



ESCUELA POLITÉCNICA NACIONAL



FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA

**EXFOLIACIÓN MECÁNICA DE GRAFITO EN VÓRTICES DE TAYLOR
Y SU APLICACIÓN EN ELECTRODOS DE DIÓXIDO DE TITANIO
MODIFICADOS CON GRAFENO**

**TRABAJO DE TITULACIÓN PREVIO A LA OBTENCIÓN DEL TÍTULO DE
MAGÍSTER EN INGENIERÍA MECÁNICA**

JORGE ISMAEL ESCOBAR ORTIZ
jorge.escobaro@epn.edu.ec

DIRECTOR: FIS. CRISTIAN PATRICIO SANTACRUZ TERÁN, Ph.D.
cristian.santacruz@epn.edu.ec

Quito, Diciembre 2019

CERTIFICACIÓN

Certifico que el presente trabajo fue desarrollado por Jorge Ismael Escobar Ortiz bajo mi supervisión.

Fis. Cristian Patricio Santacruz, Ph.D.

DIRECTOR DE PROYECTO

DECLARACIÓN

Yo, Jorge Ismael Escobar Ortiz, 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 normatividad institucional vigente.

Jorge Ismael Escobar Ortiz

AGRADECIMIENTOS

A Dios,

*Por darme fuerza y guiarme y permitirme llegar a cumplir esta meta y sueño tan
anhelado.*

*A mis padres, por inculcarme siempre buenos valores y estar siempre presente en
momentos duros en el transcurso de mi vida, en especial a mi mami, por estar
incondicionalmente con su ayuda, cariño y compañía, siendo ella una parte muy
importante en este logro alcanzado.*

A mi hermana Any

*Por brindarme su compañía y estar siempre en esos momentos de felicidad,
alegrándome con sus ocurrencias, y a pesar de que sea menor, ella siempre ha
sido mi ejemplo, enseñándome que nunca hay que rendirse y siempre hay que
poner coraje y fuerza a las dificultades que se nos presenta.*

A mi abuelita

*Que me ha enseñado que la familia siempre debe estar unida en las buenas y en
las malas, y sobre todo me ha enseñado siempre a luchar y tener fe en que todas
las cosas suceden, si así nos proponemos.*

*A mis amigas Cris y Andre por estar siempre presentes y brindarme su apoyo
incondicional durante esta etapa profesional, estudiantil y sobre todo personal,
gracias por todo*

A Elvi

*Por brindarme su compañía, comprensión, amor y cariño incondicional en esta
etapa del desarrollo de este proyecto, haciendo que esta experiencia sea
okeysiiiiisima.*

Por último, quisiera agradecer

Al Dr. Cristian Santacruz

Por su colaboración en el desarrollo de este proyecto.

JORGE

DEDICATORIA

*Este proyecto es dedicado principalmente a Dios,
que ha sido una parte muy importante para el desarrollo
de este proyecto, a mis padres, mi hermana y familia
por su apoyo incondicional y
apoyarme en este sueño que se ve culminado con éxito.*

JORGE

ÍNDICE

INTRODUCCIÓN.....	1
Pregunta de Investigación	2
Objetivo general.....	2
Objetivos específicos.....	2
1. MARCO TEÓRICO	3
1.1. Introducción	3
1.2. Propiedades del Grafeno	5
1.3. Métodos de Obtención.....	6
1.3.1. Método Cinta Adhesiva.....	6
1.3.2. Método líquido con Sonicación	7
1.3.3. Método por molinos de bolas	8
1.3.4. Exfoliación Electroquímico	8
1.3.5. Descomposición en fase de vapor (CVD).....	9
1.3.6. Reducción del óxido de grafeno.....	10
1.3.7. Exfoliación por esfuerzo de corte	10
1.4. Métodos de caracterización	13
2. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL.....	20
2.1. Materiales y equipos	20
2.2. Métodos.....	20
2.2.1. Mecanismo de Exfoliación: Electroquímica	20
2.2.2. Mecanismo de Exfoliación: Esfuerzo de Corte	21
2.3. Pruebas: Exfoliación electroquímica	25
2.3.1. Absorbancia versus concentración de grafeno.....	25
2.3.2. Absorbancia versus concentración tween80	25
2.4. Pruebas: Exfoliación por esfuerzo de corte	26

2.5. Caracterización	27
2.5.1. Espectroscopia Ultravioleta Visible	27
2.5.2. Espectroscopia Raman	27
3. DISCUSIÓN DE RESULTADOS	29
3.1. Linealidad de la absorbancia versus la concentración de grafeno.....	29
3.2. Dependencia de la absorbancia con el porcentaje de dilución de tween80 – agua	30
3.3. Exfoliación por Corte de Esfuerzos	32
3.3.1. Espectroscopia Ultravioleta Visible	32
3.3.2. Espectroscopia Raman	35
3.4. Diseño con Ranuras	39
3.4.1. Espectroscopia Ultravioleta Visible	39
4. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES	41
4.1. Conclusiones	41
4.2. Recomendaciones	42
Referencias bibliográficas.....	43
Anexos.....	46
Anexo I.	47
Anexo II.	50
Anexo III.	56
Anexo IV.....	58
Anexo V.....	65

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1. 1. (a) Estructura del grafeno 2D. (b) Grafito 3D. (c) Nanotubos de Carbono 1D (grafeno enrollado a lo largo en una dirección). (d) Fullerenos 0D (grafeno envuelto).....	4
Figura 1. 2. Ilustración del mecanismo de exfoliación mediante sonicación	8
Figura 1. 3. Fases del proceso CVD (a) Capa de Níquel sobre un sustrato, (b) capa de níquel a 1000°C en la presencia de entorno de gas carbonoso, (c) A medida que el níquel se enfría, los átomos de carbono precipitan fuera de la capa de níquel y forman grafeno, (d) La película se separa de la capa de Ni mediante un ataque químico. (e) el grafeno resultante se transfiere a los sustratos apropiados ..	9
Figura 1. 4. a) Vista Lateral. b) Vista en tres dimensiones entre los cilindros	10
Figura 1. 5. Esquema de los cilindros concéntricos.	11
Figura 1. 6. Espectrómetro Raman.	14
Figura 1. 7. Espectro Raman de grafito y grafeno monocapa sin defectos	15
Figura 1. 8. (a) Espectroscopia Raman con 1,2,3 y 4 capas. (b) Las regiones de la banda 2D ampliadas y con ajuste de curva	16
Figura 1. 9. a) Distancia media entre defectos. b) Espectros Raman de materiales basados en grafeno, que incluyen grrafito, 1KG, 3LG, grafeno desordenado, oxido de grafeno y nano partículas de grafeno.	17
Figura 1. 10. Configuración UV-vis.	18
Figura 1. 11. Estructura de una AFM.....	19
Figura 2. 1. Procedimiento del proceso de exfoliación electroquímica	21
Figura 2. 2. Estructura del sistema de giro.	22
Figura 2. 3. Esquema cilindro interior. (a) Liso. (b) Ranuras	24
Figura 2. 4. Proceso de Exfoliación	27
Figura 3.1. Absorbancia de grafeno versus la concentración relativa de grafeno en una solución tween80 – agua al 0.5%.....	29
Figura 3.2. Absorbancia en 660 nm para dispersiones de grafeno en soluciones de diferentes concentraciones de tween80 – agua.	31
Figura 3.3. Concentración tween80 – agua (% en peso).	32
Figura 3.4. Muestra A (0% Tween 80).	33
Figura 3.5. Muestra B (0.05% Tween 80).	34
Figura 3.6. Muestra C (0.1% Tween 80).	34
Figura 3.7. (a) Espectro Raman de grafeno por exfoliación mecánica. (b) Espectro Raman de grafito.	35
Figura 3.8. Raman muestra 0.5% Tween.....	36

Figura 3.9. (a) Banda Raman G. (b) Banda Raman 2D, para la muestra de 0.5% Tween 80.....	37
Figura 3.10. (a) Espectro Raman de Exfoliación Mecánica. (b) Espectro Raman de Exfoliación Electroquímica.....	37
Figura 3.11. Cilindro interior con 5 ranuras.....	39
Figura 3.12. (a) Espectro Raman de Exfoliación Mecánica [6]. (b) Espectro Raman de Exfoliación Mecánica.....	40

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1. 1. Propiedades del grafeno monocapa	5
Tabla 2. 1. Dispersiones de diferentes cantidades de grafeno en una solución de Tween 80- Agua (0.5% en peso)	25
Tabla 2. 2. Dispersiones de grafeno en diferentes concentraciones de tween80 - Agua	26
Tabla 2. 3. Parámetros Mezcla a exfoliar.	26
Tabla 3. 1. Datos del proceso de absorbancia versus concentración relativa de grafeno en una solución Tween 80 – agua al 0.5%	30
Tabla 3. 2. Datos del Proceso de dependencia Grafeno con tween80 – Agua (% en peso)..	31
Tabla 3. 3. Datos del Proceso variando el porcentaje de tween80.....	33
Tabla 3. 4. Comparación de Banda G y D' del procesos electroquímico y mecánico.....	38
Tabla 3. 5. Comparación de Banda 2D del procesos electroquímico y mecánico	38

RESUMEN

Esta investigación pretende desarrollar una metodología para la obtención de grafeno por medio de exfoliación mecánica de grafito en polvo. Se estableció este método debido a que presenta ciertas ventajas con respecto a los procesos convencionales, tales como es su costo de producción a escala laboratorio como también que es menos nocivo con el medio ambiente. El método radica en obtener una mezcla adecuada de grafito en polvo, agua y un aditivo (Tween 80) que permite el aumento de la viscosidad de la solución, de manera que al generar un flujo toroidal se produzca un esfuerzo cortante en el grafito. Para esto se construyó un dispositivo compuesto por dos cilindros concéntricos, uno de los cuales rota. Se considera que a medida que aumenta la velocidad angular, el torque aumenta rápidamente, con lo que se genera un esfuerzo de corte entre dos vórtices contiguos de flujo toroidal, rompiendo las capas débiles de grafito, para la obtención de grafeno. Se evaluó la cantidad, calidad, tamaño y morfología del grafeno obtenido. Los resultados que se obtuvieron a través de análisis mediante espectrometría UV-VIS y Raman, determinaron la cantidad, la morfología y el número de capas del material obtenido por medio de este proceso de exfoliación. Esto indicó que el material producido es de mejor calidad que el generado con un proceso de exfoliación electroquímica. Esta investigación puede ser utilizada para adaptar este proceso de exfoliación mecánica de grafito en polvo en el Laboratorio de Materia Condensada de la Escuela Politécnica Nacional, para la obtención de grafeno con menos defectos que el método electroquímico.

Palabras clave:

Exfoliación mecánica, grafito, grafeno, vórtices de Taylor.

ABSTRACT

This research project shows a development of a methodology to obtain graphene by mechanical exfoliation of graphite in powder. This new methodology presents several advantages comparing with the conventional processes such as low production cost in laboratory, and it is less harmful to the environment. We obtained an adequate mixture of graphite powder, water, and an additive (Tween 80) that increases the viscosity of the solution and generates a toroidal flow (Taylor–Couette flow) which makes a sharp effort over the graphite. This effect was obtained through a mechanical device composed of two concentric and coaxial cylinders in which one of them rotates. As the speed increases, the torque increases rapidly and produces a sharp esforce between two contiguous vortices of Taylor-Couette flow. This force breaks the weak layers of graphite obtaining graphene. It was evaluated the quantity, quality, size, and morphology of the obtened graphene. The results gotten by UV-VIS and RAMAN showed the amount, morphology, and number of layers of the material obtained by exfoliation. With these results we were able to conclude that final product was better quality that the one generated by electrochemical exfoliation. This research encourage the application of mechanicla exfoliation of graphite powder at the Condensed Matter Laboratory at the “Escuela Politécnica Nacional” to obtain graphene with less defectts than through the electrochemical method.

Keywords:

Mechanical exfoliation, graphite, graphene, Taylor vortices

EXFOLIACIÓN MECÁNICA DE GRAFITO EN VÓRTICES DE TAYLOR Y SU APLICACIÓN EN ELECTRODOS DE DIÓXIDO DE TITANIO MODIFICADOS CON GRAFENO

INTRODUCCIÓN

En la actualidad numerosos grupos de investigación a nivel mundial estudian las propiedades del grafeno, una estructura bidimensional y hexagonal de átomos de carbono. El interés se debe a las aplicaciones potenciales que se pueden tener a partir del grafeno, el cual es un material tan duro como el diamante, pero flexible, liviano, impermeable, resistente al fuego, un gran conductor eléctrico, y capaz de disipar el calor mejor que el cobre [1]. De ahí que el grafeno tenga un grande interés en cuanto a su investigación referido a las metodologías para su obtención a gran escala.

Los métodos de producción de grafeno de alta calidad en la actualidad son muy costosos, o difíciles de implementar a gran escala, tales como: exfoliación micromecánica, exfoliación electroquímica y la deposición química de vapor (CVD por sus siglas en inglés) entre otras.

La exfoliación micromecánica, consiste en obtener grafeno a base de deslaminar el grafito con cinta adhesiva, en sucesivas ocasiones. Su desventaja radica que es un proceso muy lento y de bajo rendimiento, a la vez que costoso en cuanto a mano de obra, por lo que no resulta ser un procedimiento apto para su uso industrial [2].

La exfoliación electroquímica, consiste en someter a un electrodo sólido de grafito a una diferencia de potencial constante en solución de ácido sulfúrico diluido. El inconveniente principal es que produce defectos superficiales que deterioran las propiedades eléctricas del grafeno, además de generar desechos que no son amigables con el medio ambiente [3].

La deposición química de vapor, es una técnica que sintetiza grafeno sobre un sustrato metálico (generalmente níquel) a partir de la descomposición térmica de metano a 1000°C, produciéndose el depósito de los átomos de carbono (nucleación) en la superficie metálica para el posterior crecimiento de láminas de grafeno, de gran calidad estructural y de gran tamaño, siendo una técnica que puede ser usada a escala industrial [4]. La desventaja que presenta esta técnica es el elevado costo de los equipos y materiales para su desarrollo, además que el proceso es a altas temperaturas en el rango de 1000°C, con lo que no se puede trabajar con cualquier sustrato.

Recientemente, investigadores del Instituto Tecnológico de Massachusetts (MIT), desarrollaron un proceso que podría utilizarse para la producción de grafeno a escala industrial [5]. El proceso que utiliza procedimientos mecánicos para exfoliar el grafito en polvo, puede ser viable por las ventajas que presenta respecto a los antes mencionados, ya que puede producir grandes cantidades de grafeno libre de defectos, además que el costo de producción por esta técnica es más económico que las antes descritas [6].

El problema planteado en el presente trabajo de titulación, radica en implementar y optimizar este método para la producción de grafeno, a escala de laboratorio [7]. Para esto se requiere cuantificar su eficiencia, y evaluar el material producido en cuanto a cantidad, morfología y número de capas. Una posible aplicación puede ser la evaluación de la actividad electrónica en electrodos de TiO_2 [8].

Pregunta de Investigación

La exfoliación mecánica de grafito en polvo, ¿es un método escalable a nivel laboratorio y viable en su obtención en términos de costos y menos nocivo con el medio ambiente en comparación con la exfoliación electroquímica?

Objetivo general

Desarrollar y optimizar un método para la exfoliación mecánica de grafito en vórtices de Taylor y determinar su efecto en la actividad superficial de películas de TiO_2 con grafeno.

Objetivos específicos

- Establecer una metodología para la exfoliación mecánica de grafito por esfuerzos de corte en vórtices de Taylor en diversos solventes.
- Optimizar la eficiencia del proceso de exfoliación evaluando el material producido (grafeno) por espectroscopia UV-VIS, Raman y AFM.

1. MARCO TEÓRICO

1.1. Introducción

El grafeno es un nanomaterial bidimensional, de carbono puro, concretamente es una forma alotrópica casi transparente. Consiste en una capa de átomos de carbono, el cual puede obtenerse a partir de diferentes elementos o compuestos químicos, que son parte de algunas metodologías para su obtención, que serán descritas más adelante.

El estudio del grafeno ha ido teniendo cabida debido a que presenta excelentes propiedades mecánicas, eléctricas, químicas, magnéticas y ópticas, lo que genera interés científico en su proceso de obtención y posibles aplicaciones, con lo que augura una verdadera revolución tecnológica [9].

Uno de sus posibles campos de acción es en la electrónica flexible debido a su capacidad de transportar corriente en películas delgadas de un átomo de espesor, transistores ultradelgados, baterías y celdas solares, lo que induce a que se dé la posibilidad de sustituir a materiales importantes en este ámbito, como es el silicio.

Por sus excelentes propiedades eléctricas para posibles usos en ordenadores, control del sistema eléctrico en los autos, teléfonos, por su alta capacidad de almacenar energía puede ser una solución viable en cuanto a la duración de una batería y su tiempo de carga [10].

En relación al campo energético, el grafeno puede generar electricidad a través de la energía solar, por lo que lo convierte en un material a ser utilizado en el campo de la obtención de energías limpias, en lo que tiene que ver en la construcción de paneles solares.

Respecto a sus propiedades mecánicas se trata de un material flexible (módulo de Young es de 1TPa), dúctil, y que, a pesar de ser un material fino y ligero, es más resistente que el acero estructural.

En cuanto al análisis de sus propiedades mecánicas, teniendo en cuenta que se comentaba que puede ser más liviano que el acero y presentar mayor resistencia, puede ser usado en la fabricación de materiales para el uso en la construcción de aviones, satélites o automóviles.

El grafeno no solo es aplicado en estos ámbitos técnicos, sino también puede ser utilizado en campos de la medicina, debido a que se ha observado que puede ser funcional en el transporte de fármacos, como también en la generación de biosensores, o por sus buenas propiedades mecánicas ser utilizado como refuerzos de compuestos para prótesis [11].

Actualmente se tienen algunos estudios referentes al grafeno y sus aplicaciones, pero hay que tener en cuenta que se trata de un material que se lo conoce desde 1930, que, al ser considerado demasiado inestable, sus estudios se retoman a partir del 2004, donde se

consigue aislarlo a temperatura ambiente. Esto fue conseguido por Konstantin Novoselov y Andre Geim, lo cual les valió el Premio Nobel de Física en 2010, por ser los primeros en aislar, identificar y caracterizar grafeno en monocapa [12].

En cuanto a las capas que comprenden el grafeno, se puede comentar que estas se encuentran ordenadas en planos cuyas formas son hexagonales, con una ligera ondulación lo que da el aspecto a un panal de abejas.

Así pues, según las capas que lo conformen, el grafeno puede ser clasificado en cuatro tipologías: monocapa (1 capa), bicapa (2 capas), pocas capas (de 3 a 4 capas) y multicapa (entre 5 y 10 capas). Aunque sus propiedades están en función de su dimensionalidad, los cuatro tipos presentan un conjunto de propiedades comunes que permiten caracterizarlos como grafeno. En la figura 1.1, se puede observar la estructura del grafeno de la cual se comentó anteriormente, así como también una referencia de las diferentes estructuras que se pueden tener partir del carbono [13].

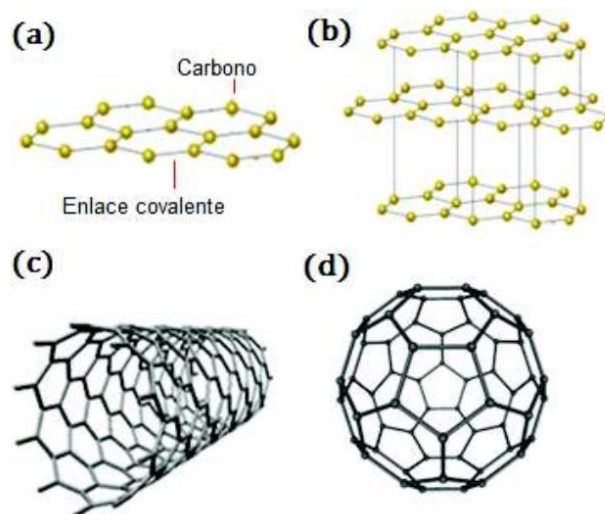


Figura 1.1. (a) Estructura del grafeno 2D. (b) Grafito 3D. (c) Nanotubos de carbono 1D (grafeno enrollado a lo largo en una dirección). (d) Fullerenos 0D (grafeno envuelto).

(Fuente: [13])

1.2. Propiedades del Grafeno

En cuanto a las propiedades se puede hacer referencia algunas de ellas, como se indica a continuación:

- **Bidimensional**, se ha observado que está compuesto por una o pocas capas muy finas de un átomo de espesor, en las que se pueden apreciar sus dos dimensiones.
- **Ligero**, se ha podido determinar que al comparar un metro cuadrado de grafeno con el del acero, es aproximadamente 200 veces más liviano, pero a pesar de esto, presenta una gran superficie específica ($2600 \text{ m}^2/\text{g}$), lo que le permite tener la capacidad de autoenfriamiento.
- **Flexible**, se ha identificado que una lámina de grafeno puede estirarse un 10% de su tamaño nominal de forma reversible, con lo que las superficies de los materiales en los que se aplica el grafeno tienen menos posibilidades de quebrarse, y por tanto más durabilidad.
- **Duro y resistente**, a pesar de su flexibilidad este material, supera la dureza del diamante y a su vez es 100 veces más resistente que el acero estructural, con lo que le permite soportar grandes fuerzas. Su resistencia mecánica es de 42 N/m aproximadamente.
- **Conductor eléctrico y térmico**, en cuanto a su conductividad térmica interplanar es de $2000 - 4000 \text{ W/mK}$, siendo esta mayor que la del cobre, lo que le permite soportar altas corrientes sin calentarse [14].

En la tabla 1.1, se pueden cuantificar algunas de las propiedades antes mencionadas.

Tabla 1.1. Propiedades del grafeno monocapa.

Propiedad	Detalle
Transparencia Óptica	97.7 %
Movilidad electrónica	$200000 \text{ cm}^2\text{V}^{-1}\text{s}^{-1}$
Conductividad Térmica	$2000 - 4000 \text{ Wm}^{-1}\text{K}^{-1}$
Superficie específica	$2630 \text{ m}^2\text{g}^{-1}$
Módulo elástico	0.25 TPa
Tensión a la Rotura	42 Nm^{-1}

(Fuente: [15])

1.3. Métodos de Obtención

Dentro de este apartado, se puede indicar que la materia prima para la obtención del grafeno es el grafito, razón por la cual en 1986 Boehm y sus colaboradores recomiendan el uso del nombre de grafeno para este material, para indicar que se trata de láminas individuales de carbono las cuales componen al grafito [16].

