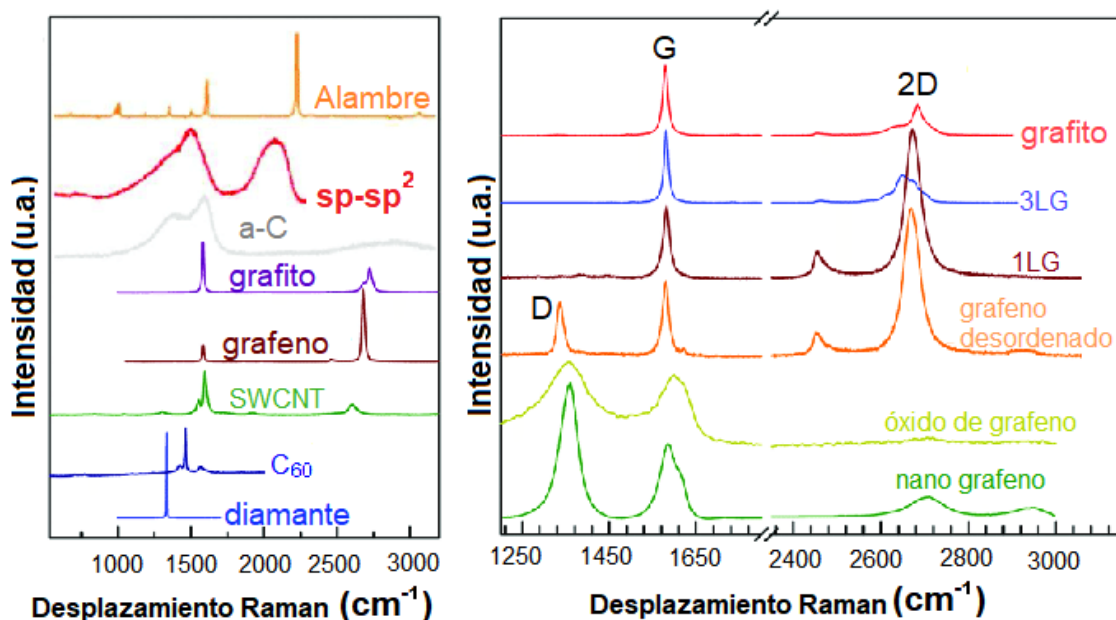


Figura 11. Espectros Raman típicos de materiales basados en carbono.
(Fuente: [96])

Para obtener información sobre la estructura y propiedades se utilizó un espectroscopio Raman marca Horiba Scientific, modelo lab Ram Evolution. Se utilizaron los siguientes parámetros:

- 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: 100 μm
- 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: 36

A nivel microscópico las muestras no presentan homogeneidad, como puede verse en las imágenes SEM. Por lo tanto, las muestras seleccionadas fueron analizadas con espectroscopía Raman seleccionando un máximo de 10 puntos aleatorios, en cada uno de los cuales se irradió el láser de 532 nanómetros.

Los datos de espectroscopía Raman fueron procesados con el fin de obtener una correcta interpretación. Para ello, se utilizó el software OriginPro, el cual permitió realizar deconvoluciones y editar los gráficos. La deconvolución se realiza para corregir y mejorar la resolución de los espectros para obtener resultados de fácil interpretación y análisis [97]. Se analizaron todos los puntos de las muestras, seleccionando un único punto de espectroscopía por cada una, para poder interpretar los resultados de manera adecuada. En la Tabla 3 se presentan las bandas de espectroscopía Raman que se analizarán para caracterizar las muestras.

Tabla 3. Bandas de espectroscopía Raman de materiales basados en carbono.

Banda	Representa	cm^{-1}	Curva de ajuste
D	Defectos (límites de grano desordenados)	1340	Lorentz
A	Carbón amorfo	~1500	Gaussiana
G	Grafítico	1592	Lorentz
D'	Defecto (sensible a la naturaleza del defecto (vacante, borde))	1627	Lorentz
2D	Grafeno, indicador de número de capas del grafeno	2687	Lorentz

(Fuente: [98], [99], [100], [101])

Los datos relevantes que se obtuvieron de los espectrogramas de las muestras son:

- Relación de intensidades de las bandas 2D y G: Valor dependiente del número de capas de grafeno [102], [103].
- Relación de intensidades de las bandas D y G: permite brindar información del grado de desorden estructural y presencia de defectos en la muestra. [94]

- Relación de intensidades de las bandas D y D': para dilucidar la naturaleza de los defectos [104].

c) Método Van der Pauw

La técnica de Van der Pauw de cuatro puntas es ampliamente aplicada en la caracterización eléctrica de muestras de grafeno obtenido por láser. Esta técnica consiste en colocar cuatro puntas de contacto en la muestra en una configuración específica y medir la resistencia eléctrica. Al aplicar una corriente a través de dos puntas y medir el voltaje a través de las otras dos puntas contiguas, se puede determinar la resistividad del grafeno. Van der Pauw es especialmente útil en muestras de grafeno de forma irregular o desconocida, ya que no requiere mediciones directas de las dimensiones geométricas de la muestra [105].

Para la caracterización eléctrica se prepararon muestras cuadradas de un centímetro de lado. Se conectaron los 4 electrodos a las esquinas de la muestra, como se puede observar en la Figura 12. En la configuración de cuadrado se aplicó progresivamente una corriente eléctrica de hasta 5 voltios en 2 esquinas contiguas y se midió la caída de voltaje en las otras 2 esquinas.

El análisis de muestras de grafeno obtenido por láser mediante Van der Pauw de cuatro puntas se llevó a cabo siguiendo una serie de pasos. En primer lugar, se ubicó cuidadosamente la muestra en el equipo, asegurándose de que estuviera correctamente posicionada. Luego, se realizaron los ajustes necesarios en las puntas de contacto para garantizar un buen contacto eléctrico. Una vez verificada la disposición de la muestra, se procedió a comprobar el estado de los contactos mediante el uso del programa IV. En esta etapa, se ajustó el voltaje máximo, considerando que para muestras conductoras no se debía exceder los 5V. Esta comprobación se realizó únicamente con la fuente SMU1 (SMU, source/measure units), la cual se encargó de suministrar la corriente eléctrica necesaria.

Para asegurar la precisión de las mediciones, se ejecutó el programa IV y se graficaron las curvas utilizando el eje X como "Smu1.V" y el eje Y como "Smu1.I". En este punto, se llevó a cabo la verificación de cada par de puntas, como el par 1 con 2, 1 con 3 y 1 con 4. Cada verificación debía presentar una curva lineal, para asegurar un contacto óhmico entre las puntas y la muestra. Posteriormente, se procedió a abrir el programa Van der Pauw, configurando el eje X como "Smu1.I" y el eje Y como "Smu2.V". Al ejecutar el programa, se guardaron los datos obtenidos. A través de la repetición de este

proceso en ocho mediciones distintas, se calcularon los promedios horizontales y verticales, y se aplicó a la ecuación de Van der Pauw [106] para determinar la resistencia laminar (R_s) de cada muestra:

$$e^{-\frac{\pi R_{vertical}}{R_s}} + e^{-\frac{\pi R_{horizontal}}{R_s}} = 1 \quad (1)$$

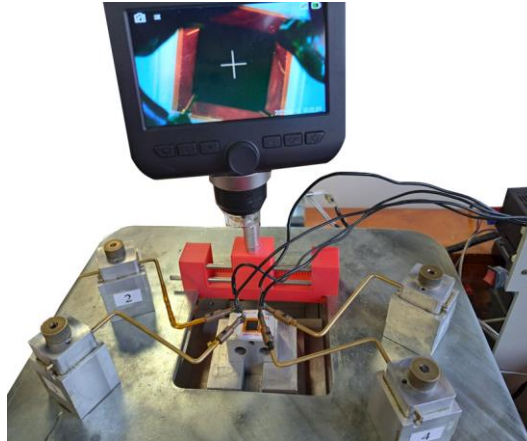


Figura 12. Ubicación de electrodos para medición van der Pauw.
(Fuente: propia)

d) Caracterización de los sensores de deformación

Inicialmente, se llevaron a cabo pruebas en cinco probetas de polipropileno con el objetivo de determinar la curva de esfuerzo-deformación. Con base en estos resultados, se pudo predecir la deformación que se esperaba en las probetas de polipropileno bajo cargas específicas. Cabe destacar que las deformaciones registradas en todos los casos no superaron el 5%. Ver el ANEXO V.

Datos relevantes de los ensayos de flexión tomando de referencia la norma ASTM D790-17:

- Tamaño de probetas: los descritos en la Tabla 4.
- Relación entre el espesor de probeta y distancia de puntos de soporte: 1:16
- Fin del ensayo: momento en que las probetas hayan alcanzado la deformación porcentual de máximo 5 o si se rompen antes de alcanzar el valor
- Velocidad del ensayo: 1,77 mm/min.

Tabla 4. Tamaño de probetas de ensayo de flexión.

Muestra	Ancho (mm)	Espesor (mm)	Distancia entre apoyos (mm)
PP-1 MI-23-162	13,5	4,15	66,32
PP-2 MI-23-163	13,51	4,16	66,48
PP-3 MI-23-164	13,56	4,18	66,88
PP-4 MI-23-165	13,56	4,14	66,24
PP-5 MI-23-166	13,51	4,17	66,72

(Fuente: Laboratorio de Nuevos Materiales LANUM)

Para caracterizar el comportamiento de los sensores, se probó su desempeño en ensayos de flexión de tres puntos. Para esto, los sensores fueron adheridos a una probeta de polipropileno con dimensiones correspondientes a la norma ASTM D790. Los sensores se unieron a la probeta mediante un adhesivo de cianoacrilato, para ello primero se realizó una limpieza de la superficie con alcohol isopropílico, 2 gotas del adhesivo, se ubicó el sensor en la mitad de la probeta y se dejó secar por 20 minutos, ver Figura 13. Adicionalmente fue necesario colocar sobre los contactos de tinta de plata, un cuadrado de cinta flexible transparente 3M, también conocida como cinta de montaje. Esto debido a que cuando la probeta se deformaba, existía el peligro de que la tinta se desprenda del conjunto.

En esta etapa, se requería obtener en tiempo real los valores de resistencia a medida que el ensayo de flexión se ejecutaba. Para ello, se fabricó un circuito electrónico (Ver ANEXO IV) que se unió al sensor. Cabe mencionar, que para garantizar el contacto óhmico entre los electrodos de LIG y los conductores de cobre, se utilizó tinta conductiva de plata.



Figura 13. Adherencia de sensor a la probeta y montaje en el equipo.
(Fuente: propia)

La caracterización se realizó a partir de un ensamble neumático de un trabajo de titulación de pregrado de la EPN, ver Figura 14. Este sistema tiene una celda de carga con la cual se determinaron las cargas a las que se sometía la probeta durante los ensayos, al mismo tiempo se registraban los valores de voltaje en el circuito electrónico comprendido de un puente de Wheatstone. Y mediante la ley de OHM $V=IxR$ se registraron los valores de resistencias correspondientes.

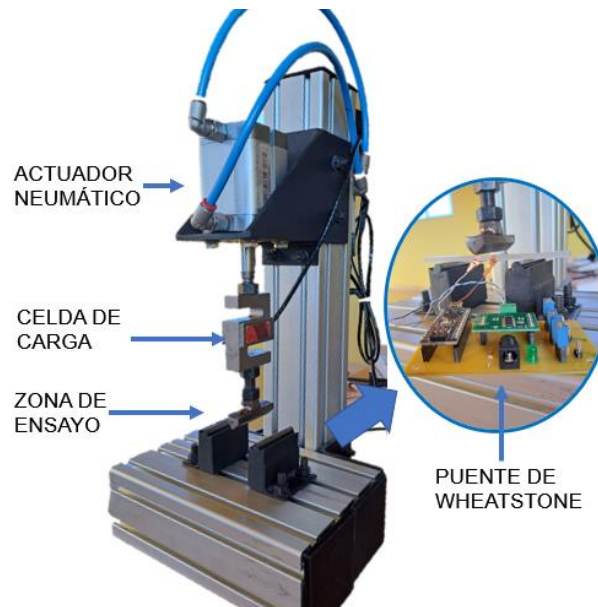


Figura 14. Equipo de ensayo a flexión 3 puntos.
(Fuente: propia)

Los datos de resistencia y deformación fueron procesados para determinar el factor de calibración, es decir el *strain gauge factor* de los sensores, mediante la siguiente ecuación:

$$GF = \frac{(R_1 - R_2)/R_0}{\epsilon_1 - \epsilon_2} = \frac{\Delta R/R_0}{\Delta \epsilon} \quad (2)$$

(Fuente: [107])

Donde,

- R_0 Representa la resistencia inicial
- R_1 y R_2 Representan las resistencias a lo largo del ensayo
- ϵ_1 y ϵ_2 Son las deformaciones correspondientes a las resistencias

e) Cálculo de la fluencia del láser

La fluencia del láser se conoce como la energía emitida por el láser medida en J/cm^2 [108], para determinar los valores de acuerdo a los parámetros de experimentación, su cálculo se efectuó mediante la ecuación [109] mostrada a continuación:

$$F = P * t / A \quad (3)$$

Donde,

P	Potencia efectiva en (W)
t	Representan el tiempo en (s)
A	Es el área en (cm^2)

Para medir la potencia real que se obtenía al irradiar la poliimida con el láser, se utilizó el dispositivo de medición de potencia Thorlabs PM 121D como se ve en la Figura 15.



Figura 15. Medidor de potencia Thorlabs PM121D midiendo la potencia del láser.
(Fuente: propia)

También fue necesario hallar valores de tiempo y área correspondientes para poder determinar la fluencia. Por ende, se realizó una línea con el láser, se tomó el tiempo que tardaba en grabarse la misma y el área fue medida mediante microscopía óptica y la ayuda del software libre ImageJ. Las mediciones de fluencia se realizaron en los experimentos que requieren una sola pasada. Los resultados de las mediciones se muestran más adelante en este documento.

3. ANÁLISIS DE RESULTADOS

3.1 Resultados

a) Microscopía electrónica de Barrido

Las imágenes obtenidas por microscopía electrónica de barrido permitieron obtener la información morfológica y estructural del grafeno obtenido por inducción láser. Debido a la limitación de recursos disponibles, se tomó la decisión de realizar la microscopía SEM en 7 muestras que se seleccionaron cuidadosamente. Para analizar la influencia de la potencia del láser sobre las características morfológicas, se seleccionaron las muestras 1, 5 y 9. Cabe mencionar que se mantuvieron constantes la distancia focal y la cantidad de pasadas en estas muestras, los parámetros se pueden observar en la Tabla 2. Esta elección de muestras permitió un análisis comparativo detallado de las morfologías en función de la potencia del láser utilizada.

En cuanto al impacto de la distancia focal, se centró en la comparación de las muestras 5 y 7. Finalmente, se examinó la influencia de la cantidad de pasadas a través de la comparación entre las muestras 11 y 12. Esta comparación específica permitió un análisis detallado de cómo las variaciones en la cantidad de pasadas afectaban las propiedades y morfologías observadas.

En la Tabla 6 se resumen los resultados de las mediciones de distancia entre picos obtenidas de las micrografía SEM, las mediciones se obtuvieron utilizando el software libre ImageJ. Se programó el firmware para que realice 20 escaneos por cada milímetro de la geometría, el ancho de las líneas producidas se muestra en la Tabla 6. El láser realizó una línea cada 0,05 mm y dado que el ancho de las líneas supera por más de 3 veces las distancias de escaneos, existe solapamiento en el material.

El solapamiento se calculó mediante la ecuación (4), para ello las áreas solapadas fueron medidas en el software AutoCAD. En la Figura 16 se muestra una gráfica que representa los 20 escaneos en 1 milímetro, la figura corresponde a un ancho de línea de 179 μm . La zona A no presenta solapamiento, la zona B fue solapada una vez, la zona C dos veces y la zona D tres solapamientos. Los resultados del porcentaje de solapamiento se muestran en la Tabla 5.

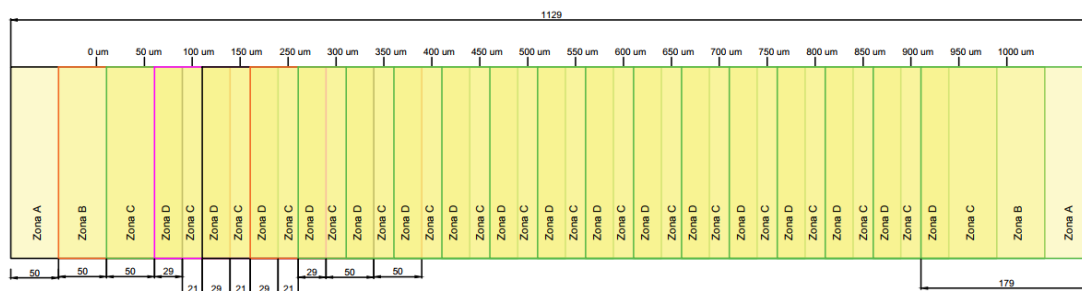


Figura 16. Representación de los 20 escaneos en 1 milímetro.
(Fuente: propia)

Tabla 5. Porcentaje de solapamiento de los escaneos con el láser.

% De solapamiento por áreas					
Muestra	Zona A	Zona B	Zona C	Zona D	Suma
1	8,86	8,86	38,62	43,67	100,00
5	8,81	8,81	29,96	52,42	100,00
7	8,80	8,80	28,52	53,87	100,00
9 y 10	8,76	8,76	21,38	61,09	100,00
11 y 12	8,75	8,75	18,55	63,95	100,00

(Fuente: propia)

En la Tabla 7 se puede observar el valor promedio de las mediciones en función de los parámetros de elaboración de los sensores.

$$\%Solapamiento = \frac{A_{solapada}}{A_{total}} * 100 \quad (4)$$

(Fuente: [110])

Tabla 6. Mediciones de distancia entre picos de zonas afectadas con láser.

Muestra	Ancho de línea (mm)	Medición 1 (µm)	Medición 2 (µm)	Medición 3 (µm)	Medición 4 (µm)	Medición 5 (µm)	Prom. (µm)	σx
1	0,179	16,53	19,16	15,13	17,55	16,25	16,92	0,68
5	0,185	15,88	12,92	13,76	15,83	14,59	14,60	0,58
7	0,186	19,42	18,00	16,95	19,01	16,95	18,07	0,51
9	0,191	17,22	16,86	18,39	19,02	15,20	17,34	0,66
10	0,191	21,05	15,69	18,09	20,51	17,36	18,54	1,00
11	0,193	16,89	15,95	16,83	15,87	16,63	16,43	0,22
12	0,193	23,97	26,91	24,79	25,63	25,22	25,31	0,49

(Fuente: propia)

Tabla 7. Distancia entre picos y parámetros de escaneo del láser sobre poliimida.

Muestra	Potencia (W)	Distancia focal (mm)	Cantidad de pasadas	Distancia entre picos (μm)	σ_x
1	0,33	50	1	16,92	0,68
5	0,44	50	1	14,60	0,58
7	0,44	51	1	18,07	0,51
9	0,55	50	1	17,34	0,66
10	0,55	50	2	18,54	1,00
11	0,55	51	1	16,43	0,22
12	0,55	51	2	25,31	0,49

(Fuente: propia)

Las micrografías obtenidas en SEM modo electrones secundarios mostraron la morfología presentada a continuación:

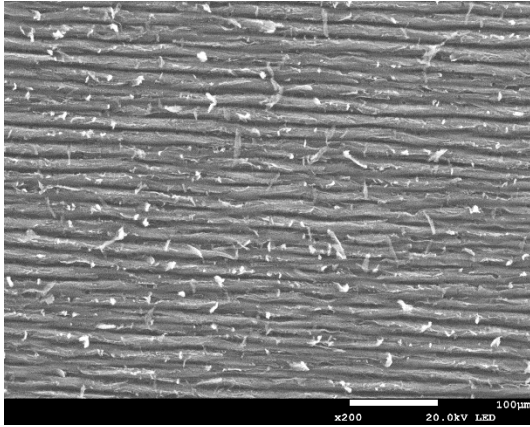
I. Muestra 1

En la Figura 17 a), se ilustra el patrón de barrido realizado por los servomotores del láser sobre la superficie de la poliimida. Se puede apreciar una distribución casi uniforme de las líneas, indicando una distancia relativamente constante entre ellas. Sin embargo, al aumentar el nivel de acercamiento a 1000x, como se muestra en b), se observa una disminución en la homogeneidad de la distancia entre las líneas.

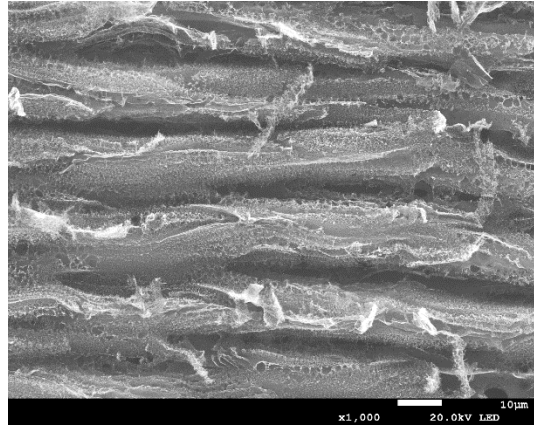
En las imágenes c) y d), se evidencia una morfología no plana del grafeno inducido por láser. Las estructuras presentan porosidad y se aprecian discontinuidades en el material. En particular, en la imagen c) se puede observar la presencia de una zona más oscura que corresponde al área directamente afectada por el láser.

En la imagen e), se muestra el área adyacente a aquella afectada por el láser. Se observa una estructura porosa que se aglomera en forma de picos. Esta aglomeración conlleva un incremento en las discontinuidades en la región de los picos.

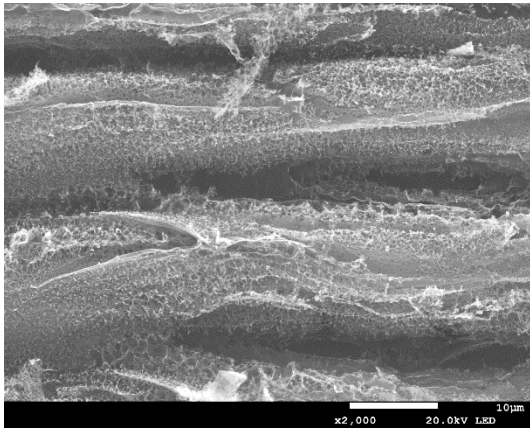
En las imágenes f) y g), se destaca la presencia de poros de diferentes tamaños, con dimensiones que oscilan entre 200 y 500 nanómetros de diámetro.



