



UNIVERSIDAD DE ORIENTE
NÚCLEO DE SUCRE
ESCUELA DE CIENCIAS
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA

**OBTENCIÓN DE GRAFENO DOPADO CON COBALTO, POR EXFOLIACIÓN
TÉRMICA DEL COMPUESTO DE INTERCALACIÓN DE GRAFITO G-CoCl₂.**

PEDRO JULIAN NORIEGA GARCIA

TRABAJO DE GRADO PRESENTADO COMO REQUISITO PARCIAL PARA
OPTAR AL TÍTULO DE LICENCIADO EN QUÍMICA

CUMANÁ, 2023



UNIVERSIDAD DE ORIENTE
NÚCLEO DE SUCRE
ESCUELA DE CIENCIAS
DEPARTAMENTO DE QUÍMICA

VEREDICTO

Nosotros, Fernando Magro, Verónica González e Iliana Jiménez en nuestro carácter de jurado examinador, ratificados por el Consejo de Escuela de Ciencias a recomendación de la Comisión de Trabajo de Grado, para emitir juicio sobre el trabajo titulado: **"OBTENCIÓN DE GRAFENO DOPADO CON COBALTO, POR EXPOLIACIÓN TÉRMICA DEL COMPUESTO DE INTERCALACIÓN DE GRAFITO G-CoCl₂"** presentado por el Br. Pedro Julian Noriega Garcia, C.I. 25.319.022, por la modalidad Tesis de Grado, según lo establecido en el ACTA 678 y como requisito parcial para optar al título de Licenciado en Química, decidimos que dicho trabajo ha sido:

"APROBADO"

En fe de lo anterior, se levanta la presente acta, en Cumaná a los veintidós días del mes de marzo de dos mil veinticuatro.



Prof. Fernando Magro

Prof. Verónica González

Prof. Iliana Jiménez

DEDICATORIA

“El éxito en la vida no se mide por lo que logras si no por los obstáculos que superas”

Helen Keller

En primera instancia quiero agradecer a Dios por permitirme alcanzar este objetivo, solo él sabe cuánto luche y me esforcé para llegar hasta aquí. A mi abuela Ana, quien veló por mí desde que tengo conciencia, a ella mi amor infinito; a Leticia, mi bella madre, a quien espero recompensarle todo su sacrificio con este y muchos más reconocimientos. A Yamil quien ha sido un padre para mí, a mi tía Yamileth quien formó parte de mi educación. A la memoria de mi abuela Rosa, quien me amó y ame incondicionalmente.

A los amigos, que hicieron de ésta una maravillosa etapa; Emmanuel, Kevin, Alejandro, Carlos y Francisco. Ellos y muchos más compañeros estarán presentes al recordar mi vida universitaria.

Al Profesor y amigo Fernando Mago, quien pese a la calamidad del país no desistió y estuvo conmigo hasta el final. Gracias profe.

Agradeceré en este párrafo, en esta vida y en muchas más a Roselys Brito, el amor más bonito y sincero que encontré en la universidad. Gracias por guiar mis pasos, por ser mi apoyo en clases, mi compañera de estudios en fisicoquímica, por hacerme reír en las adversidades y levantarme en los momentos más difíciles de la carrera; gracias por tanto chelita. Juntos vamos a alcanzar el éxito.

AGRADECIMIENTOS

A:

La Universidad de Oriente y los profesores del Departamento de Química, por instruirme y hacer de mí un profesional de la República.

Al Lcdo. Fernando Mago, quien siendo mi asesor me brindo todo el apoyo necesario para la realización de este trabajo. Gracias por ser mi guía, por los consejos tanto académicos como personales, por el tiempo y la paciencia que dedico a mi persona.

El Instituto de Investigaciones en Biomedicina y Ciencias Aplicadas “Dra. Susan Tai” (IIBCA-UDO), en especial a la Dra. Blanca Rojas de Gáscue y el Dr. Arnaldo Ramírez, por la realización de los análisis de espectroscopía de infrarrojo.

Al Instituto Venezolano de Investigaciones Científicas (IVIC) por la colaboración en los análisis de Microscopía Electrónica de Barrido (MEB), así como la Difracción de rayos X (DRX) .

A la Dra. Rita Tenía, por su valiosa colaboración en la deducción e interpretación de los análisis por espectroscopía infrarroja.

ÍNDICE

	Pág.
DEDICATORIA	i
AGRADECIMIENTOS	iii
ÍNDICE	IV
LISTA DE TABLAS	VI
LISTA DE FIGURAS	VII
LISTA DE ABREVIATURAS	VIII
RESUMEN	IX
INTRODUCCIÓN	1
COMPUESTO DE INTERCALACIÓN DE GRAFITO (CIG)	3
GRAFENO	8
PROPIEDADES DEL GRAFENO	9
EL COBALTO COMO INTERCALANTE DE GRAFITO	12
EXFOLIACION TERMICA DE CIG-COCL ₂	13
Métodos de calentamiento rápido	14
Irradiación con microondas y exfoliación solvotérmica	15
MÉTODOS DE CARACTERIZACIÓN de GRAFITO Y GRAFENO	17
Difracción de rayos X (DRX)	17
Microscopía electrónica de barrido (MEB)	19
Espectroscopía de dispersión de rayos X (EDX)	20
Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR)	20
METODOLOGÍA	22
EXFOLIACIÓN DE COMPUESTOS DE INTERCALACIÓN DE GRAFITO. ...	22
Difracción de rayos X (DRX)	22
Microscopia electrónica de barrido (MEB) y espectroscopía de dispersión de rayos X (EDX)	23
Espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier	24
RESULTADOS Y DISCUSIÓN	25
ANÁLISIS POR DIFRACCIÓN DE RAYOS X	25
ANÁLISIS POR MICROSCOPIA ELECTRÓNICA DE BARRIDO	29
ANÁLISIS POR ESPECTROSCOPIA DE DISPERSIÓN DE RAYOS X	32

ANÁLISIS POR ESPECTROSCOPIA INFRARROJA POR TRANSFORMADA DE FOURIER	34
CONCLUSIONES	40
BIBLIOGRAFÍA	41
APÉNDICES	

LISTA DE TABLAS

Tabla 1. Intercalantes de grafito y distancia interplanar que generan con su respectiva etapa.	6
Tabla 2. Compuesto de grafeno a partir de diferentes compuestos de cobalto.....	16
Tabla 3. Señales características para el grafito prístino y un óxido de grafeno (GO)	19
Tabla 4. Señales de difracción de rayos x para el óxido de cobalto (II) y (III) y e híbridos con grafeno.	23
Tabla 5. Absorciones infrarrojas (IR) características de grupos funcionales (McMurry y cols., 2008).....	24
Tabla 6. Datos cristalográficos obtenidos del difractograma para el compuesto de intercalación de grafito con CoCl_2	27
Tabla 7. Tamaño de cristal para las diferentes muestras estudiadas.....	29
Tabla 8. Elementos y parámetros hallados a través de la espectroscopia de dispersión de Rayos X para el grafeno.....	34
Tabla 9. Comparación de las bandas del espectro FTIR del CIG- CoCl_2 y grafeno.....	36

LISTA DE FIGURAS

Figura 1. Representación del átomo de carbono y estado excitado de sus orbitales para generar orbitales híbridos sp^3	1
Figura 2. Alótropos de carbono y su hibridación: a) Grafito (sp^2) b) Diamante (sp^3) c)...	2
Figura 3. Representación de la estructura cristalina del grafito hexagonal (Kauppila, 2014).....	3
Figura 4. Representación esquemática de un compuesto de intercalación de grafito. (Valencia 2011).....	4
Figura 5. Ilustración del fenómeno de etapa, de acuerdo al modelo y la fase.	5
Figura 6. Oxidación del grafito (Salgado, 2019).	7
Figura 7. Representación del (a) método isotérmico y (b) transporte de vapor a dos zonas.	7
Figura 8. Representación estructural de la red hexagonal de grafeno (Navarrete, 2021)..	9
Figura 9. Bandas de energía de distintos tipos de materiales (Botas, 2013).....	9
Figura 10. Tipos de grafeno y sus respectivas aplicaciones.	10
Figura 11. Modelo del acoplamiento interplanar del CIG- $CoCl_2$	13
Figura 12. Estructura y celda unidad del óxido de cobalto en su forma Co_3O_4	13
Figura 13. Diagrama de difracción de rayos X para el grafito.	25
Figura 14. Diagrama de difracción de rayos X para el G- $CoCl_2$	26
Figura 15. Diagrama de difracción de rayos X para el grafeno.	27
Figura 16. (1) La intercalación y adsorción de $CoCl_2$. (2) La exfoliación y crecimiento de cristales de Co_3O_4 , lo que resulta en la expansión de las láminas GO.....	28
Figura 17. Micrografía obtenida por MEB para el grafito prístino.	30
Figura 18. Micrografía obtenida por MEB para el compuesto de intercalación de grafito con $CoCl_2$	30
Figura 19 . Micrografías para un CIG de a) Ahmed y cols., 2017 y b) Ujihara y cols., 2014.	31
Figura 20. Micrografía obtenida por MEB para el grafeno.	32
Figura 21. Micrografía obtenida por MEB y EDX del grafeno.	33
Figura 22. Espectro FTIR del compuesto de intercalación de grafito con $CoCl_2$	35
Figura 23. Espectro FTIR de grafeno	36
Figura 24. Comparativa espectro FTIR del CIG- $CoCl_2$ y el grafeno.	37

LISTA DE ABREVIATURAS

OG: Óxido de grafeno

CIG: Compuesto de intercalación de grafito

VDW: Van der Waals

FTIR: Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier.