Las láminas de grafeno están unidas entre sí por las fuerzas de Van de Waals, las cuales son más débiles que las uniones covalentes entre los átomos de carbono que conforman las del grafeno. Por lo tanto, se requiere de poca energía para exfoliar las láminas de grafeno por procesos físicos, mecánicos o químicos.

Fundamentalmente el grafeno puede obtenerse simplemente por exfoliación de grafito, además hay que tener en cuenta que la fuente de este material está basada en carbono, el cual es uno de los materiales más abundantes de la tierra.

Para definir un método de obtención de grafeno hay que considerar aspectos como la pureza y la cantidad, lo que radica en su método de síntesis, si se quiere tener grafeno de mayor calidad o más puro, el proceso de obtención será más complicado, con respecto a la cantidad obtenida será pequeña y su costo elevado, la producción de este material aún se encuentra restringido para aplicaciones en la industria.

Para definir las técnicas que se tienen cabe indicar dos aspectos, el uno que es top down, donde el grafeno se obtiene a partir de exfoliación de materiales de carbono, que normalmente es grafito y el bottom up, el cual radica en tener átomos de carbono generados luego de una descomposición de hidrocarburos los cuales generalmente se dan en procesos donde se tienen altas temperaturas [17].

A continuación, se indica algunos métodos de síntesis.

1.3.1. Método de la Cinta Adhesiva

El método físico tradicional que se tiene, es el conocido como el de la cinta adhesiva, el cual no es más que una exfoliación micromecánica. Consiste en separar láminas de grafito por medio del uso de una cinta adhesiva, con lo que, entre cada pasada, parte del grafito se va exfoliando y se va obteniendo capas de grafeno de pequeño espesor. Con respecto a este método se puede indicar que produce grafeno de alta calidad de una forma un tanto sencilla y económica, pero su principal desventaja radica en que se trata un proceso no escalable a nivel industrial [16].

1.3.2. Método líquido con Sonicación

La sonicación es una herramienta potente para la síntesis de materiales, además que es un proceso ampliamente utilizado para suprimir la agregación de carbono en disolventes. La exfoliación de grafito en fase líquida asistida por sonicación para la obtención de grafeno permitido que se tenga una a gran escala [17].

Para realizar este proceso el grafito en polvo se dispersó en solventes orgánicos tales como N-dimetilformamida (DMF) y Metilpirrolidona (NMP). Este método es extremadamente intrigante y abre una vista completamente nueva para la producción de grafeno a gran escala y bajo costo [17].

El método líquido por sonicación consiste en un baño prolongado de sonicación por hasta 460 horas o 19 días. Donde el solvente ocupado para aumentar la tensión superficial es la Metilpirrolidona por sus siglas NMP lo que ayudará a la exfoliación de grafito. Desafortunadamente, la alta temperatura de ebullición (202 ° C) dificulta su fácil eliminación. Se ha determinado que utilizar NMP es favorable para la aplicación de este método debido a que la energía superficial coincide con la del grafeno, favoreciendo la exfoliación. Uno de los puntos críticos en este proceso es que el NMP es relativamente caro. Desafortunadamente el agua, tiene una energía superficial muy alta para ser utilizado como exfoliante para el grafeno, además que el grafeno es de naturaleza hidrofóbica. Se han estudiado soluciones de surfactante-agua, con Dodecibenceno sulfonato de sodio (SDBS) como surfactante, en un baño sónico de baja potencia durante 30 min.

Se ha establecido que la síntesis de grafeno controlada por sonicación se puede realizar mediante un baño ultrasónico, un método relativamente barato. La dificultad que presenta el método es la reproducibilidad, debido a que el proceso puede variar dependiendo del nivel de agua, volumen de dispersión, recipiente, forma, potencia de salida y posición exacta de la muestra; además que el material producido tiene defectos. En resumen, la exfoliación de grafito a través de sonicación depende en gran medida del tipo de solvente y surfactante que se use para mezclar con el grafito; con lo que se puede concluir que es esencial tener una energía superficial determinada que coincida con las del grafito, favoreciendo así el proceso de exfoliación. En lo que concierne con la eficiencia de producción de grafeno es bajo, pero se puede lograr una mejora prolongando el tiempo de sonicación [17].

La mecánica de exfoliación por sonicación, se origina en la cavitación líquida, tal como se ilustra en la figura 1.2.

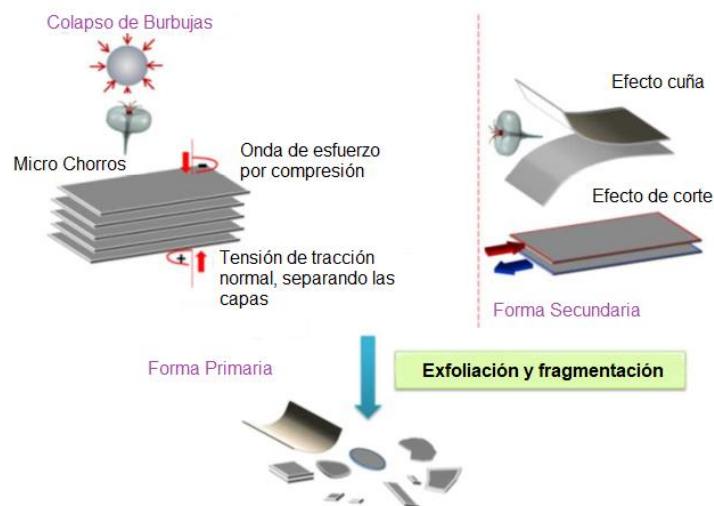


Figura 1.2. Ilustración del mecanismo de exfoliación mediante sonicación.

(Fuente: [17])

La parte deficiente del método es la baja concentración de grafeno, aproximadamente del 0.01 mg/mL, que está lejos de ser una aplicación práctica, para lo cual en algunos trabajos se aumenta la concentración inicial de grafito, como también agregar surfactantes y polímeros, al igual el intercambio de solventes o la mezcla de solventes.

1.3.3. Método por molinos de bolas

Es un método común en la producción de polvo en la industria, es una técnica conocida por su alta capacidad de producción y cizallamiento, y su fuerza de trituración. En esta técnica las microestructuras de grafito en polvo golpean con las bolas del molino, las cuales se encuentran en una cáscara cilíndrica hueca giratoria. El tamaño promedio del material producido depende en gran medida de los parámetros de molienda, lo que en general tiene que ver con la relación bola a grafito, el peso inicial del grafito, la duración de molienda. Esta técnica establece un método relativamente barato y tiene un potencial alto en cuanto a su eficiencia de producción para ser escalado industrialmente [17].

1.3.4. Exfoliación Electroquímico

Este método químico consiste en someter a un electrodo sólido de grafito a una diferencia de potencial constante en una solución electrolítica, por ejemplo, de ácido sulfúrico diluido (0.1N). La diferencia de potencial guía a los iones del electrolito hacia los espacios interplanares del grafito, lo cual produce su exfoliación.

Los mecanismos detrás de la exfoliación electroquímica dependen principalmente del tipo de potencial aplicado sea este anódico o catódico. En este caso, el potencial es anódico; implica que al grafito se le imparte una carga positiva, se convierte en el ánodo y atraerá iones negativos (aniones), mientras el contra-electrodo (cátodo) atraerá iones positivos (cationes). Si los aniones tienen un tamaño menor a la distancia entre capas del grafito ingresarán entre ellas, produciendo la intercalación y consecutivamente la separación.

El inconveniente principal es que produce defectos superficiales que deterioran las propiedades eléctricas del grafeno, además de usar procesos que no son amigables con el medio ambiente [18].

1.3.5. Descomposición en fase de vapor (CVD)

Otro de los métodos químicos que se tiene en este ámbito es el que se da por una síntesis química, mediante la deposición en fase de vapor (CVD, por sus siglas en ingles), el cual no es más que el crecimiento epitaxial sobre un sustrato. Este método consiste en tener una descomposición térmica de un hidrocarburo, el cual se descompone catalíticamente sobre un sustrato metálico, por lo general níquel o cobre, a altas temperaturas aproximadamente en un rango de 800 a 1000 °C. El grafeno se forma en la superficie del metal una vez haya alcanzado la saturación para lo cual además hay que esperar que el conjunto llegue a enfriarse. Para separar las láminas del sustrato metálico, generalmente se lo hace mediante la disolución del metal en un agente químico. En la figura 1.3 se puede apreciar cada una de las fases que presenta la obtención de grafeno por este método CVD [19].

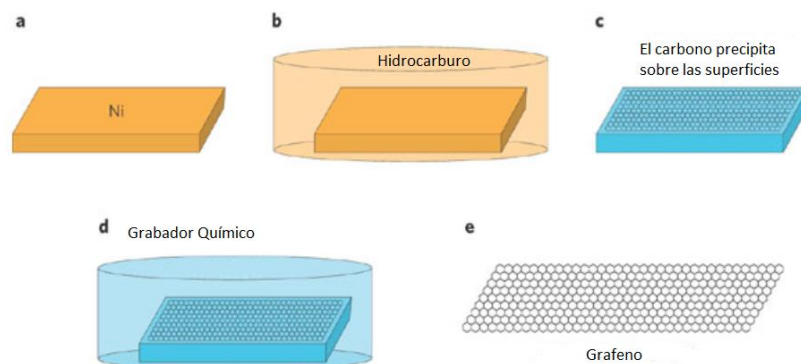


Figura 1.3. Fases del proceso CVD (a) Capa de níquel sobre un sustrato, (b) Capa de níquel a 1000°C en la presencia de entorno de gas carbonoso, (c) A medida que el níquel se enfría, los átomos de carbono precipitan fuera de la capa de níquel y forman grafeno, (d) La película se separa de la capa de Ni mediante un ataque químico. (e) El grafeno resultante se transfiere a los sustratos apropiados.

(Fuente: [19])

En cuanto a la calidad del material que se obtiene por este método, se trata de un grafeno cuyas láminas tienen gran dimensión y una buena calidad estructural, lo cual potencia su uso en el ámbito de la electrónica.

1.3.6. Reducción del óxido de grafeno

El óxido de grafeno (GO) proviene de la oxidación de grafito, para su posterior exfoliación por sonicación y reducción para producir óxido de grafeno reducido [20].

Este proceso de reducción puede ser desarrollado de manera térmica o química, la térmica se produce con temperaturas altas, mientras que la química radica en el uso de agentes reductores como la hidracina hidratada. El problema radica que a pesar de la reducción prevalecen algunos defectos estructurales [21].

1.3.7. Exfoliación por esfuerzo de corte

Este método consiste en trabajar con flujos de vórtices de Taylor, en la figura 1.4 (b) se puede observar el mecanismo para generar estos vórtices, el cual consiste en dos cilindros concéntricos. El cilindro interior es el que se encuentra rotando mientras que el exterior se encuentra fijo, generando así este flujo toroidal tal como se indica en la figura 1.4 (a) [22].

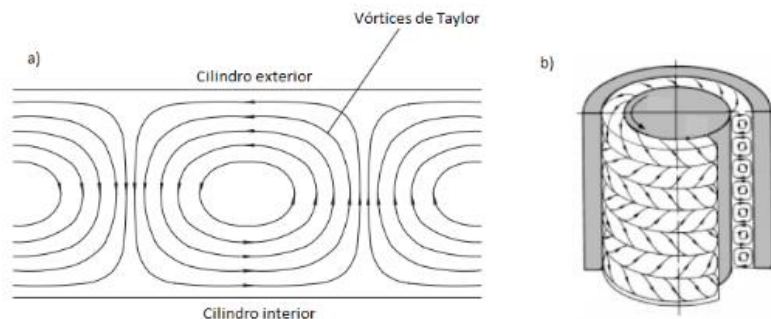


Figura 1.4. a) Vista lateral de los elementos que intervienen en la exfoliación. b) Vista en tres dimensiones entre los cilindros.

(Fuente: [22])

El proceso consiste en colocar un fluido viscoso en el espacio entre dos cilindros concéntricos, en el que uno está en movimiento relativo con respecto al otro, tal como se indica en la figura 1.5. [10].

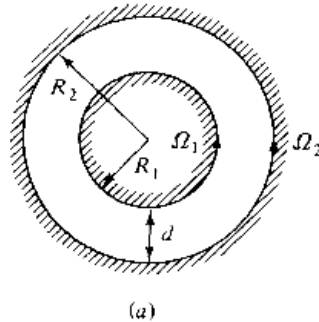


Figura 1.5. Esquema de los cilindros concéntricos.

(Fuente: [23])

Donde:

- R_1 , radio del cilindro interno
- R_2 , radio del cilindro externo
- Ω_1 , velocidad angular de rotación del cilindro interno
- Ω_2 , velocidad angular de rotación del cilindro externo

Se ha determinado que al fijar el cilindro interno ($\Omega_1=0$) mientras el exterior rota a una velocidad angular Ω_2 , el torque ejercido por el fluido en el cilindro interno es proporcional a Ω_2 , cuando las velocidades son bajas. Sin embargo, conforme se aumenta Ω_2 , el torque aumenta más rápidamente, y este cambio se atribuye a una transición de flujo laminar a flujo de vórtices de Taylor. En estas condiciones es factible tener un esfuerzo de corte entre dos vórtices contiguos, permitiendo romper las capas débiles del grafito, para la obtención de grafeno [22].

Se ha determinado que el grafito disperso en el solvente adecuado y sometido a un proceso de exfoliación por corte, produce grafeno de pocas capas (1 a 10 aproximadamente) que es uno de los objetivos del presente trabajo. [8].

El mecanismo de exfoliación por cizallamiento depende de las dimensiones del cilindro exterior e interior (estator y rotor) como de la dinámica del fluido inducida por el espacio donde

se da la mezcla. Se ha determinado que incluso para valores de número de Reynolds pequeños (menores a 10^4) en el cual el fluido (mezcla) tiene un flujo turbulento no desarrollado completamente, se puede obtener grafeno a partir de la exfoliación de grafito [16].

Por lo que cualquier dispositivo (estator y rotor) que pueda alcanzar estas condiciones del número de Reynolds puede usarse para el proceso de exfoliación, ya que este es un método dominado por la fuerza de corte que se dan entre el fluido y la pared del cilindro [16].

Hay que mencionar que además de estos parámetros antes descritos, efectos de cavitación y colisiones favorecen a la exfoliación, tal como se indica en la figura 1.6, como también el proceso y parámetros que se dan en el dispositivo [16]. Se ha observado que el mezclador del rotor-estator la tasa de corte es más alta, por lo que esto implica que se defina bien la velocidad de corte en el proceso de mezclado, la cual se localiza en la vecindad del rotor-estator. Para aumentar la eficiencia del método antes descrito, es necesario la generación de turbulencia, dada por la velocidad de corte, por lo que el mecanismo que se utiliza para garantizar este aspecto, es el que se observa en la figura 1.6.

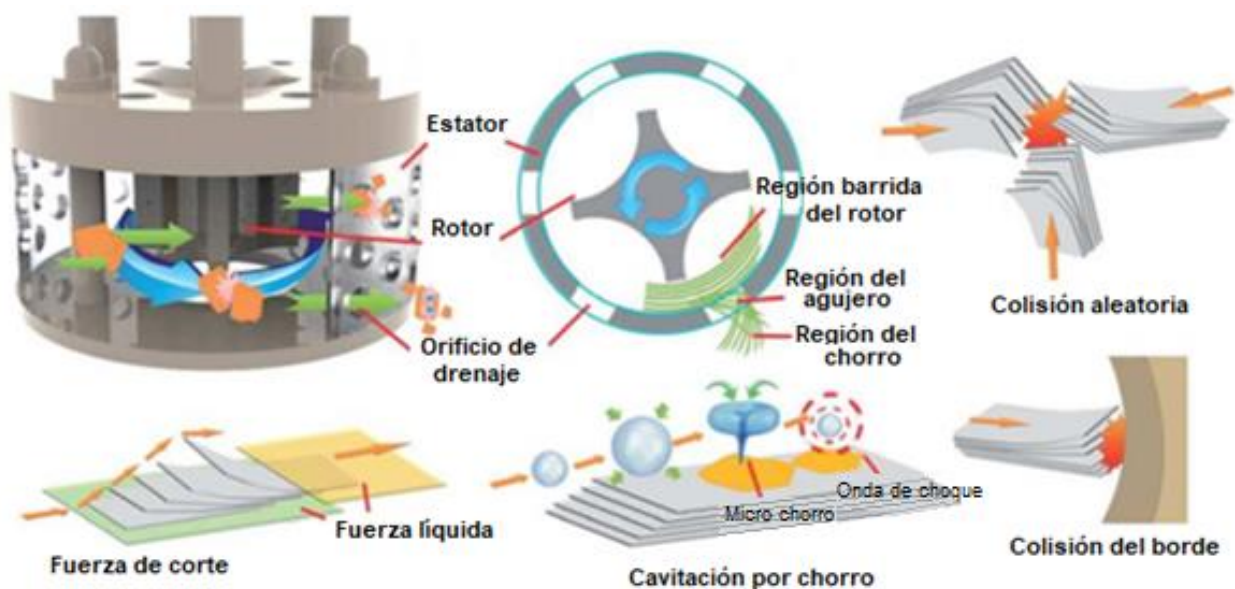


Figura 1.6. Sección del mezclador de alto cizallamiento, y el mecanismo para preparar grafeno por fuerza de cizallamiento, colisión y cavitación.

(Fuente: [16])

Este método no es oxidativo, la cual es una ventaja respecto al de oxidación, además permite la producción de grafeno de alta calidad con un rendimiento más alto que el proceso de sonicación del grafito en líquido o con el de, la exfoliación por cizalla bajo un flujo laminar o Couette básico [6].

1.4. Métodos de caracterización

Las principales cualidades del material exfoliado son su tamaño, número de capas, cantidad de defectos, grado de oxidación y eficiencia del proceso de síntesis. En la actualidad se han desarrollado diversos métodos de caracterización para el grafeno y otros nano materiales. De entre estos los más utilizados y accesibles en nuestro medio son: Espectroscopia Raman, espectroscopia UV-VIS y microscopía de fuerza atómica (AFM) [24].

1.4.1. Espectroscopía Raman

Esta técnica estudia los modos de vibración de la materia condensada las cuales se relacionan con la estructura de los sistemas. Se aplica en muestras de material orgánico e inorgánico. Esta técnica radica en irradiar con luz polarizada y una frecuencia establecida a la muestra a ser estudiada, lo cual produce una dispersión inelástica, provocando un desplazamiento en la frecuencia respecto a la luz que incidió, tal como se puede distinguir en la figura 1.7. Los cambios que se han efectuado en la longitud de onda del espectro de la luz dispersada, se los analiza típicamente por una transformada de Fourier. Esta técnica permite analizar de forma cualitativa y cuantitativa el material sintetizado [25].

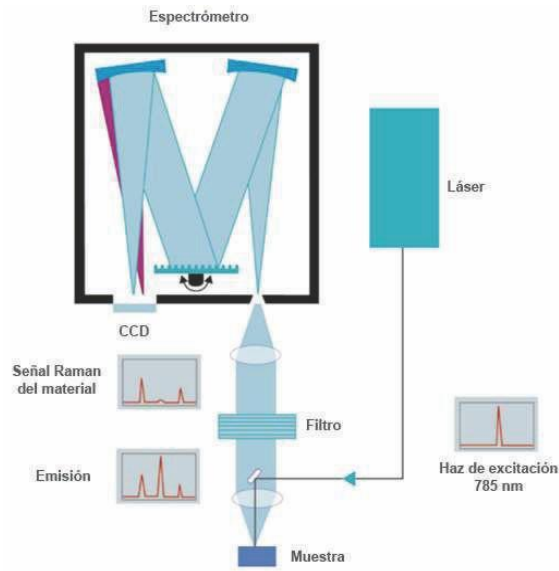


Figura 1.7. Espectrómetro Raman.

(Fuente: http://www.fisica.unam.mx/andrea/tecnicas_equipos/raman.html)

Debido a su escala y propiedades ópticas, el grafeno es invisible en la mayoría de sustratos, sin embargo, distinguir entre el número de capas de grafeno y cuantificar el impacto del desorden en sus propiedades es fundamental, por lo que la espectroscopia Raman es viable para su caracterización y de interés para este trabajo.

La figura 1.8 muestra, el espectro Raman de grafito y de grafeno monocapa sin defectos. Como se ve consiste en una serie de picos que están bien caracterizados y comprendidos, tal como se describe continuación:

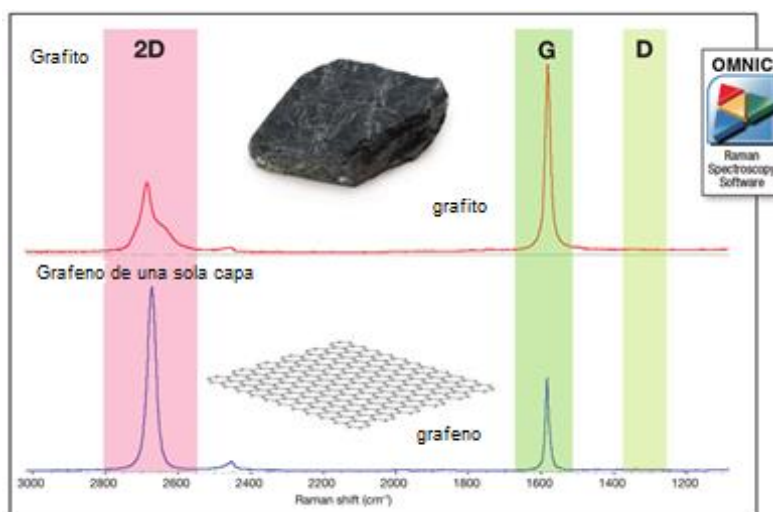


Figura 1.8. Espectro Raman de grafito y grafeno monocapa sin defectos.

(Fuente: [26])

Como parte de la caracterización del grafeno es preciso indicar en que consiste cada uno de los picos que se indican en la figura 1.8, lo cual permitirá en el análisis determinar algunas generalidades y características del material obtenido, por lo que a continuación se describe cada uno de ellos.