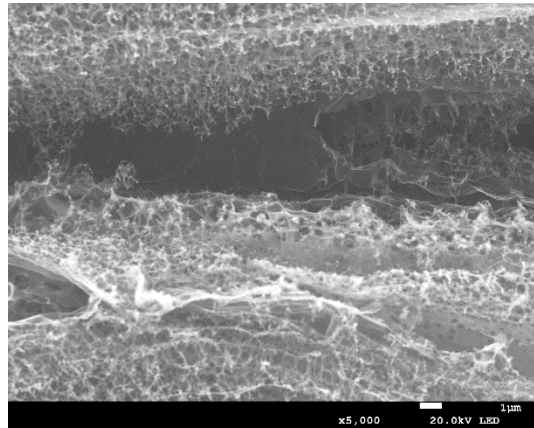
a)



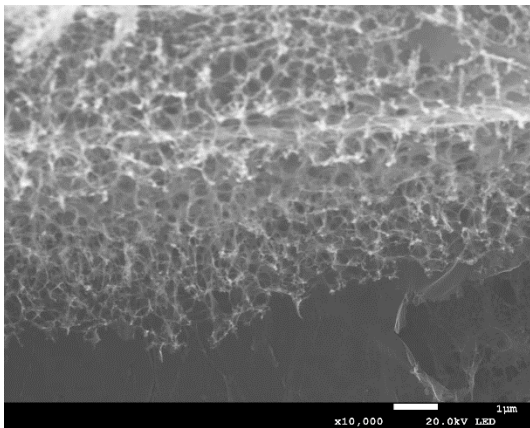
b)



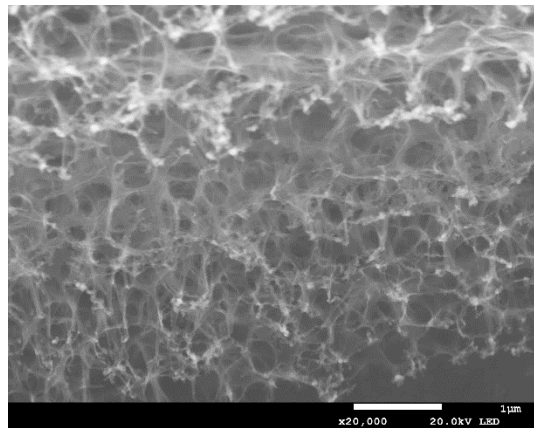
c)



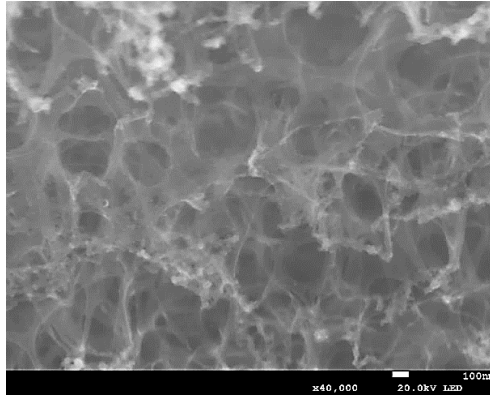
d)



e)



f)



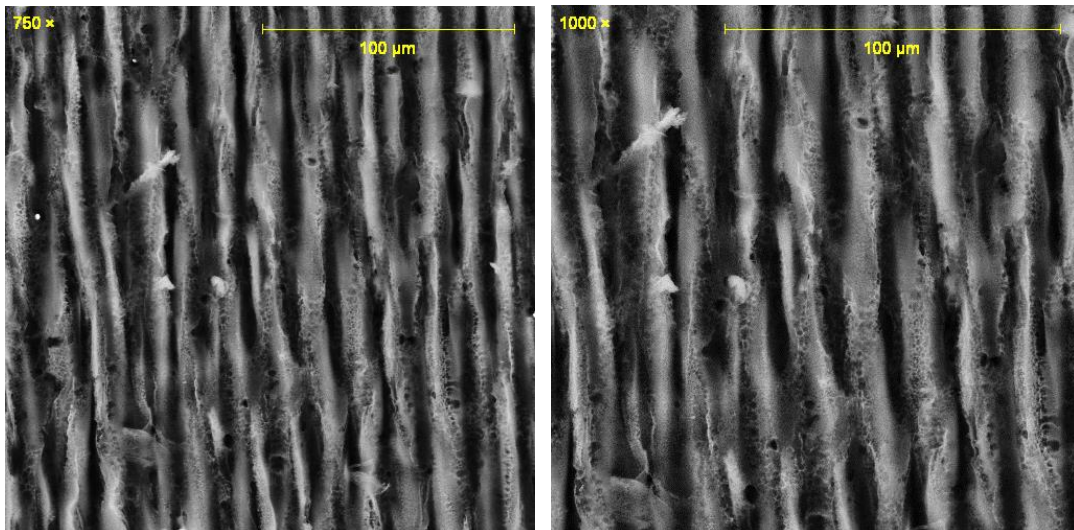
g)

Figura 17. Micrografías SEM de la muestra 1.
(Fuente: FESEM JSM-7100-F)

II. Muestra 5

En la Figura 18 a), se aprecia una homogeneidad en la distancia entre los escaneos del láser, lo cual indica una distribución uniforme de las líneas. Sin embargo, en la Figura b), se observa una disminución en la homogeneidad, especialmente en los picos, donde las aglomeraciones de las estructuras porosas generan mayores discontinuidades. Esto resulta en un efecto de mayor desorden y una menor homogeneidad en las líneas de escaneo.

En las Figuras c) y d), se puede observar que los poros presentan tamaños que van desde 150 hasta 1600 nanómetros de diámetro. Estas variaciones en el tamaño de los poros indican una diversidad y menor planicidad en la morfología de la muestra.



a)

b)

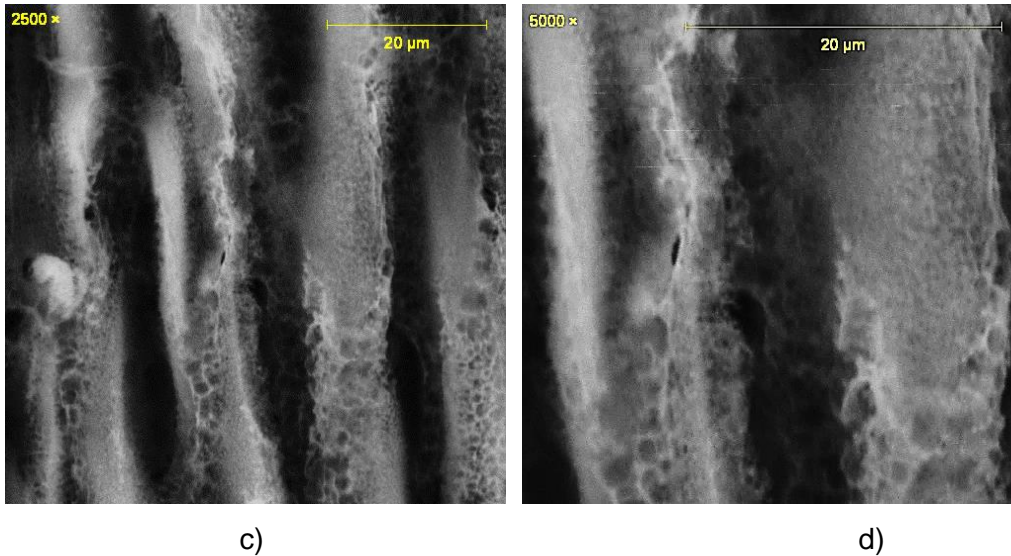
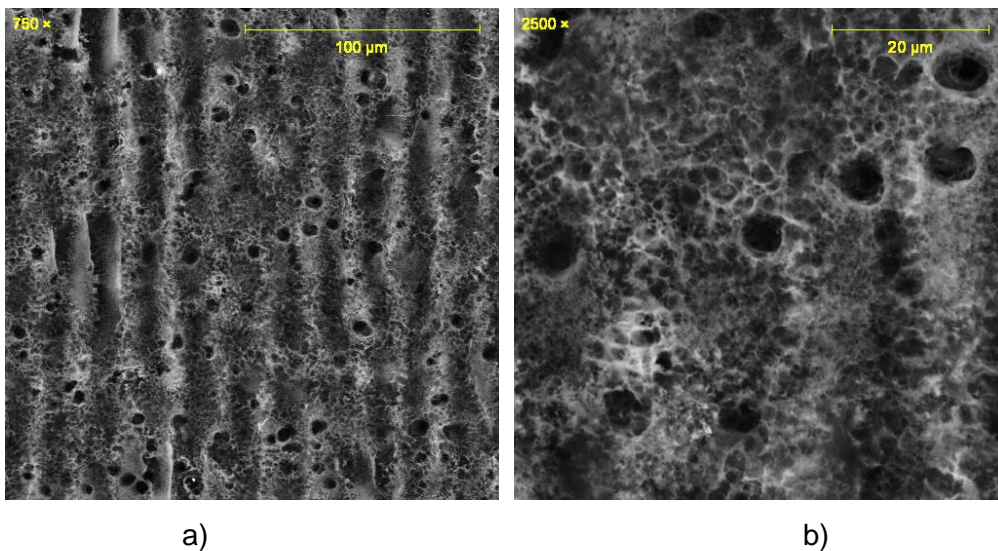
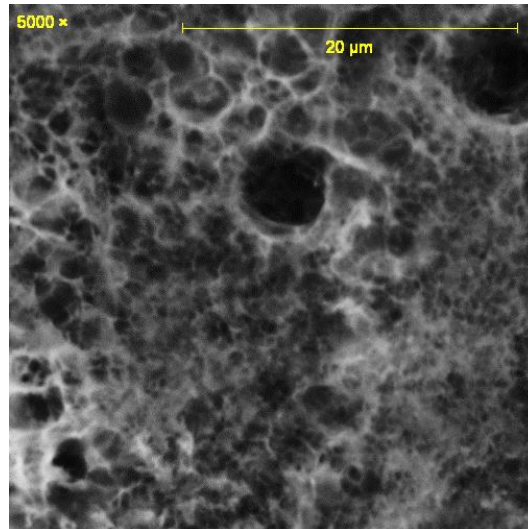


Figura 18. Micrografías SEM de la muestra 5 tomado con PSEM express.

III. Muestra 7

En la Figura 19 a), se puede apreciar, gracias al sombreado de la micrografía, que las líneas de escaneo presentan una menor distancia entre los picos y valles. También, se observa una homogeneidad en las distancias entre las líneas, lo cual indica un escaneo uniforme. Además, a lo largo de toda la muestra, se pueden identificar poros de diámetros que oscilan entre 3,2 y 5,6 micrómetros, los cuales se distribuyen aleatoriamente. En la Figura b), se destaca la presencia de estructuras porosas con una homogeneidad notable, incluso en los picos de las líneas. Esto se traduce en una disminución significativa de las discontinuidades que antes se observaban como marcas blancas en los picos. En la Figura c), se observa una variación en los tamaños de los poros de las estructuras, que oscilan entre 550 y 1400 nanómetros de diámetro.





c)

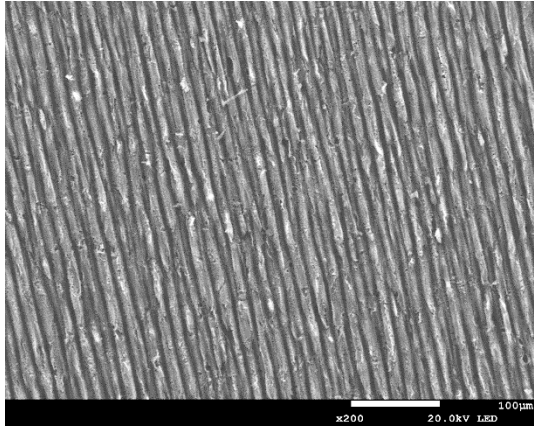
Figura 19. Micrografías SEM de la muestra 7.
(Fuente: PSEM express)

IV. Muestra 9

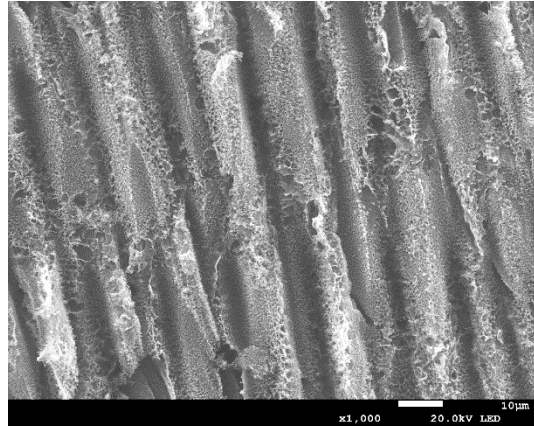
En la muestra 9, se observan patrones de grafeno bien definidos, lo cual es evidente en la Figura 20 a). En esta imagen, se pueden apreciar caminos claramente delineados del material afectado por el láser. Sin embargo, al aumentar el nivel de acercamiento a 1000x, como se muestra en la Figura b), se observa un incremento en el desorden de la muestra. Los caminos se vuelven menos homogéneos debido a la formación de aglomeraciones en los picos de las líneas. Las zonas más claras corresponden a los picos, donde se concentra una mayor cantidad de material afectado.

La Figura c) proporciona una vista detallada de las aglomeraciones presentes en los picos de las líneas de material afectado por el láser. Por otro lado, en la Figura d), se puede apreciar que la estructura exhibe poros de mayor tamaño en las zonas adyacentes a la región afectada por el láser. Estos poros disminuyen de tamaño desde los 1500 hasta los 140 nanómetros de diámetro. En los picos, se puede observar que la aglomeración corresponde a partículas circulares con tamaños que varían entre 100 y 160 nanómetros de diámetro.

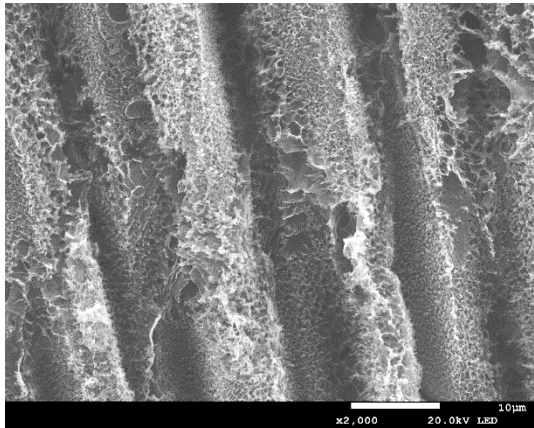
La Figura e) revela que la formación de las estructuras de la muestra tiene una base de tipo "velo", donde los bordes del velo constituyen los poros de la estructura. La morfología de los velos se hace más evidente en las Figuras f) y g). Finalmente, en la Figura h), se puede observar que los velos están compuestos por partículas de material con un diámetro aproximado de 18 nanómetros.



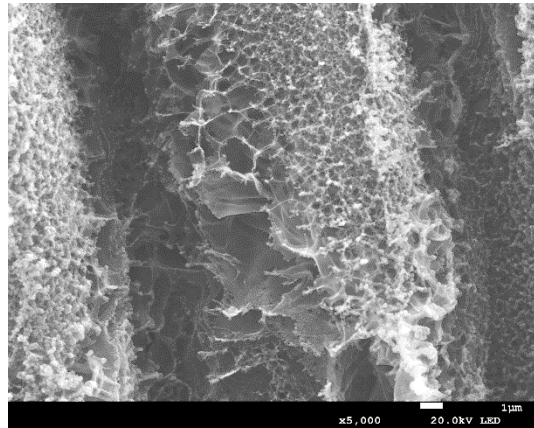
a)



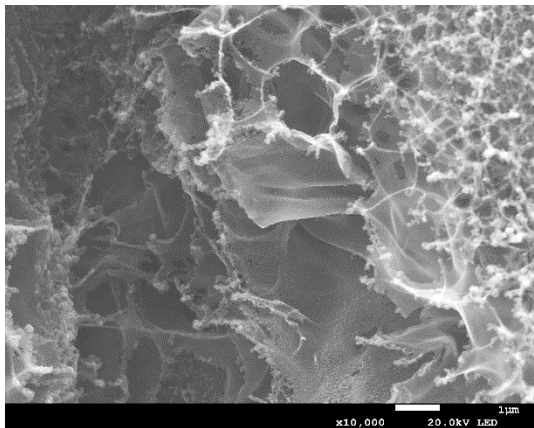
b)



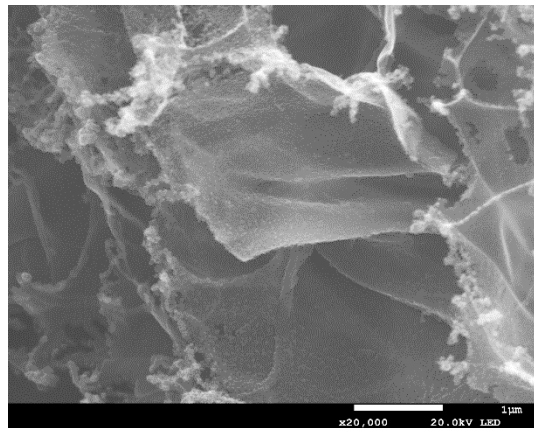
c)



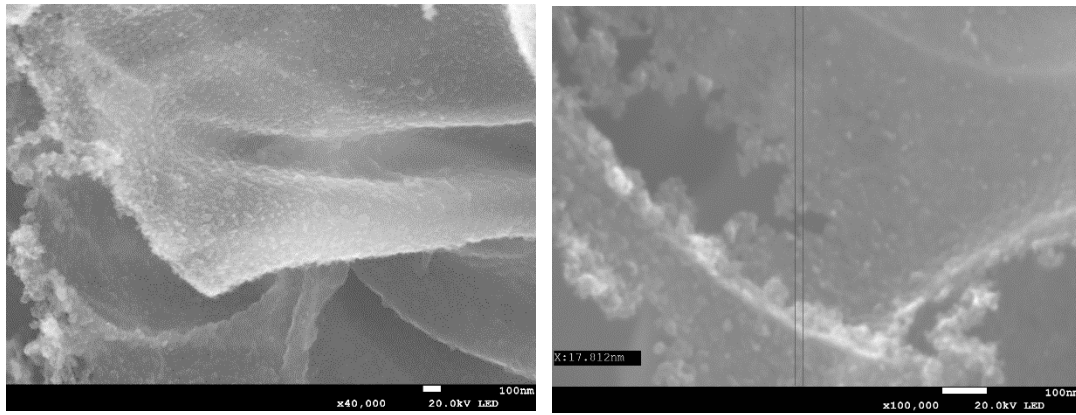
d)



e)



f)



g)

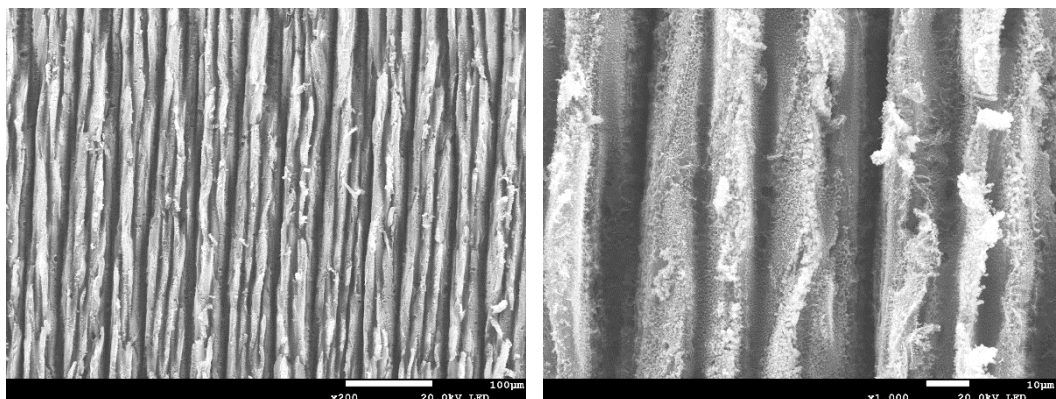
h)

Figura 20. Micrografías SEM de la muestra 9.
(Fuente: FESEM JSM-7100-F)

V. Muestra 10

En la Figura 21 a) correspondiente a la muestra 10, se evidencia una mayor profundidad en las líneas, con valles más definidos y oscuros. Al observar los picos de las líneas en la Figura b), se aprecia una mayor aglomeración de estructuras en comparación con muestras anteriores. En la Figura c), se observan escasas estructuras de tipo "velo" presentes solamente en las zonas cercanas a las áreas donde el láser ha interactuado. En la Figura d), se destaca que, a diferencia de las muestras anteriores, las estructuras tipo "velo" han desaparecido por completo en los picos.

En realidad, en las zonas de los picos, el material está compuesto por diminutas partículas circulares con un diámetro de 290 a 360 nanómetros, las cuales, a su vez, se forman a partir de otras estructuras porosas más pequeñas. Estas estructuras porosas exhiben una configuración tridimensional. En las Figuras e) y f), se brinda un mayor detalle de la morfología de estas estructuras porosas, las cuales presentan similitudes con esponjas.



a)

b)

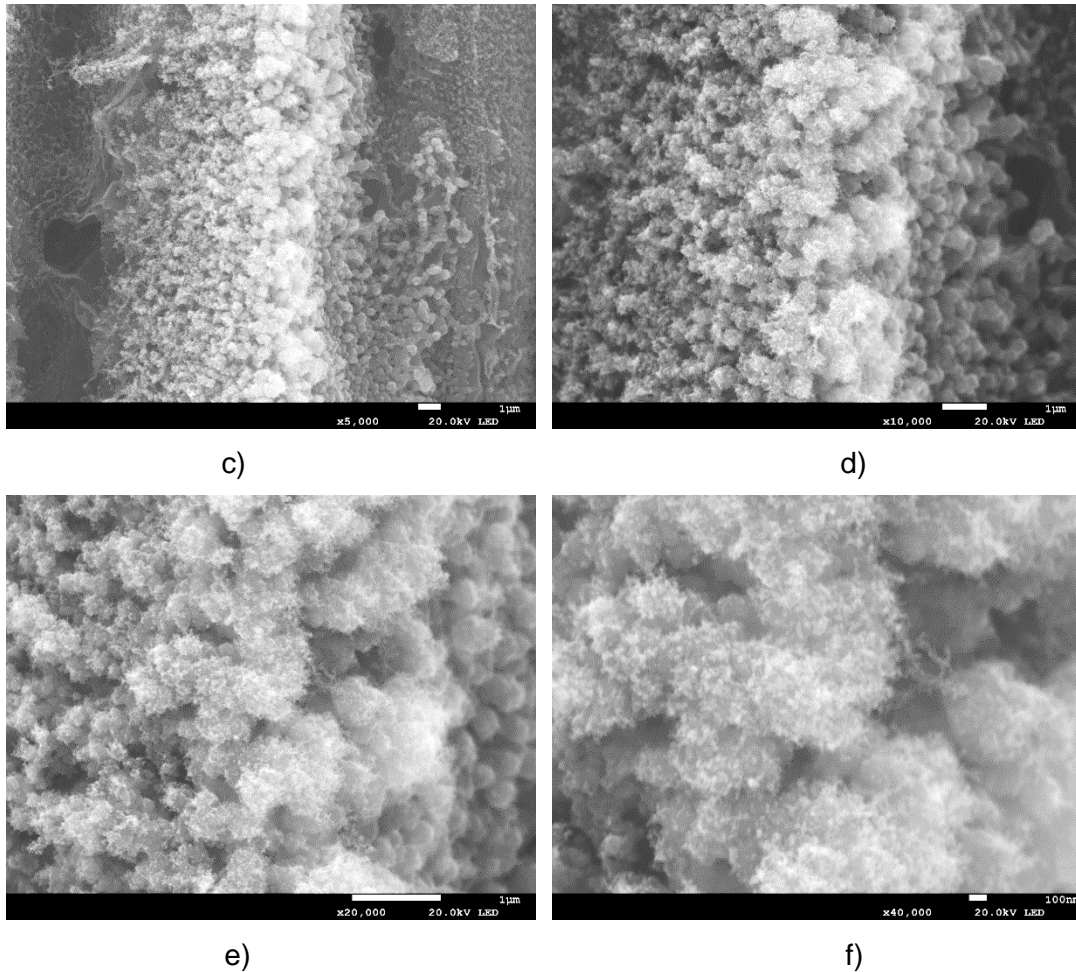


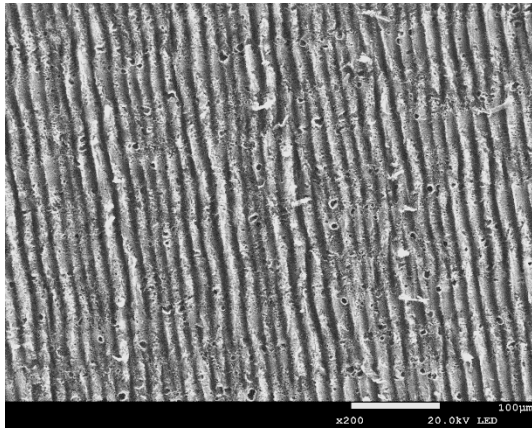
Figura 21. Micrografías SEM de la muestra 10.
(Fuente: FESEM JSM-7100-F)

VI. Muestra 11

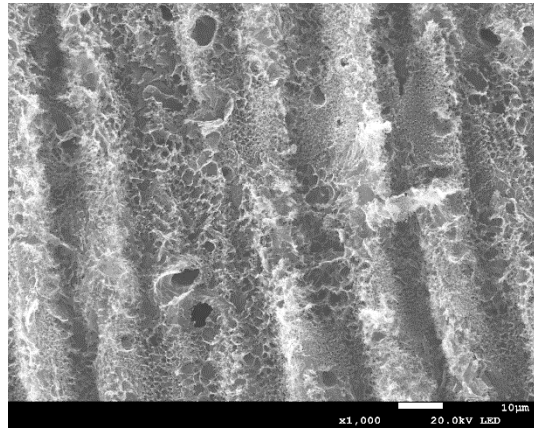
En la presente muestra, se vuelven a evidenciar las porosidades aleatorias previamente observadas en la muestra 7. En la Figura 22 a), se aprecia la distribución de poros con tamaños que oscilan entre 3,6 y 6,1 micrómetros a lo largo de la muestra. No obstante, se observa una menor cantidad de poros en comparación, y las líneas de material exhiben una definición algo más pronunciada.

La Figura b) confirma la distinción entre valles y picos, si bien la profundidad de los valles es limitada en esta muestra. En la Figura c), se destaca una estructura predominante de tipo "velo" en la muestra. Asimismo, en la Figura d), se aprecia que los picos de las líneas están compuestos por aglomeraciones de las estructuras más pequeñas del tipo "velo" ya mencionado. Además, en la Figura e), se observa la presencia de partículas redondas en los bordes de las estructuras.

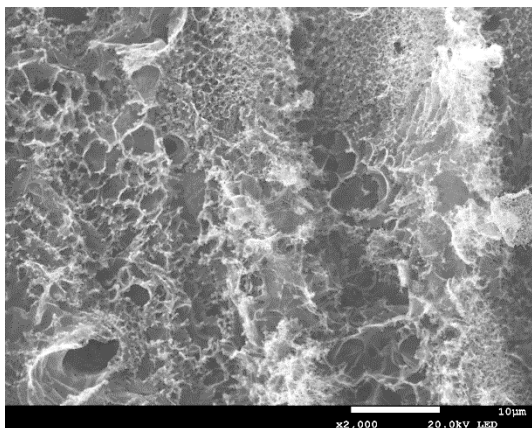
La Figura f) muestra que los "velos" tienden a formar estructuras redondeadas de tipo poro, mientras que en la Figura g) se aprecia que las estructuras de tipo "velo" se constituyen de aglomeraciones con un diámetro aproximado de 100 nanómetros. La forma circular de estas aglomeraciones se aprecia de manera más definida en los bordes de las estructuras.