DRX: Difracción de rayos X.

EDS: Espectroscopía de energía dispersiva.

MEB: Microscopía electrónica de barrido.

Ic: Índice de etapa.

FWHM: *Full Width Half Maximum* (Anchura a media altura).

CVD: *Chemical Vapor Deposition* (Deposición química de vapor).

TG: Temperatura de grafito.

TI: Temperatura de intercalante.

EG: Grafito exfoliado.

RESUMEN

El campo de los nanomateriales ha evolucionado de manera rápida, abriéndose paso entre los materiales ya existentes. Uno de los más importantes, y con gran revuelo científico es el “grafeno”. El grafeno es un material nanométrico bidimensional, compuesto por capas de átomos de carbono dispuestas en anillos hexagonales, confiriéndole propiedades físicas y químicas únicas, que pueden aumentar al dopar al material con metales de transición o de transición interna. Este material ha cobrado especial importancia debido al amplio espectro de aplicaciones tecnológicas, tales como, baterías de alta densidad energética, tabletas flexibles, celdas solares de alta eficiencia, escáneres médicos mejorados electrónicamente, comunicaciones de altísima velocidad e iluminación LED con bajísimo consumo energético. No obstante, este presenta una desventaja considerable; la producción en volúmenes suficientemente amplios mediante un proceso que facilite la obtención de este material dopado para su aplicabilidad industrial. Es por eso, que se propone en este estudio un nuevo método de producción de grafeno dopado con cobalto, por exfoliación del compuesto de intercalación de grafito GIG-CoCl₂. Para la obtención de grafeno se han estudiado diferentes técnicas, que pueden agruparse como técnicas *TOP-DOWN*, cuando se obtiene grafeno de espesor nanométrico a partir de un material de espesor micrométrico como el grafito, o *BOTTOM-UP*, cuando se obtiene la estructura de grafeno a partir de átomos de carbono generados mediante descomposición de moléculas orgánicas, como por ejemplo en un horno usando la técnica CVD (Chemical Vapor Deposition). A partir de estudios previos, en este trabajo se ha optimizado una de las técnicas *TOP-DOWN*, concretamente el proceso de exfoliación térmica. Primeramente, se analizó el compuesto de intercalación de grafito, mediante la difracción de rayos X para confirmar la presencia del intercalante, resultando así un índice de etapa $I_c = 0,95$ nm para la etapa 1, e $I_c = 1,28$ nm para la etapa 2. La exfoliación del compuesto de intercalación de grafito, se llevó a cabo usando el método de exfoliación térmica a 850 °C, bajo corriente de argón e hidrógeno, en relación molar 2:1, y vapor de etanol; este último inyectado por un económico método de nebulización utilizando un nebulizador para afecciones bronco respiratorias, en un reactor formado por un tubo de cuarzo, y un tiempo de tratamiento de 30 minutos. Los compuestos exfoliados se colocan en una solución de etanol al 70 % v/v y se trata con ultrasonido por 15 minutos; obteniéndose lamelas de grafeno muy finas. El estudio por microscopía electrónica de barrido (MEB), muestra notoriamente la exfoliación del compuesto intercalado, observándose la separación de lamelas de grafeno delgadas bidimensionales 2D. Los análisis de composición química de las muestra de grafeno, por EDX, confirma la existencia de los elementos cobalto y oxígeno, indicando que en el proceso de exfoliación permanecen en la estructura de las lamelas finas para dar forma a un óxido de grafeno. Esto permite el cambio en las propiedades químicas y físicas de interés tecnológico.

INTRODUCCIÓN

En el átomo de carbono dos electrones que ocupan el orbital 2p estarían disponibles para formar enlaces con otros átomos. Sin embargo, la teoría cuántica explica la tetravalencia del átomo de carbono ya que mediante la configuración electrónica en su estado basal no es posible. Como se ve en la Figura 1 la configuración electrónica existen dos orbitales puros desapareados y uno vacío lo que da lugar a dos uniones covalentes y una coordinada por lo que se piensa que su forma más estable es la combinación de un átomo de carbono con dos de hidrógeno CH_2 , no obstante se sabe que su forma más estable es CH_4 . Este hecho sólo se explica con el concepto de hibridación, en donde un electrón del orbital 2s brinca espontáneamente al orbital 2p dando como resultado cuatro orbitales híbridos llamados sp^3 , con el mismo contenido energético, forma, simetría y distribución en el espacio (Sánchez y cols., 2017).

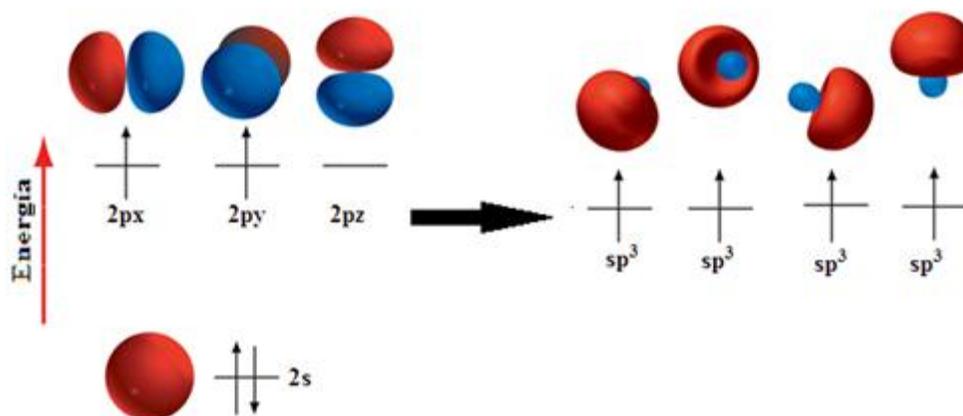


Figura 1. Representación del átomo de carbono y estado excitado de sus orbitales para generar orbitales híbridos sp^3 .

Así pues, los átomos de carbono pueden adoptar tres tipos de hibridaciones de orbitales, que se denominan: sp , sp^2 y sp^3 , que dan lugar a estructuras básicas del carbono como diamante, grafito y carbino. La Figura 2 resume la relación existente entre tipos de enlace, estereoquímica y estructuras de carbono (Tascón, 2007).

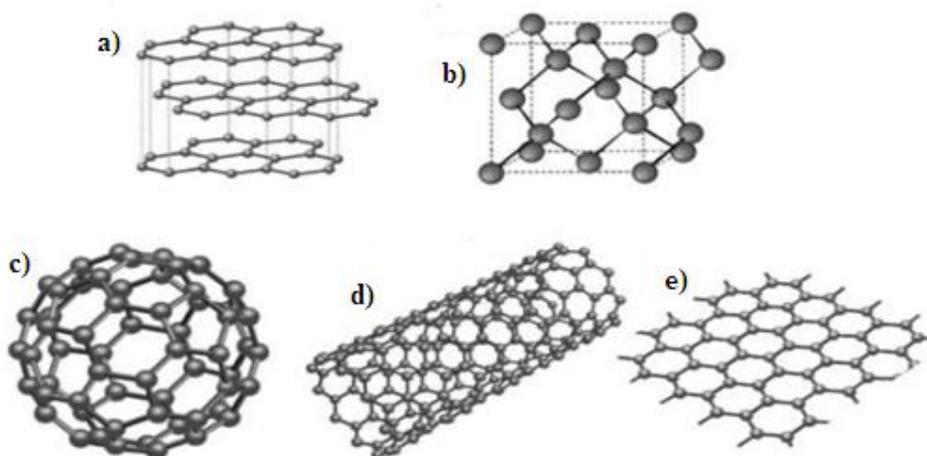


Figura 2. Alótopos de carbono y su hibridación: a) Grafito (sp^2) b) Diamante (sp^3) c) Fullerenos (sp^3) d) Nanotubo (sp^2) y e) Grafeno (sp^2), (Pérez, 2020).