Banda G

La principal característica espectral del grafeno se deriva del movimiento vibracional en el plano de los átomos de carbono y el cual genera un corrimiento Raman de 1580cm^{-1} .

La intensidad y área de la banda G es insensible cuando la concentración del defecto es baja. Cuando la cantidad de defectos es alta la intensidad disminuye mientras que el área aumenta. Esta banda es extremadamente sensible a los efectos de la tensión, además es un buen indicador, para saber el número de capas de grafeno presentes, como también se la usa para de tener una idea del espesor de la capa, esto se determina ya que a medida a que aumente el número de capas, esta banda cambia a frecuencias más bajas, debido a que esto hace que el espectro cambie y depende fundamentalmente del número de capas, es preferible guiarse de la banda 2D, tal como se indicará más adelante.

Además, la banda G, al ser sensible tanto al dopaje como a la línea de frecuencia, el ancho de este pico, se puede utilizar para ir optimizando la presencia de defectos [28].

Banda D

Conocida, como la banda del desorden, esta se presenta entre 1270 y 1450 cm^{-1} , depende de la excitación en la longitud de onda y la dispersión Raman en esta banda involucra a un

fonon y un defecto. Es por esto que la intensidad crece con el aumento de defectos en la muestra. De este modo la relación I_D/I_G (Intensidad banda D/ Intensidad G) cuantifica la calidad del material. Si $I_D/I_G \approx 0$ la distancia promedio entre defectos es mayor a 20 nm; mientras que si $I_D/I_G > 1$ la distancia entre defectos es menor que 9 nm.

La banda 2D, presenta una dependencia de frecuencia fuerte en el láser de excitación, esta característica aparece aproximadamente en 2700cm^{-1} , para una excitación de láser de 514nm.

La banda 2D, la cual es el resultado de un proceso vibratorio que involucra dos fonones, en contraste con la banda D, no se activa por la presencia de defectos, por lo que se convierte en una banda importante para la observación en una muestra de grafeno. Además, no solo es importante la presencia de la banda sino también la forma, en la figura 1.9 se puede ver la dependencia de la banda 2D en función del número de capas, en donde una monocapa presenta un solo pico, mientras que una bi-capa tiene cuatro picos posibles, mientras que, en el grafito, solo se observan dos picos anchos [29].

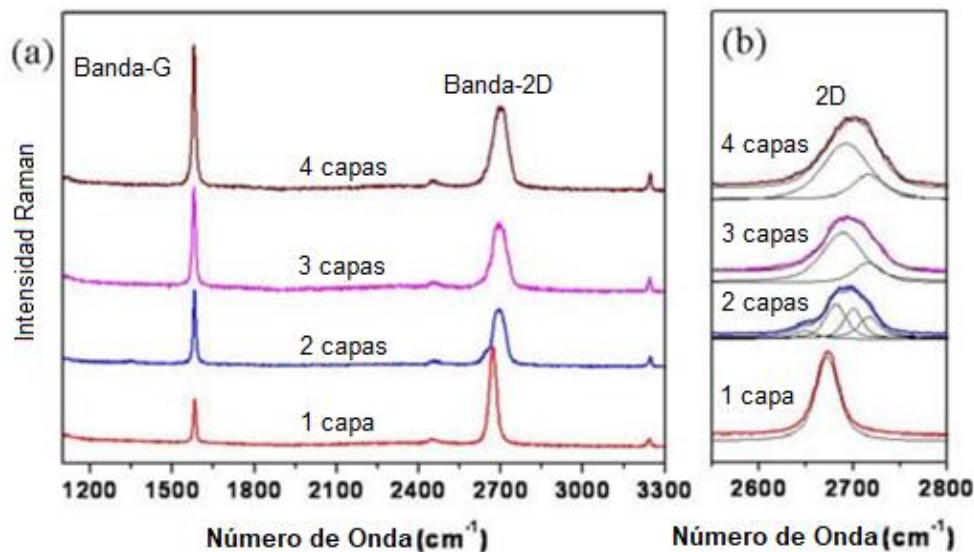


Figura 1.9. (a) Espectroscopia Raman con 1,2,3 y 4 capas. (b) Las regiones de la banda 2D ampliadas y con ajuste de curva.

(Fuente: [30])

En la figura 1.10 se puede observar espectros Raman de materiales basados en grafeno, para poder indicar la diferencia que existe entre los diferentes resultados que se pueden tener con estos espectros.

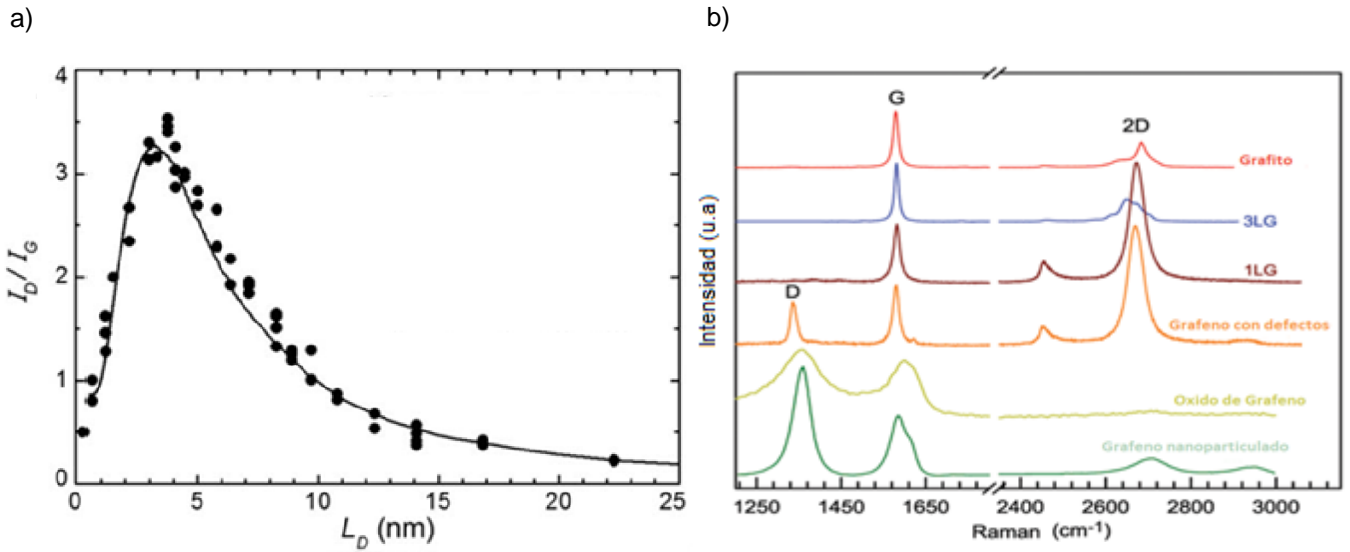


Figura 1.10. a) Distancia media entre defectos. b) Espectros Raman de materiales basados en grafeno, que incluyen grafito, 1LG, 3LG (LG, capas de grafeno), grafeno desordenado, oxido de grafeno y nano partículas de grafeno.

(Fuente: [27])

1.4.2. Espectroscopía UV-VIS

Esta técnica a diferencia del Raman, tiene aplicación cuantitativa de las muestras a analizar, generalmente se utiliza para análisis de moléculas orgánicas e inorgánicas a escala nano.

El proceso radica en irradiar la muestra con ondas electromagnéticas las cuales se encuentran en los rangos de luz ultravioleta y visible, y la luz que es absorbida se analiza a través del espectro resultante. Esta técnica permite medir la concentración y la posibilidad de identificar los grupos constituyentes de una sustancia, con lo cual se puede saber la concentración de la muestra en cuanto a estos grupos funcionales que la compongan [31].

En la Figura 1.11 se puede observar como es la configuración para una muestra sometida a esta técnica.

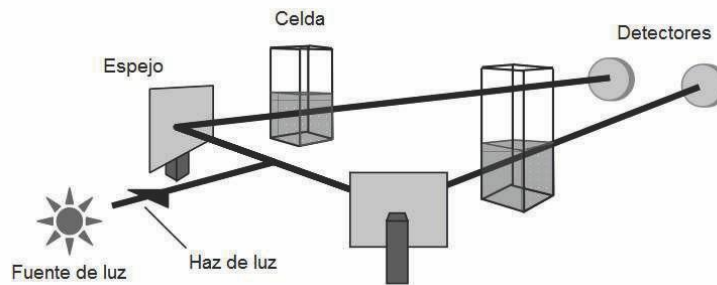


Figura 1.11. Configuración UV-vis.

(Fuente: [31])

El grafeno por su estructura de bandas presenta un espectro de absorbanza muy peculiar, lo cual permite identificarlo y diferenciarlo de los demás y con esto poder llegar a determinar la presencia y cantidad de la misma, por medio de espectroscopia uv-vis.

El grafeno presenta un pico característico en 265 nm y con la absorbanza en 660 nm se puede determinar la cantidad de grafeno presente en la muestra.

1.4.3. Microscopia de Fuerza Atómica - AFM

Esta técnica, permite rastrear la morfología de la muestra, mediante el uso de una sonda o una punta afilada la cual tiene una forma piramidal o cónica. Este proceso ha sido influyente en cuanto al desarrollo de la nanotecnología debido a que ha permitido la caracterización y visualización de muestras a dimensiones ($10^{-9} \text{m} = 1 \text{ nm}$), por lo que un factor determinante para el mismo en cuanto a la resolución de las imágenes obtenidas es la punta, la que presenta mayor precisión es de alrededor 5 nm. Para su medición lo que se hace es un barrido en el plano (x-Y) de la muestra con la punta, donde se genera una fuerza interatómica entre los átomos de la punta y la muestra, lo cual provoca una flexión de la palanca, esto es registrado por un sensor y esta señal se introduce en un lazo de realimentación, que controla al actuador piezoeléctrico el cual determinar la altura (Eje Z) de la punta sobre la muestra, permitiendo que la palanca se mantenga en un nivel constante, acción que también puede ser inducida por el personal que realiza el análisis, permitiendo trazar un mapa topográfico de la muestra, conociendo así la morfología de la muestra hacer caracterizada. En la figura 1.12 se puede observar la estructura de un AFM [32].

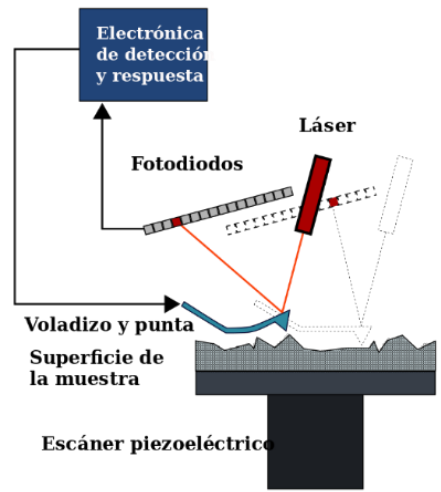


Figura 1.12. Estructura de una AFM.

(Fuente: [32])

2. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL

2.1. Materiales y equipos

Los materiales utilizados para la obtención de grafeno fueron: Tween 80, que es el que actuó como surfactante, en el anexo I se indica la hoja técnica del mismo, para aumentar la tensión superficial, agua destilada al 90% de pureza, lo cual está garantizado por los filtros que procesan la misma y por último como materia prima para la obtención de grafeno se utilizó grafito en polvo, en el anexo II se indican las características del material.

Los equipos empleados en el trabajo experimental fueron: sonicador ultrasónico Fisher Scientific FS28, espectrofotómetro LAMBDA 365 UV/Vis, microscopio Raman Horiba Scientific LabRan HR Evolution, para la microscopia de fuerza atómica se utilizó un microscopio de fuerza atómica marca Nanosurf, modelo NaioAFM y se utilizó además un agitador Heidolph RZR 2021.

2.2. Métodos

2.2.1. Mecanismo de Exfoliación: Electroquímica

Previamente a realizar la exfoliación mecánica por esfuerzo de corte se realizó pruebas con la exfoliación electroquímica, cuyo método ya está establecido y caracterizado garantizando que el material obtenido es grafeno, este proceso se lo realizó para determinar algunas condiciones en cuanto al uso del tween80, como surfactante y su efecto con el grafeno el momento de caracterizarlo. Como electrodo y contra electrodo de trabajo se usaron láminas de grafito, como electrolito una solución (0.1N) H_2SO_4 . En la figura 2.1, se puede observar la descripción del proceso electroquímico.

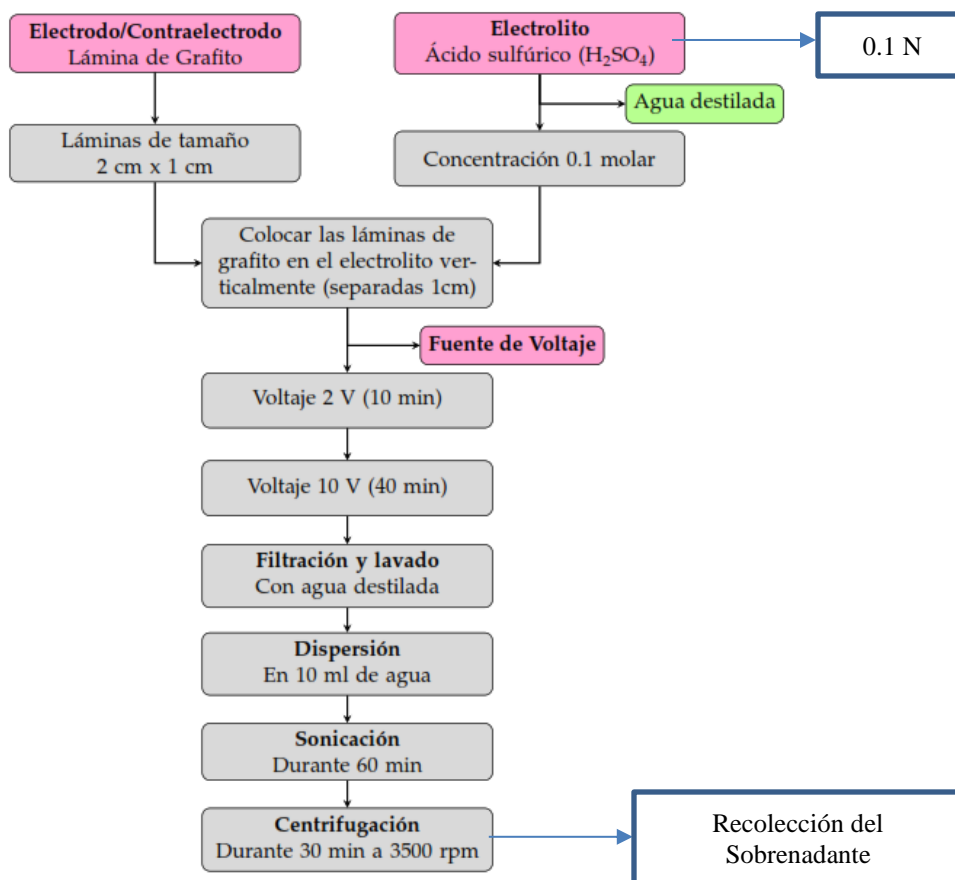


Figura 2.1. Procedimiento del proceso de exfoliación electroquímica del grafito.

(Fuente: [32])

2.2.2. Mecanismo de Exfoliación: Esfuerzo de Corte

Dentro de los propósitos de esta investigación es establecer una metodología que permita un alto cizallamiento del grafito, con lo que la generación de un flujo de vórtice de Taylor pretende mejorar la eficiencia en la exfoliación, debido a que aumentara el esfuerzo de corte producido en las láminas de grafito [6]. Dentro de los parámetros para garantizar esta generación de flujo es el correspondiente a las características del dispositivo, tal como se detalla a continuación.

2.2.2.1. Parámetros de exfoliación

El dispositivo está conformado por dos cilindros coaxiales, hechos de poliamida G, de nombre comercial duralon, cuyas propiedades se amplían en el anexo III. En la figura 2.2, se pueden observar las partes del dispositivo. El recipiente de mezcla tenía una capacidad aproximada

de volumen de 50 ml. Las medidas de este sistema de exfoliación se encuentran en el anexo IV, tanto en el plano de conjunto como en los de taller.

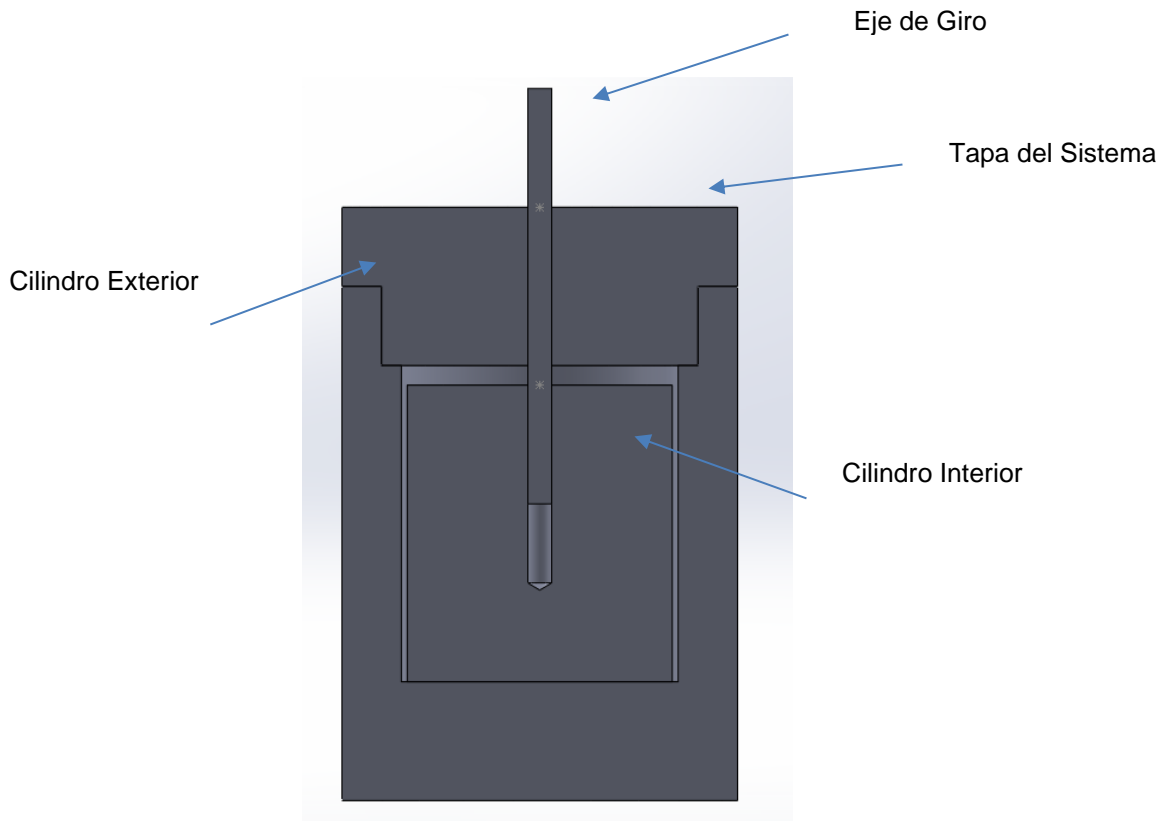


Figura 2.2. Estructura del sistema de giro.

(Fuente: Propia)

Cabe indicar que el espacio efectivo del recipiente de mezcla es de 5 mm, tal como se ha observado en trabajos respecto a esta investigación [6]. Para lo cual el diámetro del cilindro exterior es de 70 mm y el del cilindro interior de 65 mm, como se puede verificar en los planos de taller de los elementos que conforman el dispositivo. (anexo IV).

Una condición importante para que el flujo en este espacio de 5 mm sea toroidal es la velocidad angular con la que girara el cilindro interior, se ha establecido en estudios que el giro del cilindro de por si genera un flujo de corte básico el mismo que se vuelve inestable y experimenta una transición a un flujo secundario, a medida que la velocidad angular alcanza un valor crítico, que se caracteriza al presentar estos vórtices toroidales que tiene una rotación contraria, este efecto se conoce como flujo de torbellino de Taylor, con lo que se forma una disposición regular a lo largo del eje del cilindro. Se ha determinado que este flujo secundario genera una velocidad de corte suficiente para exfoliar el grafito, debido a que el esfuerzo de cizallamiento

en la pared aumenta, y con esto producir láminas de grafeno con un bajo contenido de defectos.

Los parámetros de velocidad angular y el tiempo son importantes para el proceso de exfoliación, en la figura 2.3, se puede observar como varía la cantidad de grafeno en función del tiempo de mezcla como de la velocidad de rotación. En estos estudios además se ha establecido que el número de Taylor crítico en función de la velocidad estaría alrededor de los 500 rpm, pero se ha observado que a partir de los 1000 rpm es una velocidad crítica debido a que la concentración de grafeno a partir de ese valor aumenta rápidamente tal como se indica en la figura 2.3.

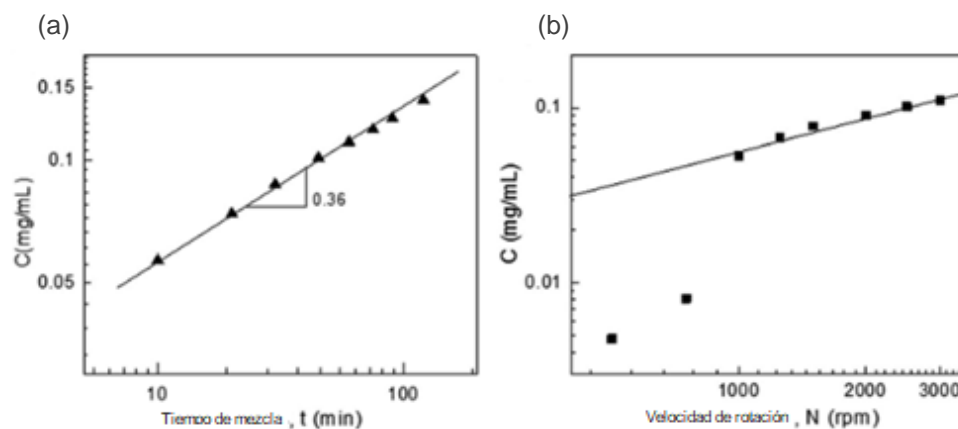


Figura 2.3. (a) Concentración de grafeno en función del tiempo de mezcla. (b) Concentración de grafeno representada en función de la velocidad de rotación del cilindro interno.