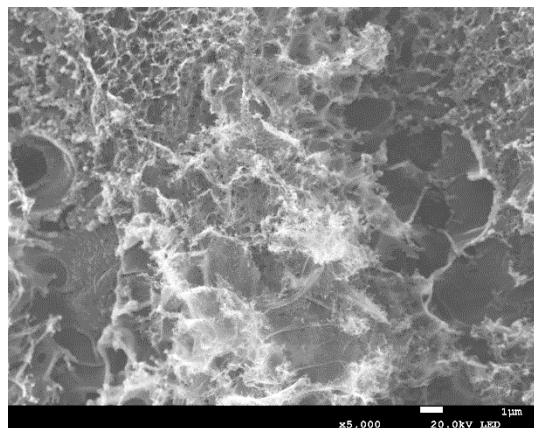
a)



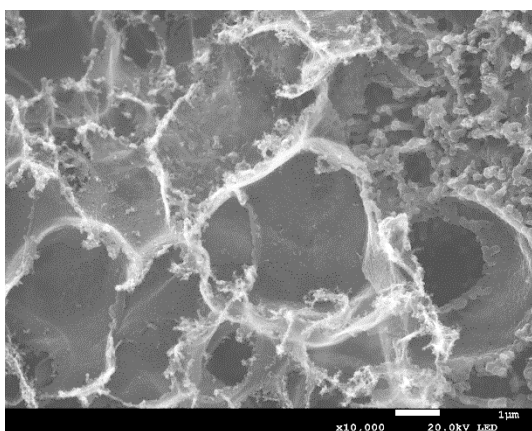
b)



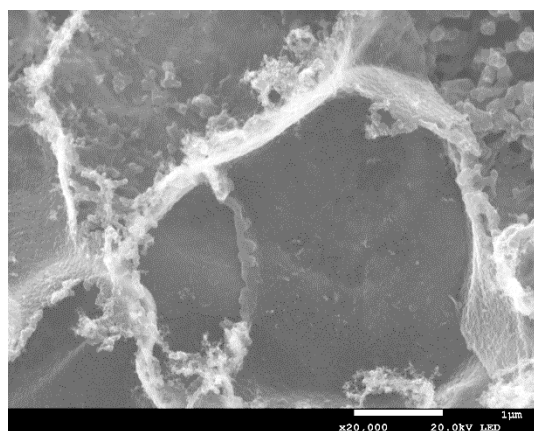
c)



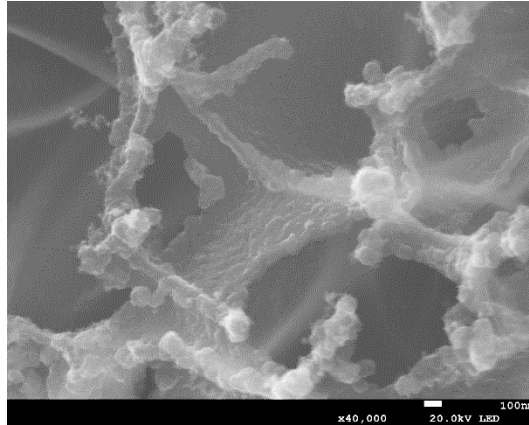
d)



e)



f)



g)

Figura 22. Micrografías SEM de la muestra 11.
(Fuente: FESEM JSM-7100-F)

VII. Muestra 12

Las micrografías de la presente muestra revelan la presencia de porosidades aleatorias, similares a las observadas en las muestras 7 y 11. En esta ocasión, el tamaño de los poros oscila en un rango de 4,4 a 7,6 micrómetros de diámetro. En la Figura 23 a), se puede apreciar una escasa distinción entre valles y picos. La muestra se caracteriza por ser porosa y está compuesta principalmente por estructuras de tipo "velo".

En la Figura b), se observa que los poros presentan una forma redondeada, con diámetros que van desde los 1125 hasta los 2670 nanómetros. Por su parte, la Figura c) exhibe la presencia predominante de estructuras de tipo "velo" que conforman la estructura principal de la muestra. En los bordes de estas estructuras, se pueden apreciar aglomeraciones de forma irregular.

Durante el análisis del material, se realizó un corte transversal del mismo, como se muestra en la Figura d). El espesor total del material fue de 76,87 micrómetros. Se observa un perfil curvado que indica la región de poliimida afectada por el láser. Se identificaron dos zonas distintas: una más estrecha de 31 micrómetros de poliimida sin afectar y una más amplia que alcanza los 44 micrómetros. El resto de la longitud corresponde al material de poliimida carbonizada.

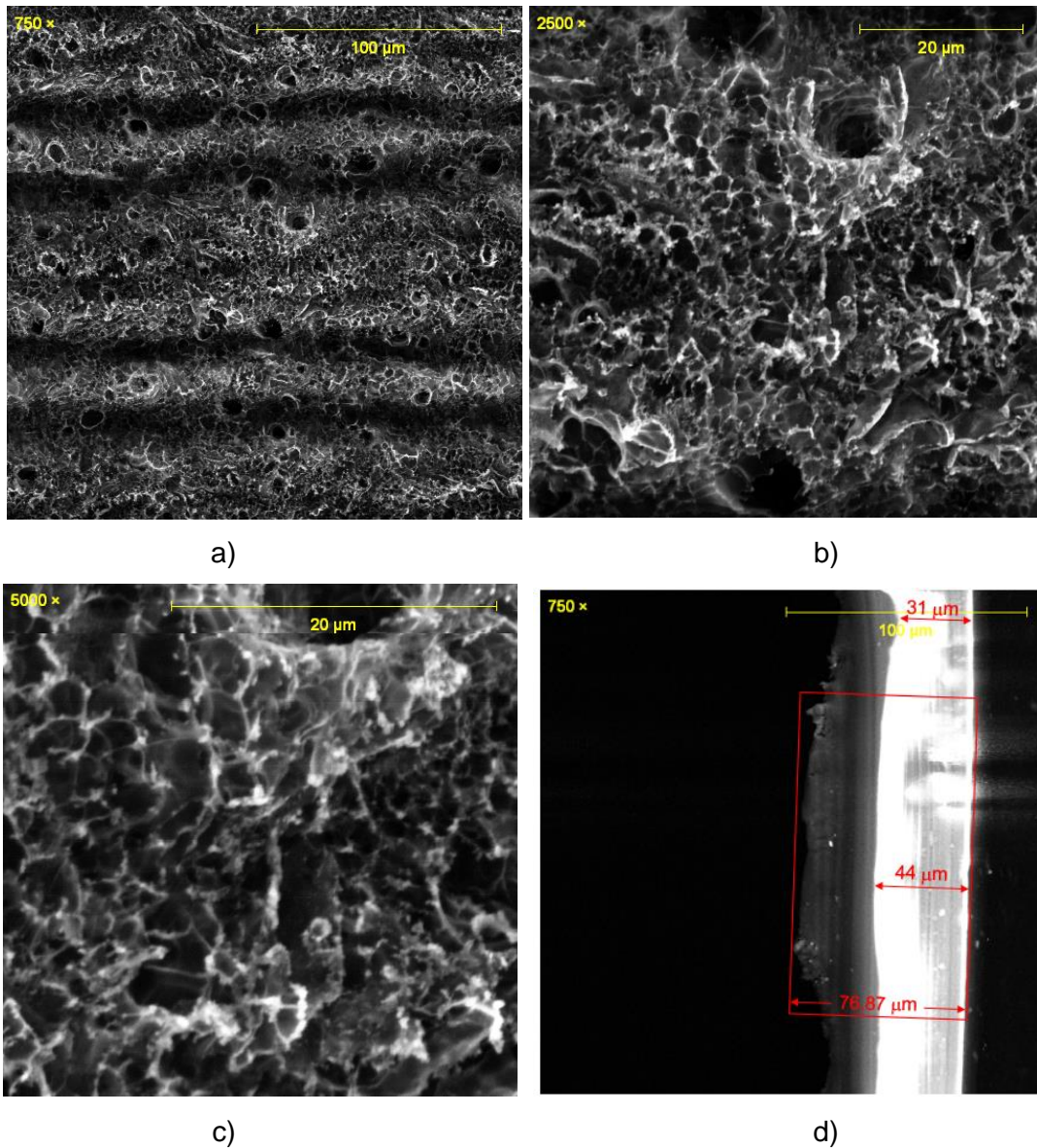


Figura 23. Micrografías SEM de la muestra 12.
(Fuente: PSEM express)

El análisis SEM en modo EDS realizado a la muestra 9 reveló que los tres puntos analizados que se pueden ver en la Figura 24, se componen de carbono, como se puede ver en la Tabla 8.

Tabla 8. Resultados de la composición elemental de la muestra 9.

Spectrum Label	Spectrum 2	Spectrum 3	Spectrum 4
C	96,06	100,00	100,00
O	3,94	-	-
Total	100,00	100,00	100,00

(Fuente: FESEM JSM-7100-F modo EDS Oxford instruments)

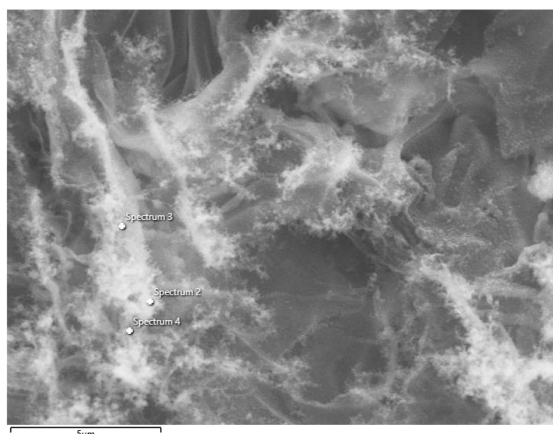


Figura 24. Puntos de análisis EDS de la muestra 9.
(Fuente: FESEM JSM-7100-F modo EDS Oxford instruments)

b) Espectroscopía Raman

Se realizaron análisis de espectroscopía Raman en las muestras 1, 5, 7, 9, 11 y 12, y se presentan a continuación los espectros con la información obtenida. En la Tabla 9 se muestran los datos relevantes obtenidos de la espectroscopía Raman, mientras que en la Figura 25 se resume gráficamente las relaciones entre las intensidades de las bandas D, G, D' y 2D en función de la energía empleada para crear el patrón.

Tabla 9. Resultados de espectroscopía Raman.

Muestra	Punto	I_D (a.u.)	I_A (a.u.)	I_G (a.u.)	$I_{D'}$ (a.u.)	I_{2D} (a.u.)	I_{2D}/I_G	I_D/I_G	$I_D/I_{D'}$
1	1_1	0,96	0,08	0,85	0,26	0,40	0,47	1,12	3,67
	1_2	0,97	0,07	0,88	0,29	0,42	0,48	1,11	3,36
	1_3	0,97	0,12	0,65	0,35	0,24	0,37	1,49	2,79
	1_10	0,93	0,13	0,76	0,32	0,34	0,45	1,22	2,87
	σ_x	0,011	0,016	0,051	0,019	0,040	0,025	0,087	0,208
5	5_1	0,97	0,06	0,85	0,27	0,48	0,57	1,14	3,62
	5_2	0,97	0,05	0,81	0,27	0,38	0,47	1,19	3,56
	5_6	0,71	0,06	0,95	0,23	0,47	0,49	0,75	3,07
	5_8	0,97	0,06	0,88	0,30	0,46	0,53	1,10	3,28
	σ_x	0,065	0,002	0,029	0,013	0,023	0,022	0,101	0,127
7	7_3	0,74	0,07	0,91	0,27	0,45	0,50	0,81	2,70
	7_4	0,77	0,79	0,47	0,17	0,31	0,66	1,66	4,57
	7_7	0,96	0,07	0,87	0,29	0,39	0,45	1,10	3,34
	7_8	0,79	0,06	0,95	0,24	0,49	0,51	0,83	3,30
	σ_x	0,049	0,180	0,113	0,026	0,040	0,044	0,197	0,391

Muestra	Punto	I _D (a.u.)	I _A (a.u.)	I _G (a.u.)	I _{D'} (a.u.)	I _{2D} (a.u.)	I _{2D} /I _G	I _D /I _G	I _D /I _{D'}
9	9_3	0,88	0,12	0,83	0,35	0,35	0,42	1,06	2,52
	9_4	0,70	0,09	0,89	0,27	0,40	0,45	0,79	2,62
	9_5	0,79	0,08	0,89	0,27	0,35	0,39	0,89	2,91
	9_6	0,63	0,13	0,77	0,33	0,33	0,43	0,82	1,88
	σ_x	0,055	0,012	0,029	0,021	0,014	0,012	0,060	0,216
11	11_1	0,69	0,02	0,99	0,17	0,87	0,88	0,69	4,01
	11_2	0,54	0,07	0,92	0,23	0,42	0,46	0,59	2,41
	11_4	0,76	0,02	0,72	0,54	0,71	0,99	1,05	1,40
	11_6	0,64	0,03	0,99	0,18	0,53	0,53	0,65	3,52
	σ_x	0,045	0,013	0,063	0,088	0,099	0,128	0,104	0,584
12	12_3	0,59	0,04	0,98	0,17	0,51	0,52	0,60	3,51
	12_6	0,58	0,06	0,96	0,19	0,48	0,50	0,61	3,06
	12_7	0,72	0,03	0,97	0,22	0,53	0,54	0,74	3,31
	12_8	0,56	0,07	0,95	0,12	0,63	0,66	0,59	4,54
	σ_x	0,035	0,009	0,005	0,019	0,033	0,036	0,035	0,327

(Fuente: propia)

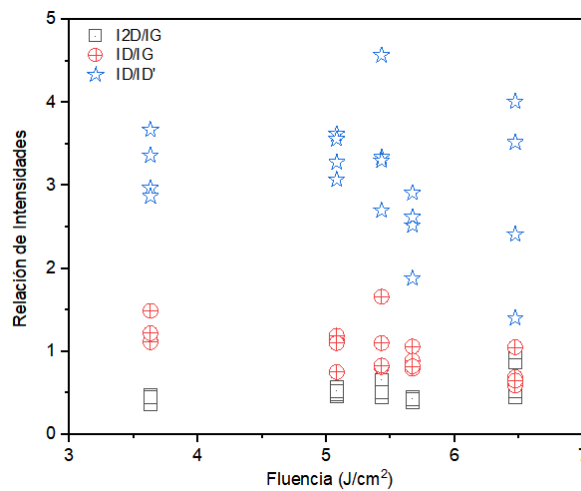


Figura 25. Evolución de relación de intensidades Raman vs. Fluencia.
(Fuente: propia)

i. Resultados de espectroscopía Raman de la muestra 1

Para esta muestra se seleccionaron 5 puntos aleatorios en la muestra, en la Figura 26 a) se muestran las 5 curvas. En la Figura 26 b) se muestra el ajuste de bandas del punto 1. El ajuste se logró en 25 iteraciones con un R² de 0,9870. Para determinar la

uniformidad de las muestras se hizo la deconvolución de 3 espectros más, cuyos resultados se muestran en la Tabla 9. Las deconvoluciones se realizaron para todas las muestras.

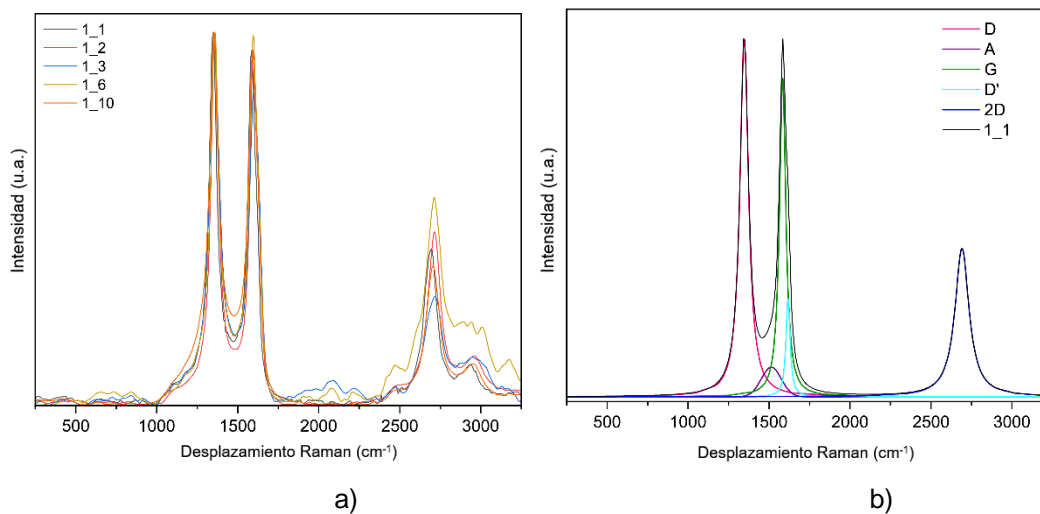


Figura 26. Espectros Raman de la muestra 1 obtenidos en puntos aleatorios (a) y deconvolución del espectro punto 1 de la muestra 1 (b).
(Fuente: propia)

ii. Resultados de espectroscopía Raman de la muestra 5

Para esta muestra se seleccionaron 10 puntos aleatorios en la muestra, en la Figura 27 a) se muestran las 10 curvas. En la Figura 27 b) se muestra el ajuste de bandas. El ajuste se logró en 21 iteraciones con un R^2 de 0,9869.

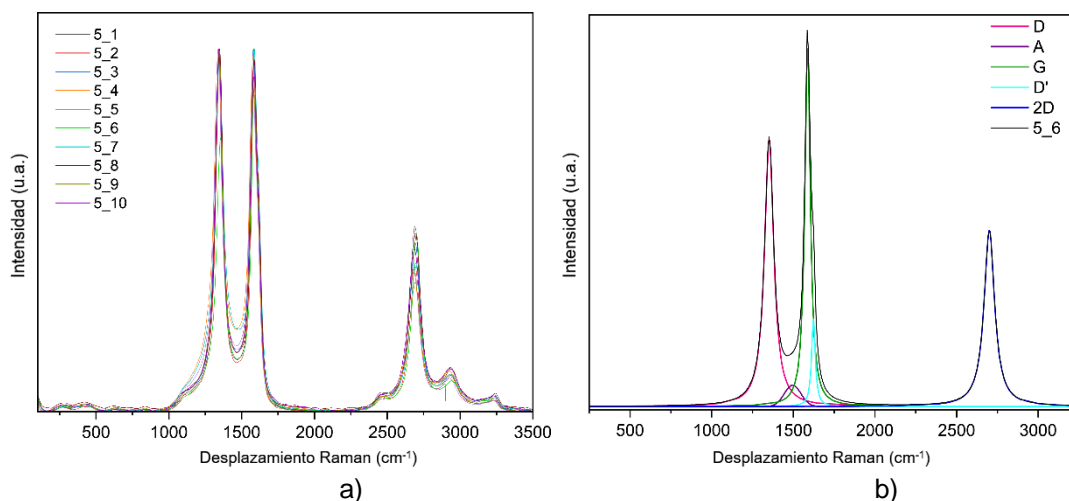


Figura 27. Espectros Raman de la muestra 5 obtenidos en puntos aleatorios (a) y deconvolución del espectro punto 6 de la muestra 5 (b).
(Fuente: propia)

iii. Resultados de la espectroscopía Raman de la muestra 7

Para esta muestra se seleccionaron 10 puntos aleatorios en la muestra, en la Figura 28 a) se muestran las 10 curvas. En la Figura 28 b) se muestra el ajuste de bandas. El ajuste se logró en 31 iteraciones con un R^2 de 0,9877.

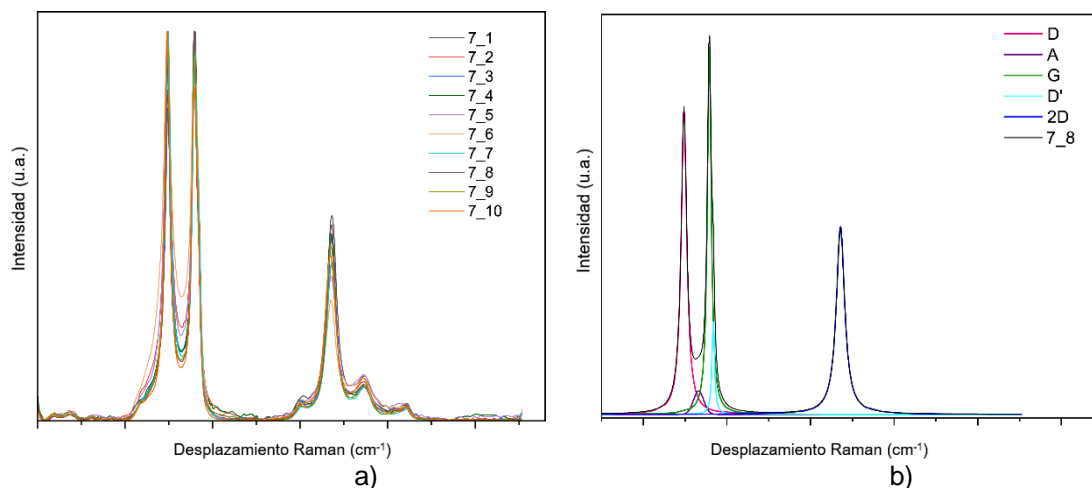


Figura 28. Espectros Raman de la muestra 7 obtenidos en puntos aleatorios (a) y deconvolución del espectro punto 8 de la muestra 7. (Fuente: propia)

iv. Resultados de la espectroscopía Raman de la muestra 9

Para esta muestra se seleccionaron 10 puntos aleatorios en la muestra, en la Figura 29 a) se muestran las 10 curvas. En la Figura 29 b) se muestra el ajuste de bandas. El ajuste se logró en 25 iteraciones con un R^2 de 0,9913.

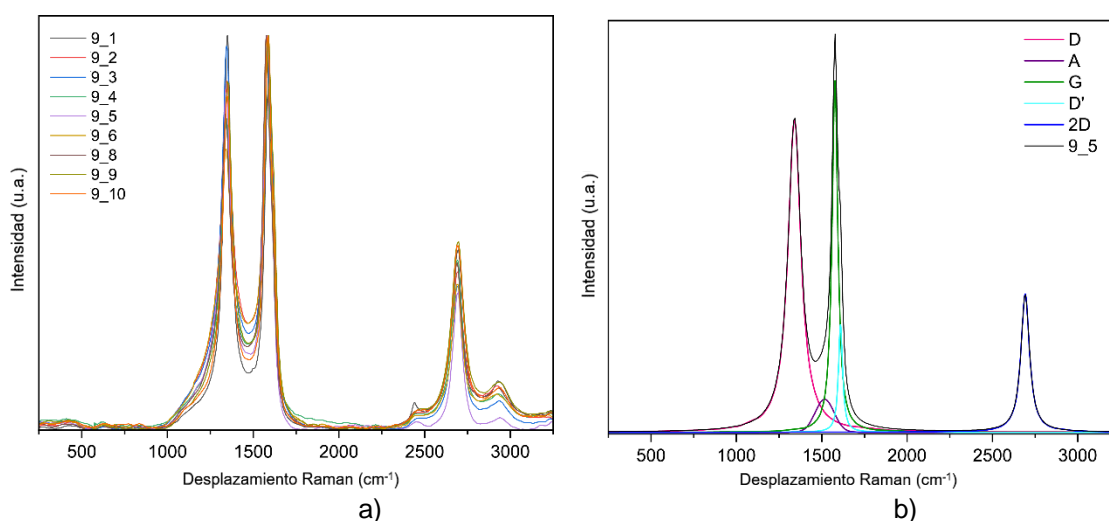


Figura 29. Espectros Raman de la muestra 9 obtenidos en puntos aleatorios (a) y deconvolución del espectro punto 5 de la muestra 9. (Fuente: propia)

v. Resultados de la espectroscopía Raman de la muestra 11.

Para esta muestra se seleccionaron 9 puntos aleatorios en la muestra, en la Figura 30 a) se muestran las 9 curvas. En la Figura 30 b) se muestra el ajuste de bandas. El ajuste se logró en 11 iteraciones con un R^2 de 0,9889.