El apilamiento hexagonal (ABA) es la forma más estable del grafito. En cada lámina, cada átomo de carbono está unido a otros tres por medio de enlaces covalentes formando una serie continua de hexágonos. En el grafito hexagonal, la distancia entre los planos es de 0,354 nm, y la distancia del enlace C-C es de 0,142 nm. Se adjudica que las láminas están unidas mediante enlaces de Van der Waals (VDW) e interacciones π - π , formando una red cristalina tridimensional. Debido a esto, el grafito posee un alto grado de anisotropía, de modo que sus propiedades eléctricas, térmicas y mecánicas varían notablemente dependiendo de la dirección en la cual se haga la medida (Valencia, 2011). Por ejemplo, se considera un excelente conductor térmico y eléctrico si se analiza desde dentro del plano laminar, sin embargo, dichas propiedades disminuyen cuando se contempla desde un punto de vista perpendicular (Farías y cols., 2017).

El grafito puede considerarse como un conductor a lo largo del plano basal (resistividad $2,50 \times 10^{-6} \Omega \cdot m$) mientras que en la dirección normal a éste la resistividad que presenta es típica de un material aislante ($3,0 \times 10^{-3} \Omega \cdot m$). Las propiedades térmicas y acústicas también presentan un elevado grado de anisotropía, debido a que los fonones son capaces de propagarse muy rápido en las direcciones paralelas al plano basal gracias a los fuertes enlaces covalentes. Por el contrario, su velocidad en la dirección perpendicular al plano decrece significativamente. De este modo, en el plano *a* y *b* el

grafito puede considerarse como un buen conductor térmico ($\sim 390 \frac{W}{m \cdot K}$ a 300 K), mientras que en la dirección c es considerado un buen aislante térmico ($\sim 2 \frac{W}{m \cdot K}$ a 300 K) (Solís, 2011).

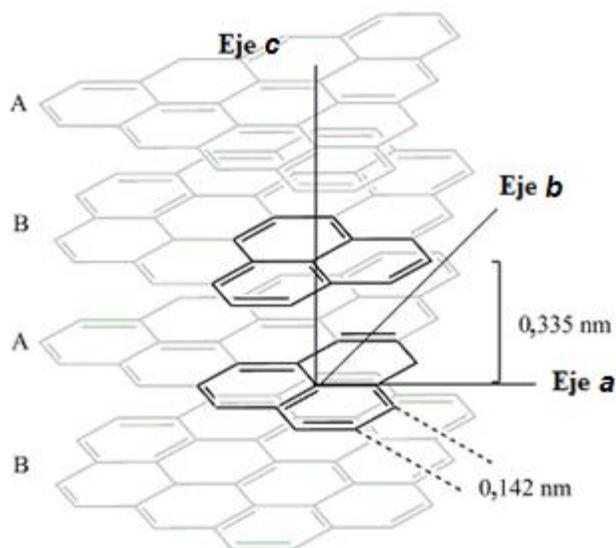


Figura 3. Representación de la estructura cristalina del grafito hexagonal (Kauppila, 2014).

En cuanto a sus propiedades mecánicas en el plano basal se dificulta la ruptura de enlaces C-C (524 kJ/mol) por los denominados enlaces sigma (σ), sin embargo a lo largo del eje perpendicular se deslaminar fácilmente por consecuencia de las interacciones de Van der Waals (7 kJ/mol), por lo que solo se requeriría una fuerza de 0,3 N/m para exfoliar el grafito (Ramos 2017; Eda, 2010).

COMPUESTO DE INTERCALACIÓN DE GRAFITO (CIG)

Los compuestos de intercalación son materiales, donde un ion, una molécula o un polímero se encuentran intercalados entre las capas de grafito, tal como se muestra la Figura 4. Esto hace que la separación entre las laminas aumente en comparación a un grafito prístino y, disminuyan las fuerzas de Van der Waals (Romalet, 2019).

La estructura cristalográfica, el área superficial, la densidad y las propiedades electrónicas, pueden verse afectadas por el intercalante. Los tipos de CIG pueden ser aceptores o donadores de electrones. En los compuestos de intercalación aceptores de electrones, el grafito pasa por un proceso de oxidación para después poder aceptar intercalantes aniónicos (NO_3^- , HSO_4^- , entre otros). Por otro lado, en los tipo donador, el grafito se reduce para poder donar electrones a intercalantes catiónicos como: $LiCoO_2$, Br_2 , ICl , $CoCl_2$ entre otros (Salgado, 2019).

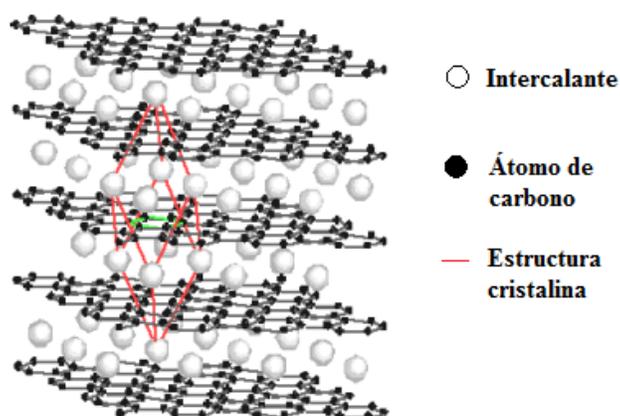


Figura 4. Representación esquemática de un compuesto de intercalación de grafito. (Valencia 2011)

Se ha comprobado que el grafito se puede expandir de los 0,35 nm hasta 0,90 nm y aun mantener las fuerzas de VDW (Yapú, 2013). De esta forma, se generan compuestos de intercalación de grafito que, luego pueden ser exfoliables mediante sonicación, reducción o tratamiento térmico, electroquímica, entre otras (Backes y cols., 2020).

La intercalación de grafito es una de las técnicas que mejor rendimiento ofrece al obtener grafito expandido (Luong y cols., 2020). Además, son muy importantes en campos industriales como el de los superconductores, catalizadores heterogéneos, materiales para ánodos y estabilización de reactivos pirotécnicos (Sáenz, 2015).

Los CIG han sido desde su descubrimiento un material intensamente estudiado debido al

fenómeno de etapa. Los intercalantes ocuparan las galerías de grafito periódicamente a lo largo de la dirección del eje c , dando una secuencia de apilamiento regular y el número de capas de grafeno entre dos capas intercaladas adyacentes define el índice de periodicidad (I_c) (Geng y cols., 2011; Dresselhaus, 1987). Así en un compuesto de etapa 1, una única capa de grafeno se alternaría con las especies intercaladas, de acuerdo al modelo de Rüdorff y Daumas Herold (Figura 5).

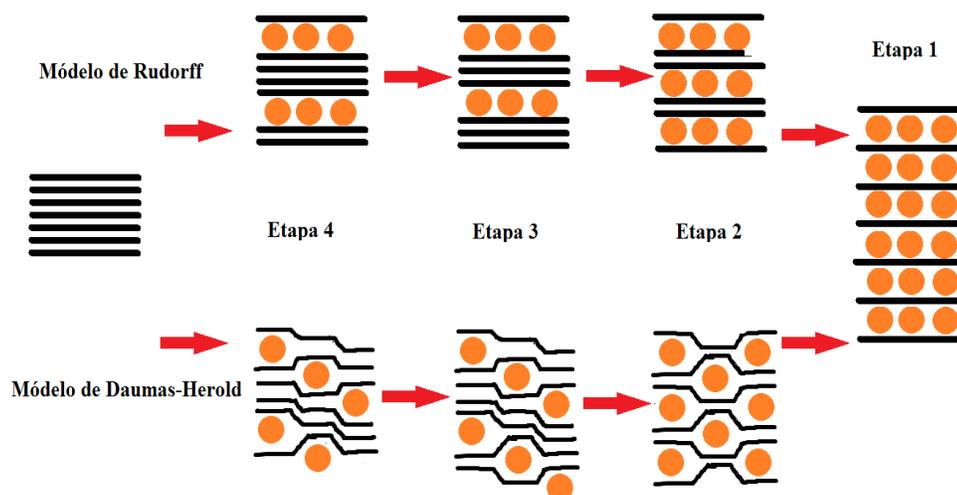


Figura 5. Ilustración del fenómeno de etapa, de acuerdo al modelo y la fase.

La difracción de rayos x es el método más usado para la caracterización de etapas de compuestos de intercalación, basada en reflexiones ($00l$) que representan los índices de Miller (hkl). Las mediciones muestran que los GIC bien estadificados se pueden preparar hasta el escenario $n \sim 10$, que indica una distancia de repetición I_c entre capas intercaladas consecutivas de $I_c \sim 40 \text{ \AA}$.

Lo que muestra que la distancia de repetición del eje c I_c para GIC obedece a la relación:

$$I_c = ds + 0,335 (n - 1) \quad \text{Ec. [1]}$$

donde ds es la distancia entre dos capas gráficas entre las cuales se encuentra el intercalante en el plano (001), n es el índice de etapa y $0,335 \text{ nm}$ es la capa intermedia

de separación en grafito prístino. Los términos ds y 0,335 generalmente se encuentran independientes de la etapa y sus valores varían de acuerdo a la difracción. En la **¡Error! No se encuentra el origen de la referencia.** se muestra algunos compuestos y los parámetros que se ajustan a la ecuación (1) (Dresselhaus, 1987).