(Fuente: [6])

Además, se indica que la tensión máxima de corte de la pared aumenta con la velocidad angular, teniendo un esfuerzo de cizallamiento aproximado de 8 Pa a 1000 rpm, tal como se indica en la figura 2.4.

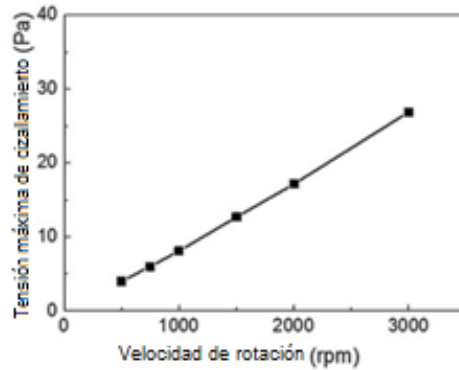


Figura 2.4. Tensión máxima de cizallamiento en la pared.
(Fuente: [6])

Dentro de los objetivos planteados en esta investigación se estableció el diseño de dos cilindros interiores, el uno es liso y el otro con ranuras, tal como se indica en la figura 2.5.

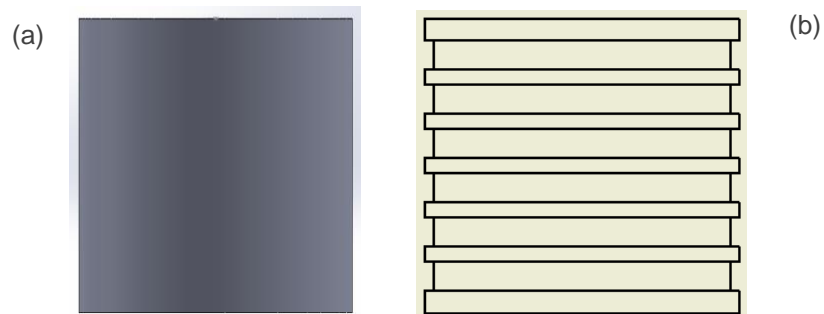


Figura 2.5. Esquema cilindro interior. (a) Liso. (b) Ranuras.
(Fuente: Propia)

Esta propuesta se la hace debido a que en algunos estudios se ha determinado que este tipo de arreglos en la geometría de uno de los cilindros beneficia a procesos químicos, mezclado y de separación de reactivos, de esta manera incrementando la eficiencia de este proceso, debido a que se pretende que la generación del flujo de Taylor aumente, ayudando a la exfoliación del grafito, tal como se indicó en el apartado de los parámetros del dispositivo. Por lo anterior, esta investigación propone observar si se ve afectado el flujo de Taylor-Couette al colocar aletas a lo largo del cilindro interior. Los planos de taller de cada uno de estos cilindros se encuentran descritos en el anexo IV.

2.3. Pruebas: Exfoliación electroquímica

2.3.1. Absorbancia versus concentración de grafeno

La cuantificación de muestras de grafeno en soluciones de tween80 requiere que la absorbancia varíe linealmente con la concentración de grafeno. Para esto se prepararon 7 suspensiones sucesivas de grafeno en una solución de agua – tween 80 al 0.5%. La absorbancia se midió en un espectrómetro a 660 nm.

Estas muestras fueron registradas usando un espectrómetro Shimadzu, con un rango de radiación de 200 a 900 nm. En la tabla 2.1, se pueden observar las diferentes dispersiones que se hicieron, para establecer lo antes descrito.

Tabla 2.1. Dispersiones de diferentes cantidades de grafeno en una solución de Tween 80- Agua (0.5% en peso).

Muestra	Concentración Relativa de Grafeno
A	1
B	0.5
C	0.25
D	0.125
E	0.0625
F	0.03125
G	0.015625

(Fuente: Propia)

2.3.2. Absorbancia versus concentración Tween 80

Este proceso permitió observar, de qué manera afecta la absorbancia en 660 nm cuando se mantiene constante la cantidad de grafeno.

Se prepararon 6 diluciones de agua y tween80, los cuales fueron registrados usando un espectrómetro Shimadzu, con un rango de radiación de 200 a 900 nm. En la tabla 2.2, se puede observar las diferentes soluciones que se hicieron, para establecer lo antes descrito.

Tabla 2.2. Dispersiones de grafeno en diferentes concentraciones de Tween 80 – Agua.

Muestra	Solución Tween80 - Agua (% Tween80 en Peso)
A	5
B	2.5
C	1.25
D	0.625
E	0.3125
F	0.15625

(Fuente: Propia)

2.4. Pruebas: Exfoliación por esfuerzo de corte

Para determinar la concentración óptima de la solución Tween 80 – Agua, se prepararon 7 soluciones a diferente concentración de tween80 con la misma cantidad de grafito, tal como se muestra en la tabla 2.3.

Tabla 2.3. Parámetros de la mezcla a exfoliar.

Parámetros de la Mezcla					Porcentaje Tween
Ítem	H ₂ O (mL)	Grafito (mg)	Tween80 (mL)	Tween80 (g)	
A	50.000	50	0	0	0.00
B	49.975	50	0.025	0.02675	0.05
C	49.950	50	0.05	0.0535	0.10
D	49.750	50	0.25	0.2675	0.50
E	49.500	50	0.5	0.535	1.00
F	48.500	50	1.5	1.605	3.00
G	47.500	50	2.5	2.675	5.00

(Fuente: Propia)

Previo a la adición de grafito todas las soluciones Tween80 – Agua fueron agitadas con un agitador magnético por 5 minutos, esto previene la formación de cúmulos de grafito.

Todos los experimentos se realizaron haciendo girar el cilindro interior a 1000 rpm y manteniendo el cilindro exterior fijo durante 1 hora y 30 minutos tal como se indica en la figura 2.6.



Figura 2.6. Proceso de exfoliación.

(Fuente: Propia)

El material fue sonicado por 10 minutos en un baño ultrasónico y centrifugado por 30 minutos a 3500 rpm. Finalmente se recupera el sobrenadante para caracterización y uso. Una vez determinado el porcentaje óptimo de Tween80 - Agua, se procedió a realizar las pruebas tanto con el cilindro interior liso, como el que tiene dispuesto de 5 ranuras a lo largo de su superficie, tal como se observa en la figura 2.3

2.5. Caracterización

2.5.1. Espectroscopia Ultravioleta Visible

Todas las muestras de grafeno exfoliadas por esfuerzos de corte fueron analizadas en un espectrómetro UV-VIS. La muestra se diluyó en el solvente respectivo en una concentración 1:10 y se obtuvo su espectro de absorción en el rango de 200 nm a 900 nm. Se midió la absorbancia en 660 nm.

2.5.2. Espectroscopia Raman

Las dispersiones de grafeno obtenido electroquímicamente fueron diluidas en agua 1:10, y se depositó 2 μ l en un sustrato de silicio. Las soluciones de grafeno por esfuerzo de corte fueron sometidas a un proceso de purificación para eliminar el Tween80. Para esto las muestras se

centrifugaron a 8000 rpm por una hora, se colectó el grafeno precipitado y se lo re suspendió en el mismo volumen de agua pura. Este proceso se repitió consecutivamente por 4 ocasiones. Finalmente 2 μ l de esta dispersión fueron depositadas en un sustrato de silicio. Todas las muestras fueron analizadas en un espectrómetro Raman con láseres de excitación de 532 y 632 nm.

3. DISCUSIÓN DE RESULTADOS

En este capítulo se presentan los resultados obtenidos de la exfoliación mecánica del grafito en polvo, así como también cada uno de los parámetros inmersos en el proceso, que permitieron caracterizar la muestra exfoliada.

3.1. Linealidad de la absorbancia versus la concentración de grafeno

La absorbancia en 660 nm, de cada una de las dispersiones de la tabla 2.1, se observan en la figura 3.1.

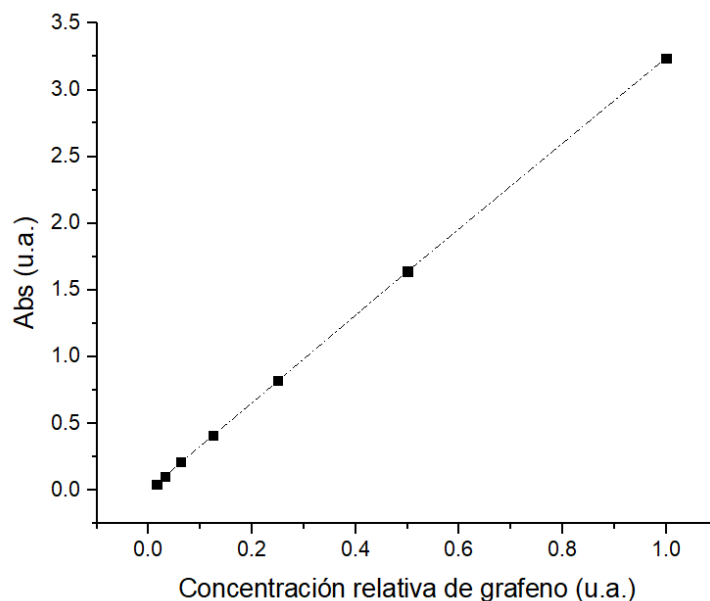


Figura 3.1. Absorbancia de grafeno versus la concentración relativa de grafeno en una solución tween80 – agua al 0.5%.

(Fuente: Propia)

Como se puede observar en la figura 3.1 la absorbancia varía linealmente con la concentración de grafeno suspendido en una solución de tween80 – agua al 0.5%. Este resultado permite medir la cantidad de grafeno por medio de su absorbancia en 660 nm. En la tabla 3.1, se puede observar los datos que se obtuvieron para la figura 3.1

Tabla 3.1. Datos del proceso de absorbancia versus concentración relativa de grafeno en una solución tween 80 – agua al 0.5%.

Muestra	Concentración Relativa de Grafeno	Absorbancia a 660 nm
A	1	3.24
B	0.5	1.64
C	0.25	0.82
D	0.125	0.41
E	0.0625	0.21
F	0.03125	0.1
G	0.015625	0.042

(Fuente: Propia)

3.2. Dependencia de la absorbancia con el porcentaje de dilución de tween80 – agua

La figura 3.2 muestra la absorbancia a 660 nm de las soluciones de la tabla 2.2. Como se puede observar la absorbancia varía ligeramente con la variación de la concentración de Tween80 – agua cuando la cantidad de grafeno permanece constante.

Este resultado permite estimar la cantidad de grafeno independientemente del porcentaje de tween80 – agua midiendo la absorbancia de la muestra a 660 nm. De este modo no se necesita se puede evitar el lavado para disminuir la cantidad de tween80 de cada muestra de grafeno, lo cual reduce considerablemente el tiempo de análisis y caracterización

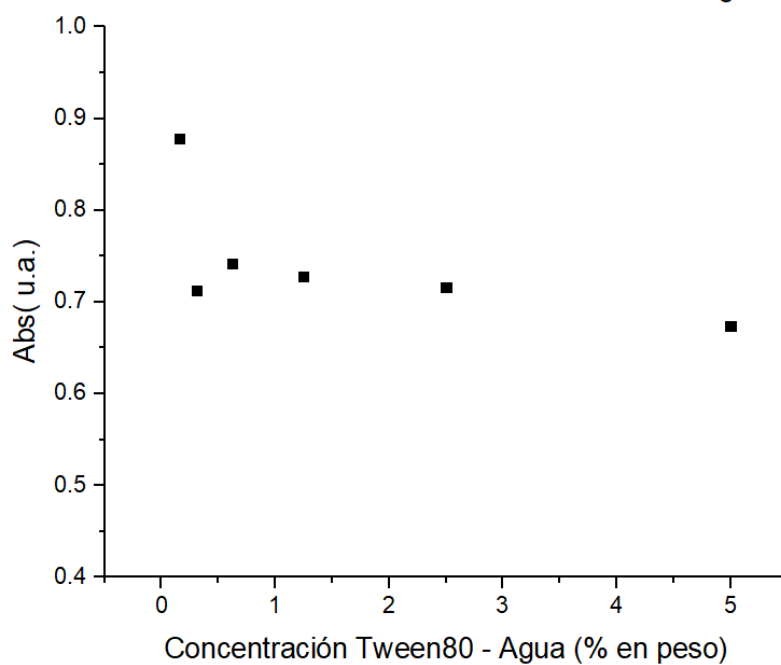


Figura 3.2. Absorbancia en 660 nm para dispersiones de grafeno en soluciones de diferentes concentraciones de tween80 – agua.

(Fuente: Propia)

En la tabla 3.2, se pueden observar las diferentes diluciones que se realizaron para la obtención de estos resultados.

Tabla 3.2. Datos del Proceso de dependencia grafeno con tween 80 – agua (% en peso).

Muestra	Solución Tween80 - Agua (% Tween80 en Peso)	Absorbancia 660 nm
A	1:8	0.6732
B	1:16	0.7157
C	1:32	0.728
D	1:64	0.7416
E	1:128	0.7127
F	1:256	0.8778

(Fuente: Propia)

3.3. Exfoliación por Esfuerzo de corte

3.3.1. Espectroscopia Ultravioleta Visible

La figura 3.3 muestra la absorbancia a 660 nm de la exfoliación de las soluciones de la tabla 2.3

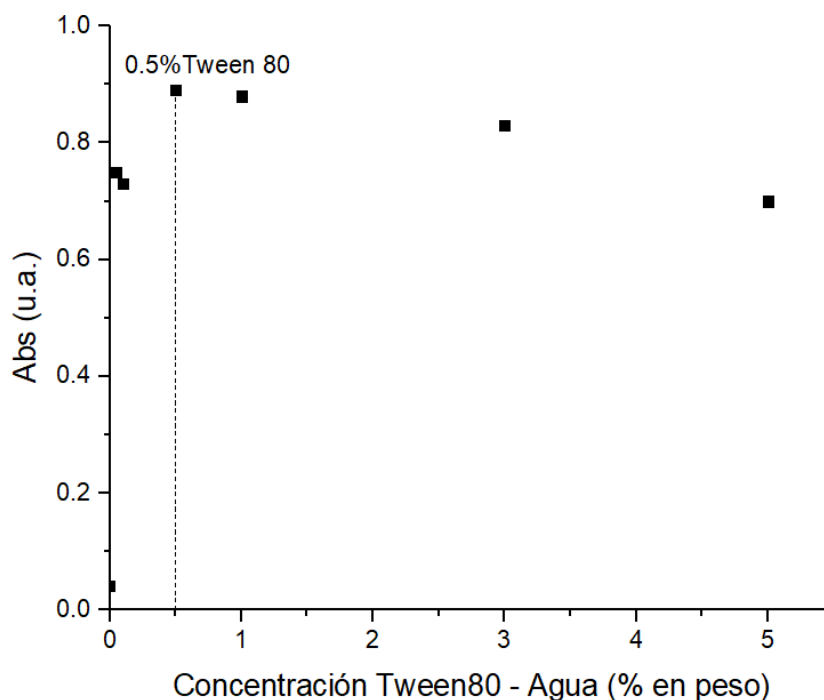


Figura 3.3. Concentración tween80 – agua (% en peso).

(Fuente: Propia)

Como se puede observar, cuando no se añade tween80 al agua la cantidad de grafeno producido es casi nula. Al añadir una pequeña cantidad de tween80 (0.05%) la eficiencia del proceso de exfoliación llega a ser el 84% del valor máximo obtenido con mayores concentraciones de Tween 80 – agua (0.5%). La mayor concentración se obtiene cuando el porcentaje de tween80 – agua es de 0.5% como se puede ver en la tabla 3.3

Tabla 3.3. Datos del proceso variando el porcentaje de Tween 80.

Muestra	%Tween80	Absorbancia 660 nm
A	0	0.041254
B	0.05	0.746328
C	0.1	0.7314
D	0.5	0.88722
E	1	0.881016
F	3	0.831548
G	5	0.70182

(Fuente: Propia)

Los espectros de la absorbancia de cada una de las muestras, muestran un máximo en 265 nm, que es donde el grafeno presenta su pico característico, tal como se indica en las figuras 3.4 a la 3.6. Para el caso de la muestra de 0% de tween80, figura 3.4, los valores de absorbancia de la muestra sin diluir son bajas, sin embargo, se observa un pequeño pico en 265 nm.

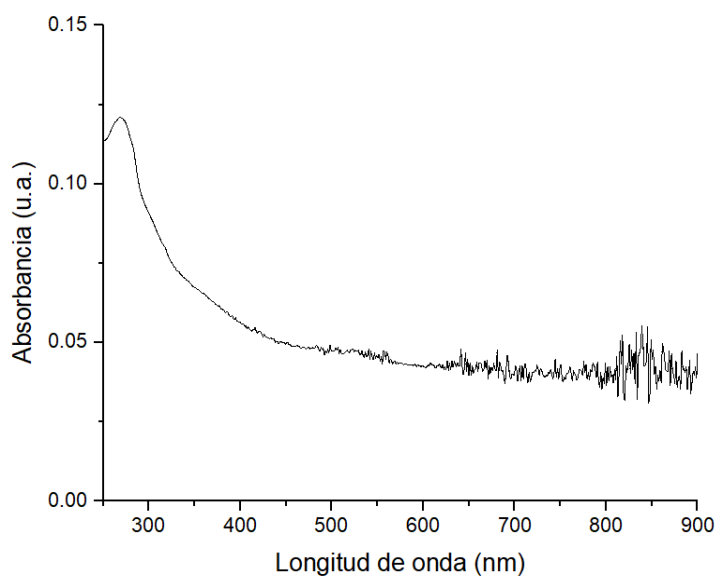


Figura 3.4. Muestra A (0% Tween 80).

(Fuente: Propia)

Para el caso de la muestra de 0.05% de tween80, figura 3.5, dilución 1:4, se puede observar dos picos, el de 265 nm que corresponde a grafeno y uno en 220 nm correspondiente a muestras de grafito sin exfoliar.

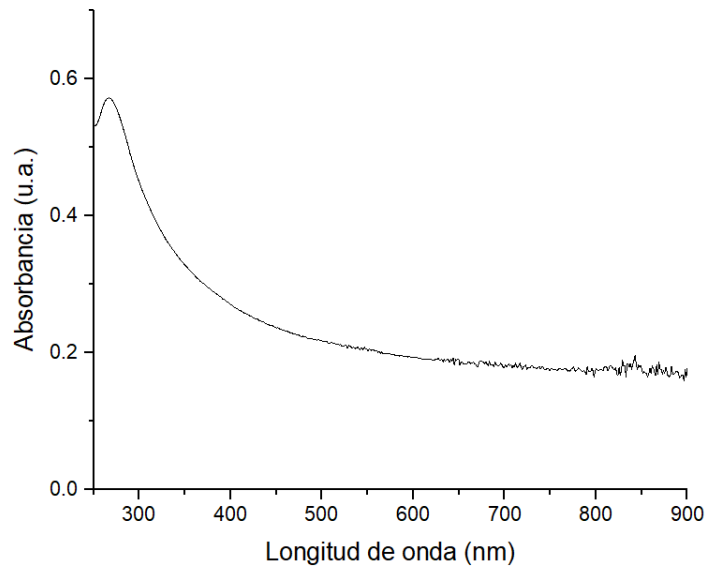


Figura 3.5. Muestra B (0.05% Tween 80).

(Fuente: Propia)

Para el caso de la muestra de 0.1% de tween 80, figura 3.6, dilución 1:4, el pico de 265 crece significativamente respecto del pico a 220 nm, indicando que el proceso de exfoliación es mucho más eficiente.

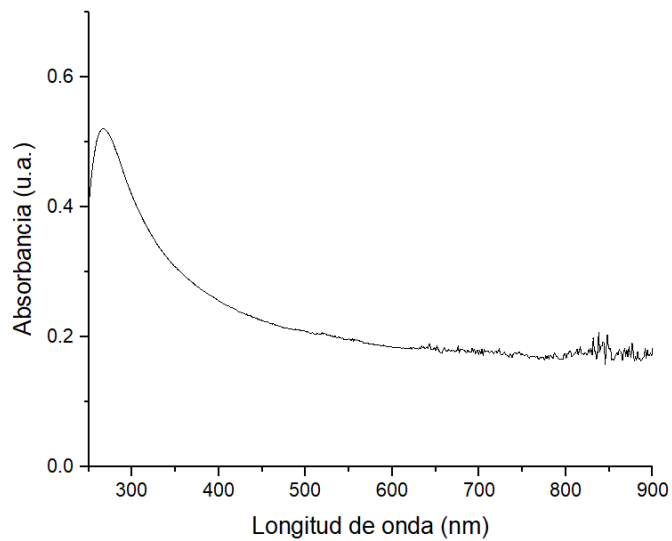


Figura 3.6. Muestra C (0.1% Tween 80).

(Fuente: Propia)

Las otras soluciones muestran el mismo comportamiento, como se indica en el anexo V.

3.3.2. Espectroscopia Raman

Para indicar que el material obtenido luego de la exfoliación mecánica es grafeno y no el mismo grafito utilizado como materia prima en este proceso, se indica a continuación una comparación entre estos dos espectros tal como se indica en la figura 3.7.

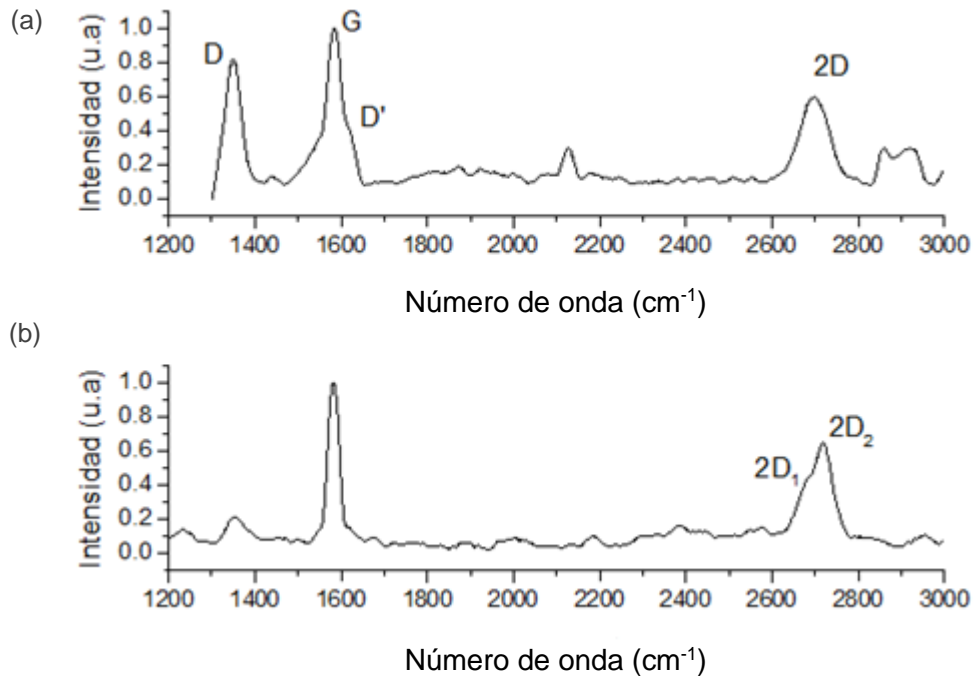


Figura 3.7. (a) Espectro Raman de grafeno por exfoliación mecánica. (b) Espectro Raman de grafito.