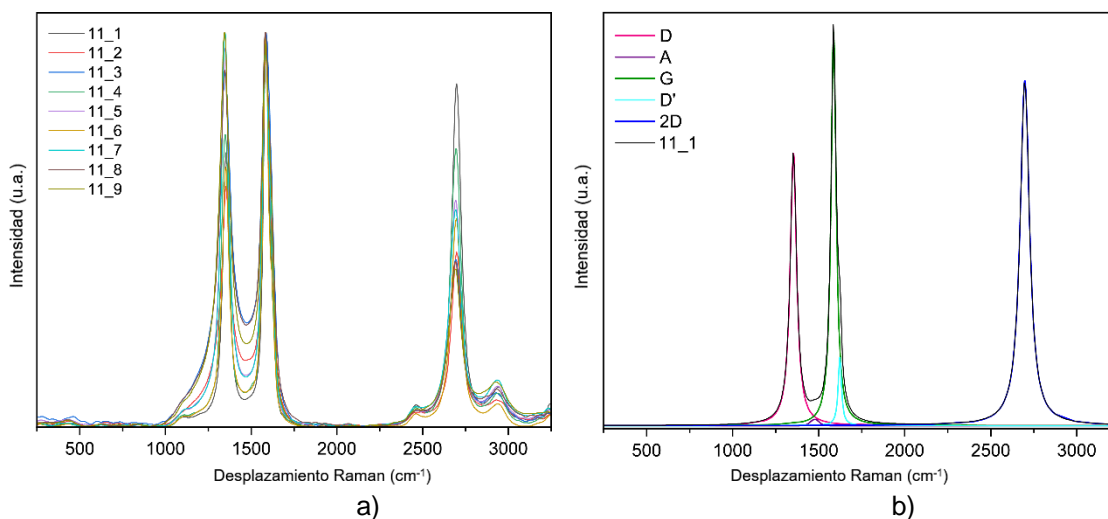


Figura 30. Espectros Raman de la muestra 11 obtenidos en puntos aleatorios (a) y deconvolución del espectro punto 1 de la muestra 11. (Fuente: propia)

vi. Resultados de la espectroscopía Raman de la muestra 12.

Para esta muestra se seleccionaron 10 puntos aleatorios en la muestra, en la Figura 31 a) se muestran las 10 curvas. En la Figura 31 b) se muestra el ajuste de bandas. El ajuste se logró en 17 iteraciones con un R^2 de 0,9922.

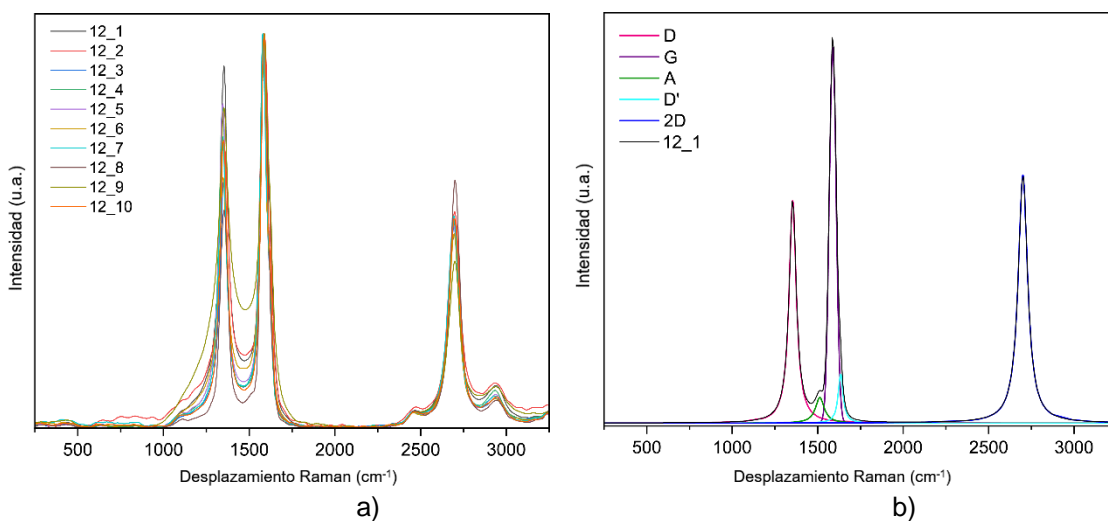


Figura 31. Espectros Raman de la muestra 12 obtenidos en puntos aleatorios (a) y deconvolución del espectro punto 1 de la muestra 12. (Fuente: propia)

c) Método Van der Pauw

Los resultados de la caracterización Van der Pauw se presentan a continuación. Se realizaron mediciones para todas las muestras.

Tabla 10. Resultados de resistencia laminar de 12 muestras

Muestra	Potencia [W]	Distancia focal [mm]	Cant. de pasadas	Resistencia Laminar [Ω /sq]
1	0,33	50	1	289,04
2	0,33	50	2	206,91
3	0,33	51	1	100,36
4	0,33	51	2	79,00
5	0,44	50	1	44,18
6	0,44	50	2	34,24
7	0,44	51	1	46,41
8	0,44	51	2	32,32
9	0,55	50	1	29,52
10	0,55	50	2	23,76
11	0,55	51	1	30,67
12	0,55	51	2	22,93

(Fuente: propia)

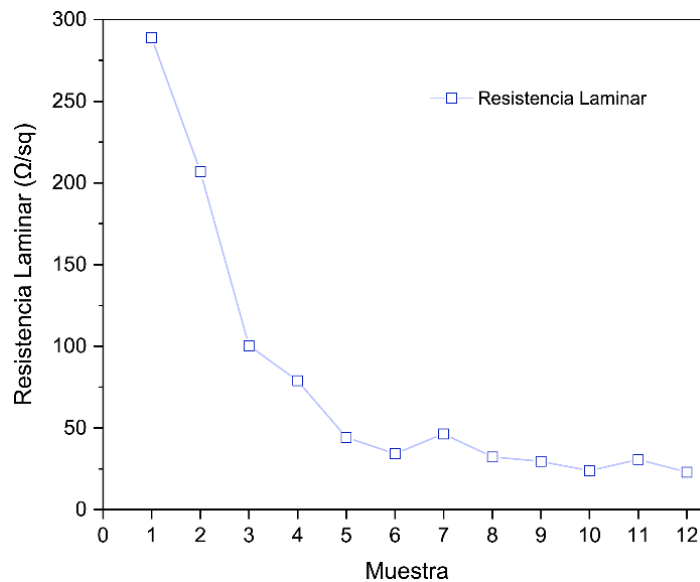


Figura 32. Resistencia laminar por muestra.

(Fuente: propia)

d) Strain Gauge Factor

Los ensayos de flexión arrojaron los siguientes resultados con respecto a el *strain gauge factor* (GF) de los sensores seleccionados para su análisis:

A. Curva GF del ensayo a flexión en tres puntos de la Muestra 1

La pendiente de la curva de la Figura 33 representa el *strain gauge factor* de la muestra del sensor 1, el valor es de $0,09813 \pm 0,00135$ con un R^2 de 0,959 en valores de deformación del 0 al 5%.

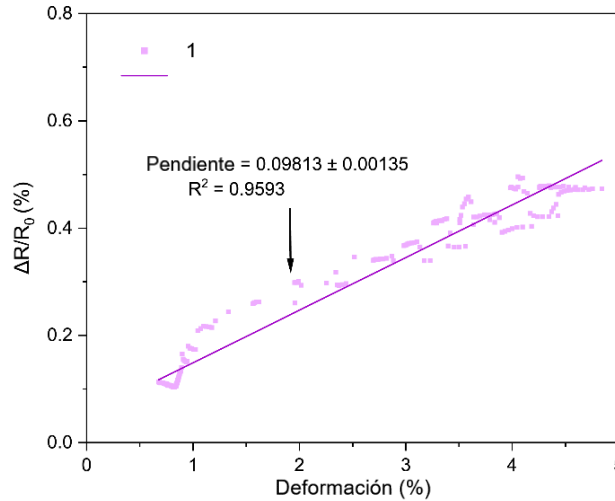


Figura 33. Resistencia normalizada vs. deformación a flexión 3 puntos muestra 1. (Fuente: propia)

B. Curva GF del ensayo a flexión en tres puntos de la muestra 5

La pendiente de la curva de la Figura 34 representa el *strain gauge factor* de la muestra del sensor 5, el valor es de $0,22651 \pm 0,0046$ con un R^2 de 0,9858 en valores de deformación del 0 al 5%.

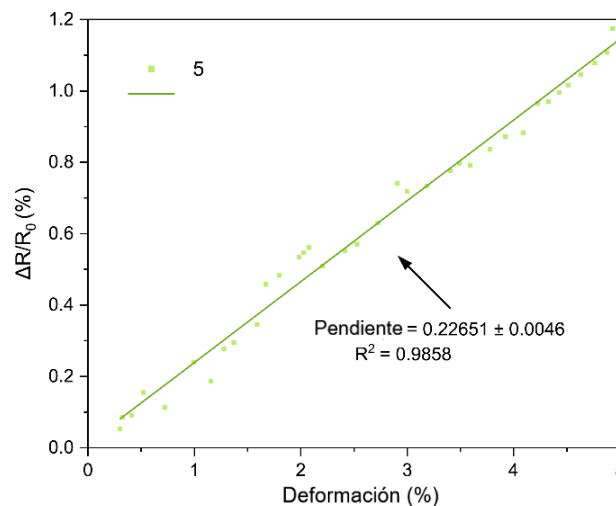


Figura 34. Resistencia normalizada vs. deformación a flexión 3 puntos muestra 5. (Fuente: propia)

C. Curva GF del ensayo a flexión en tres puntos de la muestra 7

La pendiente de la curva de la Figura 35 representa el strain gauge factor de la muestra del sensor 7, el valor es de $1,11011 \pm 0,03062$ con un R^2 de 0,9762 en valores de deformación del 0 al 4,5%.

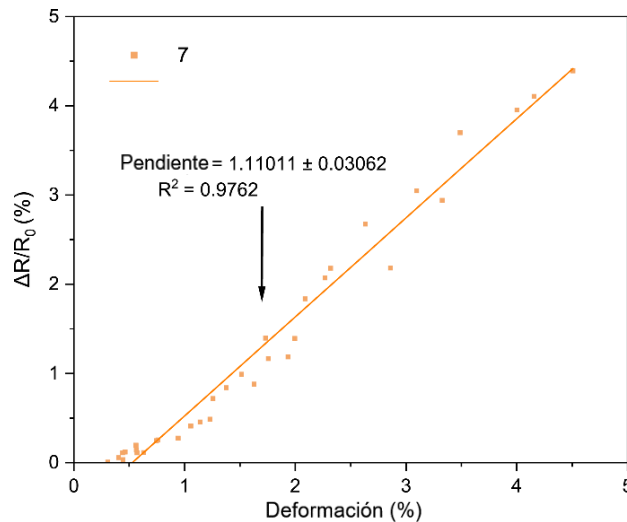


Figura 35. Resistencia normalizada vs. deformación a flexión 3 puntos muestra 7. (Fuente: propia)

D. Curva GF del ensayo a flexión en tres puntos de la muestra 9

La pendiente de la curva de la Figura 36 representa el strain gauge factor de la muestra del sensor 9, el valor es de $0,18243 \pm 0,00304$ con un R^2 de 0,9846 en valores de deformación del 0 al 4%.

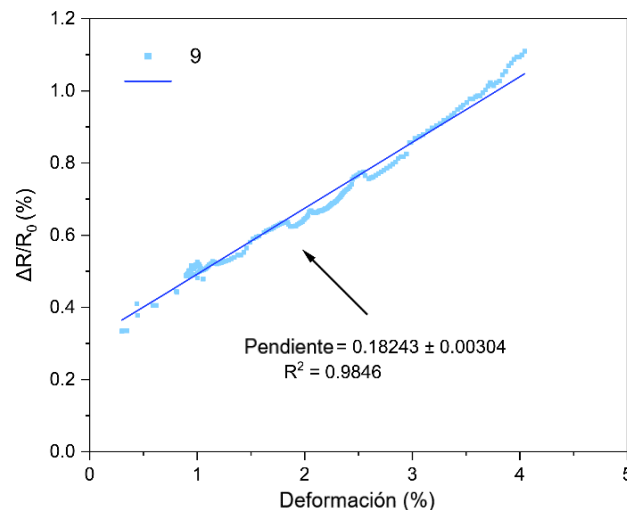


Figura 36. Resistencia normalizada vs. deformación a flexión 3 puntos muestra 9. (Fuente: propia)

E. Curva GF del ensayo a flexión en tres puntos de la muestra 11

La pendiente de la curva de la Figura 37 representa el strain gauge factor de la muestra del sensor 11, el valor es de $0,26115 \pm 0,00473$ con un R^2 de 0,9429 en valores de deformación del 0 al 4,5%.

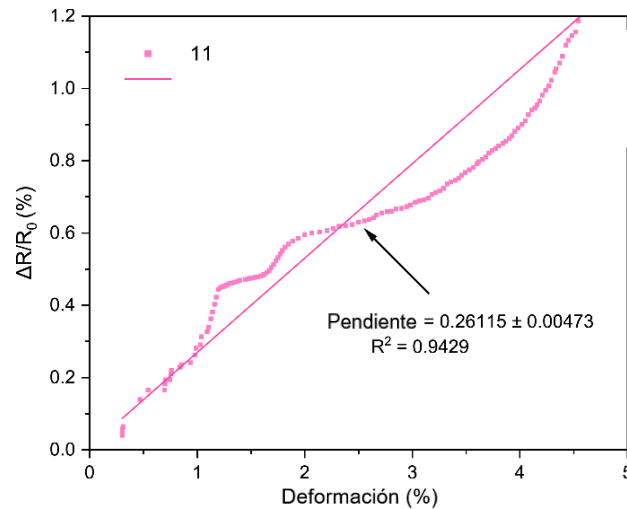


Figura 37. Resistencia normalizada vs. deformación a flexión 3 puntos muestra 11. (Fuente: propia)

F. Curva GF del ensayo a flexión en tres puntos de la muestra 12

La pendiente de la curva de la Figura 38 representa el strain gauge factor de la muestra del sensor 12, el valor es de $0,16059 \pm 0,0024$ con un R^2 de 0,9838 en valores de deformación del 0 al 5%.

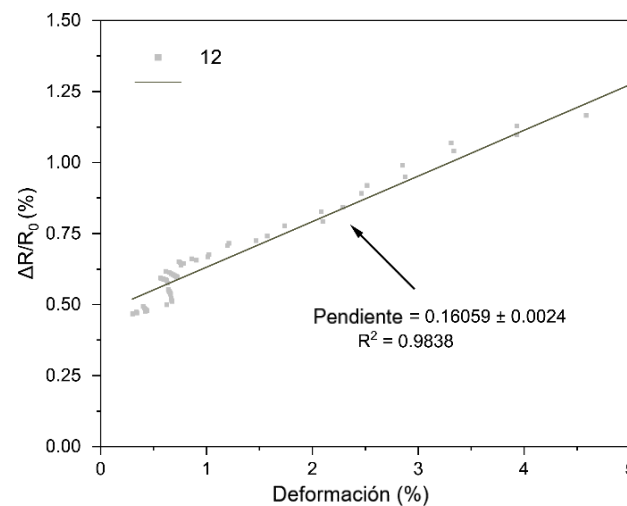


Figura 38. Resistencia normalizada vs. deformación a flexión 3 puntos muestra 12. (Fuente: propia)

e) Resultados de fluencia del láser

Los resultados se presentan en la Tabla 11 mostrada a continuación:

Tabla 11. Cálculo de fluencia del láser.

Muestra	Línea	Tiempo (s)	Área (cm ²)	Tiempo(s)/Área(cm ²)	Promedio (t/A)	Potencia Medida (W)	Fluencia (J/cm ²)
1	a	0,48	0,0124	38,7097	39,2225	0,0925	3,6281
	b	0,41	0,0107	38,3536			
	c	0,43	0,0106	40,6043			
3	a	0,43	0,0105	40,8745	40,2297	0,09235	3,7152
	b	0,43	0,0108	39,9628			
	c	0,43	0,0108	39,8517			
5	a	0,48	0,0141	34,0426	36,3432	0,1399	5,0844
	b	0,42	0,0113	37,1681			
	c	0,43	0,0114	37,8188			
7	a	0,42	0,0111	37,9061	38,4868	0,141	5,4266
	b	0,42	0,0106	39,5108			
	c	0,42	0,0110	38,0435			
9	a	0,48	0,0148	32,3668	32,5755	0,174	5,6681
	b	0,43	0,0138	31,0694			
	c	0,43	0,0138	31,0694			
11	a	0,43	0,0113	38,2222	36,9475	0,175	6,4658
	b	0,43	0,0119	36,2105			
	c	0,43	0,0118	36,4098			

(Fuente: propia)

3.2 Discusión

La investigación de métodos convencionales para la obtención de grafeno se enfrenta al desafío de utilizar productos químicos tóxicos, lo que representa un riesgo significativo para el medio ambiente [111]. El grafeno obtenido mediante síntesis láser ha despertado interés en la investigación por su potencial para superar las barreras en el estudio y producción a gran escala del grafeno.

En particular, el uso de láseres de diodo ha surgido como una alternativa altamente efectiva y económica para la producción de grafeno. Esta metodología ofrece ventajas significativas, como la rapidez en la obtención de grafeno de alta calidad, un costo

reducido y la posibilidad de utilizar una variedad de precursores desde polímeros hasta materiales basados en celulosa [112] [52].

La investigación de obtención de grafeno con láseres presenta varios aspectos relevantes que deben ser estudiados y probados para poder perfeccionar el método. Estos aspectos incluyen la selección del láser, sustrato, parámetros de síntesis, si es que se requiere transferencia del grafeno a otro material, aplicación, etc. [113] [114]. En esta investigación se estudió la influencia de las variables de potencia, distancia focal y cantidad de escaneos del laser diodo de 450 nm de longitud de onda.

En las imágenes obtenidas por microscopía electrónica de barrido se pudo observar que con respecto a los tamaños de poros, estos tienden a disminuir de tamaño a medida que la potencia del láser aumenta. De acuerdo con Liyong et al., la razón de este fenómeno es que a medida que la energía del láser aumenta, el área donde se aplica energía experimenta una mayor evaporación o descomposición [115].

También se nota que existe un rango amplio de tamaños de poro, al parecer esto tiene relación con la poca homogeneidad del barrido ocasionado por el movimiento del láser a causa de los servomotores. En general la microscopía SEM revela que el material exhibe una apariencia similar a la espuma, con una estructura de poros organizada en diferentes niveles. Es decir que los poros están presentes en diferentes tamaños y distribuidos de manera ordenada formando una estructura jerárquica [109].

En la espectroscopia Raman se observó la banda 2D característica de los materiales basados en grafeno. Los valores de relaciones de intensidades se pueden observar gráficamente en la Figura 25, donde se observó que la relación de intensidades de la banda D y G tiende a disminuir a medida que la fluencia del láser aumentaba. De acuerdo con Esqueda et al., el aumento de este valor muestra una mayor cantidad de defectos y reducción en la cristalinidad de la muestra [116]. La irradiación con el laser provoca transformaciones de fase localizadas como fusión, vaporización e incluso recristalización lo cual puede provocar el aumento de defectos que se ve reflejado en esta relación de I_D/I_G [111]. Esto se puede explicar debido a que cuando el laser irradia el material precursor con grafeno, se pierden anillos sp^2 y la intensidad de la banda D aumenta [94].

En la relación de la intensidad de banda 2D con G se puede observar que tiende a aumentar, esta relación revela información de las capas de grafeno de la muestra. En este caso la mayoría se encuentra en un rango de 0 a 1 lo cual revela que se trata de

un grafeno multicapa [117]. La relación de intensidades de la banda D con D' se encuentra, en su mayoría, entre 3 y 4 lo que revela que los defectos que prevalecen son de tipo borde [104], lo que es coherente a lo observado en la imágenes SEM, las muestras son altamente porosas y presentan gran cantidad de bordes.

Los defectos aumentaron a medida que la energía del láser también aumentó, este resultado coincide con el estudio de Huang et al., donde al aumentar la energía, se reporta que los defectos en sus muestras aumentaron en igual medida [118]. Uno de los puntos revela que este valor asciende a 4,5 es decir que se tiene un bajo desorden estructural. Los defectos se debieron principalmente a una mezcla de defectos de tipo vacancias con los defectos de borde [116]. En tanto que, de acuerdo a Venezuela et al., los valores que se acercan a 1,3 corresponderían a defectos puntuales que ocurren cuando falta un átomo o cuando ocupa una posición diferente a la ideal de la red cristalina [119].

Los valores calculados de error estándar de las relaciones de intensidades muestran que existe una variabilidad relativamente baja, es decir, de hasta el 12,8% en la relación de la intensidad de banda 2D con G. Esto evidencia que varios puntos de una muestra resultan medianamente homogéneos al tratarse de la cantidad de capas de grafeno.

Con respecto a la relación I_D/I_G y a $I_D/I_{D'}$ el error estándar asciende hasta 19,7% y 58,4% demostrando que las muestras son poco homogéneas. Esta homogeneidad reducida puede ser causada por la poca precisión de los servomotores a nivel microscópico y, como se puede observar en la Tabla 5, altos porcentajes de solapamiento entre escaneos con el láser.

Los espectros Raman de las muestras analizadas presentan mejores resultados que los mostrados en el estudio de Yen et al., donde los valores de la relación de intensidades de las bandas 2D y G fluctúan entre 0,41 y 0,50 [85]. En tanto que en esta presente investigación se lograron obtener valores que varían desde 0,39 hasta 0,99 demostrando que a pesar de no utilizar un láser más avanzado como lo es el de CO_2 es posible obtener grafeno con menor número de capas.

Los resultados obtenidos mediante la medición de resistencia laminar Van der Pauw revelan una tendencia decreciente de los valores frente al aumento de la fluencia. Sin embargo, se observa una disminución en el valor de resistencia laminar cuando se realizan dos escaneos con la misma potencia y enfoque. Además, se observa que los valores de resistencia laminar parecen converger hacia un valor cercano a 20 (Ω/sq) a

medida que se aumenta la fluencia. Por consiguiente, se puede concluir que los valores de resistencia laminar bajo las condiciones evaluadas en este estudio no son inferiores a este valor.

Esta disminución en la resistencia laminar resulta coherente con las características de las imágenes obtenidas con microscopía electrónica de barrido. Es decir, un menor tamaño de poros provoca una mayor superficie específica en el material y a su vez se reduce la resistencia al paso de corriente eléctrica.

Estos resultados contrastan con los valores obtenidos en el estudio de Wang et al., donde se observa que al usar un láser UV, los autores lograron un valor de resistencia mínimo de aproximadamente 150 (Ω/sq). En tanto que cuando los investigadores utilizaron el láser de CO_2 , fue cuando lograron reducir los valores de resistencia laminar hasta los obtenidos en este estudio [115].

Los valores de *strain gauge factor* en ensayos de flexión de 3 puntos se resumen en la Tabla 12. Los resultados presentan un ajuste satisfactorio a los datos obtenidos del ensayo puesto que los valores de R^2 oscilan entre 0,9429 y 0,9858. Los resultados obtenidos son congruentes con el estudio de Liu et al., donde en potencias de hasta 0,75 W de un láser de CO_2 irradiado sobre poliimida en condiciones ambientales, obtuvieron valores de *strain gauge factor* menores a 1 en deformaciones de 4,5 a 5% [89].

Los resultados contrastan con otro tipo de estudios, por ejemplo en la investigación de Huang et al., se obtuvo un valor de *strain gauge factor* de aproximadamente 37,8 con una potencia de hasta 40W de un láser de CO_2 irradiado sobre poliimida. El *strain gauge factor* se obtuvo en deformaciones de hasta 31,8%. La diferencia principal radica en que para la investigación mencionada, se utilizó un recubrimiento de goma de silicona en una geometría de sensor 6 veces más alargada de lo que se estudió en esta investigación [118].

Como se mencionó en la selección de la geometría, se descartaron patrones alargados debido a que deformaban la poliimida y al deformarse el material carbonizado se desprendía del sustrato. En resumen una de las principales diferencias de los *strain gauge factor* de ese estudio con el de Huang et al. radica en los recubrimientos utilizados. Los recubrimientos flexibles permiten elaborar geometrías más complejas y a su vez favorecen el aumento en valores del *strain gauge factor* de los sensores [87].

Tabla 12. Valores de Strain Gauge Factor obtenidos en los sensores de grafeno.

Muestra	<i>Strain gauge Factor</i>
1	0,0981
5	0,2265
7	1,1101
9	0,1824
11	0,2612
12	0,1606

(Fuente: propia)

En cuanto a los valores de *gauge factor* que respectan a los parámetros de fabricación planteados inicialmente, se puede observar que entre la muestra 1 y 5 existe una notable mejoría, esto se debe al aumento de la potencia del láser. Entre la muestra 5 y 7 o también 9 y 11, se puede ver que el gauge factor es mejor a medida que la distancia focal aumentó. Y en cuanto a la evolución del gauge factor entre las muestras 11 y 12 se puede observar que el valor disminuye cuando se realizan dos escaneos perpendiculares en la misma geometría. Esto puede deberse a una disminución de grafeno que ocurre por la carbonización del material que ocurre en el segundo escaneo.

La muestra 7 destaca como la mejor en términos de respuesta a la flexión de 3 puntos, esto se debe a que presenta el valor más alto de *strain gauge factor*. Este factor se considera como una medida de sensibilidad de este tipo de sensores [120], por ende se puede afirmar que el sensor es más sensible cuando el valor de *strain gauge factor* es más alto.

Los resultados de la fluencia del láser revelan que, a pesar de considerar la variable de distancia focal, el factor predominante en el cálculo de la fluencia es la potencia utilizada del láser. Esto indica que el nivel de potencia es el determinante principal en cuanto a la cantidad de energía entregada al material por unidad de área, mientras que la distancia focal tiene una influencia secundaria en comparación. Como se menciona en el estudio de Choi et al., el efecto de la distancia focal se puede ver reflejado en la morfología de las muestras [121].