Tabla 1. Intercalantes de grafito y distancia interplanar que generan con su respectiva etapa.

Compuesto	ds (nm)	n	Temperatura de intercalación (°C)
KO ₂ C _{4n}	0,84-1,17	1-2	350-450
LiH + K	0,89	1-4	250-450
*MHg	1,10-1,76	1-3	200
*MCl ₂	0,92-0,98	1	-
HNO ₃	0,99	2	-

*M: Metal (alcalino, transición)

Los elementos o moléculas que se encuentran entre las capas de grafitos influyen al momento de producirse la expansión, por ejemplo, el calentamiento a altas temperaturas causa la descomposición térmica de algunos intercalados en especies gaseosas que empujan las capas separadas obteniéndose un grafito expandido (GE), también conocido como grafito exfoliado (Moosa y cols., 2021).

Se han desarrollado varios métodos para sintetizar CIG, como el método de transporte de vapor a dos zonas o isotérmico (Figura 7), la oxidación química (Figura 6) y la técnica electroquímica. El método térmico se suele realizar en una ampolla de vidrio o cuarzo sellada, en la que se colocan el grafito y las especies intercalantes. Además, se requiere de una temperatura específica que eleve la presión de vapor hasta alcanzar la energía de activación del intercalante. Aunque este método no es adecuado para la aplicación práctica en la industria debido a la condición química severa y larga duración, puede producir etapas bien definidas que contienen metal alcalino o cloruro de metal como intercalantes (Geng y cols., 2011).

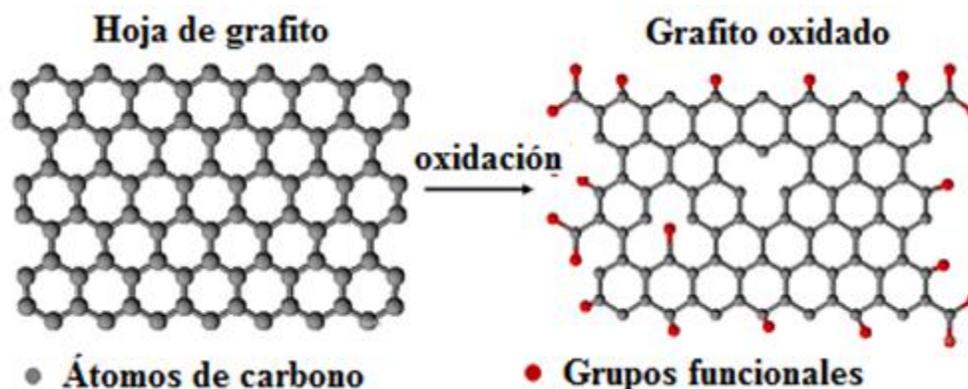


Figura 6. Oxidación del grafito (Salgado, 2019).

El método de dos zonas puede dar fácilmente GIC de metales alcalinos con fases de una sola etapa bien definidas. La presión de vapor del metal alcalino se vuelve lo suficientemente alta para obtener una velocidad de reacción satisfactoria para la reacción de intercalación en el rango de temperatura de 200 °C a 550 °C, en el cual podemos usar un tubo de vidrio Pyrex como cámara de reacción; para reacciones a temperatura más altas se usan ampollas de cuarzo. En la Figura 7 se muestra un método típico de dos zonas, donde el grafito y el metal alcalino se mantienen a diferentes temperaturas, T_G y T_I , respectivamente, en un tubo de vidrio sellado al vacío colocado en un horno de dos zonas. Cambiar T_I controla la presión de vapor del metal alcalino (Enoki y cols., 2003).

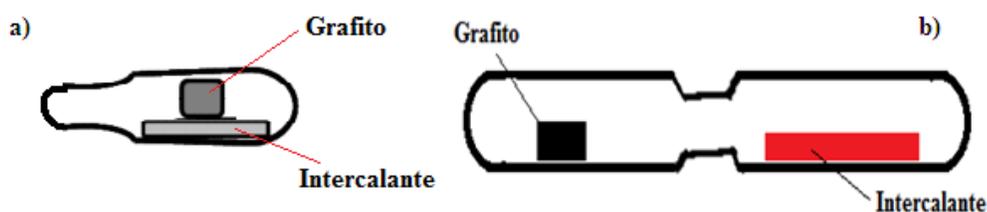


Figura 7. Representación del (a) método isotérmico y (b) transporte de vapor a dos zonas.

La modificación química del grafito recibe un enorme interés en la comunidad científica debido a la posibilidad de controlar sus propiedades a través de los intercalantes (Valencia, 2011) y, mediante este proporcionar un grafito exfoliado y menos defectuoso, que podría ser útil en diversas aplicaciones (Ahmed y cols., 2017).

GRAFENO

El grafeno es una lamina monoatómica de átomos de carbono unidos mediante enlaces covalentes sp^2 (Solís, 2011). Si bien la existencia del grafeno es conocida desde hace mucho tiempo, el nombre fue formalmente adoptado por la IUPAC en el año 1997 para reemplazar el término “capas de grafito”, y entre los años 2004 y 2005 ocurre el explosivo crecimiento en la investigación (Silva, 2017).

Si bien la definición señala al grafeno como un material bidimensional, experimentalmente no ha sido posible obtener una única lámina del mismo, sino más bien un apilamiento de láminas que se encuentran a una determinada distancia interplanar. Puede estar formado por dos capas (bicapa), tres capas (tricapa) y así sucesivamente hasta llegar a 10, ya que de tener una cantidad mayor a este número dejaría de llamarse grafeno, y sería grafito. (Sumba, 2018).

En el 2004, Andre Geim y Konstantin Novoselov, de la Universidad de Manchester, aislaron la primera muestra de grafeno a partir de grafito mediante un proceso de exfoliación mecánica; que consistió en la exfoliación de láminas de grafito mediante el uso de una cinta adhesiva, permitiendo así, un acceso fácil a este material en el que se han depositado tantas expectativas. El descubrimiento de esta estructura de carbono ha sido motivo de un premio Nobel de Física en 2010 para Geim y Novoselov (Campos, 2013).

Los átomos de carbono de este material forman un ángulo de 120° lo que permite que un orbital perpendicular a ese plano quede libre. Estos orbitales deslocalizados son fundamentales para definir el comportamiento eléctrico del grafeno, ya que los electrones se pueden mover fácilmente por el plano basal.

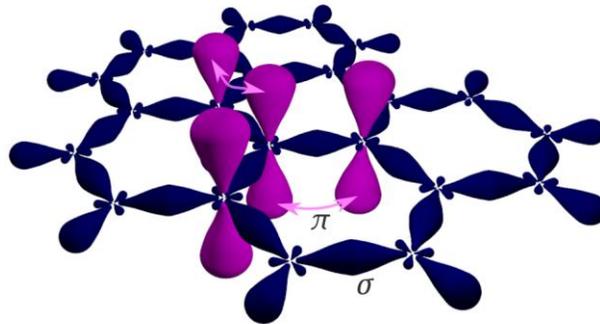


Figura 8. Representación estructural de la red hexagonal de grafeno (Navarrete, 2021).

PROPIEDADES DEL GRAFENO

La conductividad térmica y eléctrica destaca entre las propiedades más excepcionales del grafeno, convirtiéndolo en un material muy atractivo para aplicaciones en la industria electrónica, por ejemplo. La propiedad eléctrica del grafeno viene determinada por la posición del nivel Fermi (ϵ_f) y su estructura de bandas electrónicas. El nivel Fermi corresponde al nivel más alto ocupado. Los niveles energéticos desocupados forman la banda de conducción, y los de mayor energía conforman la banda de valencia. En los metales la banda de conducción y la de valencia se solapan.

En la Figura 9, se muestra que en los no metales la diferencia de energía (*gap*) dificulta el paso de una banda a otra. En el caso del grafeno, su banda electrónica lo sitúa entre los metales y semiconductores. Tiene un *gap* nulo que hace que se comporte simultáneamente como un metal y un semiconductor, en el cual los electrones se desplazan a gran velocidad (2×10^6 cm²/Vs) (González y cols., 2010).

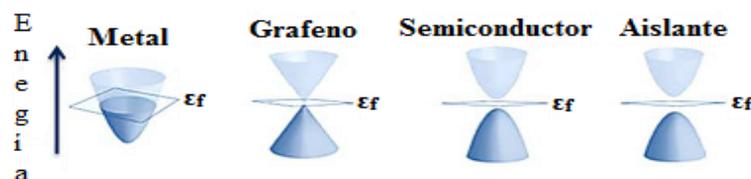


Figura 9. Bandas de energía de distintos tipos de materiales (Botas, 2013).

Este comportamiento es una de las propiedades más fascinantes del grafeno y es en gran medida el motivo de interés por este material. Resulta interesante mencionar que este esquema básico de estructura de bandas del grafeno se conoce desde 1947. Sin embargo, existen otras propiedades notables y de acuerdo al tipo grafeno obtenido estas pueden variar su aplicación, tal cual se plantea en la Figura 10.