(Fuente: Propia)

En la figura 3.7 se puede observar que las estructuras más intensas son la de las bandas G y 2D, cabe indicar que la banda D en el espectro del grafito es prácticamente ausente a diferencia con la del grafeno debido a la calidad cristalina, es decir, la presencia de defectos o impurezas, respecto a la banda 2D, se puede apreciar la doble banda del grafito y con lo que concierne al grafeno, su banda simple, estas dos características definen lo que se conoce como la huella, con respecto al ancho de banda se observa que la banda 2D del grafito tiene un ancho mayor que la del grafeno.

En la figura 3.8, se puede observar que existe presencia de grafeno de buena calidad, con pocos defectos y algunas capas. La relación de intensidades de las bandas D y G, $I_D/I_G=0.75$, muestran que la longitud promedio entre defectos es de considerablemente grande.

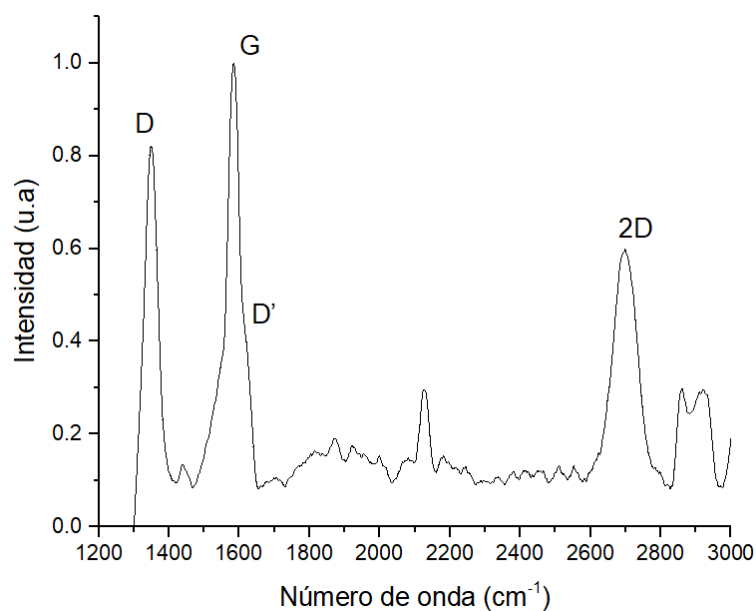


Figura 3.8. Raman muestra 0.5% Tween.

(Fuente: Propia)

Se puede observar que el pico D' es de poca intensidad el cual confirma que la cantidad de defectos es baja. El pico 2D es ancho y corresponde a la superposición de varios picos lo cual muestra que el material producido es multicapa. Además, la intensidad del pico 2D es alrededor de la mitad del pico G, lo cual se relaciona con un material de buena calidad.

Cada uno de estos detalles, se pueden apreciar en la figura 3.9.

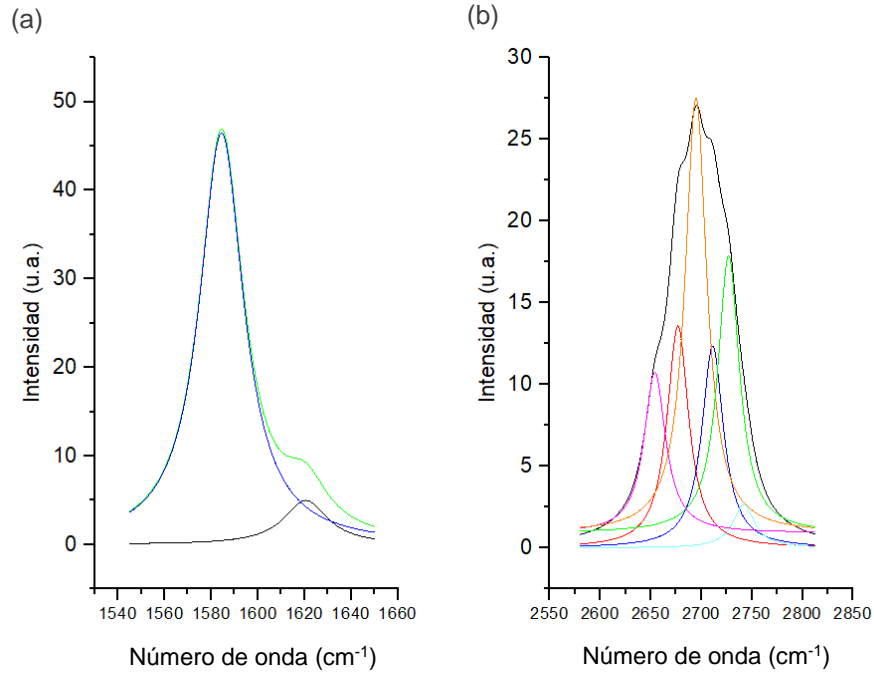


Figura 3.9. (a) Banda Raman G. (b) Banda Raman 2D, para la muestra de 0.5% Tween 80.

(Fuente: Propia)

Para esta investigación se realizó además una comparación entre la exfoliación mecánica (corte por esfuerzos) y la electroquímica, en la cual se pueden dar las siguientes observaciones en cuanto al raman de los dos métodos, tal como se indica en la figura 3.10.

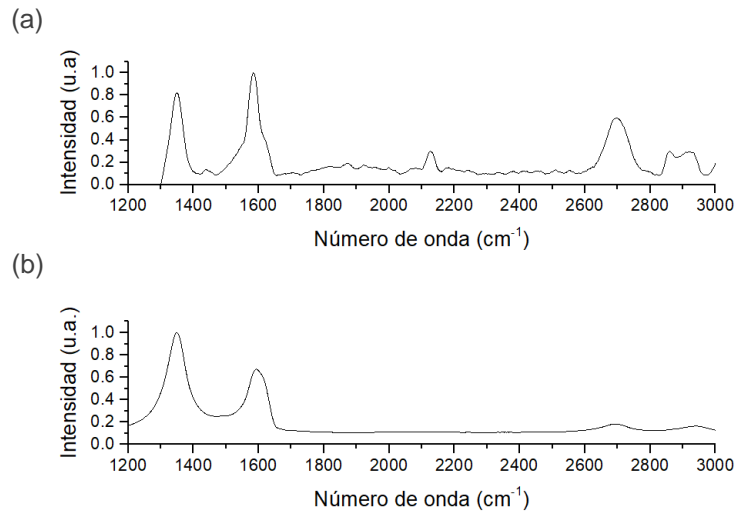


Figura 3.10. (a) Espectro Raman de Exfoliación Mecánica. (b) Espectro Raman de Exfoliación Electroquímica.

(Fuente: Propia)

El grafeno obtenido por el método electroquímico presenta una relación de intensidades de $I_D/I_G=1.2$. Esto se interpreta que la longitud promedio entre defectos es por lo menos la mitad que el grafeno por esfuerzos de corte. Además, se puede observar claramente el incremento de la intensidad del pico D', lo cual confirma que la cantidad de defectos ha incrementado, tal como indica la tabla 3.4.

Tabla 3. 4. Comparación de Banda G y D' del procesos electroquímico y mecánico.

Banda	Intensidad	
	Electroquímico	Mecánico
D	1.43	0.70
G	1	1
D'	0.56	0.11
2D	0.23	0.47

(Fuente: Propia)

La banda 2D tiene muy baja intensidad, lo cual confirma la presencia de gran cantidad de defectos, como se indica en la tabla 3.5. El número de capas es similar.

Tabla 3. 5. Comparación de Banda 2D del procesos electroquímico y mecánico.

Pico	Electroquímico		Mecánico	
	Amplitud	Centro	Amplitud	Centro
1	0.921	2627.465	15.548	2694.669
2	2.560	2659.000	12.353	2711.200
3	2.182	2694.405	13.589	2676.818
4	1.284	2712.773	9.907	2726.896
5	1.028	2746.254	5.744	2654.013
6	0.181	2768.257	2.659	2741.934

(Fuente: Propia)

3.4. Diseño con Ranuras

Dentro de los parámetros que se podían modificar en esta investigación, está la parte del diseño del cilindro interior, como se indica en la figura 3.11, cuyas medidas, se encuentran descritas en el anexo IV.



Figura 3.11. Cilindro interior con 5 ranuras.

(Fuente: Propia)

3.4.1. Espectroscopia Ultravioleta Visible

Se realizó un espectro UV-VIS, con la muestra D, que es la que mayor cantidad en cuanto a la absorbancia en 660 nm, donde se observó que en ambos casos; tanto para el cilindro liso, como el que tiene ranuras, el valor de la absorbancia en una dilución 1:3; presenta un valor aproximado de 0.115, tal como se indica en el anexo V. Dato que indica que el método descrito no se ve afectado en cuanto a la modificación de aletas, factor que puede ser, debido a la longitud de los cilindros.

Con los resultados antes descritos se observó que en la espectroscopia Raman se caracterizó por una banda D (1300 cm^{-1}), una banda G (1576 cm^{-1}) como se indicó en la figura 3.8.

En general, la banda D está asociada con los átomos de carbono sp^2 y se activa por la presencia de defectos en el grafeno, como bordes o vacantes.

Los picos que se tienen en el espectro Raman del grafeno que no corresponde a los de las bandas antes descritas pueden provenir de los residuales del disolvente (es decir tween80) dentro de la película de grafeno analizada.

En la figura 3.12 se puede comparar los resultados obtenidos con la exfoliación mecánica propuesta con la de estudios relacionados [6].

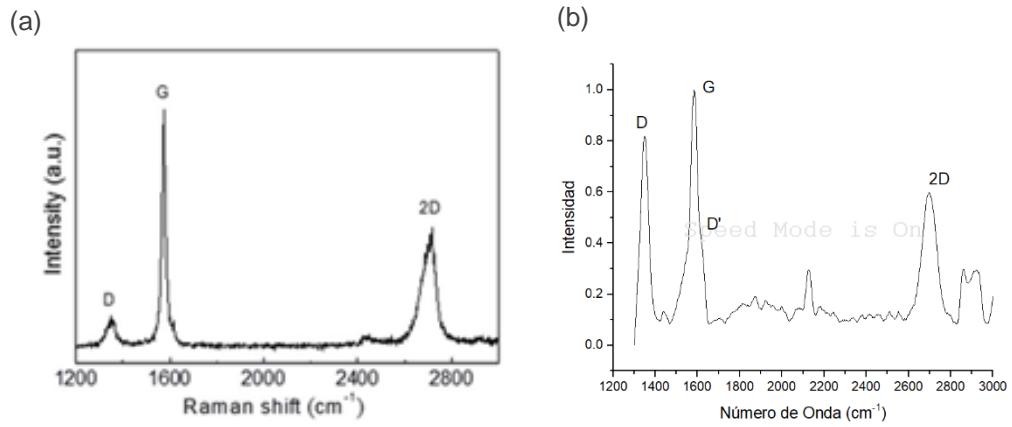


Figura 3.12. (a) Espectro Raman de Exfoliación Mecánica [6]. (b) Espectro Raman de Exfoliación Mecánica.

(Fuente: Propia)

4. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

4.1. Conclusiones

- Se observó que el cilindro interior en cuanto a su diseño, produce resultados similares tanto con el cilindro liso, que con las 5 ranuras. Esto significa que el supuesto que las ranuras pueden incrementar los vórtices de Taylor y mejorar la eficiencia de exfoliación es falso.
- Se determinó que, la adición de tween80, permite que el proceso de exfoliación suceda exitosamente, Es decir, el Tween80 es el encargado de aumentar la viscosidad cinética de la solución y producir las condiciones físicas adecuadas para producir el esfuerzo de corte en las láminas de grafito. Incluso a concentraciones de 0.1% de Tween80 se tienen resultados satisfactorios, siendo la concentración de 0.5% de tween80 la que dio los mejores resultados basado en la absorbancia a 660 nm
- Se pudo desarrollar un método mecánico para la cuantificación de grafeno disperso en soluciones de tween80 – agua, independientemente del porcentaje de dilución del tween80.
- Se determinó que el proceso de exfoliación mecánico por esfuerzos de corte es eficiente cuanto a la cantidad de material, a lo simple del proceso, y a la calidad del material obtenido.
- La espectroscopia Raman demuestra que el proceso mecánico produce material de mejor calidad que el exfoliado electroquímicamente. Además, que no utiliza compuestos ácidos.

4.2. Recomendaciones

- Se recomienda que antes de la exfoliación mecánica, se realice el mezclado previo del Tween con el agua, debido a que, si se hace directamente, se generan grumos en la mezcla, y parte del material queda adherido en las paredes del cilindro interior
- Se recomienda, que para tener mayor concentración de grafeno, se tenga precaución con la proporción agua - tween80 y grafito, debido que se ha determinado que a medida que se aumenta el grafito, genera que la mezcla no se exfolie el momento que gira alrededor del cilindro, observando que gran cantidad se queda adherida en las paredes, en forma de grumos.
- Se recomienda realizar ciclos de lavado, para la caracterización, en el que aún se observa la presencia del Tween80 y se puede tener ruido en el momento de la interpretación con la presencia de grafeno.
- En cuanto al uso del motor, que proporciona que el cilindro interior gire, se recomienda tener un ciclo de apagado entre cada exfoliación, debido a que puede llegar a dañarse.
- Se recomienda ir variando parámetros tales como: velocidad angular del cilindro interior, cambiar el diseño de los cilindros en relación con sus diámetros y longitudes; y por último varia el % de grafito en la dispersión.

Referencias bibliográficas

- [1] Geim, A. K. (2009). Graphene: status and prospects. *science*, 324(5934), 1530-1534.
- [2] Mas-Balleste, R., Gomez-Navarro, C., Gomez-Herrero, J., & Zamora, F. (2011). 2D materials: to graphene and beyond. *Nanoscale*, 3(1), 20-30.
- [3] J. C. N. Liu, F. Luo, H.Wu, Y. Liu, C. Zhang, *Advanced Functional Materials*, 2008, 1518.
- [4] Obraztsov, A. N. (2009). Chemical vapour deposition: making graphene on a large scale. *Nature nanotechnology*, 4(4), 212.
- [5] Polsen, E. S., McNerny, D. Q., Viswanath, B., Pattinson, S. W., & Hart, A. J. (2015). High-speed roll-to-roll manufacturing of graphene using a concentric tube CVD reactor. *Scientific reports*, 5, 10257.
- [6] Tran, T. S., Park, S. J., Yoo, S. S., Lee, T. R., & Kim, T. (2016). High shear-induced exfoliation of graphite into high quality graphene by Taylor–Couette flow. *RSC Advances*, 6(15), 12003-12008.
- [7] Bai Y., Mora-Seró I., De Angelis F., Bisquert J., & Wang P. (2013). Titanium Dioxide Nanomaterials for Photovoltaic Applications. *Chemical Reviews*, Review, A-B.
- [8] Paton, K. R., Varrla, E., Backes, C., Smith, R. J., Khan, U., O'Neill, A., ... & Higgins, T. (2014). Scalable production of large quantities of defect-free few-layer graphene by shear exfoliation in liquids. *Nature materials*, 13(6), 624.
- [9] González Carmona, J., Vozmediano, M. A., & Guinea, F. (2010). Electrónica del grafeno.
- [10] Rodríguez González, C., & Kharissova, O. V. (2008). Propiedades y aplicaciones del grafeno. *Ingenierías*, 11(38), 17-23.
- [11] Geim, A. K., & Novoselov, K. S. (2010). The rise of graphene. In *Nanoscience and Technology: A Collection of Reviews from Nature Journals* (pp. 11-19). Stankovich, S., Dikin, D. A., Dommett, G. H., Kohlhaas, K. M., Zimney, E. J., Stach, E. A., & Ruoff, R. S. (2006). Graphene-based composite materials. *nature*, 442(7100), 282.
- [12] Nicolosi, V., Chhowalla, M., Kanatzidis, M. G., Strano, M. S., & Coleman, J. N. (2013). Liquid exfoliation of layered materials. *Science*, 340(6139), 1226-1229.
- [13] Zhu, Y., Murali, S., Cai, W., Li, X., Suk, J. W., Potts, J. R., & Ruoff, R. S. (2010). Graphene and graphene oxide: synthesis, properties, and applications. *Advanced materials*, 22(35), 3906-3924.

- [14] Ferrari, A. C., Bonaccorso, F., Fal'Ko, V., Novoselov, K. S., Roche, S., Bøggild, P., ... & Garrido, J. A. (2015). Science and technology roadmap for graphene, related two-dimensional crystals, and hybrid systems. *Nanoscale*, 7(11), 4598-4810.
- [15] Lopez, I. S., López, R. P. H., González, B. P., Jiménez, A., Hernández, I. G. Y. G., Carrasco, L. Á. A., & de Puebla, A. SÍNTESIS Y CARACTERIZACIÓN DEL GRAFENO, A PARTIR DEL MÉTODO DE HUMMERS Y REDUCCIÓN TÉRMICA CON ÁCIDO ASCÓRBICO.
- [16] Yi, M., & Shen, Z. (2015). A review on mechanical exfoliation for the scalable production of graphene. *Journal of Materials Chemistry A*, 3(22), 11700-11715.
- [17] Yu, P., Lowe, S. E., Simon, G. P., & Zhong, Y. L. (2015). Electrochemical exfoliation of graphite and production of functional graphene. *Current Opinion in Colloid & Interface Science*, 20(5-6), 329-338.
- [18] Obraztsov, A. N. (2009). Chemical vapour deposition: making graphene on a large scale. *Nature nanotechnology*, 4(4), 212.
- [19] Gao, W. (2015). The chemistry of graphene oxide. In *Graphene oxide* (pp. 61-95). Springer, Cham.
- [20] Dikin, D. A., Stankovich, S., Zimney, E. J., Piner, R. D., Dommett, G. H., Evmenenko, G., ... & Ruoff, R. S. (2007). Preparation and characterization of graphene oxide paper. *Nature*, 448(7152), 457.
- [21] Jaimes, J (2012). Simulación numérica de Taylor en cilindros concéntricos con aletas anulares (Tesis de pregrado). Universidad Nacional Autónoma de México. México
- [22] Drazin, P. G., & Reid, W. H. (2004). Hydrodynamic stability. Cambridge university press.
- [23] Botas Velasco, C. (2014). Síntesis y caracterización de materiales grafénicos: aplicación en almacenamiento de energía.
- [24] Faraldos, M., & Goberna, C. (Eds.). (2011). *Técnicas de análisis y caracterización de materiales*. Editorial CSIC Consejo Superior de Investigaciones Científicas.
- [25] Wall, M. (2011). The Raman Spectroscopy of Graphene and the Determination of Layer Thickness.
- [26] Wu, J. B., Lin, M. L., Cong, X., Liu, H. N., & Tan, P. H. (2018). Raman spectroscopy of graphene-based materials and its applications in related devices. *Chemical Society Reviews*, 47(5), 1822-1873.

- [27] Jorio, A., & Cançado, L. G. (2012). Perspectives on Raman spectroscopy of graphene-based systems: from the perfect two-dimensional surface to charcoal. *Physical Chemistry Chemical Physics*, 14(44), 15246-15256.
- [28] Marquina, J., Power, C., & González, J. (2010). Espectroscopía Raman del grafeno monocapa y el grafito: acoplamiento electrón fonón y efectos no adiabáticos. *Tumbaga*, 1(5), 183-194.
- [29] Ni, Z., Wang, Y., Yu, T., & Shen, Z. (2008). Raman spectroscopy and imaging of graphene. *Nano Research*, 1(4), 273-291.
- [30] Kalantar-zadeh, K., & Fry, B. (2007). *Nanotechnology-enabled sensors*. Springer Science & Business Media.
- [31] Binnig, G., Quate, C. F., & Gerber, C. (1986). Atomic force microscope. *Physical review letters*, 56(9), 930.
- [32] Sumba Lusero, C. H. (2018). Obtención de grafeno mediante exfoliación electroquímica de grafito para fabricar sensores de presión usando esponjas de poliuretano. 73 hojas. Quito : EPN.