La influencia de la distancia focal se analizó con respecto a las muestras 5 y 7 que son aquellas que presentan los mismos parámetros de fabricación a excepción de la distancia focal. Los resultados de las micrografías SEM, revelaron que, con una distancia focal de 50 mm, correspondiente a la muestra 5, se obtuvo una mayor distancia entre picos y valles. Esto resulta lógico debido a que el fabricante del láser especifica

que el láser se encuentra mejor focalizado a 50 mm, por ende la definición será mayor [122].

Con respecto a los análisis Raman, los valores de la relación I_{2D}/I_G con una distancia focal de 50 mm son ligeramente mayores, es decir que la tendencia sería tener menos capas de grafeno a medida que el láser se focaliza. En lo que respecta a las relaciones I_D/I_G e I_D/I_D' , los valores tienden a aumentar cuando el láser tiene una distancia focal de 51 mm lo cual supone un aumento en la cantidad de defectos. Sin embargo, las diferencias de las relaciones de intensidades son mínimas como se observa en la Tabla 9.

4. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

Se fabricó satisfactoriamente un prototipo de sensor de flexión mediante la irradiación de una lámina de poliimida con un láser comercial de 450 nm de longitud de onda. Los electrodos obtenidos, de acuerdo a los resultados mostrados, están compuestos de una estructura de tipo grafeno, porosa, con una resistencia eléctrica laminar baja y con un factor de galga de 1,11 en deformaciones de hasta el 5%.

Se estudió el efecto que tiene la potencia, distancia focal y cantidad de grabados en el desempeño de los sensores probados a flexión. De acuerdo a los parámetros probados en este estudio, se determinó que los valores óptimos para obtener un mayor *strain gauge factor* son: fluencia de 5,43 J/cm², que corresponde a una potencia teórica de 0,44 W, distancia focal de 51 mm y 1 escaneo del láser.

Los resultados de la caracterización del material demostraron que en efecto se obtuvo grafeno de bajo costo y que sus características cambiaron en función de las variables estudiadas. La potencia del láser es el actor principal al momento de fabricar sensores a flexión a partir de grafeno. El parámetro de distancia focal no tuvo un impacto significativo en los resultados obtenidos de la elaboración de grafeno inducido por láser. Y el aumento en la cantidad de escaneos, disminuye la calidad del material obtenido y el *gauge factor* del sensor.

La microscopía electrónica de barrido y la espectroscopía Raman demostraron que las muestras son poco homogéneas a nivel microscópico. Los valores de error estándar en las relaciones de intensidades mostraron una variabilidad baja en la cantidad de capas de grafeno, pero un mayor error en la homogeneidad de las muestras en las relaciones I_D/I_G e I_D/I_D . Esto posiblemente debido a la poca precisión de los servomotores y el solapamiento en los escaneos láser.

En este estudio obtuvieron resistencias laminares menores a lo reportado en investigaciones previas, paralelamente se observa que existe una relación directamente proporcional entre los tamaños de poros y la resistencia laminar de las muestras. Sin embargo, no se puede concluir que los valores de *gauge factor* presenten una tendencia muy marcada en función de los tamaños de poros mencionados. Esto debido a otros factores como poca homogeneidad microscópica de las muestras, solapamientos entre escaneos o falta de muestras con los mismos parámetros de fabricación.

El grafeno obtenido en este trabajo es de bajo costo y permite obtener geometrías variadas. Además, los espectros Raman de las muestras tienen una similitud significativa con otros trabajos donde se obtuvo grafeno con láseres de CO₂. Incluso es posible mejorar los resultados mediante una adecuada selección de parámetros de obtención de grafeno mediante el uso del láser comercial de 450 nm de longitud de onda.

En el contexto de la síntesis de grafeno obtenido por inducción láser, es importante tener clara la aplicación específica que se pretende dar al grafeno obtenido por este método. En este sentido, se concluye que no existe un método perfecto para la obtención de grafeno, sino que es fundamental encontrar un equilibrio entre los objetivos buscados y los recursos disponibles. Además, de los parámetros de obtención del material, la correcta selección de la geometría requerida para la aplicación resulta de vital importancia, aspecto que se logró satisfactoriamente en el marco de esta investigación.

Es fundamental realizar investigaciones futuras que se enfoquen en analizar la influencia de diversos parámetros de fabricación, tipo de atmósfera, sustratos alternativos, así como el recubrimiento de los sensores elaborados con grafeno, etc. Estudios donde se utilice una mayor cantidad de muestras de forma que se pueda ampliar la información hasta desarrollar modelos que permitan optimizar la obtención de grafeno en función de las necesidades específicas de la aplicación.

5. Bibliografía

- [1] C. R. Holkar, S. S. Jain, A. J. Jadhav, and D. V. Pinjari, "Scale-Up Technologies for Advanced Nanomaterials for Green Energy: Feasibilities and Challenges," *Nanomater. Green Energy*, pp. 433–455, Jan. 2018, doi: 10.1016/B978-0-12-813731-4.00014-X.
- [2] V. Dhinakaran, M. Lavanya, K. Vigneswari, M. Ravichandran, and M. D. Vijayakumar, "Review on exploration of graphene in diverse applications and its future horizon," *Mater. Today Proc.*, vol. 27, pp. 824–828, Jan. 2020, doi: 10.1016/J.MATPR.2019.12.369.
- [3] "Applications - Graphene - The University of Manchester." <https://www.graphene.manchester.ac.uk/learn/applications/> (accessed Dec. 16, 2022).
- [4] R. Waters, "Graphene for electronics applications with Lilei Ye | Graphene Flagship." <https://graphene-flagship.eu/graphene/news/graphene-for-electronics-applications-with-lilei-ye/> (accessed Nov. 06, 2022).
- [5] M. T. uddeen Safian, K. Umar, and M. N. Mohamad Ibrahim, "Synthesis and scalability of graphene and its derivatives: A journey towards sustainable and commercial material," *J. Clean. Prod.*, vol. 318, p. 128603, Oct. 2021, doi: 10.1016/J.JCLEPRO.2021.128603.
- [6] D. Akinwande *et al.*, "Graphene and two-dimensional materials for silicon technology," *Nat. 2019 5737775*, vol. 573, no. 7775, pp. 507–518, Sep. 2019, doi: 10.1038/s41586-019-1573-9.
- [7] J. Yang *et al.*, "Improving the electrical conductivity of copper/graphene composites by reducing the interfacial impurities using spark plasma sintering diffusion bonding," *J. Mater. Res. Technol.*, vol. 15, pp. 3005–3015, Nov. 2021, doi: 10.1016/J.JMRT.2021.09.100.

- [8] A. Ali, F. Liang, J. Zhu, and P. K. Shen, "The role of graphene in rechargeable lithium batteries: Synthesis, functionalisation, and perspectives," *Nano Mater. Sci.*, Aug. 2022, doi: 10.1016/J.NANOMS.2022.07.004.
- [9] N. Malik, T. Arfin, and A. U. Khan, "Graphene nanomaterials: chemistry and pharmaceutical perspectives," *Nanomater. Drug Deliv. Ther.*, pp. 373–402, Jan. 2019, doi: 10.1016/B978-0-12-816505-8.00002-3.
- [10] R. Han *et al.*, "Facile fabrication of rGO/LIG-based temperature sensor with high sensitivity," *Mater. Lett.*, vol. 304, p. 130637, Dec. 2021, doi: 10.1016/J.MATLET.2021.130637.
- [11] H. Hasbullah *et al.*, "16 -Nanoengineered Materials for Water and Wastewater Treatments," *Nanotechnol. Water Wastewater Treat. Theory Appl.*, pp. 303–335, Nov. 2018, doi: 10.1016/B978-0-12-813902-8.00016-2.
- [12] M. C. dos Santos, M. C. Maynard, L. R. Aveiro, E. C. da Paz, and V. dos Santos Pinheiro, "Carbon-Based Materials: Recent Advances, Challenges, and Perspectives," *Ref. Modul. Mater. Sci. Mater. Eng.*, Jan. 2017, doi: 10.1016/B978-0-12-803581-8.09262-6.
- [13] M. Andersson, A. Lloyd Spetz, and R. Pearce, "Recent trends in silicon carbide (SiC) and graphene-based gas sensors," *Semicond. Gas Sensors*, pp. 117–158, Jan. 2013, doi: 10.1533/9780857098665.2.117.
- [14] A. N. Amenaghawon, C. L. Anyalewechi, and H. S. Kusuma, "Polysaccharides for inorganic nanomaterials synthesis," *Green Sustain. Process Chem. Environ. Eng. Sci. Green Inorg. Synth.*, pp. 201–225, Jan. 2021, doi: 10.1016/B978-0-12-821887-7.00005-7.
- [15] S. Kurbanoglu, B. Uslu, and S. A. Ozkan, "Carbon-based nanostructures for electrochemical analysis of oral medicines," *Nanostructures Oral Med.*, pp. 885–938, Jan. 2017, doi: 10.1016/B978-0-323-47720-8.00029-8.
- [16] P. Kamedulski, M. Skorupska, P. Binkowski, W. Arendarska, A. Ilnicka, and J. P. Lukaszewicz, "High surface area micro-mesoporous graphene for electrochemical

applications,” *Sci. Reports 2021 111*, vol. 11, no. 1, pp. 1–12, Nov. 2021, doi: 10.1038/s41598-021-01154-0.

[17] X. Liang, “Transition from Tubes to Sheets—A Comparison of the Properties and Applications of Carbon Nanotubes and Graphene,” *Nanotub. Superfiber Mater. Chang. Eng. Des.*, pp. 519–568, Jan. 2014, doi: 10.1016/B978-1-4557-7863-8.00019-0.

[18] N. O. Weiss *et al.*, “Graphene: an emerging electronic material,” *Adv. Mater.*, vol. 24, no. 43, pp. 5782–5825, Nov. 2012, doi: 10.1002/ADMA.201201482.

[19] N. Wang *et al.*, “Tailoring the Thermal and Mechanical Properties of Graphene Film by Structural Engineering,” *Small*, vol. 14, no. 29, Jul. 2018, doi: 10.1002/SMLL.201801346.

[20] D. G. Papageorgiou, I. A. Kinloch, and R. J. Young, “Mechanical properties of graphene and graphene-based nanocomposites,” *Prog. Mater. Sci.*, vol. 90, pp. 75–127, Oct. 2017, doi: 10.1016/J.PMATSCI.2017.07.004.

[21] C. Lee, X. Wei, J. W. Kysar, and J. Hone, “Measurement of the elastic properties and intrinsic strength of monolayer graphene,” *Science*, vol. 321, no. 5887, pp. 385–388, Jul. 2008, doi: 10.1126/SCIENCE.1157996.

[22] “Graphene | Density, Strength, Melting Point,” 2023. <https://material-properties.org/graphene-density-strength-melting-point/> (accessed Jan. 30, 2023).

[23] T. A. Silva, J. S. Stefano, and B. C. Janegitz, “Sensing Materials: Nanomaterials,” *Encycl. Sensors Biosens.*, pp. 212–230, Jan. 2023, doi: 10.1016/B978-0-12-822548-6.00023-6.

[24] “Application of nanomaterials-based sensor for food analysis,” *Adv. Food Anal. Tools*, pp. 213–235, Jan. 2021, doi: 10.1016/B978-0-12-820591-4.00011-6.

[25] T. A. Tabish and S. Zhang, “Graphene Quantum Dots: Syntheses, Properties, and Biological Applications,” *Compr. Nanosci. Nanotechnol.*, vol. 1–5, pp. 171–192, Jan. 2016, doi: 10.1016/B978-0-12-803581-8.04133-3.

- [26] A. Gutiérrez-Cruz, A. R. Ruiz-Hernández, J. F. Vega-Clemente, D. G. Luna-Gazcón, and J. Campos-Delgado, "A review of top-down and bottom-up synthesis methods for the production of graphene, graphene oxide and reduced graphene oxide," *J. Mater. Sci.* 2022 5731, vol. 57, no. 31, pp. 14543–14578, Aug. 2022, doi: 10.1007/S10853-022-07514-Z.
- [27] A. Anwar, T. P. Chang, and C. T. Chen, "Graphene oxide synthesis using a top-down approach and discrete characterization techniques: a holistic review," *Carbon Lett.*, vol. 32, no. 1, pp. 1–38, Feb. 2022, doi: 10.1007/S42823-021-00272-Z/METRICS.
- [28] M. S. A. Bhuyan, M. N. Uddin, M. M. Islam, F. A. Bipasha, and S. S. Hossain, "Synthesis of graphene," *Int. Nano Lett.* 2016 62, vol. 6, no. 2, pp. 65–83, Feb. 2016, doi: 10.1007/S40089-015-0176-1.
- [29] K. S. Novoselov *et al.*, "Two-dimensional atomic crystals," *Proc. Natl. Acad. Sci. U. S. A.*, vol. 102, no. 30, pp. 10451–10453, Jul. 2005, doi: 10.1073/PNAS.0502848102/ASSET/42E09135-5FC8-49D9-9A4F-EC8415C3CDE5/ASSETS/GRAPHIC/ZPQ0290589320003.JPEG.
- [30] W. Zheng and L. Y. S. Lee, "Beyond sonication: Advanced exfoliation methods for scalable production of 2D materials," *Matter*, vol. 5, no. 2, pp. 515–545, Feb. 2022, doi: 10.1016/J.MATT.2021.12.010.
- [31] Y. Xu, H. Cao, Y. Xue, B. Li, and W. Cai, "Liquid-Phase Exfoliation of Graphene: An Overview on Exfoliation Media, Techniques, and Challenges," *Nanomaterials*, vol. 8, no. 11, Nov. 2018, doi: 10.3390/NANO8110942.
- [32] Z. Li *et al.*, "Mechanisms of Liquid-Phase Exfoliation for the Production of Graphene," *ACS Nano*, vol. 14, no. 9, pp. 10976–10985, Sep. 2020, doi: 10.1021/ACSNANO.0C03916/SUPPL_FILE/NN0C03916_SI_001.PDF.
- [33] F. Liu *et al.*, "Synthesis of graphene materials by electrochemical exfoliation: Recent progress and future potential," *Carbon Energy*, vol. 1, no. 2, pp. 173–199, Dec. 2019, doi: 10.1002/CEY2.14.

- [34] A. A. MOOSA and M. S. ABED, "Graphene preparation and graphite exfoliation," *Turkish J. Chem.*, vol. 45, no. 3, p. 493, 2021, doi: 10.3906/KIM-2101-19.
- [35] S. A. Grinshpun, M. Yermakov, and M. Khodoun, "Autoclave sterilization and ethanol treatment of re-used surgical masks and N95 respirators during COVID-19: impact on their performance and integrity," *J. Hosp. Infect.*, vol. 105, no. 4, pp. 608–614, Aug. 2020, doi: 10.1016/j.jhin.2020.06.030.
- [36] H. Tetlow, J. Posthuma de Boer, I. J. Ford, D. D. Vvedensky, J. Coraux, and L. Kantorovich, "Growth of epitaxial graphene: Theory and experiment," *Phys. Rep.*, vol. 542, no. 3, pp. 195–295, Sep. 2014, doi: 10.1016/J.PHYSREP.2014.03.003.
- [37] K.-H. Dahmen, "Chemical Vapor Deposition," *Encycl. Phys. Sci. Technol.*, pp. 787–808, Jan. 2003, doi: 10.1016/B0-12-227410-5/00102-2.
- [38] A. Pareek and S. V. Mohan, "Graphene and Its Applications in Microbial Electrochemical Technology," *Biomass, Biofuels, Biochem. Microb. Electrochem. Technol. Sustain. Platf. Fuels, Chem. Remediat.*, pp. 75–97, Jan. 2019, doi: 10.1016/B978-0-444-64052-9.00004-2.
- [39] J. O. Carlsson and P. M. Martin, "Chemical Vapor Deposition," *Handb. Depos. Technol. Film. Coatings Sci. Appl. Technol.*, pp. 314–363, Jan. 2010, doi: 10.1016/B978-0-8155-2031-3.00007-7.
- [40] P. Sharma, A. Gedanken, F. Chowdhury Asif, and G. C. Saha, "Graphene-like Carbon Structure Synthesis from Biomass Pyrolysis: A Critical Review on Feedstock–Process–Properties Relationship," *C 2023, Vol. 9, Page 31*, vol. 9, no. 1, p. 31, Mar. 2023, doi: 10.3390/C9010031.
- [41] H. Xu, Q. Lin, T. Zhou, T. Chen, S. Lin, and S. Dong, "Facile preparation of graphene nanosheets by pyrolysis of coal-tar pitch with the presence of aluminum," *J. Anal. Appl. Pyrolysis*, vol. 110, no. 1, pp. 481–485, Nov. 2014, doi: 10.1016/J.JAAP.2014.10.017.
- [42] D. Wei and Y. Liu, "Controllable Synthesis of Graphene and Its Applications," *Adv. Mater.*, vol. 22, no. 30, pp. 3225–3241, Aug. 2010, doi: 10.1002/ADMA.200904144.

- [43] B. Garg and Y. C. Ling, "Versatilities of graphene-based catalysts in organic transformations," *Green Mater.*, vol. 1, no. 1, pp. 47–61, Mar. 2013, doi: 10.1680/GMAT.12.00008/ASSET/IMAGES/SMALL/GMAT1-0047-F35.GIF.
- [44] B. Dai *et al.*, "High-quality single-layer graphene via reparative reduction of graphene oxide," *Nano Res.*, vol. 4, no. 5, pp. 434–439, Feb. 2011, doi: 10.1007/S12274-011-0099-8/METRICS.
- [45] M. Athanasiou, N. Samartzis, L. Sygellou, V. Dracopoulos, T. Ioannides, and S. N. Yannopoulos, "High-quality laser-assisted biomass-based turbostratic graphene for high-performance supercapacitors," *Carbon N. Y.*, vol. 172, pp. 750–761, Feb. 2021, doi: 10.1016/J.CARBON.2020.10.042.
- [46] Y. Wang, Y. Zhao, X. Li, L. Jiang, and L. Qu, "Laser-Based Growth and Treatment of Graphene for Advanced Photo- and Electro-Related Device Applications," *Adv. Funct. Mater.*, vol. 32, no. 42, p. 2203164, Oct. 2022, doi: 10.1002/ADFM.202203164.
- [47] P. A. Advincula, D. X. Luong, W. Chen, S. Raghuraman, R. Shahsavari, and J. M. Tour, "Flash graphene from rubber waste," *Carbon N. Y.*, vol. 178, pp. 649–656, Jun. 2021, doi: 10.1016/j.carbon.2021.03.020.
- [48] W. Chen *et al.*, "Heteroatom-Doped Flash Graphene," *ACS Nano*, vol. 16, no. 4, pp. 6646–6656, Apr. 2022, doi: 10.1021/ACSNANO.2C01136.
- [49] N. H. Barbhuiya *et al.*, "The Future of Flash Graphene for the Sustainable Management of Solid Waste," *ACS Nano*, vol. 15, no. 10, pp. 15461–15470, Oct. 2021, doi: 10.1021/ACSNANO.1C07571/ASSET/IMAGES/MEDIUM/NN1C07571_0005.GIF.
- [50] M. Liu, J. N. Wu, and H. Y. Cheng, "Effects of laser processing parameters on properties of laser-induced graphene by irradiating CO₂ laser on polyimide," *Sci. China Technol. Sci.*, vol. 65, no. 1, pp. 41–52, Jan. 2022, doi: 10.1007/S11431-021-1918-8/METRICS.
- [51] R. Ye *et al.*, "Laser-Induced Graphene Formation on Wood," *Adv. Mater.*, vol. 29, no. 37, p. 1702211, Oct. 2017, doi: 10.1002/ADMA.201702211.

- [52] R. Ye *et al.*, "In Situ Formation of Metal Oxide Nanocrystals Embedded in Laser-Induced Graphene," *ACS Nano*, vol. 9, no. 9, pp. 9244–9251, Sep. 2015, doi: 10.1021/ACSNANO.5B04138/SUPPL_FILE/NN5B04138_SI_001.PDF.
- [53] G. Li, "Direct laser writing of graphene electrodes," *J. Appl. Phys.*, vol. 127, no. 1, p. 010901, Jan. 2020, doi: 10.1063/1.5120056.
- [54] B. S. de Lima, M. I. B. Bernardi, and V. R. Mastelaro, "Wavelength effect of ns-pulsed radiation on the reduction of graphene oxide," *Appl. Surf. Sci.*, vol. 506, p. 144808, Mar. 2020, doi: 10.1016/J.APSUSC.2019.144808.
- [55] S. Gilje, S. Dubin, A. Badakhshan, J. Farrar, S. A. Danczyk, and R. B. Kaner, "Photothermal Deoxygenation of Graphene Oxide for Patterning and Distributed Ignition Applications," *Adv. Mater.*, vol. 22, no. 3, pp. 419–423, Jan. 2010, doi: 10.1002/ADMA.200901902.
- [56] D. Wei *et al.*, "Laser direct synthesis of graphene on quartz," *Carbon N. Y.*, vol. 53, pp. 374–379, Mar. 2013, doi: 10.1016/J.CARBON.2012.11.026.
- [57] K. C. Yung, H. Liem, H. S. Choy, Z. C. Chen, K. H. Cheng, and Z. X. Cai, "Laser direct patterning of a reduced-graphene oxide transparent circuit on a graphene oxide thin film," *J. Appl. Phys.*, vol. 113, no. 24, p. 244903, Jun. 2013, doi: 10.1063/1.4812233.
- [58] X. Ruan *et al.*, "Emerging Applications of Additive Manufacturing in Biosensors and Bioanalytical Devices," *Adv. Mater. Technol.*, vol. 5, no. 7, p. 2000171, Jul. 2020, doi: 10.1002/ADMT.202000171.
- [59] P. M. Snowton, "Quantum-Dot Lasers: Physics and Applications," *2012 Conf. Lasers Electro-Optics, CLEO 2012*, Jan. 2016, doi: 10.1016/B978-0-12-803581-8.00836-5.
- [60] T. Wipiejewski *et al.*, "Monolithic integration of a widely tunable laser diode with a high speed electro absorption modulator," *Proc. - Electron. Components Technol. Conf.*, pp. 558–562, 2002, doi: 10.1109/ECTC.2002.1008150.

- [61] W. G. Telford, "Lasers in Flow Cytometry," *Methods Cell Biol.*, vol. 102, pp. 373–409, Jan. 2011, doi: 10.1016/B978-0-12-374912-3.00015-8.
- [62] Ben G. Streetman, *Solid State Electronic Devices*, 7th ed. Pearson United Kingdom, 2015.
- [63] M. Halliwell, "The Benefits Of Computer Aided Design In The Laser Industry - Yorkshire Profiles Ltd," Mar. 01, 2015. <https://www.yorkshireprofiles.co.uk/benefits-computer-aided-design-laser-industry/> (accessed Apr. 11, 2023).
- [64] F. Kehl, V. F. Cretu, and P. A. Willis, "Open-source lab hardware: Driver and temperature controller for high compliance voltage, fiber-coupled butterfly lasers," *HardwareX*, vol. 10, p. e00240, Oct. 2021, doi: 10.1016/J.OHX.2021.E00240.
- [65] J. Oravec, M. Kalúz, P. Bakárač, and M. Bakošová, "Improvements of Educational Process of Automation and Optimization Using 2D Plotter," *IFAC-PapersOnLine*, vol. 49, no. 6, pp. 16–21, Jan. 2016, doi: 10.1016/J.IFACOL.2016.07.146.
- [66] C. Qu, J. Hu, X. Liu, Z. Li, and Y. Ding, "Morphology and Mechanical Properties of Polyimide Films: The Effects of UV Irradiation on Microscale Surface," *Materials (Basel)*, vol. 10, no. 11, Nov. 2017, doi: 10.3390/MA10111329.
- [67] J. Lin *et al.*, "Laser-induced porous graphene films from commercial polymers," *Nat. Commun.*, vol. 5, p. 5714, 2014, doi: 10.1038/NCOMMS6714.
- [68] "Kapton® HN." <https://www.dupont.com/electronics-industrial/kapton-hn.html> (accessed Apr. 11, 2023).
- [69] R. Barber *et al.*, "Laser induced graphene sensors for assessing pH: Application to wound management," *Electrochem. commun.*, vol. 123, p. 106914, Feb. 2021, doi: 10.1016/J.ELECOM.2020.106914.
- [70] H. Wang, Z. Zhao, P. Liu, and X. Guo, "Laser-induced porous graphene on Polyimide/PDMS composites and its kirigami-inspired strain sensor," *Theor. Appl. Mech. Lett.*, vol. 11, no. 2, p. 100240, Feb. 2021, doi: 10.1016/J.TAML.2021.100240.