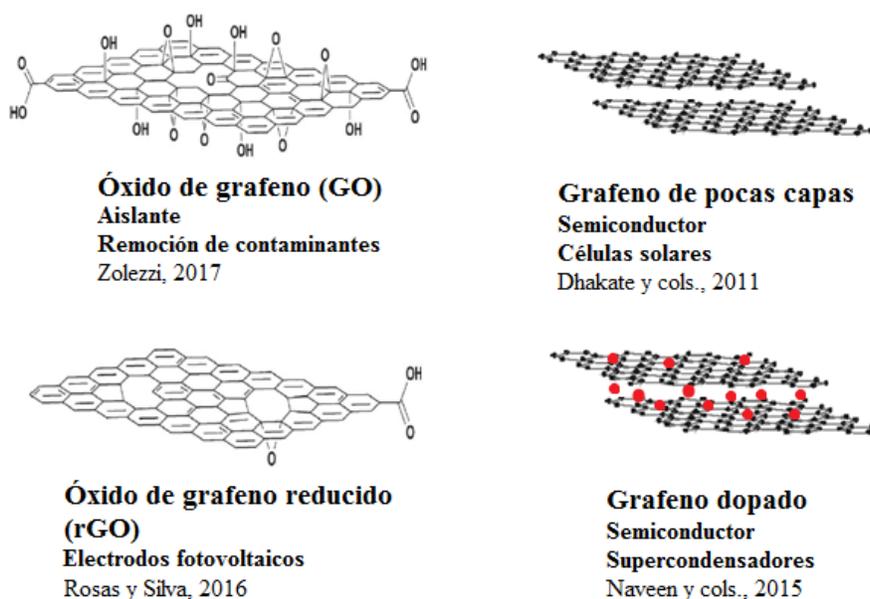


Figura 10. Tipos de grafeno y sus respectivas aplicaciones.

Teóricamente, el área superficial de este alótropo es de $2600 \text{ m}^2/\text{g}$ sin embargo, medidas a materiales con pocas láminas de grafeno han arrojado datos entre $270 \text{ m}^2/\text{g}$ y $1550 \text{ m}^2/\text{g}$, por lo que se estima que al reducirse el número de capas, se acerca más al valor teórico. La absorción óptica también va a depender del número de láminas, pero se estima que una sola lámina de grafeno absorbe un 2,3 % de luz en un amplio rango de longitudes de onda (Vargas, 2018).

Los enlaces σ entre los átomos de carbono son bastante fuertes, creando una unión similar a la que tienen en el diamante, con una resistencia a la tracción de 130 GPa que hacen del grafeno uno de los materiales más fuertes. En este sentido, también es útil en

dispositivos electrónicos ya que su alta conductividad térmica ($3,0 \frac{W}{m \cdot K}$) facilita la difusión de calor en los contactos lo que posibilita circuitos más compactos (Campos, 2013). Otras consecuencias de las uniones en el plano del grafeno son la impermeabilidad a los gases y sus elevados módulos de elasticidad, $E \approx 1$ TPa, siendo así, un material rígido que presenta simultáneamente una elevada flexibilidad. Varias combinaciones de estas propiedades pueden ser usadas ya sea para reemplazar materiales existentes, o crear nuevos conceptos de dispositivos (Silva, 2017).

En cuanto a la obtención o síntesis de grafeno, encontrar las técnicas adecuadas para su fabricación han llevado al desarrollo de diversos métodos de producción que se pueden dividir en dos grupos, de “arriba hacia abajo” (*top-down*) o de “abajo hacia arriba” (*bottom-up*). Aunque de ambos grupos se conocen y aun se siguen incluyendo nuevas técnicas no ha sido posible desarrollar un único proceso que de un material de grafeno conformado en su totalidad por átomos de carbono, además de la obtención de grafeno con el menor número de capas y gran superficie (Martínez, 2012).

En los métodos que abarca la técnica de aproximación *bottom-up* los átomos o moléculas pueden ser usados como bloques constructores para la creación de nanoestructuras complejas. Este método ofrece una oportunidad de obtener estructuras con menos defectos, con composición química más homogénea y con mayor orden. Pese a las ventajas topológicas mencionadas, el método *bottom-up* presenta una desventaja significativa, y es que el rendimiento del material a producir es bajo (Campos, 2013)

En el método *top-down* para la fabricación de nanoestructuras parte de un material con grandes dimensiones hasta obtener una estructura deseada a escala nanométrica. La principal desventaja de esta técnica son imperfecciones generadas durante el proceso que podrían tener un impacto considerable en las propiedades físicas y químicas. Sin embargo, el proceso *top-down* ha recibido la mayor atención con respecto a la producción en gran escala del grafeno, dado que entre los diferentes materiales de

partida está el grafito, el cual es relativamente económico y se encuentra disponible en grandes cantidades (Botas y cols., 2013).

EL COBALTO COMO INTERCALANTE DE GRAFITO

El cobalto es uno de los tres metales magnéticos existentes en la naturaleza (los otros dos son hierro y níquel). A temperatura ambiente su estructura es un empaquetamiento hexagonal compacto (α -Co), a temperaturas por encima de 417 °C la estructura cubica compacta pasa a ser la modificación más estable (β -Co) (Krebs y cols., 1968).

Este metal puede formar haluros de cobalto de la forma CoX_2 , combinándose así con el cloro, bromo y yodo. El CoCl_2 es una sal que puede ser intercalada en el grafito para formar compuestos de etapa 1 y/o 2, esto de acuerdo a estudios realizados por Yeh en 1983 y Nichols en 1989.

La intercalación de grafito con cobalto se genera a partir de dos tipos principales interacciones: la interacción de intercambio potencial y la interacción de intercambio cinético. La interacción de intercambio potencial es una energía de interacción entre los orbitales ortogonales de los iones magnéticos, mientras que la interacción de intercambio cinético está determinada por el efecto de salto entre los orbitales no ortogonales de los iones magnéticos y los aniones intermedios. El efecto de salto tiene dos consecuencias importantes: una es el emparejamiento de electrones entre un conjunto de orbitales magnéticos del electrón d y orbitales s,p de los aniones, formando así un enlace parcialmente covalente y reduciendo la energía total del complejo; el otro es la formación de un acoplamiento magnético entre el otro conjunto de aniones desapareados de orbitales p y el electrones d magnéticos. Este concepto se ilustra esquemáticamente en la Figura 11.

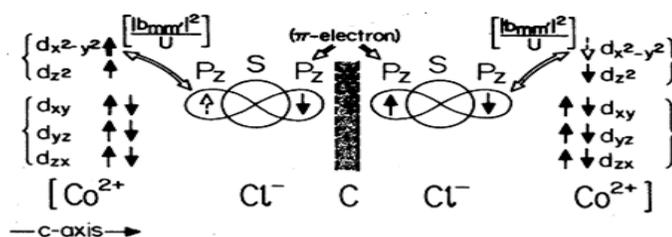


Figura 11. Modelo del acoplamiento interplanar del CIG-CoCl₂

Además, entre los compuestos más comunes de cobalto, están los óxidos, CoO y el Co₃O₄. El óxido cobaltoso, CoO, se puede obtener fácilmente por calentamiento del metal en corriente de aire o por descomposición térmica del CoCO₃ (Greenwood y cols., 1984). Este óxido presenta la estructura de NaCl y es antiferromagnético a temperatura ambiente. Su calentamiento al aire o en corriente de oxígeno a temperaturas por encima de los 900 °C, lo convierte en Co₃O₄. Este óxido debe escribirse como Co²⁺Co₂³⁺O₄ y presenta la estructura cúbica de espinela normal tal cual se observa en la Figura 12.

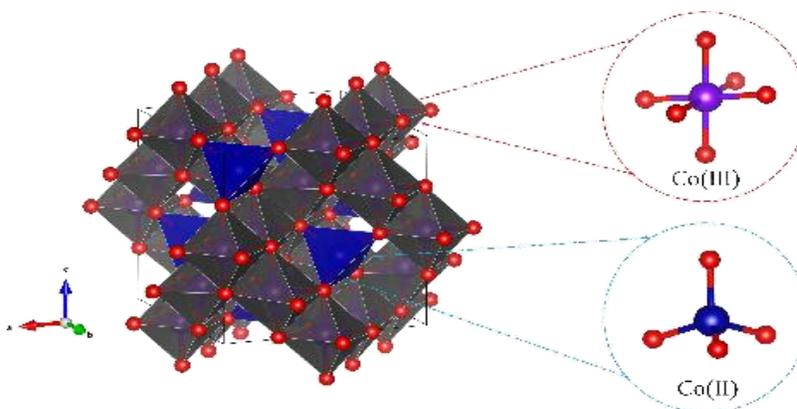


Figura 12. Estructura y celda unidad del óxido de cobalto en su forma Co₃O₄

EXFOLIACION TERMICA DE CIG-COCL₂

Cuando el grafito se exfolia directamente, el grafeno resultante posee hojas de alta calidad con buena cristalinidad y conductividades altas. Sin embargo, el rendimiento del grafito prístino suele ser bajo. Por ejemplo, la sonicación de grafito en disolventes orgánicos produce grafeno con un rendimiento de menos del 1 % en masa. El grafeno

exfoliado también se puede obtener a partir de compuestos de intercalación de grafito (CIG) y grafito expandido (GE). Al tener un mayor espacio entre capas en relación al grafito, las débiles interacciones de Van der Waals facilitan la exfoliación. El calentamiento rápido de GIC intercalados produce EG, que contiene plaquetas gráficas parcialmente oxidadas. En comparación con la exfoliación directa de grafito, el GE y los CIG tienen un mejor rendimiento; sin embargo, las láminas de grafeno obtenidas a partir de estos precursores contienen algunos defectos (Caí y cols., 2012).