Anexos

ANEXO I.
Hoja de Seguridad del grafito en polvo

Fichas Internacionales de Seguridad Química

GRAFITO (NATURAL)

ICSC: 0893

			
<p>GRAFITO (NATURAL) Carbón mineral C Masa atómica: 12.01</p>			
<p>Nº CAS 7782-42-5 Nº RTECS MD9659600 Nº ICSC 0893</p>			
TIPOS DE PELIGRO/ EXPOSICION	PELIGROS/ SINTOMAS AGUDOS	PREVENCION	PRIMEROS AUXILIOS/ LUCHA CONTRA INCENDIOS
INCENDIO	Combustible en condiciones específicas.	Evitar llama abierta.	Polvos, pulverización con agua, espuma, dióxido de carbono.
EXPLOSION	Las partículas finamente dispersas forman mezclas explosivas en el aire.	Evitar el depósito del polvo; sistema cerrado, equipo eléctrico y de alumbrado a prueba de explosión de polvo	En caso de incendio: mantener frios los bidones y demás instalaciones por pulverización con agua.
EXPOSICION		¡EVITAR LA DISPERSION DEL POLVO!	
• INHALACION	Tos.	Ventilación, extracción localizada o protección respiratoria.	Aire limpio, reposo.
• PIEL	Aspereza.	Guantes protectores.	Aclarar y lavar la piel con agua y jabón.
• OJOS		Gafas de protección de seguridad o protección ocular combinada con la protección respiratoria si se trata de polvo.	Enjuagar con agua abundante durante varios minutos (quitar las lentes de contacto si puede hacerse con facilidad).
• INGESTION			Enjuagar la boca, reposo.
DERRAMAS Y FUGAS	ALMACENAMIENTO	ENVASADO Y ETIQUETADO	
Barrer la sustancia derramada e introducirla en un recipiente; si fuera necesario, humedecer el polvo para evitar su dispersión, eliminar el residuo con agua abundante. Protección personal: respirador de filtro para partículas.	Mantener en lugar seco; mantener en una habitación bien ventilada. Separado de oxidantes fuertes.		
VEASE AL DORSO INFORMACION IMPORTANTE			
ICSC: 0893		Preparada en el Contexto de Cooperación entre el IPCS y la Comisión de las Comunidades Europeas © CCE, IPCS, 2009	

Fichas Internacionales de Seguridad Química

GRAFITO (NATURAL)

ICSC: 0893

D A T O S I M P O R T A N T E S	<p>ESTADO FISICO; ASPECTO Copos negros, grumos, polvo, o escamas.</p> <p>PELIGROS FISICOS Es posible la explosión de polvo si se encuentra mezclada con el aire en forma pulverulenta o granular.</p> <p>PELIGROS QUIMICOS La sustancia es un agente reductor fuerte y reacciona con oxidantes.</p> <p>LIMITES DE EXPOSICION TLV (como TWA): 2 mg/m³ (fracción respirable) (ACGIH 2008). MAK: 4 mg/m³ (Fracción inhalable); 1.5 mg/m³ (Fracción respirable); Riesgo para el embarazo: grupo C (DFG 2008)</p>	<p>VIAS DE EXPOSICION La sustancia se puede absorber por inhalación.</p> <p>RIESGO DE INHALACION La evaporación a 20°C es despreciable; sin embargo se puede alcanzar rápidamente una concentración molesta de partículas en el aire.</p> <p>EFFECTOS DE EXPOSICION DE CORTA DURACION</p> <p>EFFECTOS DE EXPOSICION PROLONGADA O REPETIDA Los pulmones pueden ser afectados por la exposición prolongada o repetida al polvo, dando lugar a neumoconiosis por grafito.</p>
PROPIEDADES FISICAS	Punto de sublimación: 3652°C Densidad relativa (agua = 1): 2.09-2.23	Solubilidad en agua: insoluble
DATOS AMBIENTALES		
NOTAS		
Ver grafito sintético CAS 7440-44-0. El grafito sintético y el natural pueden estar mezclados, y muchos productos de grafito contienen deliberadamente aditivos, tales como cristobalita, carbón arcilloso y derivados del petróleo. El grafito natural está generalmente asociado con impurezas tales como mica, óxido de hierro, granito y sílice libre cuyo contenido oscila entre el 2-25%.		
INFORMACION ADICIONAL		
FISQ: 2-110 GRAFITO (NATURAL)		Los valores LEP pueden consultarse en línea en la siguiente dirección: http://www.insht.es/
ICSC: 0893		GRAFITO (NATURAL)
© CCE, IPCS, 2009		
NOTA LEGAL IMPORTANTE:	Ni la CCE ni la IPCS ni sus representantes son responsables del posible uso de esta información. Esta ficha contiene la opinión colectiva del Comité Internacional de Expertos del IPCS y es independiente de requisitos legales.	

ANEXO II.
Hoja de Seguridad del Tween80

	"Hoja de datos de seguridad"
	Propósito: Conocer los riesgos en el manejo y uso del producto, así como qué hacer en caso de una contingencia. Alcance: Todos los involucrados en caso de una contingencia en el uso y manejo del producto.


Producto:	TWEEN 80
Fecha de elaboración: Junio 15, 2002	Fecha de revisión: Mayo, 2014
Responsable: Departamento de Control de Calidad, Seguridad e Higiene.	
De acuerdo a NOM-018-STPS-2000.	

SECCION I Identificación de la Compañía	
Nombre del fabricante	KARAL, S.A. DE C.V.
Teléfono	(01 477) 7 63 60 60 , 7 70 71 50
Teléfono de emergencia	(01 477) 7 63 60 60
Fax	(01 477) 7 63 60 60
Teléfono SETIQ (ANIQ)	(01 800) 0 02 14 00 (con 4 líneas) (sin costo). (01 555) 5 59 15 88 (con 4 líneas).
Domicilio	Bld. Aviadores 212, Col. Cd. Industrial; C.P. 37490, León, Gto.

SECCION II Datos generales de la sustancia química	
Nombre químico	Tween 80
Nombre comercial	Tween 80
Sinónimos	Polioxietilen(80)sorbitan Monolaurate; Polisorbato 80
Familia química	Tensoactivos
Catálogo KARAL	9023
Otros datos:	
Fórmula	No aplica

SECCION III Identificación de componentes			
PRODUCTO	% COMPOSICION	No. CAS	RIESGOSO
TWEEN 80	99.5 %	9005-65-6	Si
Límites máximos permisibles de exposición:		LMPE-PPT : no reportado IPVS (IDLH) : no reportado	

<i>Clasificación de los grados de riesgo:</i>			
Código de colores		N.F.P.A	
Salud	1 (ligero)	Salud	1 (ligero)
Inflamabilidad	1 (ligero)	Inflamabilidad	1 (ligero)
Reactividad	2 (moderado)	Reactividad	0 (nulo)
Contacto	2 (moderado)	Riesgo específico	ninguno

<i>Elementos de las etiquetas del SGA (Sistema Global Armonizado de Clasificación y Etiquetado de Productos Químicos), incluidos los consejos de prudencia</i>	
Pictograma	

SECCION IV Propiedades físicas y químicas	
Temperatura de ebullición (°C)	No se encontró información
Temperatura de fusión (°C)	No se encontró información
Temperatura de inflamación (°C) (Flash Point)	No se encontró información
Temperatura de autoignición (°C)	No se encontró información
Densidad relativa (agua = 1)	1.07
Peso molecular	Cercano a 1228
Estado físico	Líquido viscoso
Color	Incoloro amarillo claro
Olor	Inoloro
Densidad de vapor (aire = 1)	No se encontró información
Velocidad de evaporación (Butilacetato = 1)	No se encontró información
Solubilidad en el agua	Infinitamente soluble
Presión de vapor (mm Hg) a 20°C	No se encontró información
% De volatilidad a 21 °C	0
pH a 25 °C	5 - 7
Limites de explosividad:	
Inferior:	No se encontró información
Superior :	No se encontró información

SECCION V Riesgos de fuego o explosión
<p>FUEGO: Peligro de incendio leve a moderado cuando se expone al calor o las llamas.</p> <p>EXPLOSIÓN: Por arriba del punto de ignición mezclas con aire son explosivas dentro de límites inflamables indicados anteriormente. Los envases pueden explotar cuando están involucrados en un incendio.</p>
<p>MEDIO DE EXTINCIÓN: Producto químico seco, espuma o dióxido de carbono. El agua o espuma puede causar formación de espuma con burbujas. El aerosol de agua puede utilizarse para extinguir fuego que lo rodea y refrescar los contenedores expuestos al fuego. El aerosol de agua también reducirá vapores y gases</p>
<p>EQUIPO DE PROTECCION PERSONAL: Para casos de fuego o concentraciones desconocidas utilizar el equipo de aire autónomo y equipo de bombero.</p>
<p>PROCEDIMIENTO Y PRECAUCIONES ESPECIALES EN EL COMBATE DE INCENDIOS: Use Equipo de Protección Personal respiratoria para evitar inhalar los vapores de combustión, los cuales no están bien definidos y pueden contener componentes tóxicos. Si el fuego está cercano al contenedor mantenga frías las paredes del mismo rociándolas con agua, a una distancia segura.</p>
<p>CONDICIONES QUE CONDUCEN A OTRO RIESGO ESPECIAL: Fuente de ignición cercanas.</p>
<p>PRODUCTOS DE LA COMBUSTION NOCIVOS PARA LA SALUD: Vapores de combustión no bien definidos que pueden contener componentes tóxicos.</p>

SECCION VI Datos de reactividad	
Sustancia (estable ó inestable)	Estable bajo condiciones normales de uso y almacenaje. Se oscurece si se expone a la luz.
Incompatibilidad (sustancia a evitar)	Ácidos y oxidantes
Productos peligrosos de la descomposición	Bióxido y monóxido de carbono, óxido de nitrógeno.
Polimerización espontánea	No puede ocurrir.
Condiciones a evitar	Evite contacto con materiales oxidantes y fuentes de ignición.

SECCION VII Riesgos para la salud	
1a. PARTE	EFFECTOS A LA SALUD
<i>Por exposición aguda:</i>	
A) Ingestión accidental	Puede causar náuseas, dolor de cabeza, diarrea, vómitos.
B) Inhalación	La inhalación del vapor no es por lo general un problema a menos que se caliente o nebulice.
C) Piel (contacto y absorción)	Irritación ligera, enrojecimiento y dolor.

D) Ojos	Irritación.
E) Exposición crónica	Una exposición repetida o prolongada no debería agravar el estado de salud.
Sustancia química considerada como:	
Cancerígena	No
Teratogénica	No
Mutagénica	No
Stps (nom-010-stps)	No
Información complementaria	Se ha estudiado como mutagénico y sus efectos en el sistema reproductor.
Rata oral LD50	No determinado

2a. PARTE	EMERGENCIA Y PRIMEROS AUXILIOS
Contacto con los ojos	Lave los ojos inmediatamente con abundante agua durante por lo menos 15 minutos. Ocasionalmente levante los párpados.
Contacto con la piel	Retire toda la ropa contaminada. Lave la piel afectada con abundante agua, por lo menos durante 15 min.
Ingestión	No se provoque el vomito, dé a beber gran cantidad de agua.
Inhalación	Mueva a la víctima al aire fresco, manténgala abrigada y en reposo. Si la respiración es dificultosa ó no respira, dé respiración artificial.
🚑 En todos los casos obtener atención médica inmediata.	

SECCION VIII	Indicaciones en caso de fuga o derrame
Use el equipo de protección personal dentro del área del derrame (Goggles y careta, guantes, botas de hule, ropa impermeable, chamarra y pantalón). Evite el contacto con el producto ó materiales contaminados. Construya diques con material absorbente, detenga el flujo de material hacia alcantarillas, recupere todo el material que sea posible.	

SECCION IX	Protección especial
EQUIPO DE PROTECCION PERSONAL	
Respiratoria	Use un respirador adecuado en caso de neblinas.
Manos	Guantes de neopreno o PVC.
Ojos	Lentes y/o goggles.
Cuerpo	Camisa de manga larga, zapatos de seguridad ó botas de hule.
Otros	<u>Siempre</u> que haya peligro de cualquier contacto use chamarra y pantalón impermeable, careta y goggles, botas y guantes de hule.

Ventilación	En áreas abiertas utilice equipo de aire autónomo o línea de aire remota. Ubicarse siempre a favor del viento.
--------------------	--

SECCION X Información sobre transportación

Producto no regulado

SECCION XI Información ecológica

COMPORTAMIENTO EN EL AMBIENTE:

Movilidad	Miscible en agua, no se adsorbe apreciablemente en el suelo.
Presencia / degradabilidad	Se espera sea biodegradable.
Bioacumulación	No se espera sea bioacumulable.
Ecotoxicidad	No se espera sea tóxico a la vida acuática.

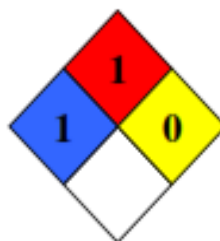
SECCION XII Precauciones especiales

MANEJO Y ALMACENAMIENTO: Almacénese en área color verde/naranja (almacén general) fresco, ventilado y alejado de posibles fuentes de ignición o de calor.

INFORMACIÓN ADICIONAL

La información contenida en esta hoja de datos de seguridad es proporcionada sin garantía de ninguna clase. El usuario deberá considerar estos datos como suplemento de información que pueda obtener de otras fuentes y deberá hacer sus propias consideraciones para el manejo de este producto, así como tomar sus propias medidas de seguridad para proteger a sus empleados y clientes.

Clasificaciones NFPA

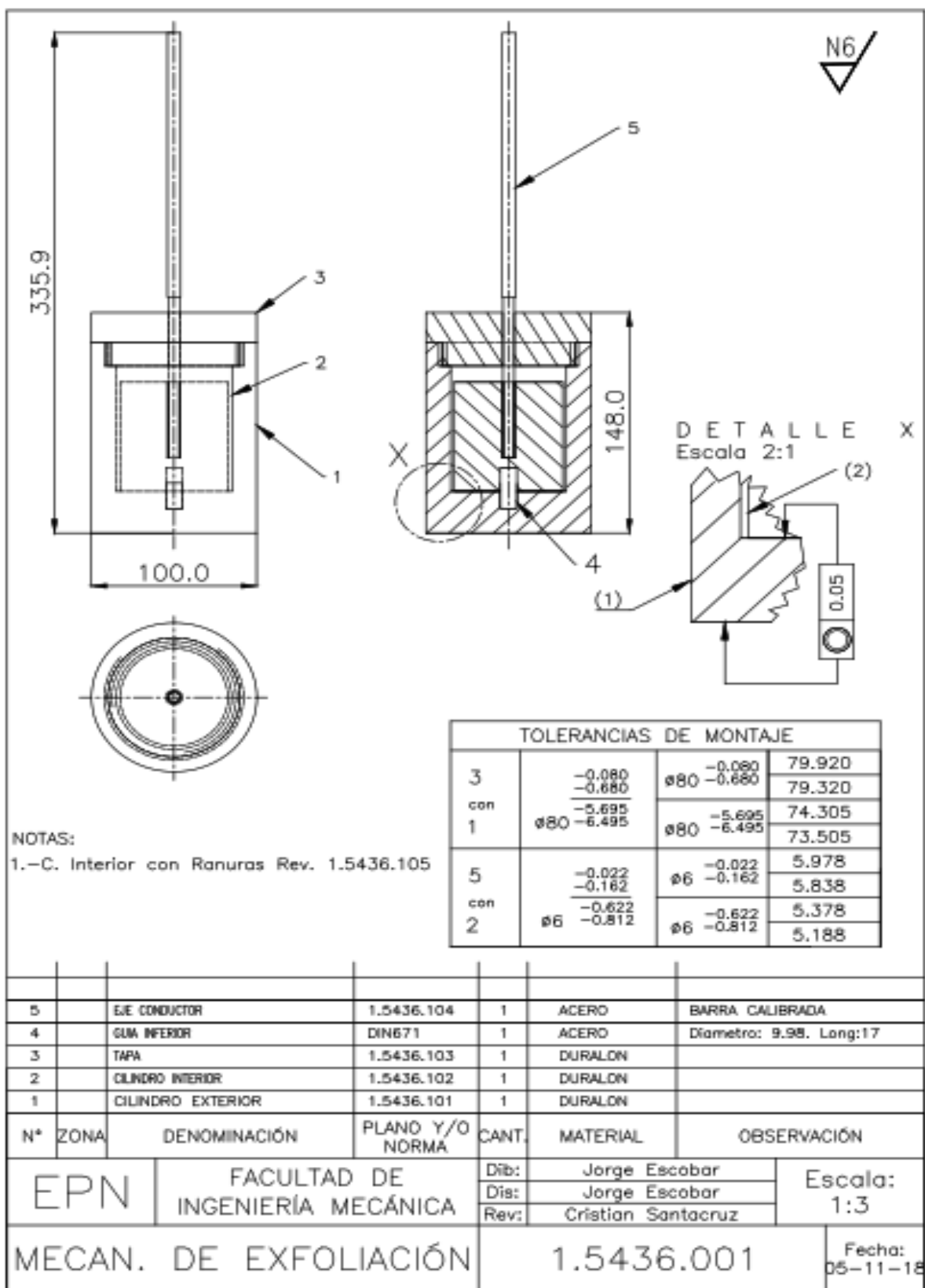


Etiqueta de Advertencia de Peligro
**¡CUIDADO! DAÑINO SI INGERIDO. PUEDE CAUSAR IRRITACIÓN
 A LA PIEL Y A LOS OJOS.**

ANEXO III.
Características del Duralon

POLIAMIDA 6 (GRILON) (HUMEDAD 2,5%)				PA - 6 (H - 2.5%)
PROPIEDADES MECANICAS A 23°C	UNIDAD	ASTM	DIN	VALORES
PESO ESPECIFICO	gr/cm ³	D-792	53479	1.14
RESIST. A LA TRACC.(FLUENCIA / ROTURA)	Kg/cm ²	D-638	53455	450 / --
RES. A LA COMPRESION (1 Y 2 % DEF)	Kg/cm ²	D-695	53454	150 / 280
RESISTENCIA A LA FLEXION	Kg/cm ²	D-790	53452	400
RES. AL CHOQUE SIN ENTALLA	Kg.cm/cm ²	D-256	53453	NO ROMPE
ALARGAMIENTO A LA ROTURA	%	D-638	53455	200
MODULO DE ELASTICIDAD (TRACCION)	Kg/cm ²	D-638	53457	14000
DUREZA	Shore D	D-2240	53505	72 - 76
COEF. DE ROCE ESTATICO S/ACERO		D-1894		0.31 a 0.54
COEF. DE ROCE DINAMICO S/ACERO		D-1894		0.27 a 0.43
RES. AL DESGASTE POR ROCE				BUENA
PROPIEDADES TERMICAS	UNIDAD	ASTM	DIN	VALORES
CALOR ESPECIFICO	Kcal/Kg.°C	C-351		0.4
TEMP. DE FLEX. B/CARGA (18.5Kg/cm ²)	°C	D-648	53461	70
TEMP. DE USO CONTINUO EN AIRE	°C			-40 a 90
TEMP. DE FUSION	°C			220
COEF. DE DILATACION LINEAL DE 23 A 100°C	por °C	D-696	52752	0.000105
COEF. DE CONDUCCION TERMICA	Kcal/m.h.°C	C-177	52612	0.23
PROPIEDADES ELECTRICAS	UNIDAD	ASTM	DIN	VALORES
CONSTANTE DIELECTRICA A 60 HZ		D-150	53483	7,4
CONSTANTE DIELECTRICA A 1 KHZ		D-150	53483	--
CONSTANTE DIELECTRICA A 1 MHZ		D-150	53483	3,8
ABSORCION DE HUMEDAD AL AIRE	%	D-570	53472	2,5
RESISTENCIA SUPERFICIAL	Ohm	D-257	53482	> 10 a la 12
RESISTENCIA VOLUMETRICA	Ohms-cm	D-257	53482	> 10 a la 12
RIGIDEZ DIELECTRICA	Kv/mm	D-149		16
PROPIEDADES QUIMICAS	OBSERVACIONES			
RESISTENCIA A HIDROCARBUROS	MUY BUENA			
RESISTENCIA A ACIDOS DEBILES A TEMP. AMBIENTE	REGULAR			
RESISTENCIA A ALCALIS DEBILES A TEMP. AMBIENTE	BUENA			
RESISTENCIA A PROD. QUIMICOS DEFINIDOS	CONSULTAR			
EFFECTO DE LOS RAYOS SOLARES	LO AFECTAN			
APROBADO PARA CONTACTO CON ALIMENTOS	NO			
COMPORTAMIENTO A LA COMBUSTION	ARDE CON MEDIANA DIFICULTAD			
PROPAGACION DE LLAMA	AUTO-EXTINGUIBLE			
COMPORTAMIENTO AL QUEMARLO	FUNDE GOTEA Y SE DESCOMPONE			
COLOR DE LA LLAMA	AZUL PUNTA AMARILLA			
OLOR AL QUEMARLO	PELO QUEMADO			

ANEXO IV.
Planos del Dispositivo

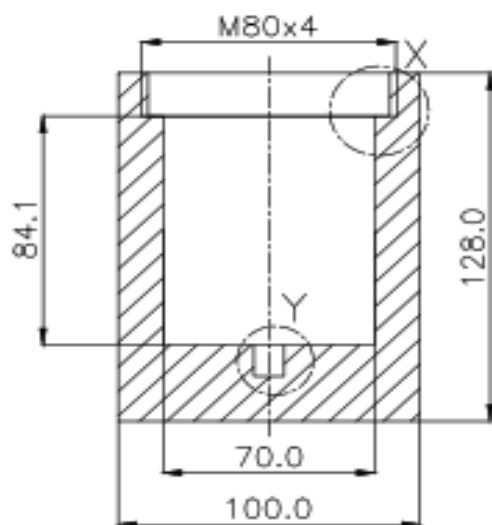


NOTAS:
1.-C. Interior con Ranuras Rev. 1.5436.105

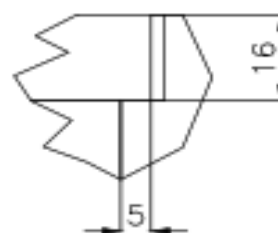
TOLERANCIAS DE MONTAJE			
3 con 1	-0.080 -0.680	ø80 -0.080 ø80 -0.680	79.920 79.320
	-5.695 -6.495	ø80 -5.695 ø80 -6.495	74.305 73.505
5 con 2	-0.022 -0.162	ø6 -0.022 ø6 -0.162	5.978 5.838
	-0.622 -0.812	ø6 -0.622 ø6 -0.812	5.378 5.188

5	EJE CONDUCTOR	1.5436.104	1	ACERO	BARRA CALBRADA
4	GUM INFERIOR	DIN671	1	ACERO	Díametro: 9.98. Long:17
3	TAPA	1.5436.103	1	DURALON	
2	CILINDRO INTERIOR	1.5436.102	1	DURALON	
1	CILINDRO EXTERIOR	1.5436.101	1	DURALON	
N° ZONA	DENOMINACIÓN	PLANO Y/O NORMA	CANT.	MATERIAL	OBSERVACIÓN
EPN	FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA		Dib:	Jorge Escobar	Escala: 1:3
			Dís:	Jorge Escobar	
			Rev:	Cristian Santacruz	
MECAN. DE EXFOLIACIÓN			1.5436.001		Fecha: 05-11-18