- [71] A. Kothuru, C. H. Rao, and S. Goel, "Flexible Touch Pad on Paper and Cloth by Blue Diode Ablated Laser Induced Graphene," *2021 IEEE Int. Flex. Electron. Technol. Conf. IFETC 2021*, pp. 50–52, 2021, doi: 10.1109/IFETC49530.2021.9580527.
- [72] J. Zhu *et al.*, "Laser-induced graphene non-enzymatic glucose sensors for on-body measurements," *Biosens. Bioelectron.*, vol. 193, p. 113606, Dec. 2021, doi: 10.1016/J.BIOS.2021.113606.
- [73] X. Li *et al.*, "High-Voltage Flexible Microsupercapacitors Based on Laser-Induced Graphene," *ACS Appl. Mater. Interfaces*, vol. 10, no. 31, pp. 26357–26364, Aug. 2018, doi: 10.1021/ACSAMI.8B10301/SUPPL_FILE/AM8B10301_SI_003.AVI.
- [74] A. Kausar, "Sensing Materials: Nanocomposites," *Encycl. Sensors Biosens.*, pp. 305–315, Jan. 2023, doi: 10.1016/B978-0-12-822548-6.00048-0.
- [75] "Strain gauge technology," *NDE Handb.*, pp. 295–301, Jan. 1989, doi: 10.1016/B978-0-408-04392-2.50035-7.
- [76] Q. Zhang *et al.*, "A Flexible Magnetic Field Sensor Based on AgNWs & MNs-PDMS," *Nanoscale Res. Lett.*, vol. 14, no. 1, pp. 1–9, Jan. 2019, doi: 10.1186/S11671-018-2826-5/FIGURES/9.
- [77] R. Nur, N. Matsuhisa, Z. Jiang, M. O. G. Nayeem, T. Yokota, and T. Someya, "A Highly Sensitive Capacitive-type Strain Sensor Using Wrinkled Ultrathin Gold Films," *Nano Lett.*, vol. 18, no. 9, pp. 5610–5617, Sep. 2018, doi: 10.1021/ACS.NANOLETT.8B02088/SUPPL_FILE/NL8B02088_SI_001.PDF.
- [78] A. S. Morris and R. Langari, "Sensor technologies," *Meas. Instrum.*, pp. 381–411, Jan. 2021, doi: 10.1016/B978-0-12-817141-7.00013-X.
- [79] "Pressure Gauges," *Handb. Pet. Explor. Prod.*, vol. 1, pp. 117–122, Jan. 2000, doi: 10.1016/S1567-8032(00)80036-1.
- [80] J. Carvill, "Engineering measurements," *Mech. Eng. Data Handb.*, pp. 267–287, Jan. 1993, doi: 10.1016/B978-0-08-051135-1.50012-1.

- [81] D. D. L. Chung, "Polymer-Matrix Composites: Functional Properties," *Carbon Compos.*, pp. 256–332, Jan. 2017, doi: 10.1016/B978-0-12-804459-9.00005-1.
- [82] W. Kester, "Strain, Force, Pressure and Flow Measurements," *Op Amp Appl. Handb.*, pp. 247–256, Jan. 2005, doi: 10.1016/B978-075067844-5/50131-4.
- [83] T. Tsuchiya, "Silicon and Related Materials," *Compr. Microsystems*, vol. 1, pp. 1–23, Jan. 2008, doi: 10.1016/B978-044452190-3.00002-1.
- [84] S.-Y. Jeong *et al.*, "Highly skin-conformal laser-induced graphene-based human motion monitoring sensor," *Nanomaterials*, vol. 11, no. 4, 2021, doi: 10.3390/nano11040951.
- [85] Y.-H. Yen *et al.*, "Laser-Induced Graphene Stretchable Strain Sensor with Vertical and Parallel Patterns," *Micromachines*, vol. 13, no. 8, 2022, doi: 10.3390/mi13081220.
- [86] A. Chhetry, M. Sharifuzzaman, H. Yoon, S. Sharma, X. Xuan, and J. Y. Park, "MoS₂-Decorated Laser-Induced Graphene for a Highly Sensitive, Hysteresis-free, and Reliable Piezoresistive Strain Sensor," *ACS Appl. Mater. Interfaces*, 2019, doi: 10.1021/acsami.9b04915.
- [87] M. Parmeggiani *et al.*, "PDMS/Polyimide Composite as an Elastomeric Substrate for Multifunctional Laser-Induced Graphene Electrodes," *ACS Appl. Mater. Interfaces*, vol. 11, no. 36, pp. 33221–33230, 2019, doi: 10.1021/acsami.9b10408.
- [88] B. Kulyk *et al.*, "Laser-Induced Graphene from Paper for Mechanical Sensing," *ACS Appl. Mater. Interfaces*, vol. 13, no. 8, pp. 10210–10221, 2021, doi: 10.1021/acsami.0c20270.
- [89] F. Liu, L. Li, G. Wang, D. Wang, X. Ding, and S. Luo, "Combined extrusion-printed and laser-induced graphene enabled self-sensing composites with a strategic roadmap toward optimization of piezoresistivity," *Compos. Part A Appl. Sci. Manuf.*, vol. 149, 2021, doi: 10.1016/j.compositesa.2021.106553.

- [90] Y. Liu, H. Li, and M. Zhang, "Wireless Battery-Free Broad-Band Sensor for Wearable Multiple Physiological Measurement," *ACS Appl. Electron. Mater.*, vol. 3, no. 4, pp. 1681–1690, 2021, doi: 10.1021/acsaelm.0c01143.
- [91] Y. C. Qiao *et al.*, "Graphene devices based on laser scribing technology," *Jpn. J. Appl. Phys.*, vol. 57, no. 4, p. 04FA01, Apr. 2018, doi: 10.7567/JJAP.57.04FA01/XML.
- [92] V. Scardaci, "Laser Synthesized Graphene and Its Applications," *Appl. Sci. 2021, Vol. 11, Page 6304*, vol. 11, no. 14, p. 6304, Jul. 2021, doi: 10.3390/APP11146304.
- [93] S. Nasrazadani and S. Hassani, "Modern analytical techniques in failure analysis of aerospace, chemical, and oil and gas industries," *Handb. Mater. Fail. Anal. with Case Stud. from Oil Gas Ind.*, pp. 39–54, Jan. 2016, doi: 10.1016/B978-0-08-100117-2.00010-8.
- [94] A. C. Ferrari and D. M. Basko, "Raman spectroscopy as a versatile tool for studying the properties of graphene," *Nat. Nanotechnol. 2013 84*, vol. 8, no. 4, pp. 235–246, Apr. 2013, doi: 10.1038/nnano.2013.46.
- [95] L. M. Malard, M. A. Pimenta, G. Dresselhaus, and M. S. Dresselhaus, "Raman spectroscopy in graphene," *Phys. Rep.*, vol. 473, no. 5–6, pp. 51–87, Apr. 2009, doi: 10.1016/J.PHYSREP.2009.02.003.
- [96] J. Bin Wu, M. L. Lin, X. Cong, H. N. Liu, and P. H. Tan, "Raman spectroscopy of graphene-based materials and its applications in related devices," *Chem. Soc. Rev.*, vol. 47, no. 5, pp. 1822–1873, Mar. 2018, doi: 10.1039/C6CS00915H.
- [97] Z. Li, L. Deng, I. A. Kinloch, and R. J. Young, "Raman spectroscopy of carbon materials and their composites: Graphene, nanotubes and fibres," *Prog. Mater. Sci.*, vol. 135, p. 101089, Jun. 2023, doi: 10.1016/J.PMATSCI.2023.101089.
- [98] Y. Si and E. T. Samulski, "Synthesis of water soluble graphene," *Nano Lett.*, vol. 8, no. 6, pp. 1679–1682, Jun. 2008, doi: 10.1021/NL080604H/SUPPL_FILE/NL080604H-FILE002.PDF.

- [99] M. Lazzeri, S. Piscanec, F. Mauri, A. C. Ferrari, and J. Robertson, "Phonon linewidths and electron-phonon coupling in graphite and nanotubes," *Phys. Rev. B - Condens. Matter Mater. Phys.*, vol. 73, no. 15, p. 155426, Apr. 2006, doi: 10.1103/PHYSREVB.73.155426/FIGURES/4/MEDIUM.
- [100] M. Couzi, J. L. Bruneel, D. Talaga, and L. Bokobza, "A multi wavelength Raman scattering study of defective graphitic carbon materials: The first order Raman spectra revisited," *Carbon N. Y.*, vol. C, no. 107, pp. 388–394, Oct. 2016, doi: 10.1016/J.CARBON.2016.06.017.
- [101] T. Xing *et al.*, "Disorder in ball-milled graphite revealed by Raman spectroscopy," *Carbon N. Y.*, vol. 57, pp. 515–519, Jun. 2013, doi: 10.1016/J.CARBON.2013.02.029.
- [102] A. Reina *et al.*, "Large area, few-layer graphene films on arbitrary substrates by chemical vapor deposition," *Nano Lett.*, vol. 9, no. 1, pp. 30–35, Jan. 2009, doi: 10.1021/NL801827V/SUPPL_FILE/NL801827V_SI_003.PDF.
- [103] X. Dong *et al.*, "Growth of large-sized graphene thin-films by liquid precursor-based chemical vapor deposition under atmospheric pressure," *Carbon N. Y.*, vol. 49, no. 11, pp. 3672–3678, Sep. 2011, doi: 10.1016/J.CARBON.2011.04.069.
- [104] A. Eckmann *et al.*, "Probing the nature of defects in graphene by Raman spectroscopy," *Nano Lett.*, vol. 12, no. 8, pp. 3925–3930, Aug. 2012, doi: 10.1021/NL300901A/SUPPL_FILE/NL300901A_SI_001.PDF.
- [105] K. S. Novoselov *et al.*, "Electric field in atomically thin carbon films," *Science (80-.)*, vol. 306, no. 5696, pp. 666–669, Oct. 2004, doi: 10.1126/SCIENCE.1102896/SUPPL_FILE/NOVOSELOV.SOM.PDF.
- [106] F. S. Oliveira, R. B. Cipriano, F. T. da Silva, E. C. Romão, and C. A. M. dos Santos, "Simple analytical method for determining electrical resistivity and sheet resistance using the van der Pauw procedure," *Sci. Reports 2020 101*, vol. 10, no. 1, pp. 1–8, Oct. 2020, doi: 10.1038/s41598-020-72097-1.

- [107] V. Koncar, "Structural health monitoring of processes related to composite manufacturing," *Smart Text. Situ Monit. Compos.*, pp. 295–381, Jan. 2019, doi: 10.1016/B978-0-08-102308-2.00004-8.
- [108] A. B. Azouz, M. Vázquez, and D. Brabazon, "Developments of Laser Fabrication Methods for Lab-on-a-Chip Microfluidic Multisensing Devices," *Compr. Mater. Process.*, vol. 13, pp. 447–458, Jan. 2014, doi: 10.1016/B978-0-08-096532-1.01317-0.
- [109] S. Delacroix, H. Wang, T. Heil, and V. Strauss, "Laser-Induced Carbonization of Natural Organic Precursors for Flexible Electronics," *Adv. Electron. Mater.*, vol. 6, no. 10, p. 2000463, Oct. 2020, doi: 10.1002/AELM.202000463.
- [110] K. Harding, *Handbook of Optical Dimensional Metrology*, 1st Editio. Boca Raton, 2013.
- [111] M. S. Amir Faiz, C. A. Che Azurahaman, S. A. Raba'ah, and M. Z. Ruzniza, "Low cost and green approach in the reduction of graphene oxide (GO) using palm oil leaves extract for potential in industrial applications," *Results Phys.*, vol. 16, p. 102954, Mar. 2020, doi: 10.1016/J.RINP.2020.102954.
- [112] A. Kaidarova *et al.*, "Wearable multifunctional printed graphene sensors," *npj Flex. Electron.*, vol. 3, no. 1, 2019, doi: 10.1038/s41528-019-0061-5.
- [113] R. Ye, D. K. James, and J. M. Tour, "Laser-Induced Graphene: From Discovery to Translation," *Adv. Mater.*, vol. 31, no. 1, p. 1803621, Jan. 2019, doi: 10.1002/ADMA.201803621.
- [114] Y. Chyan, R. Ye, Y. Li, S. P. Singh, C. J. Arnusch, and J. M. Tour, "Laser-Induced Graphene by Multiple Lasing: Toward Electronics on Cloth, Paper, and Food," *ACS Nano*, vol. 12, no. 3, pp. 2176–2183, Mar. 2018, doi: 10.1021/ACSNANO.7B08539/SUPPL_FILE/NN7B08539_SI_001.PDF.
- [115] L. Wang, Z. Wang, A. N. Bakhtiyari, and H. Zheng, "A Comparative Study of Laser-Induced Graphene by CO₂ Infrared Laser and 355 nm Ultraviolet (UV) Laser,"

Micromachines 2020, Vol. 11, Page 1094, vol. 11, no. 12, p. 1094, Dec. 2020, doi: 10.3390/MI11121094.

[116] Y. Esqueda-Barrón *et al.*, “Erratum: Boost of Charge Storage Performance of Graphene Nanowall Electrodes by Laser-Induced Crystallization of Metal Oxide Nanostructures (ACS Appl. Mater. Interfaces (2021) 13:15 (17957–17970) DOI: 10.1021/acsami.1c00951),” *ACS Appl. Mater. Interfaces*, vol. 2021, no. 15, p. 14, 2021, doi: 10.1021/ACSAMI.1C08109/ASSET/IMAGES/LARGE/AM1C08109_0001.JPEG.

[117] V. T. Nguyen *et al.*, “Synthesis of multi-layer graphene films on copper tape by atmospheric pressure chemical vapor deposition method,” *Adv. Nat. Sci. Nanosci. Nanotechnol.*, vol. 4, no. 3, p. 035012, Jun. 2013, doi: 10.1088/2043-6262/4/3/035012.

[118] L. Huang *et al.*, “Wearable flexible strain sensor based on three-dimensional wavy laser-induced graphene and silicone rubber,” *Sensors (Switzerland)*, vol. 20, no. 15, pp. 1–14, 2020, doi: 10.3390/s20154266.

[119] P. Venezuela, M. Lazzeri, and F. Mauri, “Theory of double-resonant Raman spectra in graphene: Intensity and line shape of defect-induced and two-phonon bands,” *Phys. Rev. B*, vol. 84, no. 3, p. 35433, Jul. 2011, doi: 10.1103/PhysRevB.84.035433.

[120] K. Y. Chen, Y. T. Xu, Y. Zhao, J. K. Li, X. P. Wang, and L. T. Qu, “Recent progress in graphene-based wearable piezoresistive sensors: From 1D to 3D device geometries,” *Nano Mater. Sci.*, Jan. 2022, doi: 10.1016/J.NANOMS.2021.11.003.

[121] K. H. Choi *et al.*, “Triboelectric effect of surface morphology controlled laser induced graphene,” *J. Mater. Chem. A*, vol. 8, no. 38, pp. 19822–19832, Oct. 2020, doi: 10.1039/D0TA05806H.

[122] “Ortur LU2-4 LF Módulo láser 24V/2A.” <https://ortur.net/es-es/products/ortur-lu2-4-lf-laser-module-24v-2a-for-laser-master-2-pro-aufero-laser-1>.

Anexos

ANEXO I. Bibliometric analysis: Laser Induced Graphene Strain Sensor

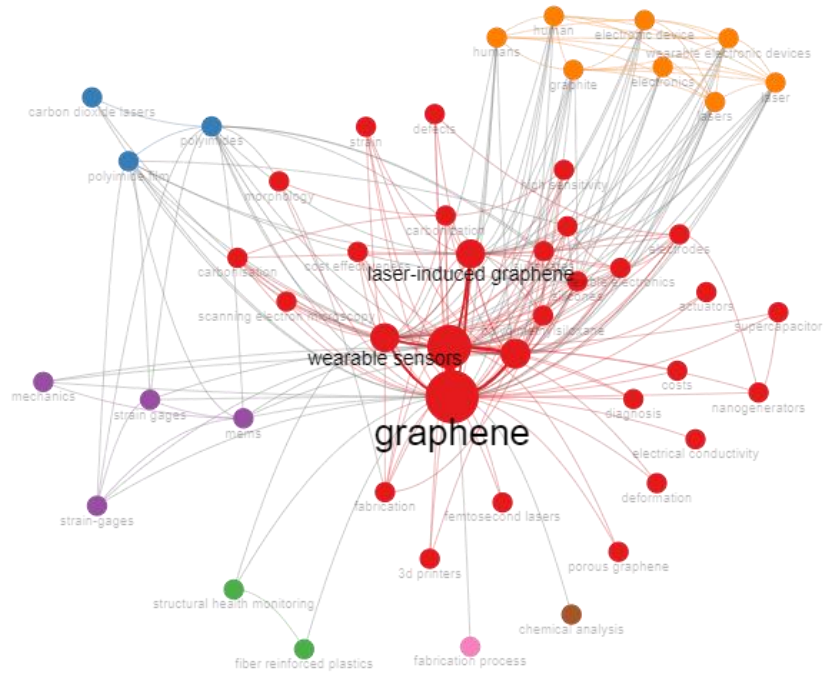


Figura 39. Co-occurrence Network
((Fuente: Biblioshiny))

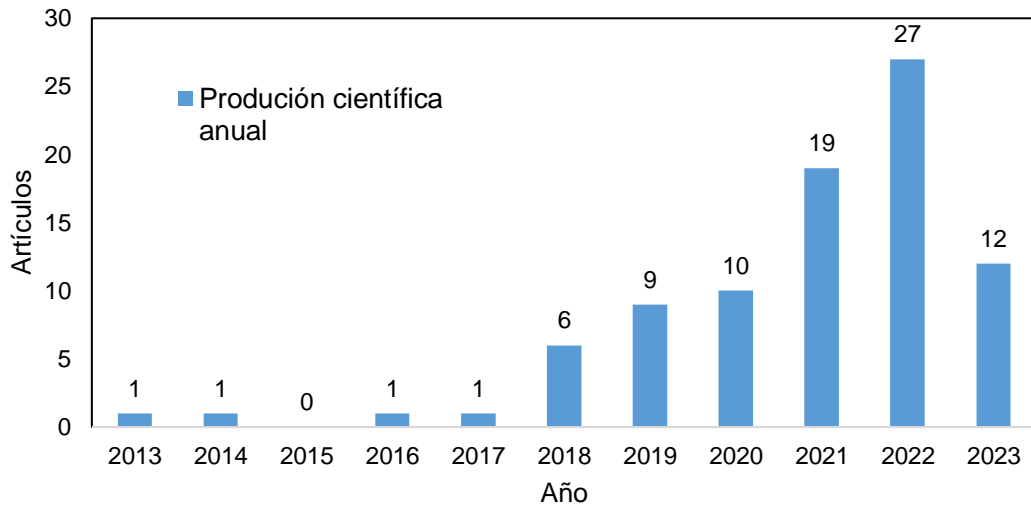


Figura 40. Producción anual de investigaciones de LIG strain sensors.
((Fuente: Biblioshiny))

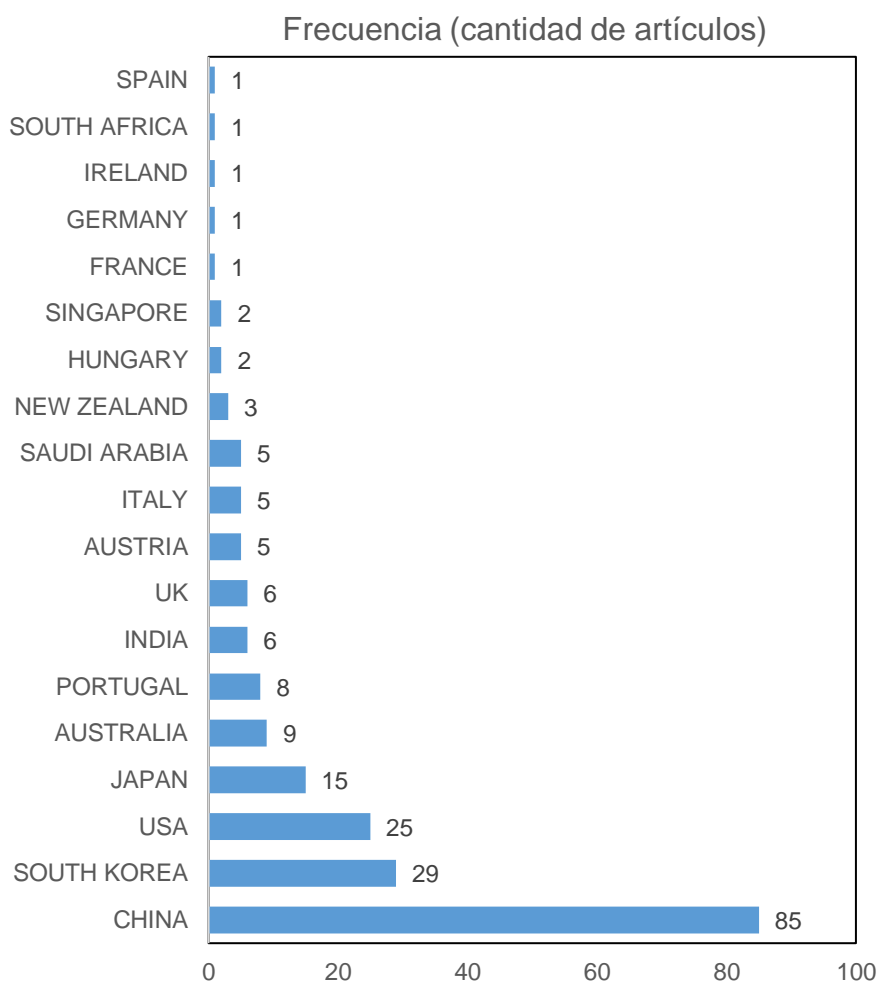


Figura 41. Frecuencia de producción de artículos científicos por países.
 ((Fuente: Biblioshiny)

ANEXO II. Propiedades físicas de la poliimida

Table 1
Physical Properties of Kapton® HN at 23°C (73°F)

Property	Unit	1 mil 25µm	2 mil 50µm	3 mil 75µm	5 mil 125µm	Test Method
Ultimate Tensile Strength at 23°C, (73°F) at 200°C (392°F)	psi (MPa)	33,500(231) 20,000(139)	33,500(231) 20,000(139)	33,500(231) 20,000(139)	33,500(231) 20,000(139)	ASTM D-882-91, Method A*
Ultimate Elongation at 23°C, (73°F) at 200°C (392°F)	%	72 83	82 83	82 83	82 83	ASTM D-882-91, Method A
Tensile Modulus at 23°C, (73°F) at 200°C (392°F)	psi (GPa)	370,000 (2.5) 290,000 (2.0)	370,000 (2.5) 290,000 (2.0)	370,000 (2.5) 290,000 (2.0)	370,000 (2.5) 290,000 (2.0)	ASTM D-882-91, Method A
Density	g/cc	1.42	1.42	1.42	1.42	ASTM D-1505-90
MIT Folding Endurance	cycles	285,000	55,000	6000	5,000	ASTM D-2176-89
Tear Strength-propagating (Elmendorf), N (lbf)		0.07 (0.02)	0.21 (0.02)	0.38 (0.02)	0.58 (0.02)	ASTM D-1922-89
Tear Strength, Initial (Graves), N (lbf)		7.2 (1.6)	16.3 (1.6)	26.3 (1.6)	48.9 (1.6)	ASTM D-1004-90
Yield Point at 3% at 23°C, (73°F) at 200°C (392°F)	MPa (psi)	69 (10,000) 41 (6000)	69 (10,000) 41 (6000)	69 (10,000) 41 (6000)	69 (10,000) 41 (6000)	ASTM D-882-91
Stress to produce 5% elong. at 23°C, (73°F) at 200°C (392°F)	MPa (psi)	90 (13,000) 61 (9000)	90 (13,000) 61 (9000)	90 (13,000) 61 (9000)	90 (13,000) 61 (9000)	ASTM D-882-92
Impact Strength at 23°C, (73°F)	N*cm*(ft lb)	78 (0.58)	78 (0.58)	78 (0.58)	78 (0.58)	DuPont Pneumatic Impact Test
Coefficient of Friction, kinetic (film-to-film)		0.48	0.48	0.48	0.48	ASTM D-1894-90
Coefficient of Friction, static (film-to-film)		0.63	0.63	0.63	0.63	ASTM D-1894-90
Refractive Index (sodium D line)		1.70	1.70	1.70	1.70	ASTM D-542-90
Poisson's Ratio		0.34	0.34	0.34	0.34	Avg. three samples, Elongated at 5, 7, 10%
Low temperature flex life		pass	pass	pass	pass	IPC-TM-650, Method 2.6.18

ANEXO III. Ficha técnica del polipropileno



Ficha Técnica

Revisión 4 (Dic / 17)

Polipropileno H 503HS

Descripción:

Homopolímero

El H 503HS es una resina de polipropileno de bajo índice de fluidez con aditivos para uso general. Apta para la producción de rafia. Tiene excelente procesabilidad, muy alta velocidad de producción con buena estabilidad del fundido, buen equilibrio rigidez/impacto y baja transferencia de olor y sabor.

Aplicaciones:

Cuerdas, Redes para pesca, Cables de amarre, Cerdas para cepillos, Cerdas para escobas

Procesos:

Extrusión de Fibras, Extrusión de Rafia

Propiedades de control

Característica	Método	Unidades	Valores
Índice de Fluidez (230°C/2,16 kg)	D 1238	g/10 min	4.0

Propiedades típicas^a

Característica	Método	Unidades	Valores
Densidad	D 792	g/cm ³	0.905
Módulo de Flexión, Secante al 1%	D 790	MPa	1350
Resistencia a la Tracción en el Punto de Fluencia	D 638	MPa	35
Elongación en el punto de Fluencia	D 638	%	9
Dureza Rockwell (Escala R)	D 785	-	103
Resistencia al Impacto Izod a 23°C	D 256	J/m	35
Temperatura de Deflexión Térmica a 0,455 MPa	D 648	°C	98
Temperatura de Deflexión Térmica a 1,820 MPa	D 648	°C	55
Temperatura de Ablandamiento Vicat a 10 N	D 1525	°C	155

a) Pruebas en muestra moldeada por inyección según la norma ASTM D 4101. NB = No Break.