Para exfoliar térmicamente los compuestos gráficas se usan algunos los siguientes métodos:

Métodos de calentamiento rápido

Li y cols., en 2008 reportaron la exfoliación de grafito expandible con tratamiento térmico a 1000 °C en gas de formación (3 % de hidrógeno en argón). Encontrando después de la dispersión y centrifugación, un grafeno de pocas capas en forma de hoja. Sin embargo, el rendimiento fue bajo; sólo el 0,5 % del material de partida había permanecido en el sobrenadante resultante. Los autores creen que el paso de calentamiento rápido provoca una violenta formación de gas del intercalante, lo que es crítico para la formación del grafeno monocapa y de pocas capas.

Esta técnica también fue utilizada por Chía y cols., en 2013. En primera instancia con H_2SO_4 y H_2O_2 , obtuvieron un CIG. El compuesto obtenido por Chía fue un óxido de grafito que posteriormente exfoliaron mediante un calentamiento rápido a 900 °C y llevaron a ultrasonido utilizando diferentes solventes, en su mayoría alcoholes. Este trabajo realizado por Chía surge como alternativa al método de Hummers (Lopez y cols., 2015) el cual involucra una mezcla de ácido sulfúrico concentrado, nitrato de sodio y permanganato de potasio; reactivos nocivos para la salud y que generan óxido de grafeno (GO) con defectos estructurales.

Irradiación con microondas y exfoliación solvotérmica

Las microondas se utilizaron con éxito para exfoliar varios precursores en ambientes líquidos o gaseosos. Janowska en 2010 informó la exfoliación de GE en una solución acuosa de amoníaco bajo irradiación de microondas en el rango de temperatura entre 120 °C y 200 °C. Las láminas de grafeno producidas tenían menos de 10 capas de espesor. Con un rendimiento de alrededor del 8 % en masa. Los autores propusieron que el excelente comportamiento humectante de la solución de amoníaco sobre grafito facilitó su infiltración, dando como resultado la exfoliación. La descomposición espontánea de la solución de amoníaco (NH_4OH) a NH_3 gaseoso y H_2O por radiación de microondas también contribuyó al proceso de exfoliación.

Las diversas investigaciones sobre el grafeno han permitido demostrar que es posible modificarlos estructuralmente para que contengan otros materiales, y gracias a esto puedan adquirir nuevas propiedades y potenciar las ya existentes (Farías y cols., 2017; Botas y cols., 2013).

En 2014 Kumar y cols., obtuvieron grafeno dopado con Co_3O_4 a partir de grafito. Este óxido se alojó en la superficie del material, lo que se evidenció mediante la difracción de rayos X y la microscopía electrónica de barrido. Cabe destacar que para la intercalación añadieron $\text{Co}(\text{CH}_3\text{COO})_2$ y $\text{NH}_3 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, en una solución de H_2O_2 . En este proceso oxidativo más una irradiación por microondas se produjo la precipitación del cobalto en forma de óxido.

Esta estrategia de nanoestructuras híbridas se catalogaron como un supercondensador extremadamente duradero con densidades de energía y potencia ultra altas, dado que las nanoestructuras híbridas están mecánicamente resguardadas por capas de grafeno, se impide así el desprendimiento de nanopartículas de óxidos metálicos desde las superficies del grafeno. Este fenómeno se debe a la expansión y contracción del volumen durante los ciclos de carga y descarga. Este material muestra una notable

estabilidad cíclica durante 10000 ciclos debido a la intercalación de nanopartículas de óxido de cobalto (Co_3O_4) entre capas de grafeno y envoltura externa de grafeno.

Un resultado similar obtuvo Naveen en 2015 cuando generó óxido de grafeno por el método de Hummers y, en una posterior reducción añadió nitrato de cobalto hexahidratado. Por consecuencia de los grupos funcionales presentes y el calentamiento, se oxidaron las nanopartículas de cobalto, por lo que obtuvo un supercondensador fabricado con grafeno/ Co_3O_4 de potencia y características superiores. El compuesto que se encuentra en el grafeno mejora significativamente el transporte de electrones e iones, lo que conduce a un rendimiento optimizado.

Considerando las técnicas *top-down* y materiales de grafeno tratados con compuestos de cobalto, en la Tabla 2 se resumen algunos autores y técnicas empleadas para la obtención de grafeno con el metal en cuestión.

Tabla 2. Compuesto de grafeno a partir de diferentes compuestos de cobalto.

Autor	Precursor	Alótropo de carbono	Método	Grafeno/cobalto
Kumar y cols., 2014	$\text{Co}(\text{CH}_3\text{COO})_2$	Grafito natural	Irradiación por microondas	Co_3O_4
Naveen y cols., 2015	$\text{Co}(\text{NO}_3)_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	Grafito natural	Exfoliación y reducción térmica	Co_3O_4
Shu y cols., 2020	NTsC dopado con cobalto	Nanotubos	Exfoliación de nanotubos de carbono.	CoO
Li y cols., 2011	$\text{CoCl}_2 \cdot 6\text{H}_2\text{O}$	Grafito natural	Deposición química en fase de vapor	Co_3O_4

En la Tabla 2 los autores difieren en cuanto al material precursor para la obtención del híbrido de grafeno, sin embargo todos presentan similitud en el producto final. En todos los casos presentados se obtiene un óxido de cobalto, ya sea en su forma Co^{2+} o Co^{3+} .

El cobalto forma muchos complejos de coordinación, tanto en su estado de oxidación II como en su estado de oxidación III. La configuración electrónica d^7 en los complejos de Co^{2+} permite la formación de complejos con números de coordinación 4 o 6, mientras que la configuración d^6 Co^{3+} origina, casi exclusivamente, la formación de complejos con número de coordinación 6 (octaédrico). Se ha encontrado los complejos de cobalto en su estado trivalente (III) son termodinámicamente más estables que los formados en su estado divalente (II) y por ende más abundantes.

MÉTODOS DE CARACTERIZACIÓN DE GRAFITO Y GRAFENO

Difracción de rayos X (DRX)

Este tipo de análisis se ha incorporado al estudio de materiales en el área de nanociencias, debido a que la información que arroja un difractograma ayuda a determinar la estructura cristalina y la composición de un material, e incluso, a partir de este se pueden calcular el tamaño del cristal. El difractograma está formado por reflexiones (picos) que corresponden a las distancias de dimensiones nanométricas entre familias de planos de átomos. Para analizar la estructura cristalina por técnicas de difracción es necesario utilizar una longitud de onda comparable con el espaciado interatómico en los cristales ($\sim 1 \text{ \AA}$), es por eso que se emplean rayos X, neutrones y electrones.

La diferencia de camino entre dos de esos rayos es $2d \text{ sen } \theta$, donde θ es el ángulo de incidencia. Para que los rayos interfieran constructivamente la diferencia de camino debe ser un múltiplo entero de la longitud de onda (λ), lo que resulta así en la ley de Bragg (Leyva, 2007), como se muestra en la ecuación 2.

$$n \lambda = 2d \text{ Sen } \theta \quad [\text{Ec. 2}]$$

Esta ecuación es esencial para el estudio estructural del intercalado y la exfoliación del mismo, ya que las señales que arroje el grafeno en el difractograma pueden relacionarse con las proporcionadas por otros investigadores.

En cuanto a estos materiales obtenidos, se deben tomar en consideración los siguientes conceptos.

Cristal: Un cristal es un arreglo periódico tridimensional de átomos que presentan un ordenamiento a largo alcance; los átomos se encuentran agrupados en una unidad estructural denominada celda unitaria la cual al repetirse genera el cristal (Gandarilla y cols., 2005)

Tamaño de cristal: Se refiere al tamaño del dominio coherente donde se lleva a cabo la difracción de rayos X, es decir, el volumen de material en donde es posible aplicar rigurosamente la operación de simetría de traslación. Cada dominio tiene diferente orientación (Klug y cols., 1976). La reducción del tamaño del cristal origina que los picos de difracción se ensanchen. En los difractómetros de rayos X se puede determinar un tamaño de cristal entre 3 nm a 100 nm dependiendo de la óptica del equipo.