N6



DETALLE X
Escala 2:1



DETALLE Y
Escala 2:1

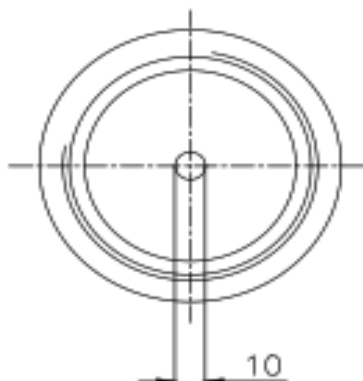
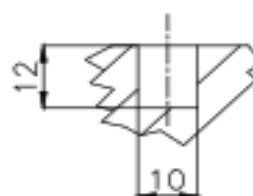
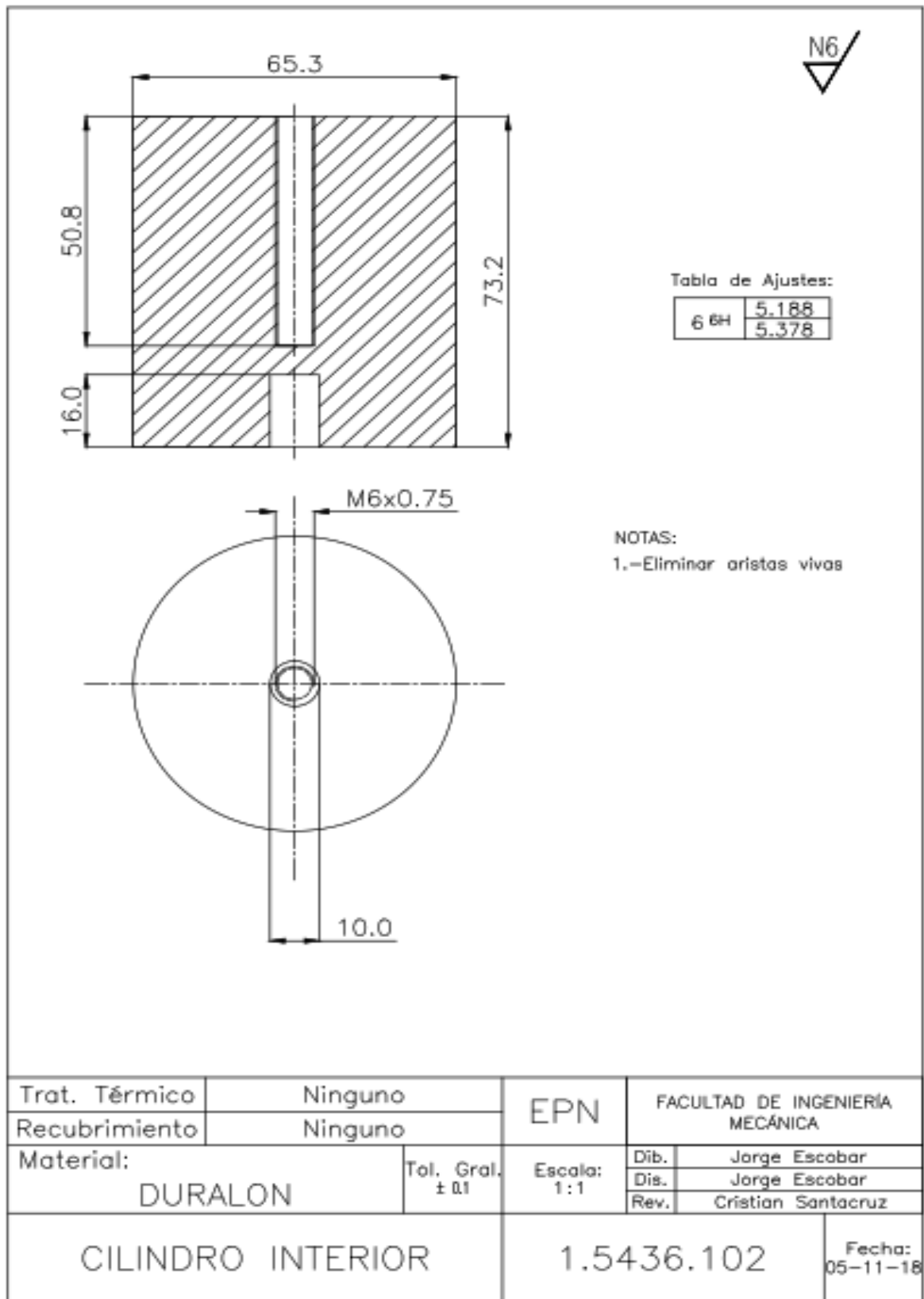


Tabla de Ajustes:

80 ^H	73.505
	74.305

NOTAS:
1.-Eliminar aristas vivas

Trat. Térmico	Ninguno	EPN	FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA	
Recubrimiento	Ninguno		Dib.	Jorge Escobar
Material: DURALON	Tol. Gral. ± 0.1	Escala: 1:2	Dis.	Jorge Escobar
			Rev.	Cristian Santacruz
CILINDRO EXTERIOR		1.5436.101	Fecha: 05-11-18	



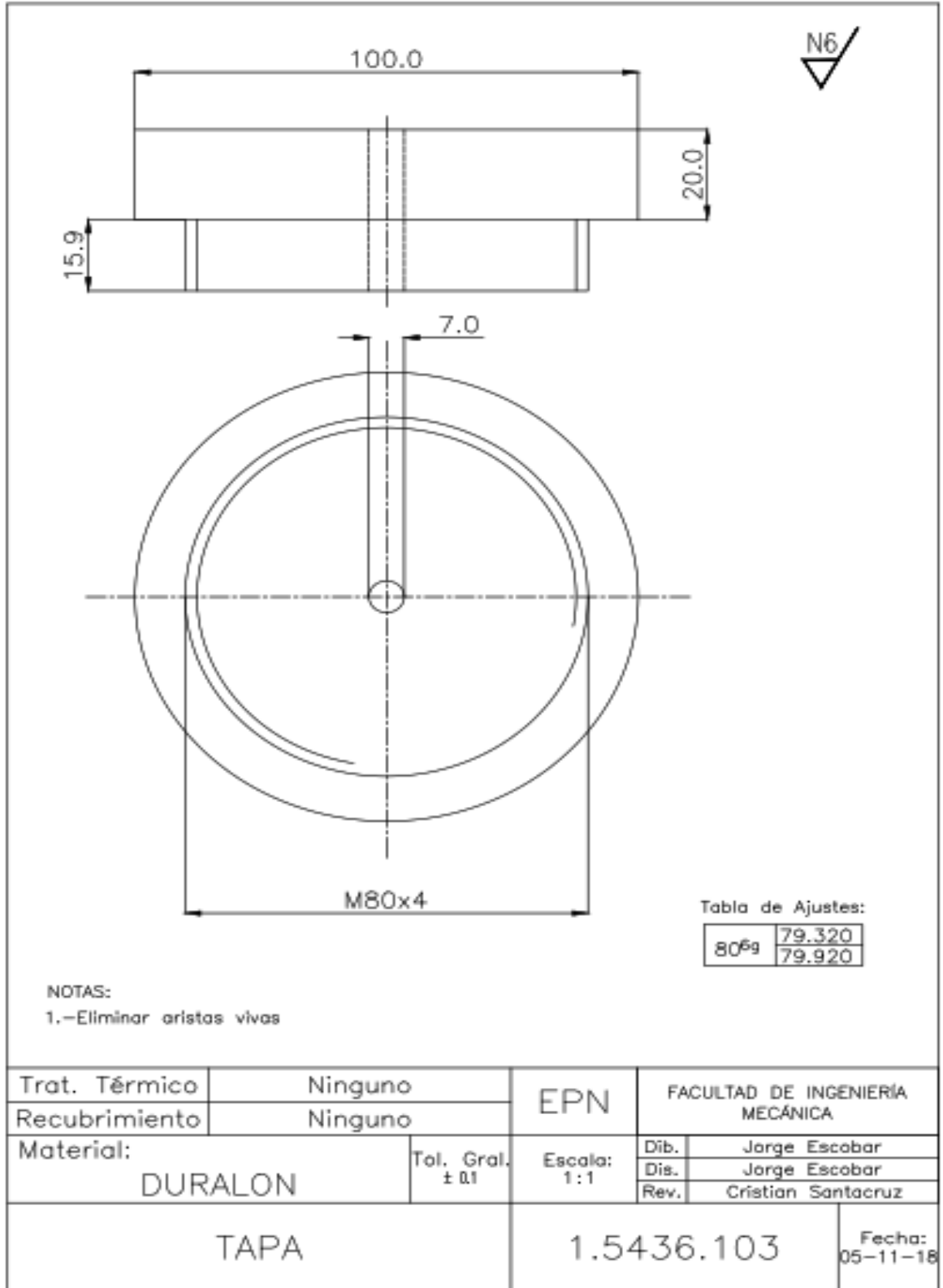


Tabla de Ajustes:

80 ^{6g}	79.320
	79.920

NOTAS:
1.-Eliminar aristas vivas

Trat. Térmico	Ninguno	EPN	FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA	
Recubrimiento	Ninguno		Dib.	Jorge Escobar
Material: DURALON	Tol. Gral. ± 0.1	Escala: 1:1	Dis.	Jorge Escobar
			Rev.	Cristian Santacruz
			TAPA	

N6

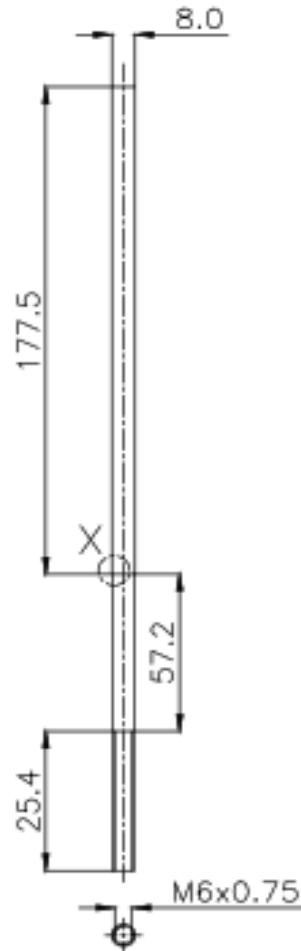


Tabla de Ajustes:

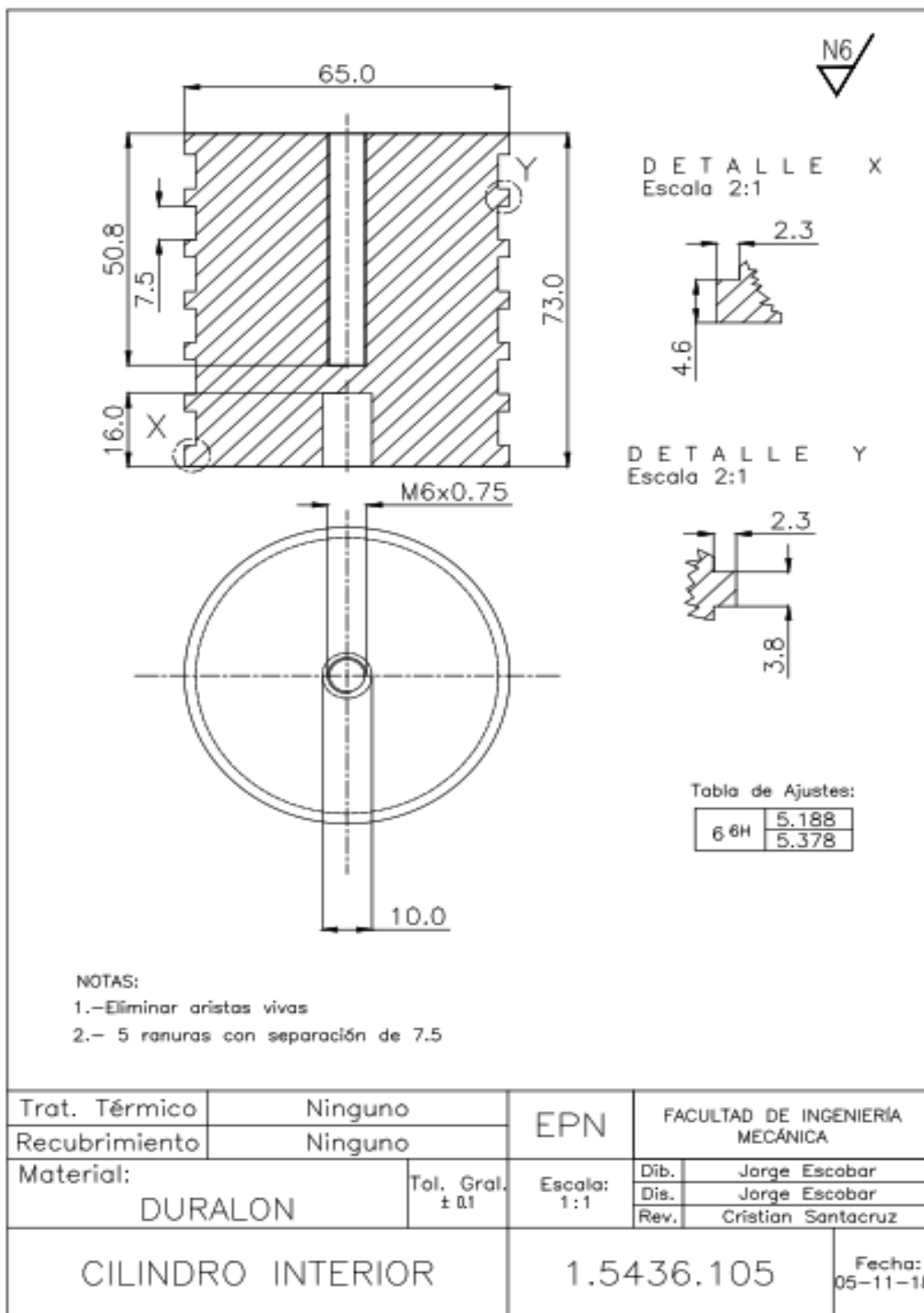
6 6g	5.838
	5.978

DETALLE X
Escala 3:1



NOTAS:
1.-Eliminar aristas vivas

Trat. Térmico	Ninguno	EPN	FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA	
Recubrimiento	Ninguno		Dib.	Jorge Escobar
Material: ACERO	Tol. Gral. ± 0.1	Escala: 1:2	Dis.	Jorge Escobar
			Rev.	Cristian Santacruz
			EJE CONDUCTOR	



**ANEXO V.
UV/VIS**

Linealidad de la absorbancia versus la concentración de grafeno.

La absorbancia en 660 nm, de cada una de las soluciones de la tabla 2.1, se observan a continuación.

Concentración Relativa de Grafeno. Proporción 1.

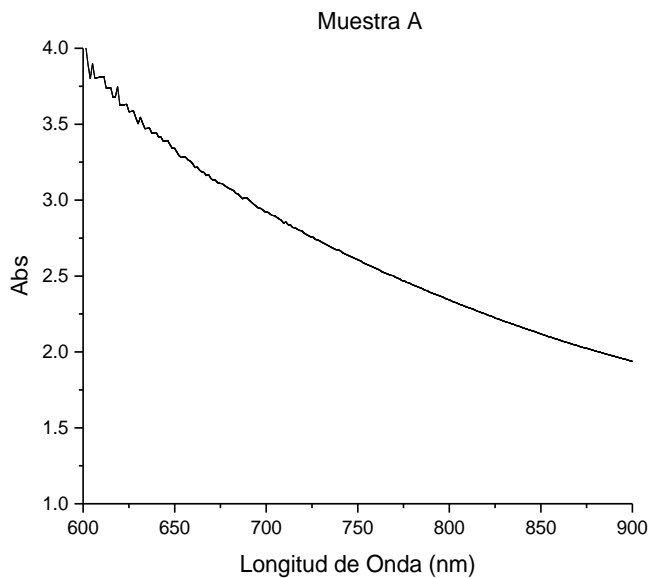


Figura A.1. Concentración Relativa de Grafeno (1).

(Fuente: Propia)

Concentración Relativa de Grafeno. Proporción 0.5.

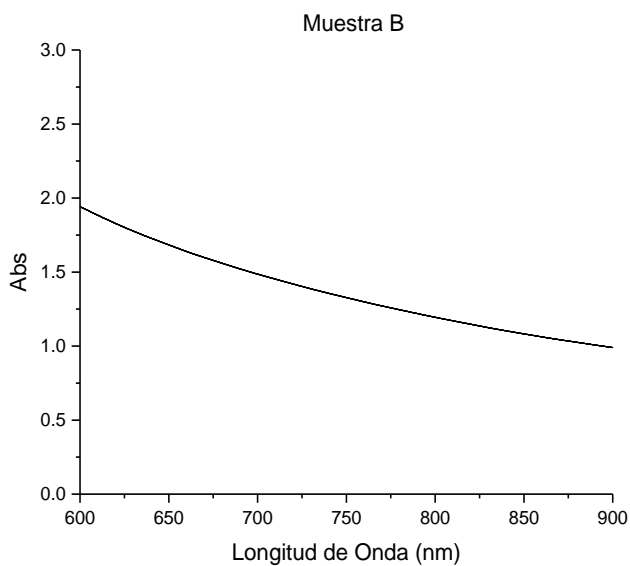


Figura A.2. Concentración Relativa de Grafeno (0.5).

(Fuente: Propia)

Concentración Relativa de Grafeno. Proporción 0.25.

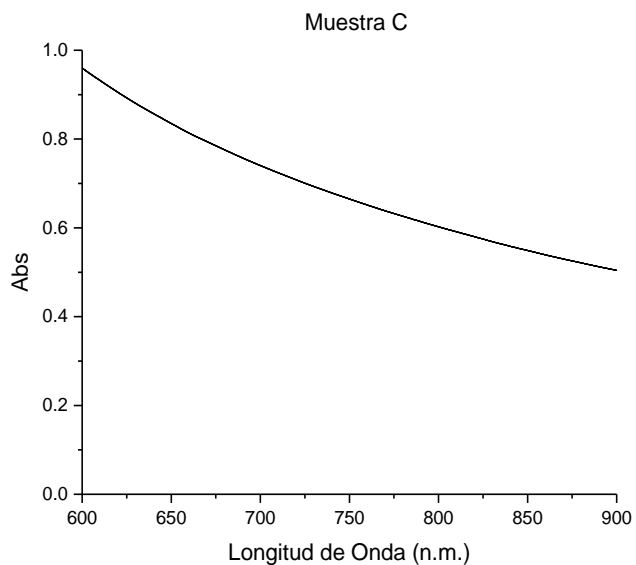


Figura A.3. Concentración Relativa de Grafeno (0.25).
(Fuente: Propia)

Concentración Relativa de Grafeno. Proporción 0.125.

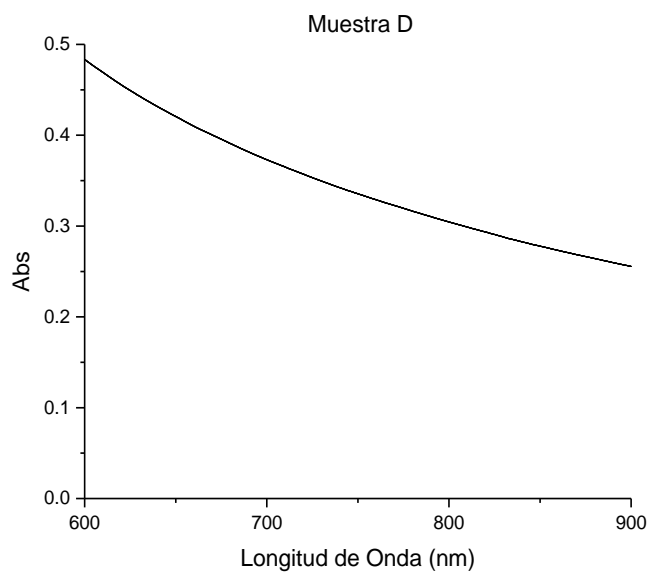


Figura A.4. Concentración Relativa de Grafeno (0.125).
(Fuente: Propia)

Concentración Relativa de Grafeno. Proporción 0.0625.

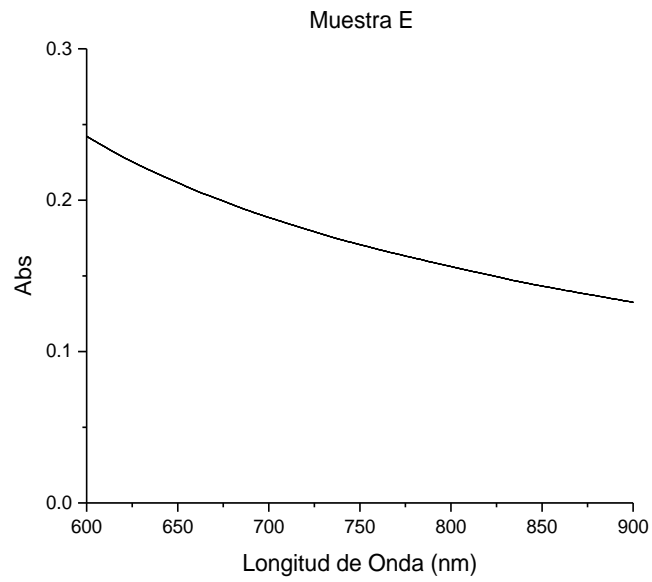


Figura A.5. Concentración Relativa de Grafeno (0.0625).
(Fuente: Propia)

Concentración Relativa de Grafeno. Proporción 0.03125.

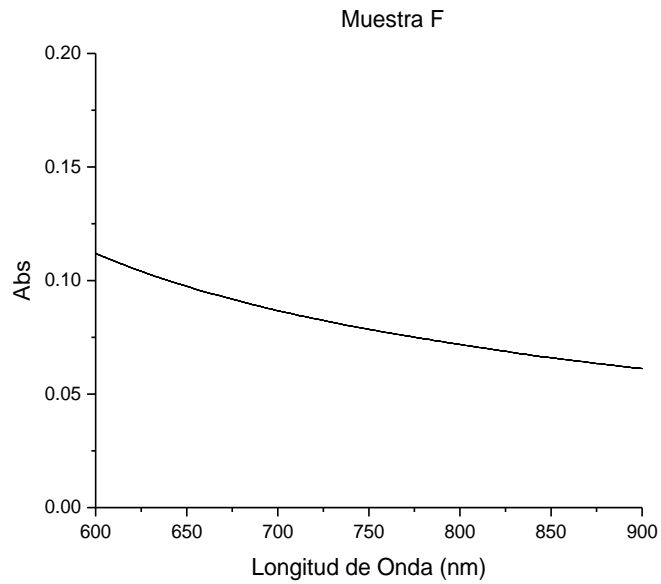


Figura A.6. Concentración Relativa de Grafeno (0.03125).
(Fuente: Propia)

Concentración Relativa de Grafeno. Proporción 0.0156.