Observaciones Finales

1. La información de este documento se suministra de buena fe e indica valores típicos obtenidos en nuestros laboratorios y no debe ser considerada como absoluta ni constituye ninguna garantía. Solo las propiedades y valores que constan en el certificado de calidad constituyen la garantía del producto.
2. En algunas aplicaciones, Braskem ha desarrollado resinas a medida para cumplir requisitos específicos.
3. En caso de dudas sobre el uso o para discutir otras aplicaciones, contactar al área de servicios técnicos de Braskem.
4. Para obtener información acerca de seguridad, manipulación, protección individual, primeros auxilios y eliminación de residuos, consultar la Ficha de datos de seguridad de productos químicos (FDS/PQ).
5. Para obtener informaciones reglamentarias del producto, consultar el Documento Regulatorio o contactar al Área de Servicios Técnicos de Braskem.
6. Los valores que constan en este documento pueden cambiar sin previa comunicación de Braskem.

ANEXO IV. Circuito electrónico

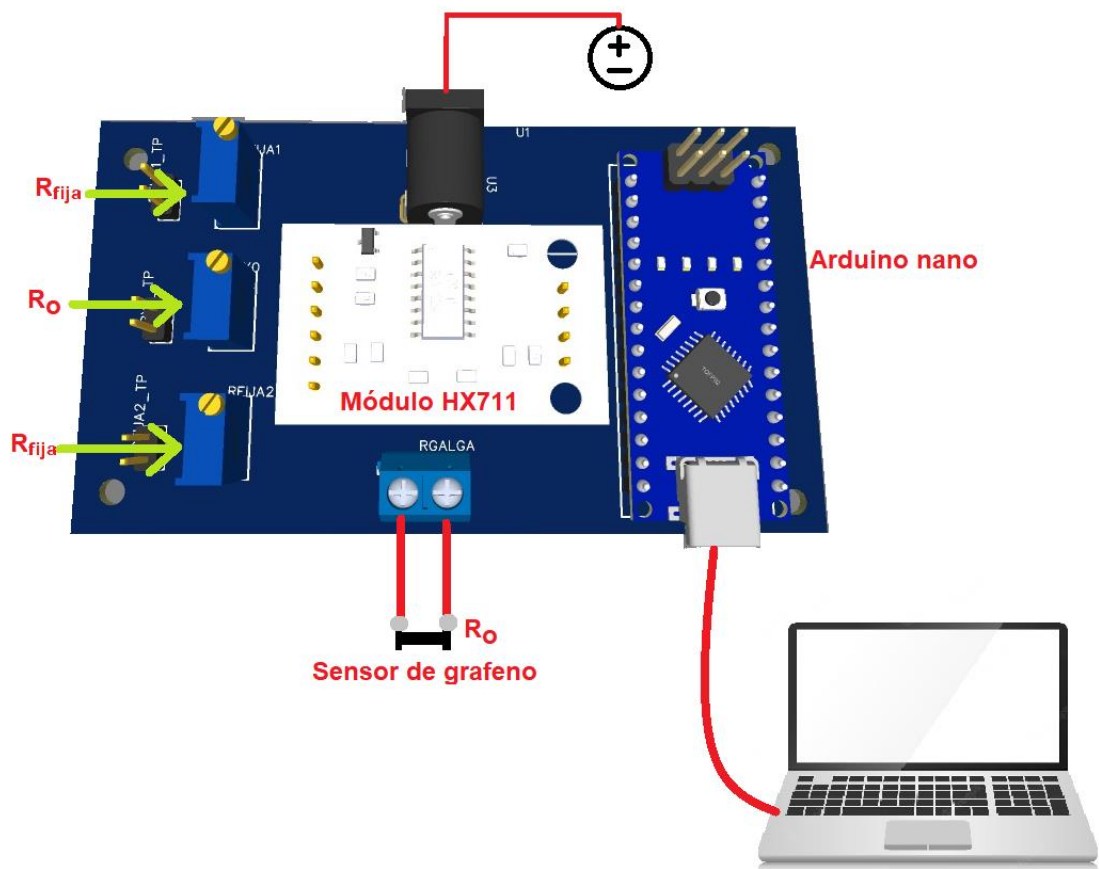


Figura 42. Circuito electrónico con el puente de Wheatstone.
(Fuente: propia)

**ANEXO V. Informe de Resultados del LABORATORIO DE NUEVOS
MATERIALES (LANUM)**

INFORME DE RESULTADOS No. II-2023-005

INFORME DE RESULTADOS No. II-2023-007

INFORME DE RESULTADOS No. II-2023-008



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-2023-005

Solicitud de trabajo No. LANUM-2023-ST.009

Quito, 17 de febrero de 2023

DATOS DE LA EMPRESA/INSTITUCIÓN SOLICITANTE

Solicitado por: Fernando Pantoja, Ph.D.

Empresa / Institución: EPN- FIM

Dirección: Isabel la Católica S/N y Alfredo Mena Caamaño

Teléfono: 2976-300 ext. 3737

E-mail: fernando.pantoja@epn.edu.ec

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

PP: 5 probetas

LABORATORIO

Fecha de ingreso al Laboratorio: 13/02/2023

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

MI-23-162 a MI-23-166

Tabla 1. Condiciones ambientales corregidas en las fechas que se ensayaron los grupos de probetas tomando como referencia la norma ASTM D790-17

Id. Muestra	Fecha	Temperatura inicial (°C)	Temperatura final (°C)	Humedad inicial (% HR)	Humedad final (% HR)
"PP-1 a PP-5" MI-23-162 a MI-23-166	16/02/2023	20,4	20,6	54,8	52,5

EQUIPOS UTILIZADOS

- Máquina universal de ensayos marca: Tinius Olsen, modelo: H25KS; capacidad máxima 25 KN; precisión utilizada: 0,01 N. Utilizado para medir las propiedades a flexión de las probetas de material compuesto.
- Calibrador de vernier marca: Mitutoyo, modelo: Absolute Digimatic (12"/300 mm) con una apreciación de 0,01 mm. Utilizado para medir las dimensiones de las probetas.
- Micrómetro analógico marca: Mitutoyo, modelo: 103-104 con una apreciación de 0,01 mm. Utilizado para medir el espesor de las probetas.
- Termohigrómetro marca ELITECH, modelo RCW-800 wifi con una apreciación de 0,1 °C y 0,1 %HR. Utilizado para medir y registrar las condiciones ambientales durante los ensayos mecánicos.



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



MÉTODO EMPLEADO

Ensayos de flexión tomando como referencia la norma ASTM D790-17:

El método empleado es el descrito en la norma ASTM D790-17, salvo por las condiciones ambientales para acondicionar las muestras y ejecutar los ensayos que no pueden ser controlados por el laboratorio.

- Relación entre el espesor y la distancia entre apoyos: 1:16
- Fin del ensayo: cuando las probetas se hayan deformado hasta un 5% o si se rompen antes de esa deformación.
- Velocidad de ensayo:

La velocidad de ensayo o tasa de posición del cabezal móvil de la máquina universal de ensayos está dada por la ecuación 1 de la norma ASTM D790-17 en la página 5 de dicha norma.

$$R = \frac{ZL^2}{6d} \quad (1)$$

Donde:

R = Tasa de posición de la mordaza móvil (velocidad de ensayo), mm/min

L = Distancia entre apoyos, mm

d = Espesor de la probeta, mm

Z = Tasa de deformación de la fibra externa, mm/mm/min (Método A: $Z= 0,01$)

De acuerdo a la expresión descrita anteriormente se obtuvo la velocidad de ensayo para el grupo de probetas "PP"

"PP" (MI-23-162 a MI-23-166): 1,77 mm/min

RESULTADOS

Ensayos de flexión tomando como referencia la norma ASTM D790-17:

En la tabla 2 se presentan los resultados obtenidos de los ensayos de flexión tomando como referencia la norma ASTM D790-17 para el grupo de probetas "PP"



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



Tabla 2. Resultados de los ensayos de flexión tomando como referencia la norma ASTM D790-17 para las probetas del grupo "PP"

ENSAYO DE FLEXIÓN ASTM D790-17								
Muestra No.	Ancho (mm)	Espesor (mm)	Área (mm ²)	Distancia entre apoyos (mm)	Carga última (N) / o al 5% de deformación	Resistencia última (MPa)	Deformación última (%)	Módulo tangente (MPa)
PP-1 MI-23-162	13,50	4,15	55,94	66,32	79,17	33,97	5,00	1021,32
PP-2 MI-23-163	13,51	4,16	56,13	66,48	80,00	34,20	5,00	1174,04
PP-3 MI-23-164	13,56	4,18	56,66	66,88	82,50	34,95	5,00	1163,84
PP-4 MI-23-165	13,56	4,14	56,12	66,24	78,33	33,50	5,00	1103,60
PP-5 MI-23-166	13,51	4,17	56,32	66,72	79,17	33,74	5,00	1077,19
Promedio				\bar{x}	79,83	34,07	5,00	1108,00
Desviación estándar				S_{n-1}	1,60	0,56	0,00	63,17
Coeficiente de variación				CV	2,01	1,63	0,00	5,70

Los resultados de los ensayos de flexión realizados tomando como referencia la norma ASTM D790-17 conjuntamente con los datos tratados y las gráficas generadas, se envían al solicitante en conjunto con el presente informe.

OBSERVACIÓN: La normativa para la organización y gestión de los laboratorios de la Escuela Politécnica Nacional, capítulo IV (De la difusión) menciona: "Si la contribución de un laboratorio es significativa y sustancial para la realización de una publicación, se deberá colocar al miembro(s) del laboratorio que contribuyó al desarrollo de la investigación como co-autor(es) de la publicación realizada". En este caso, por favor mantener comunicado al LANUM.

"El cliente puede hacer uso académico de los resultados presentados en este informe, así como de los respaldos enviados 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)



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

Realizado por:

Ing. Orlando Campaña

Analista Técnico

Revisado y aprobado por:

Ing. Karina Lagos

Responsable Técnica (S)

Autorizado por:

Paulina Romero, Ph.D.

Coordinadora del Laboratorio



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



ANEXOS

CURVAS DE FUERZA VS DEFLEXIÓN

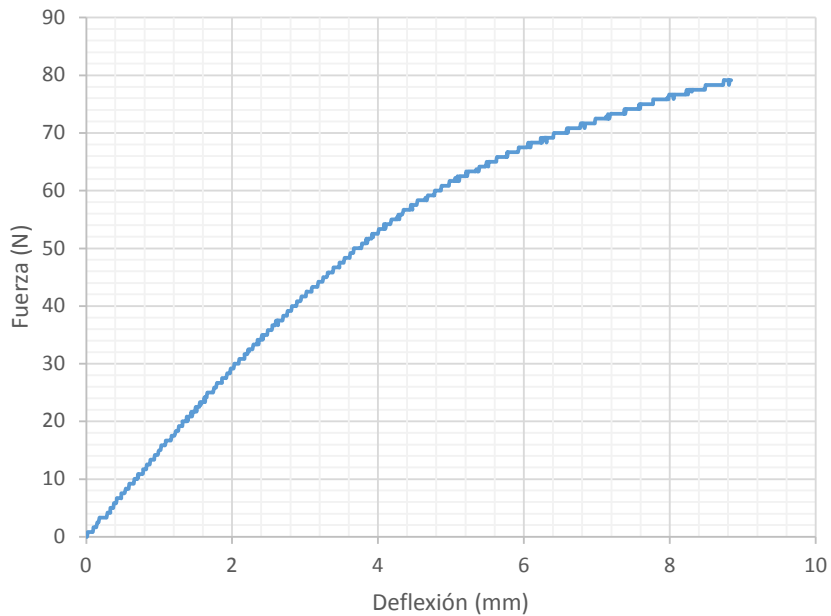


Figura 1. Curva de fuerza vs deflexión para la probeta "PP-1" (MI-23-162)

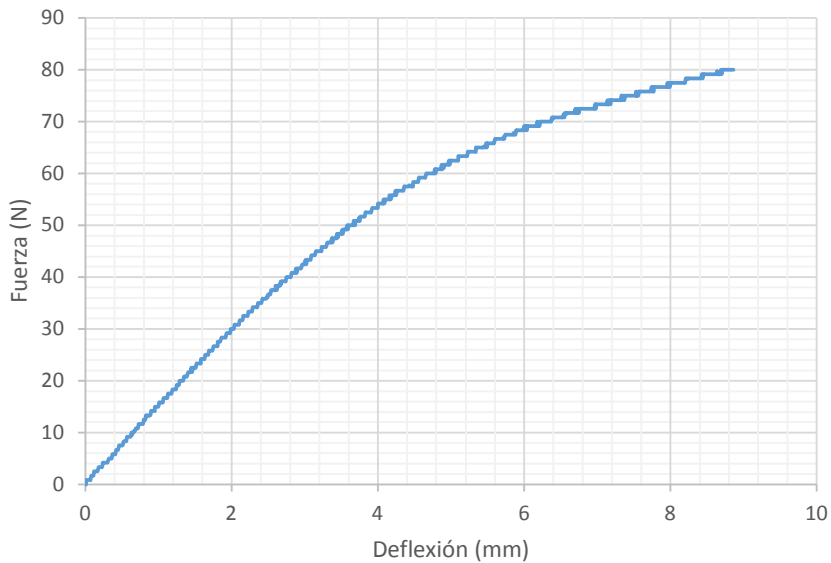


Figura 2. Curva de fuerza vs deflexión para la probeta "PP-2" (MI-23-163)



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

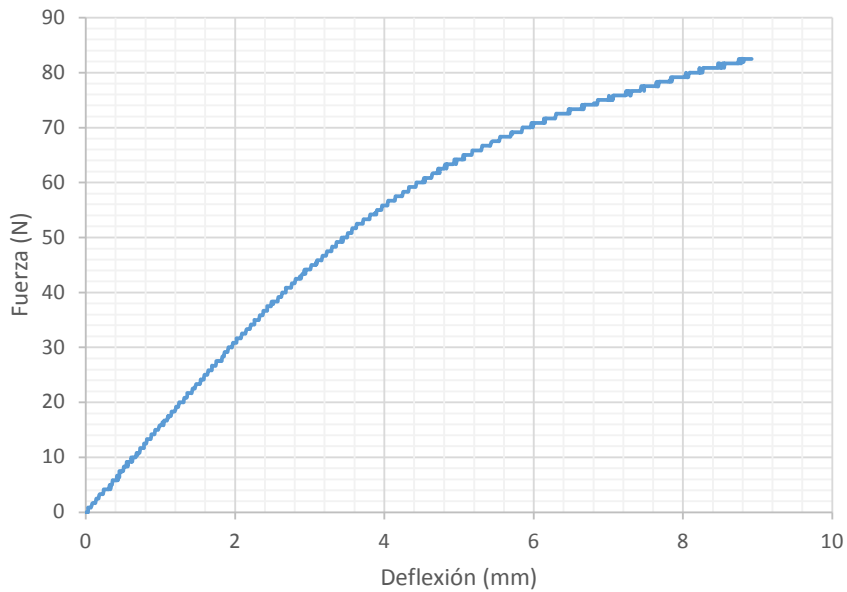


Figura 3. Curva de fuerza vs deflexión para la probeta “PP-3” (MI-23-164)

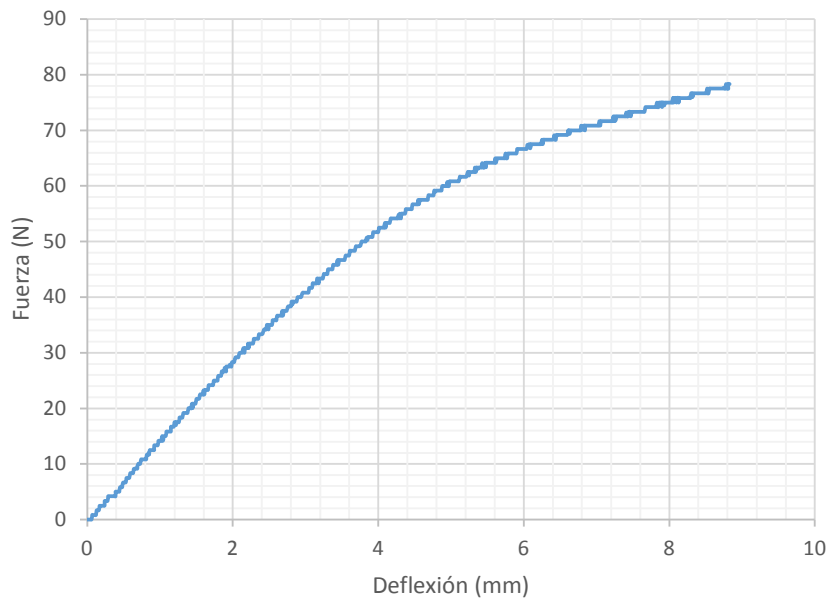


Figura 4. Curva de fuerza vs deflexión para la probeta “PP-4” (MI-23-165)



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

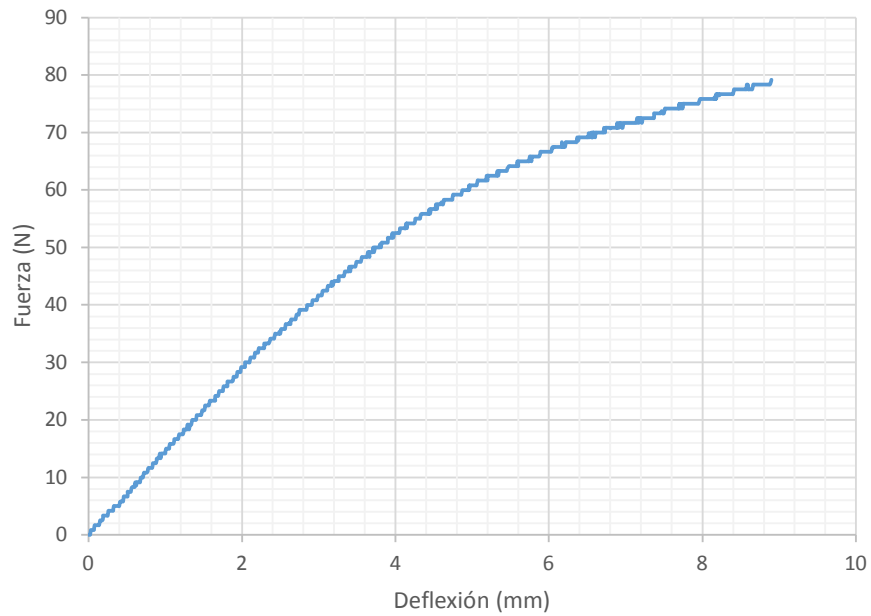


Figura 5. Curva de fuerza vs deflexión para la probeta "PP-5" (MI-23-166)



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-2023-007

Solicitud de trabajo: LANUM-2023-ST.001

Quito, 23 de febrero de 2023

DATOS DE LA EMPRESA/INSTITUCIÓN SOLICITANTE

Solicitado por: Fernando Pantoja, P.h.D.
Empresa / Institución: EPN-DMT
Teléfono: 2976-300 ext. 3737
Dirección: Ladrón de Guevara E11-253
e-mail: fernando.pantoja@epn.edu.ec

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

- Y1
- Y5
- Y7

Descripción de la(s) muestra(s):

Grafeno inducido por láser

LABORATORIO

Fecha de ingreso al Laboratorio:

27/01/ 2023

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

- MI-23-044 para "Y1"
- MI-23-045 para "Y5"
- MI-23-046 para "Y7"

Fecha en que se realizaron los ensayos:

30/01/ 2023; 31/01/2023; 02/02/2023; 03/02/2023; 08/02/2023

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

EQUIPOS UTILIZADOS

- Espectroscopio Raman marca: Horiba Scientific, modelo: Lab Ram Evolution.
- Termohigrómetro marca ELITECH, modelo RCW-800 wifi con una apreciación de 0,1 °C y 0,1 %HR.



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



MÉTODO EMPLEADO

Se procedió a tomar los espectros en diez puntos diferentes y que se encuentren en las líneas de acción del láser sobre 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: 150 μm
- 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: 36

RESULTADOS

En las figuras 1, 2 y 3 se presenta un espectro Raman representativo por cada muestra analizada. Cabe señalar que se obtuvieron 10 espectros en 10 puntos diferentes de cada una de las muestras y que fueron enviados al solicitante en formato digital el 08/02/2023

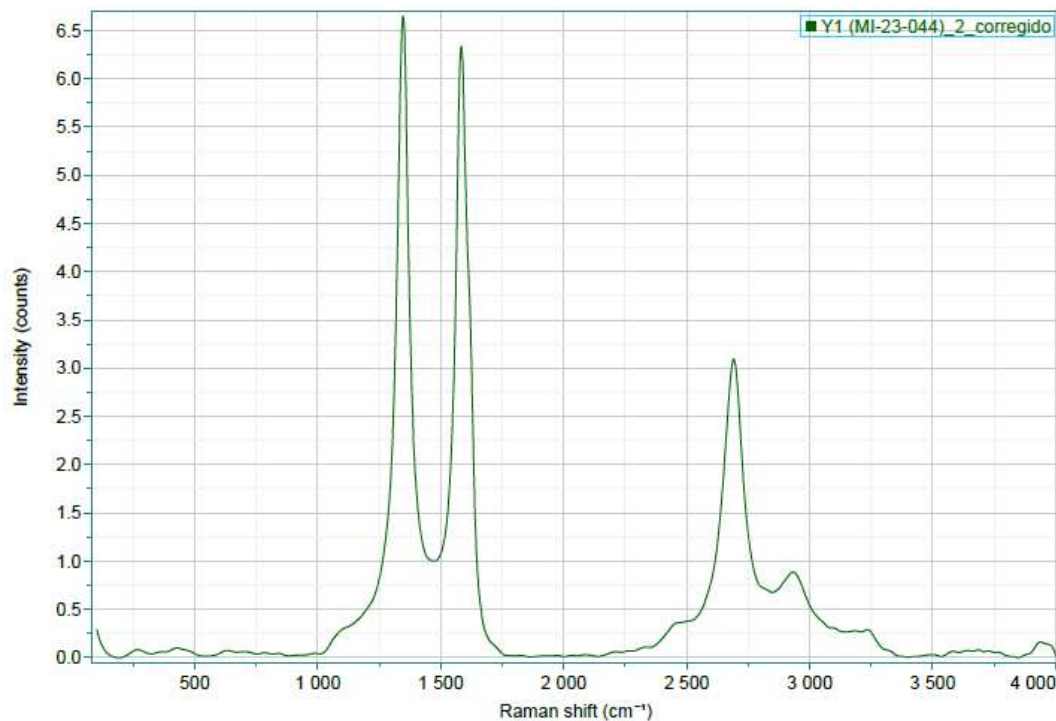


Figura 1. Espectro Raman de la muestra "Y1" (MI-23-044)



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

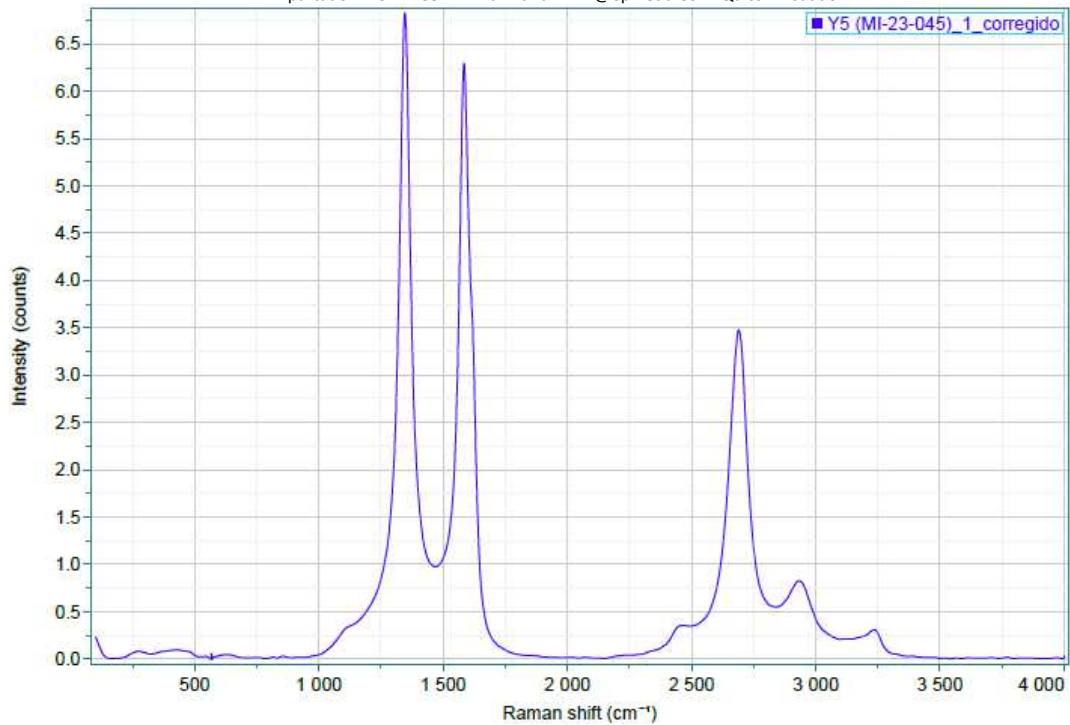


Figura 2. Espectro Raman de la muestra "Y5" (MI-23-045)

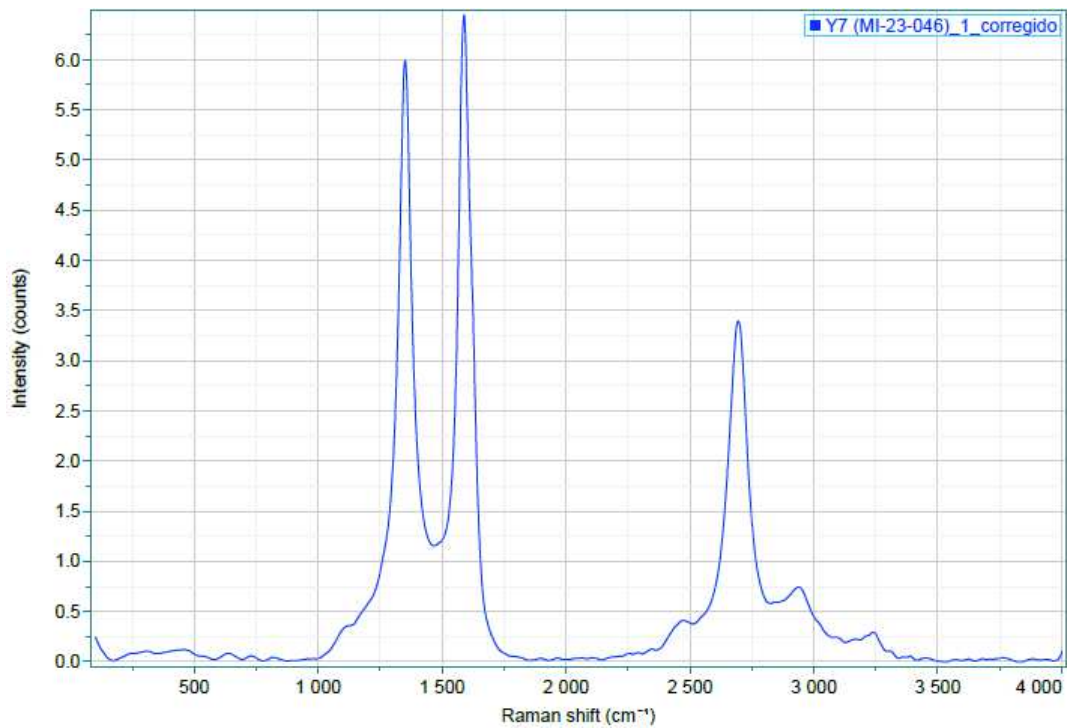


Figura 3. Espectro Raman de la muestra "Y7" (MI-23-046)



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



“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. Orlando Campaña

Analista Técnico

Revisado y aprobado por:

Ing. Karina Lagos

Responsable Técnica (S)

Autorizado por:

Paulina Romero, Ph.D.