Factor FWHM: El ancho máximo a la mitad del pico o *FWHM*, por sus siglas en inglés, es el ancho a la altura media de un pico de difracción de acuerdo a una combinación del ensanchamiento originado por el tamaño de cristal en una muestra y el ensanchamiento causado por el instrumento (García, 2007). Generalmente este valor lo da con mayor exactitud el espectro que arroja el equipo.

Si el pico en el difractograma es cerrado, el *FWHM* será bajo, y será indicativo de un aumento en el tamaño del cristal, por el contrario, un mayor valor de *FWHM* representa un menor valor para el tamaño del cristal.

Ecuación de Scherrer: Si la red cristalina está libre de deformación y los cristales predominan de manera general en la muestra entonces se puede estimar el tamaño promedio de cristal empleando la fórmula de Scherrer (ecuación 3):

$$\beta = \frac{k \times \lambda}{FWHM \times \cos \theta} \quad \text{Ec. [3]}$$

donde:

β : tamaño promedio del cristal, k : factor de forma del cristal, λ : longitud de onda de radiación utilizada (cobre), θ : posición del pico de difracción, $FWHM$: es el ancho a la altura media del pico de difracción de la muestra.

Intensidad del pico: la intensidad de los picos, es un parámetro polifactorial que está relacionado con las posiciones de los átomos dentro de la celda unidad. En materiales cristalinos, para una longitud de onda dada y una dirección incidente del haz, se observan intensos picos de radiación dispersada. Los picos en la intensidad de la radiación dispersada ocurren debido a que los rayos X son reflejados especularmente por los átomos ubicados en planos dentro del cristal o los rayos reflejados en planos paralelos sucesivos interfieren constructivamente. En la Tabla 3, se indican señales características para el grafito.

Tabla 3. Señales características para el grafito prístino y un óxido de grafeno (GO)

Material	2 θ	Plano	Intensidad
Grafito	26,66	(002)	Fuerte
Óxido de grafeno	9,18	(001)	Fuerte

Microscopía electrónica de barrido (MEB)

El estudio realizado con el microscopio electrónico de barrido ofrece gran información relacionada con la topografía de la muestra, debido a que este instrumento permite obtener una imagen tridimensional realista de la superficie de la misma. El funcionamiento de este instrumento se basa en recorrer la muestra con un haz de electrones muy concentrados. Dichos electrones, pueden dispersarse o provocar la aparición de electrones secundarios, los cuales son detectados y contados por un dispositivo electrónico situado alrededor de la muestra. Mientras el haz realiza el barrido, la imagen de la muestra va apareciendo en el monitor. Los microscopios electrónicos de barrido pueden ampliar los objetos 200 veces o más (Ojeda, 1997).

Espectroscopía de dispersión de rayos X (EDX)

La EDS permite identificar de manera directa los átomos que componen un área irradiada por un haz de electrones. Este análisis se realiza con un microscopio electrónico de barrido acoplado a un espectrómetro de energía dispersiva de rayos X (Juanico, 2004).

Los electrones acelerados que inciden sobre la muestra, permiten arrancar los electrones internos de los átomos. Los electrones de orbitales superiores pasan a ocupar el orbital interno vacante y en este proceso se libera energía, la cual es característica del átomo excitado y permite la identificación de los elementos presentes. A mayor cantidad de energía de los fotones incidentes, mayores serán los pulsos registrados por el sensor del instrumento. Estos pulsos electrónicos son procesados por un analizador multicanal y se visualizan en la pantalla como número de pulsos en función de la energía característica de cada pulso.

Es posible obtener la distribución de un elemento químico ($10 < Z < 92$) en la zona de la muestra observada, para ello se hace un barrido sobre el área seleccionando los rayos X emitidos de la energía correspondiente al elemento a analizar. Midiendo la energía de los rayos X emitidos y la intensidad de la señal para cada energía es posible cuantificar los elementos presentes si su concentración es mayor al 1 %. Este análisis da un resultado semicuantitativo de los componentes (Leyva, 2007).

Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR)

Las moléculas no son asociados rígidos de átomos, sino que se encuentran en movimiento constante en cuanto a los enlaces que los conectan. Esto se traduce en la existencia de diferentes estados cuantizados de energía vibracional y rotacional. Cuando cambia el momento dipolar en los sistemas moleculares, como consecuencia de la radiación infrarroja, absorben cantidades específicas de energía que corresponden a transiciones fijas, reflejadas en el espectro infrarrojo. Dichas transiciones están

asociadas en mayor parte al grupo funcional, no a la molécula completa; por tanto, sirve para identificar los grupos funcionales dependiendo de las bandas de absorción (Skoog y cols., 2005).

La espectroscopía FTIR puede identificar grupos funcionales orgánicos tanto en la superficie del grafito como del grafeno midiendo los modos vibracionales característicos. Sin embargo, esta técnica no proporciona una información cuantitativa de las concentraciones ni del metal en cuestión, a menudo difícil de distinguir de las características del fondo.

Siguiendo este mismo orden de ideas y los antecedentes presentados, se genera una propuesta novedosa para la obtención de un híbrido de grafeno con cobalto, mediante una exfoliación térmica de un compuesto de intercalación de grafito (G-CoCl₂).

METODOLOGÍA

Exfoliación de compuestos de intercalación de grafito.

Se colocó aproximadamente 1,50 g del CIG-CoCl₂ en una cápsula de cuarzo, la cual se llevó a un reactor formado por un tubo de cuarzo dentro de un horno tubular, a 850 °C y bajo una corriente de argón-hidrógeno con una relación 2:1 en volumen. Para tener una referencia del flujo de los gases se colocó en el extremo del horno una trampa de agua. Mediante el flujo de argón se introdujo al sistema 5 ml de etanol. A partir de la entrada de este solvente, el proceso tardó 30 minutos en llevarse a cabo.

Transcurrida la expansión del compuesto de intercalación de grafito, se extrajo la muestra y se llevó a ultrasonido por 15 minutos en un equipo marca Branson, modelo 3200, utilizando una solución de etanol al 70 % v/v como solvente, para exfoliar el material. Transcurrida la sonicación las muestras se secaron en una mufla por 24 horas a 120 °C, para así completar el proceso.

DIFRACCIÓN DE RAYOS X (DRX)

Para el estudio, se empleó un difractómetro de rayos X Siemens-D 5000, operando a 30 kV, 20 mA y como fuente de radiación CuK α ($\lambda = 0,15$ nm). Se seleccionaron las muestras y se colocaron en el porta muestra del difractómetro, luego se realizó un barrido durante 20 minutos ajustando ángulos de inicio y final. Arrojo como resultado una serie de intensidades que permitieron obtener la información cristalográfica necesaria para determinar el número de etapa, el índice de periodicidad del CIG, y el comportamiento cristalino del grafito e intercalante posterior a la exfoliación térmica. Con estos difractogramas y la ecuación 4 se pudo indexar los picos de difracción ($00l$) para este tipo de material bidimensional.

$$l \lambda = 2 l c \text{ sen } \theta \quad \text{Ec. [4]}$$

Para determinar el tamaño de cristal de cada muestra se utilizó la ecuación de Scherrer, donde la constante k para el grafito es 0,9 (Naveen y cols., 2015) y los valores de $FWHM$ fueron obtenidos de los diferentes difractogramas con ayuda del software X'Pert HighScore Plus.

Finalmente, el difractograma del material obtenido se evaluó comparando estudios reportados por otros autores, los cuales han trabajado en la obtención de grafeno con diversos compuestos de cobalto (Tabla 4).

Tabla 4. Señales de difracción de rayos x para el óxido de cobalto (II) y (III) y e híbridos con grafeno.

Autor	Compuesto	Señales 2θ						
He 2005	Co ₃ O ₄	19,80	31,20	36,7	-	44,5	-	59,20
Guan 2003	Co ₃ O ₄	19,00	31,30	36,80	38,80	44,80	55,80	59,30
Barakat 2008	Co ₃ O ₄	-	-	36,98	-	44,93	-	59,52
	CoO	-	-	36,53	-	42,52	-	-
Xu 2008	Co ₃ O ₄	19,50	31,70	36,80	-	44,90	-	59,20
Jang 2004	Co	-	-	-	-	44,50	52,30	-
Santhosh 2021	Co ₃ O ₄	-	31,25	36,80	-	44,90	-	59,40
	Co ₃ O ₄ /grafeno	-	31,25	36,80	-	44,90	-	59,40
Shu 2020	rGO-CoO	-	-	36,60	-	42,70	-	-
	Co	-	-	-	-	44,40	51,70	-
Kumar 2014	Co ₃ O ₄ /grafeno	18,90	31,20	36,70	-	44,80	55,90	58,50

Microscopia electrónica de barrido (meb) y espectroscopía de dispersión de rayos x (edx).