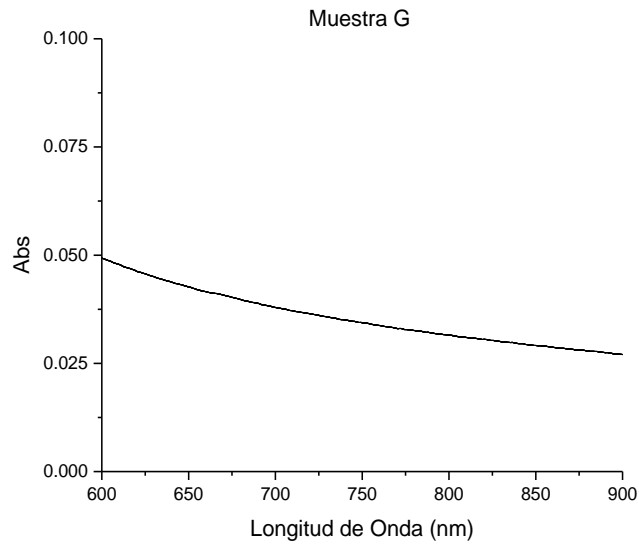


Figura A.7. Concentración Relativa de Grafeno (0.0156).
(Fuente: Propia)

Dependencia de la absorbancia con el porcentaje de dilución de tween80 – agua.

La absorbancia a 660 nm de las soluciones de la tabla 2.2, se observan a continuación.

Solución Tween80 - Agua (% Tween80 en Peso). Proporción 5

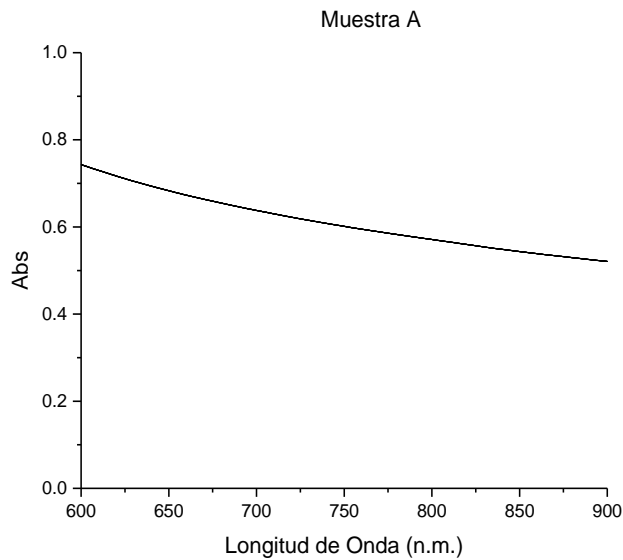


Figura A.8. Concentración Relativa de Tween80 - Agua (5).
(Fuente: Propia)

Solución Tween80 - Agua (% Tween80 en Peso). Proporción 2.5.

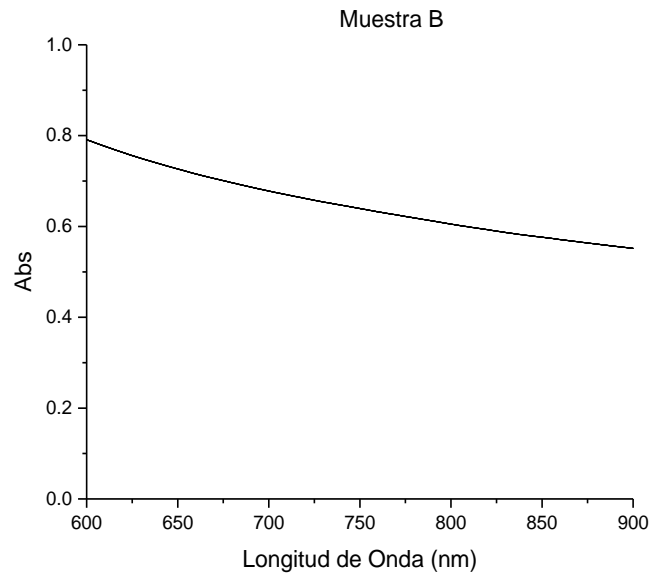


Figura A.9. Concentración Relativa de Tween80 - Agua (2.5).
(Fuente: Propia)

Solución Tween80 - Agua (% Tween80 en Peso). Proporción 1.25.

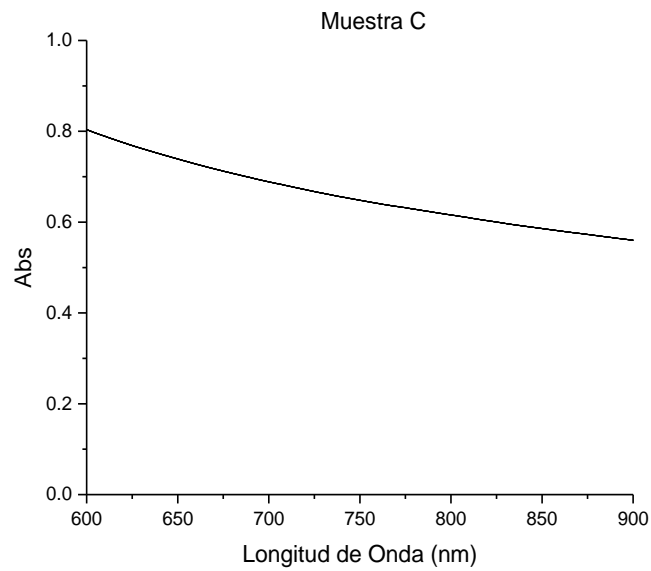


Figura A.10. Concentración Relativa de Tween80 - Agua (1.25).
(Fuente: Propia)

Solución Tween80 - Agua (% Tween80 en Peso). Proporción 0.625.

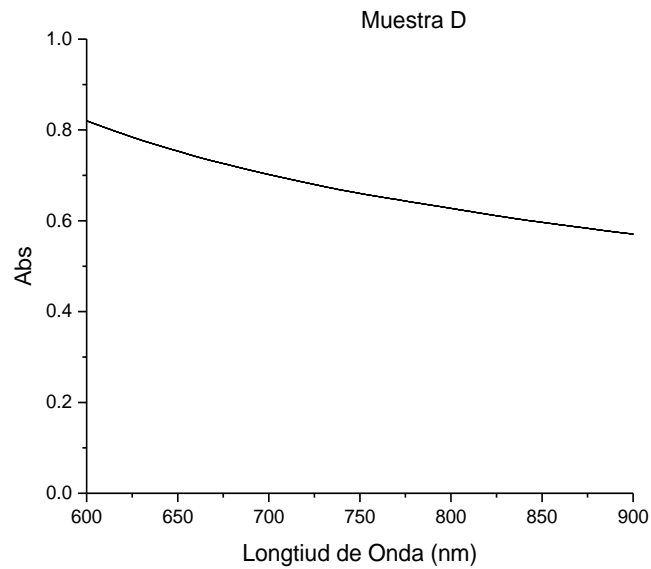


Figura A.11. Concentración Relativa de Tween80 - Agua (0.625).

(Fuente: Propia)

Solución Tween80 - Agua (% Tween80 en Peso). Proporción 0.3125.

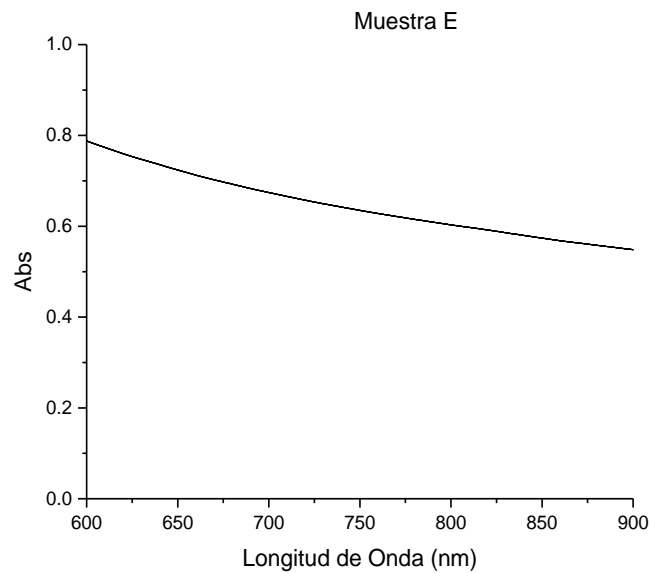


Figura A.12. Concentración Relativa de Tween80 - Agua (0.3125).

(Fuente: Propia)

Solución Tween80 - Agua (% Tween80 en Peso). Proporción 0.1562.

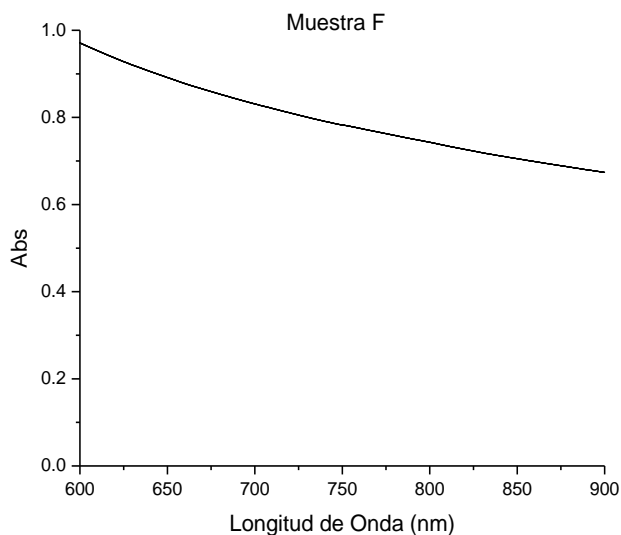


Figura A.13. Concentración Relativa de Tween80 - Agua (0.1562).
(Fuente: Propia)

Exfoliación por esfuerzo de corte.

La espectroscopia UV/VIS de las soluciones de la tabla 2.3, se observan a continuación.

Muestra A. Porcentaje de Tween80 0%.

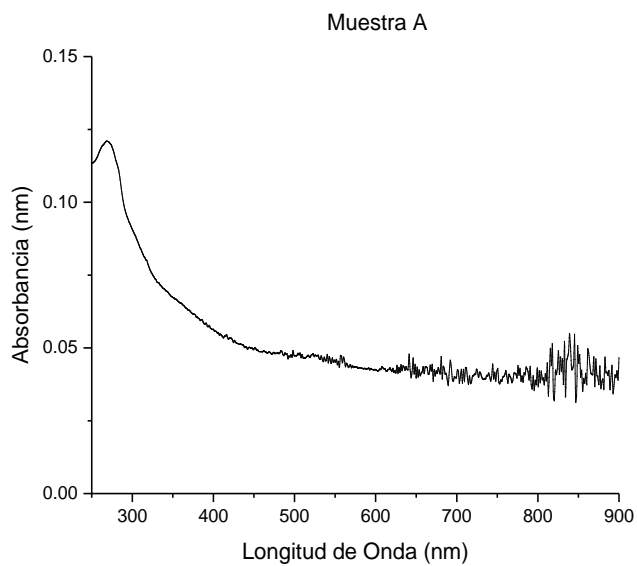


Figura A.14. Muestra A (0% Tween80).
(Fuente: Propia)

Muestra B. Porcentaje de Tween80 0.05%.

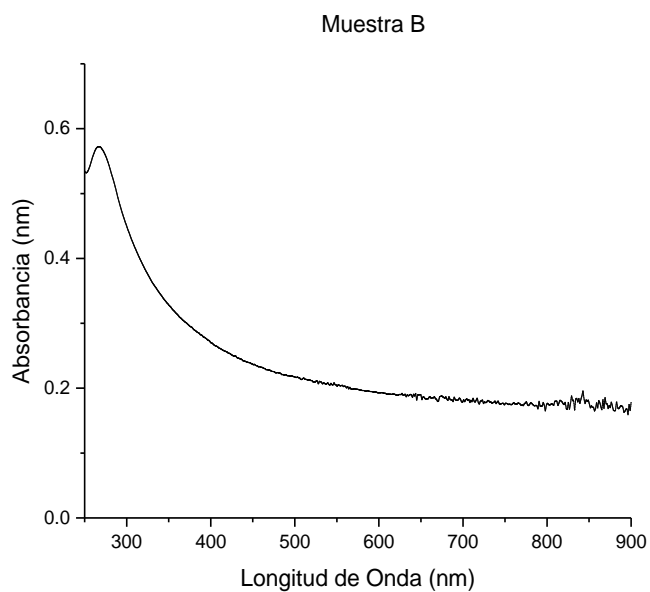


Figura A.15. Muestra B (0.05% Tween80).

(Fuente: Propia)

Muestra C. Porcentaje de Tween80 0.1%.

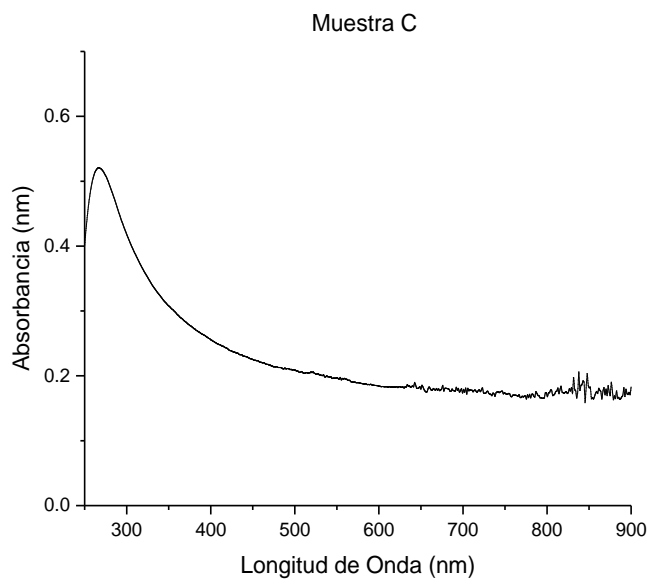


Figura A.16. Muestra C (0.1% Tween80).

(Fuente: Propia)

Muestra D. Porcentaje de Tween80 0.5%.

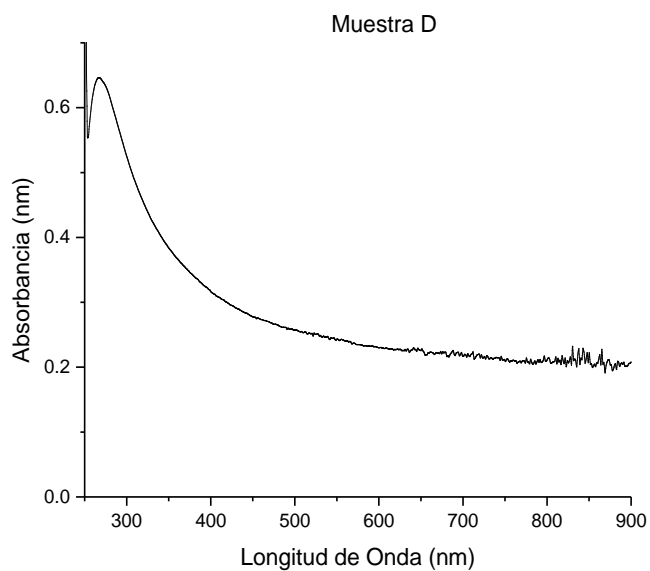


Figura A.17. Muestra D (0.5% Tween80).

(Fuente: Propia)

Muestra E. Porcentaje de Tween80 1%.

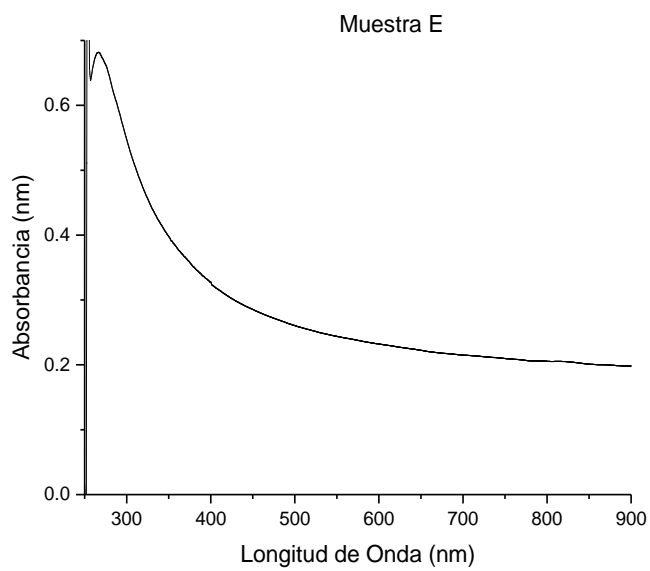


Figura A.18. Muestra E (1% Tween80).

(Fuente: Propia)

Muestra F. Porcentaje de Tween80 3%.

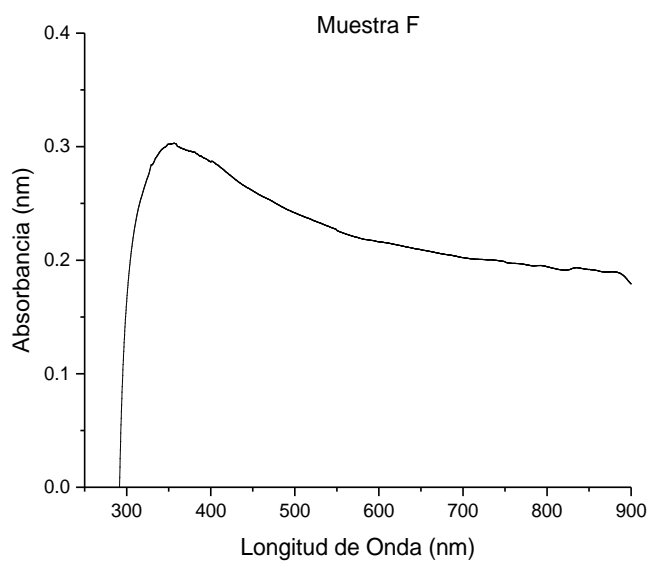


Figura A.19. Muestra F (3% Tween80).

(Fuente: Propia)

Muestra G. Porcentaje de Tween80 5%.

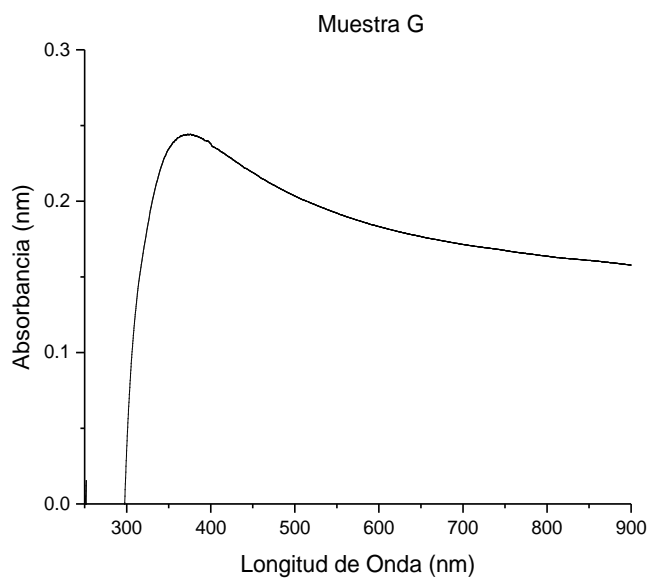


Figura A.20. Muestra F (5% Tween80).

(Fuente: Propia)

Comparación entre cilindros interiores.

A continuación, se indican las espectroscopias del cilindro liso y con ranuras correspondientes a la concentración de 0.5% Tween80.

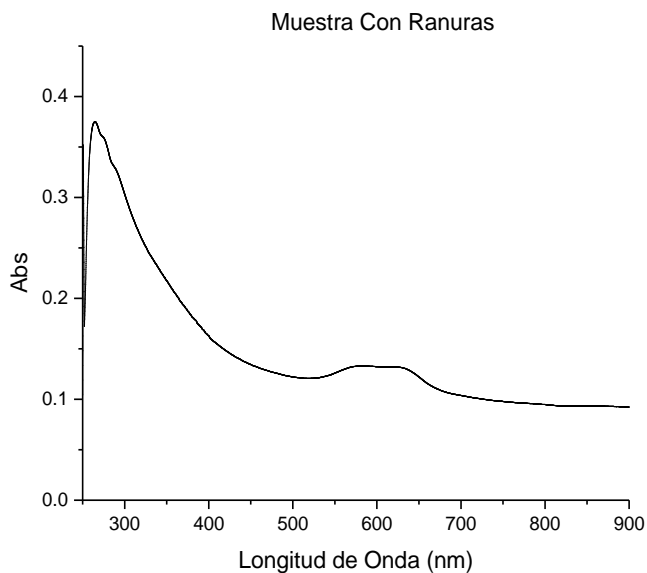


Figura A.21. Muestra con cilindro con ranuras (0.5% Tween80).
(Fuente: Propia)

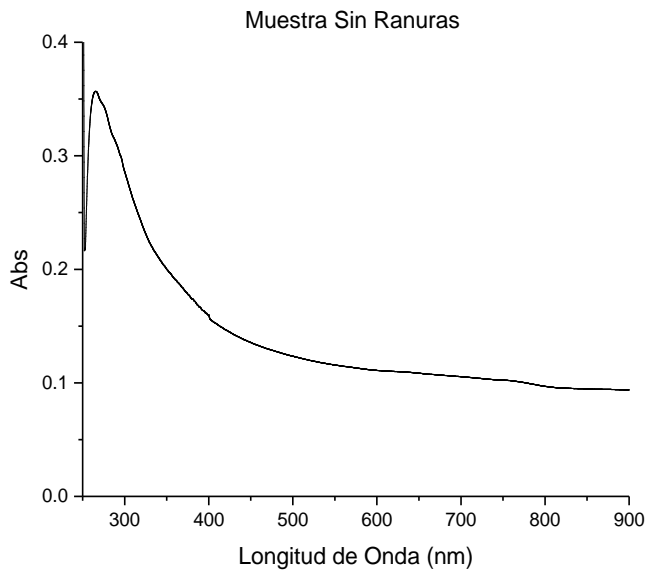


Figura A.22. Muestra con cilindro liso (0.5% Tween80).
(Fuente: Propia)