Coordinadora del Laboratorio



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, 3735
Apartado 17-01-2759 • E-mail: lanum.fim@epn.edu.ec • Quito – Ecuador



INFORME DE RESULTADOS No. II-2023-008

Solicitud de trabajo: No. LANUM-2023-ST.005

Quito, 23 de febrero de 2023

DATOS DE LA EMPRESA/INSTITUCIÓN SOLICITANTE

Solicitado por: Fernando Pantoja, P.hD.

Empresa / Institución: EPN-DMT

Teléfono: 2976-300 ext. 3737

Dirección: Ladrón de Guevara E11-253

E-Mail: fernando.pantoja@epn.edu.ec

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

Para espectroscopía Raman:

- Y9
- Y11
- Y12

Para Microscopia Electrónica de Barrido (SEM):

- Y1
- Y5
- Y7
- Y9
- Y11
- Y12

Descripción de la(s) muestra(s): Grafeno inducido por láser

LABORATORIO

Fecha de ingreso al Laboratorio: 27/01/2023 y 08/02/2023

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

Para espectroscopía Raman:

- MI-23-047 para "Y9"
- MI-23-048 para "Y11"
- MI-23-049 para "Y12"

Para Microscopia Electrónica de Barrido (SEM):

- MI-23-140 para "Y1"
- MI-23-141 para "Y5"
- MI-23-142 para "Y7"



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, 3735
Apartado 17-01-2759 • E-mail: lanum.fim@epn.edu.ec • Quito – Ecuador



- MI-23-143 para "Y9"
- MI-23-144 para "Y11"
- MI-23-145 para "Y12"

Fechas en que se realizaron los ensayos:

Espectroscopía Raman: 09/02/2023; 10/02/2023; 14/02/2023; 15/02/2023; 16/02/2023 y 17/02/2023

Microscopía SEM: 08/02/2023

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

Condiciones ambientales: En la tabla 1 se reportan las condiciones ambientales en las fechas en que se realizaron los ensayos de espectroscopía Raman. Para microscopía SEM no se registraron las condiciones ambientales, puesto que el ensayo se realiza en una cámara cerrada sin influencia significativa de las condiciones ambientales.

Tabla 1. Condiciones ambientales en las fechas que se ejecutaron los ensayos de espectroscopía Raman.

Id. Muestra	Fecha	Temperatura inicial (°C)	Temperatura final (°C)	Humedad inicial (% HR)	Humedad final (% HR)
"Y9" (MI-23-047)	09/02/2023	20,7	21,6	53,2	50,6
"Y9" (MI-23-047)	10/02/2023	20,7	21,2	54,9	53,7
"Y11" (MI-23-048)	14/02/2023	20,7	21,0	57,2	61,6
"Y11" (MI-23-048)	15/02/2023	21,2	20,8	57,3	51,8
"Y12" (MI-23-049)	16/02/2023	21,5	21,3	58,5	60,2
"Y12" (MI-23-049)	17/02/2023	21,1	21,1	60,5	56,8

EQUIPOS UTILIZADOS

- 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.
- Microscopio electrónico de barrido: Marca ASPEX, Modelo PSEM eXpress, rango de detección 500 nm a 5 mm.



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, 3735
Apartado 17-01-2759 • E-mail: lanum.fim@epn.edu.ec • Quito – Ecuador



MÉTODOS EMPLEADOS

1. *Espectroscopía Raman:*

Se procedió a tomar los espectros en diez puntos diferentes y que se encuentren en las líneas de acción del láser sobre 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: 100 μm
- 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: 36

2. *Microscopía electrónica de barrido (SEM):*

Las micrografías fueron adquiridas con las siguientes condiciones:

Voltaje de aceleración: 15 kV

Carga del filamento: 60,7%

Emisión de corriente: 93,8 μA

Presión de vacío: 1,5 x 10⁻⁵ Torr

Magnificaciones: 750X, 1000X, 2500X, 1000X, 2500X; 5000X

RESULTADOS

1. *Espectroscopía Raman:*

En las figuras de la 1 a la 3 se presenta un espectro Raman representativo por cada muestra analizada. Cabe señalar que se obtuvieron espectros Raman en 10 puntos diferentes de cada una de las muestras y que fueron enviados al solicitante en formato digital el 23/02/2023



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, 3735
Apartado 17-01-2759 • E-mail: lanum.fim@epn.edu.ec • Quito – Ecuador

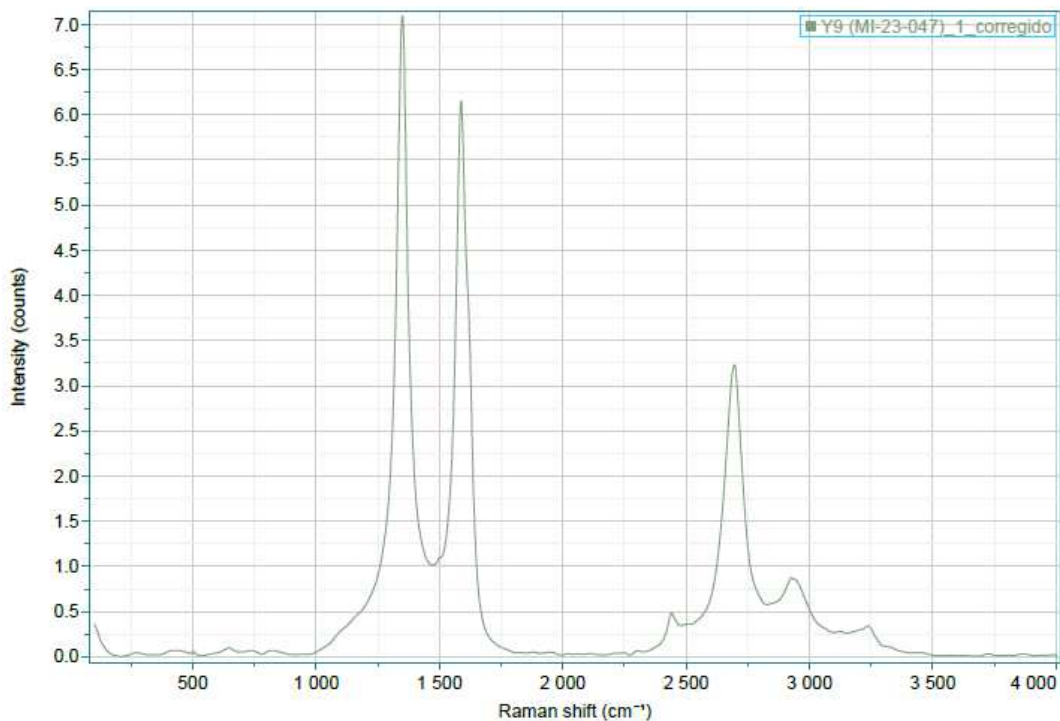


Figura 1. Espectro Raman de la muestra "Y9" (MI-23-0047).

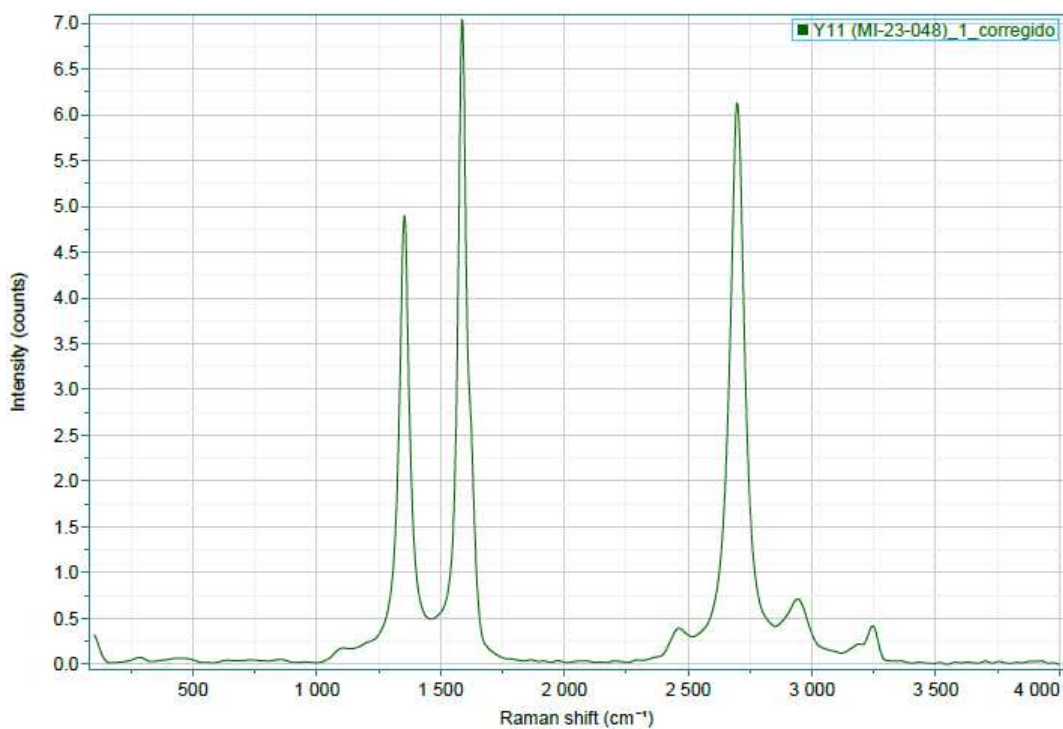


Figura 2. Espectro Raman de la muestra "Y11" (MI-23-048).



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, 3735
Apartado 17-01-2759 • E-mail: lanum.fim@epn.edu.ec • Quito – Ecuador

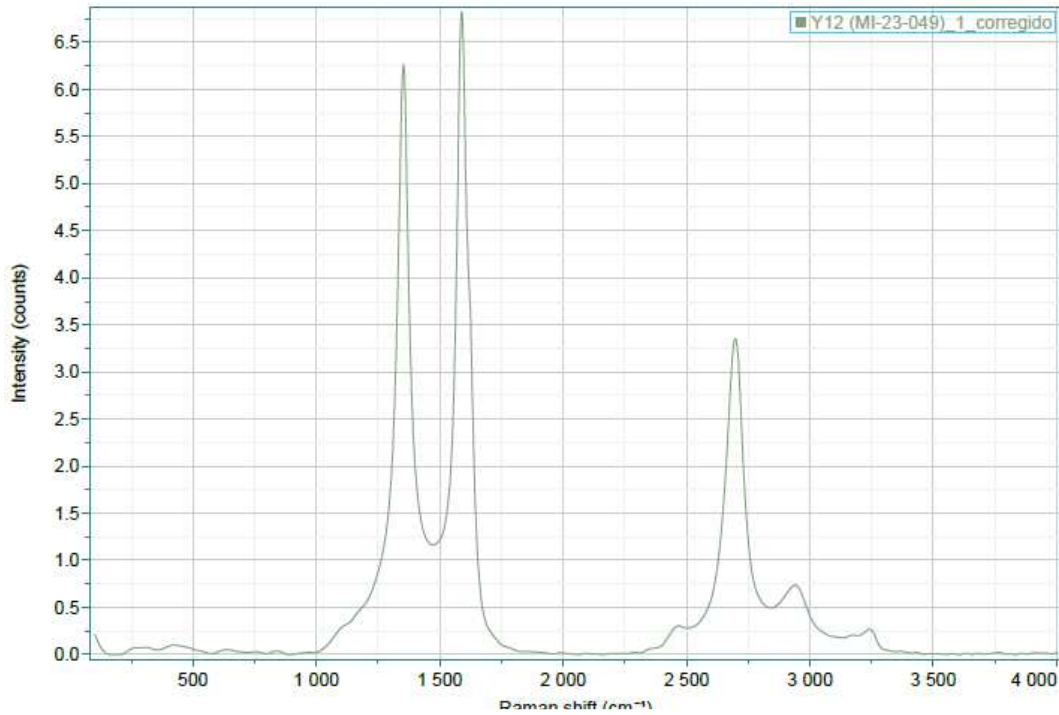


Figura 3. Espectro Raman de la muestra "Y12" (MI-23-049).

2. Microscopía Electrónica de Barrido (SEM):

En las figuras de la 4 a la 9 se presentan las micrografías de mayor magnificación obtenidas de las muestras ensayadas. Cabe señalar que se obtuvieron seis micrografías por duplicado para cada muestra analizada a los siguientes aumentos: 750X, 1000X, 2500X, 1000X, 2500X; 5000X. Las micrografías completas en formato digital fueron enviadas al solicitante el 08/02/2023



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, 3735
Apartado 17-01-2759 • E-mail: lanum.fim@epn.edu.ec • Quito – Ecuador

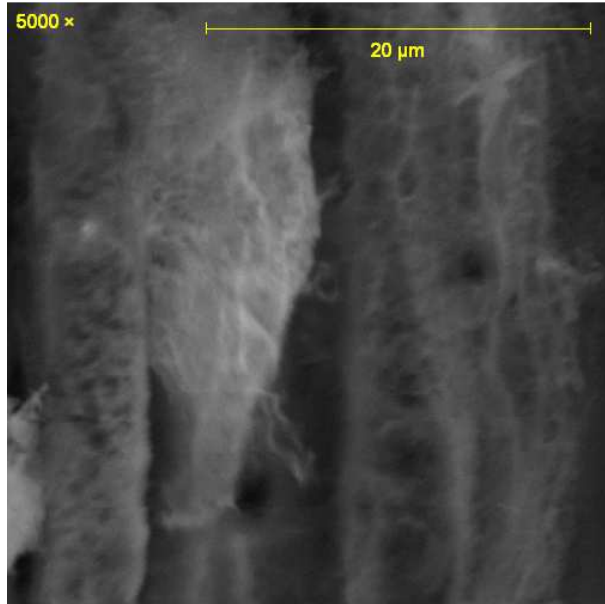


Figura 4. Micrografía SEM de la muestra "Y1" (MI-23-140) a 5000X

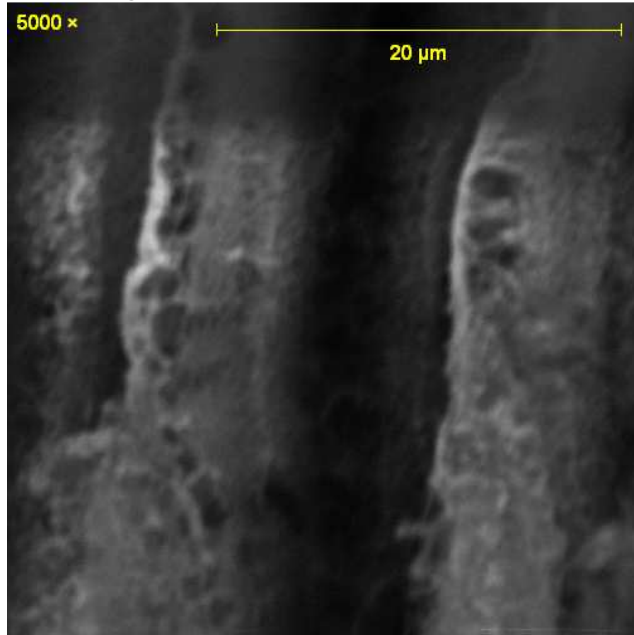


Figura 5. Micrografía SEM de la muestra "Y5" (MI-23-141) a 5000X



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, 3735
Apartado 17-01-2759 • E-mail: lanum.fim@epn.edu.ec • Quito – Ecuador

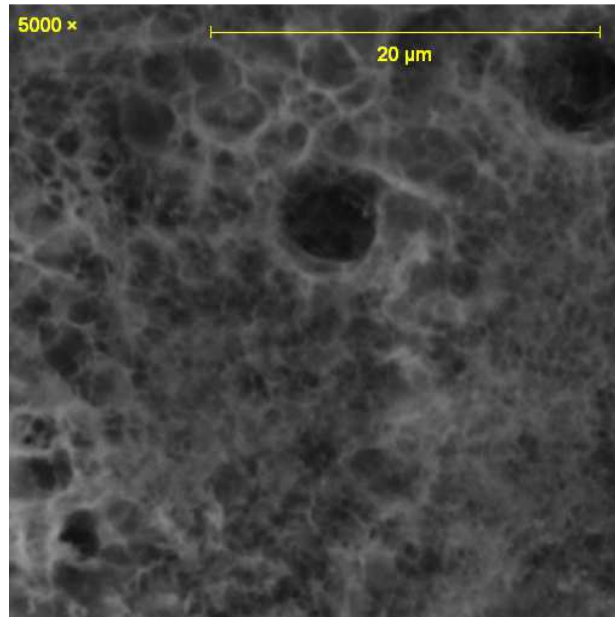


Figura 6. Micrografía SEM de la muestra "Y7" (MI-23-142) a 5000X

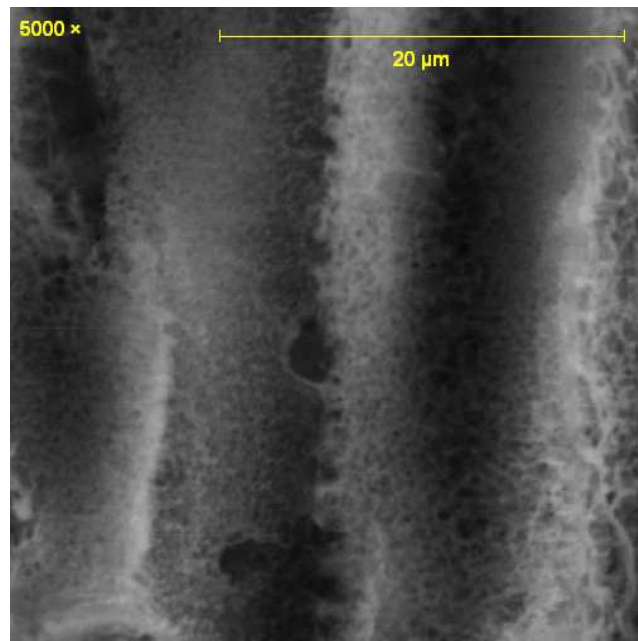


Figura 7. Micrografía SEM de la muestra "Y9" (MI-23-143) a 5000X



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, 3735
Apartado 17-01-2759 • E-mail: lanum.fim@epn.edu.ec • Quito – Ecuador

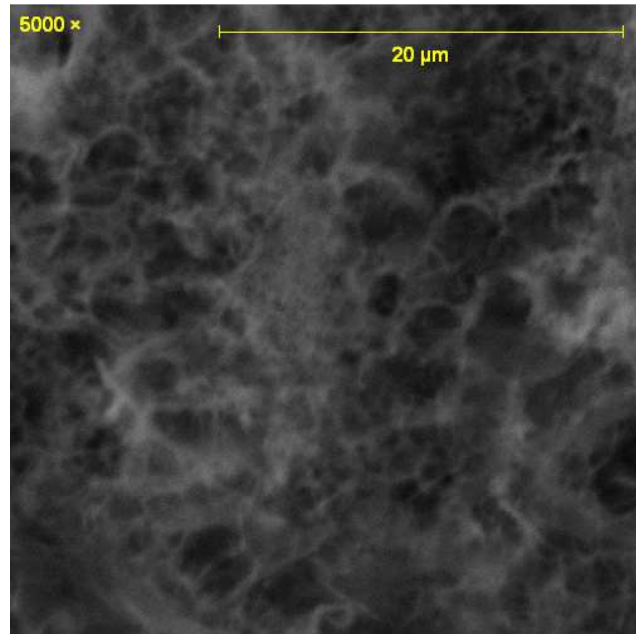


Figura 8. Micrografía SEM de la muestra "Y11" (MI-23-144) a 5000X

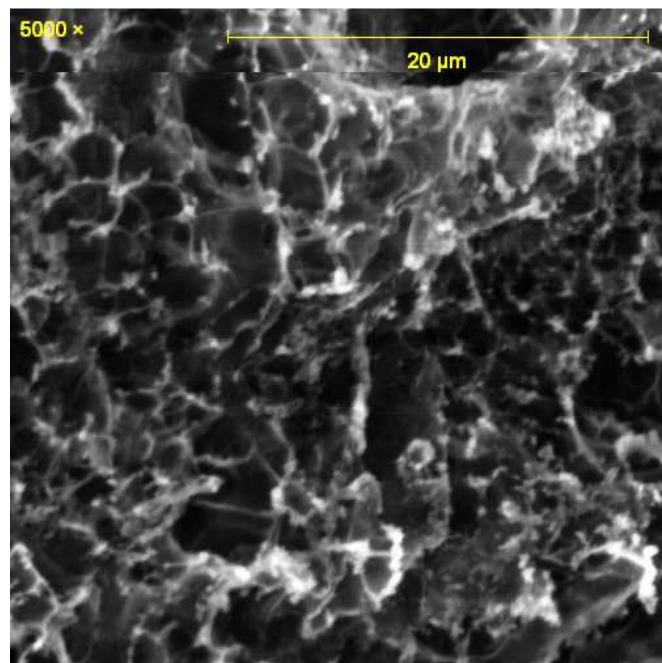


Figura 9. Micrografía SEM de la muestra "Y12" (MI-23-145) a 5000X



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, 3735
Apartado 17-01-2759 • E-mail: lanum.fim@epn.edu.ec • Quito – Ecuador



OBSERVACIÓN: La normativa para la organización y gestión de los laboratorios de la Escuela Politécnica Nacional, capítulo IV (De la difusión) menciona: "Si la contribución de un laboratorio es significativa y sustancial para la realización de una publicación, se deberá colocar al miembro(s) del laboratorio que contribuyó al desarrollo de la investigación como co-autor(es) de la publicación realizada". En este caso, por favor mantener comunicado al LANUM.

"El cliente puede hacer uso académico de los resultados presentados en este informe, así como de los respaldos enviados 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. Orlando Campaña

Analista Técnico

Revisado y aprobado por:

Ing. Karina Lagos

Responsable Técnica (S)

Autorizado por:

Paulina Romero, Ph.D.

Coordinadora del Laboratorio