Las muestras se colocaron en un porta muestra de aluminio, con una cinta conductora de carbón; de este modo fueron introducidas en un Microscopio Electrónico de Barrido

MEB - modelo Inspect TM F50, de la casa (FEI), para producir una imagen tridimensional realista de la superficie, que además, por ayuda de un sistema de análisis EDAX TEAM™ se realizó un análisis químico elemental semicuantitativo.

Espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier

Se tomaron 15 mg de material, se mezclaron con 450 mg de KBr y se hicieron películas delgadas por compresión. Las muestras fueron introducidas en un equipo marca Perkin-Elmer, modelo Frontier Óptica, para evaluar la presencia de grupos funcionales. Las muestras se corrieron con un rango de número de onda de 400 cm^{-1} a 4000 cm^{-1} , acumulando 24 barridos, con una resolución de 2 cm^{-1} . En la Tabla 5 se muestran absorciones a tomar en cuenta para determinar la presencia de grupos funcionales en los materiales grafiticos.

Tabla 5. Absorciones infrarrojas (IR) características de grupos funcionales (McMurry y cols., 2008)

Grupo funcional	Absorción (cm^{-1})	Intensidad
Alcano		
C-H	2850-2960	Media
Alqueno		
=C-H	3020-2100	Media
C=C	1640-1680	Media
Haluros de Alquilo		
C-Cl	600-800	Fuerte
Alcohol		
O-H	3400-3650	Fuerte, amplia
C-O	1050-1150	Fuerte
Areno		
C-H	3030	Débil
Anillo aromático	(1660-200) y (1450-1600)	Débil y media
Carbonilo		
C=O	1670-180	Fuerte
Carboxilo		
O-H	2500-3100	Fuerte, amplia

RESULTADOS Y DISCUSIÓN

Análisis por difracción de rayos x

En la Figura 13 se presenta una reflexión característica para la estructura del grafito en el plano (002) a un ángulo aproximado de $26,70^\circ$. Esta señal de alta intensidad y de bajo FWHM apunta a un material bien estructurado y organizado, con una distancia interplanar de 0,34 nm. Acercándose así a los valores reportados previamente, como es el caso de Lee en 2018 quien obtuvo mediante DRX un valor de $26,60^\circ$ para grafito prístino. Además, concuerda con lo prescrito en la Tabla 3, por lo que se desestima la intercalación del material por grupos oxigenados.

La ausencia del plano (001) también es indicativo de un apilamiento de capas ABAB, ya que al existir esta diferencia laminar los átomos no dispersan en fase los rayos absorbidos, y por ende no ocurre la difracción. Por el contrario en el plano (002) los átomos estarán completamente en fase y por tanto se refuerzan mutuamente para formar rayos difractados (Martínez, 2011; Romalet, 2019).

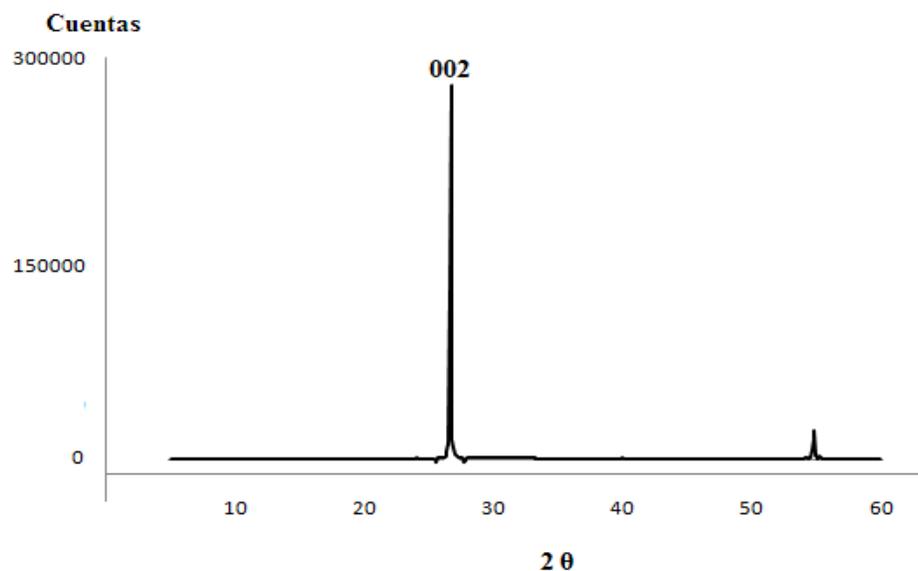


Figura 13. Diagrama de difracción de rayos X para el grafito.

En la Figura 14, se muestra el difractograma correspondiente al compuesto CIG-CoCl₂ preparado con grafito de Madagascar. En éste se observan picos con distancia equidistantes que al indexar con la ecuación 3 se determinó una mezcla de etapas, $n = 1$ y $n = 2$. Por consiguiente, el índice de periodicidad obtenido $I_c = 0,95 \pm 0,003$ nm para la etapa $n = 1$ corrobora la presencia del CoCl₂ entre las galerías y se ajusta a los valores reseñados en la **¡Error! No se encuentra el origen de la referencia.** Además, se asemeja a los valores obtenidos por Suzuki y cols., en 1985, $I_c = 0,93$ y Nicholls y cols., en 1989, $I_c = 0,94$. Mientras que se obtuvo otro valor de $I_c^* \sim 1,28$ nm correspondiente a la etapa $n = 2$ (Yeh, 1989).

Este fenómeno se genera dado que el proceso de intercalación no siempre es de manera uniforme, ya que la ubicación del material huésped dentro del material anfitrión está determinada por las condiciones termodinámicas y se tienden a formar segmentos vacíos dentro del compuesto.

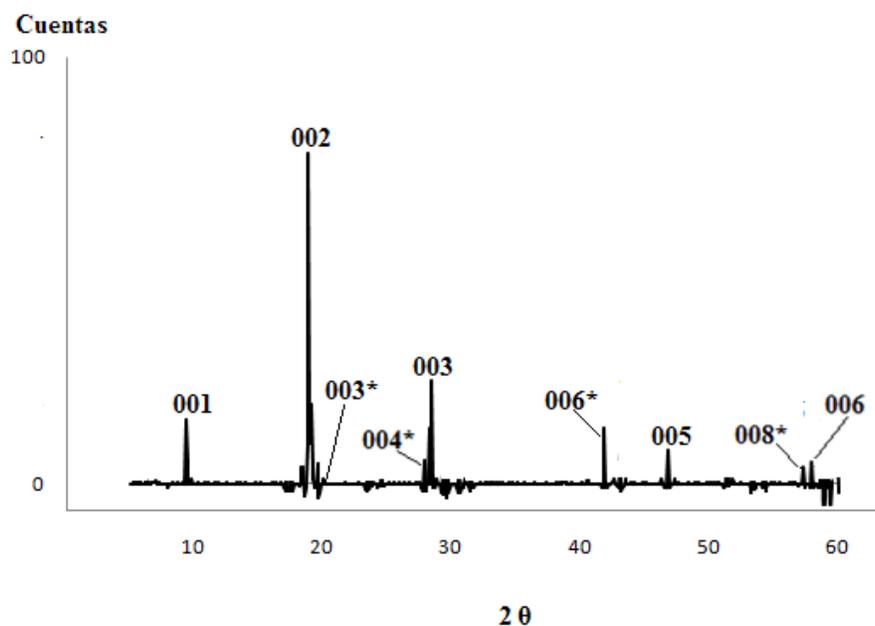


Figura 14. Diagrama de difracción de rayos X para el G-CoCl₂

En la Tabla 6 se muestra el resultado de algunos cálculos establecidos a partir de

relaciones obtenidas por el difractograma. Los distintos parámetros apoyan la idea básica de un compuesto intercalado bien estructurado (Martínez y cols., 2003). El plano 002 se desplazó hacia valores menores de 2θ por la separación entre laminas, esto en comparación a un grafito prístino (Díaz, 2017).

Tabla 6. Datos cristalográficos obtenidos del difractograma para el compuesto de intercalación de grafito con CoCl_2 .

2θ	d (nm)	(00l)	I_c (nm)	<i>FWHM</i>	Intensidad (%)
9,30	0,95	001	0,95	0,36	19,48
18,80	0,47	002	0,94	0,18	100,00
20,10	0,44	003*	1,32*	0,36	1,30
27,80	0,32	004*	1,28*	0,09	6,49
28,40	0,31	003	0,93	0,09	29,87
41,80	0,22	006*	1,32*	0,24	16,88
46,70	0,19	005	0,95	0,24	10,39
57,20	0,16	008*	1,28	0,24	5,19
57,90	0,16	006	0,96	0,24	6,49

*Datos correspondientes para la etapa $n = 2$.

En el diagrama de la Figura 15, se deduce que la difracción es consecuencia de la ruptura de los enlaces e interacciones entre las láminas del CIG, y con ello la pérdida de la estructura cristalina del grafito que se evidencia por la baja intensidad del pico 002, característico para los materiales estudiados (Zolezzi, 2017 y Camargo, 2021).

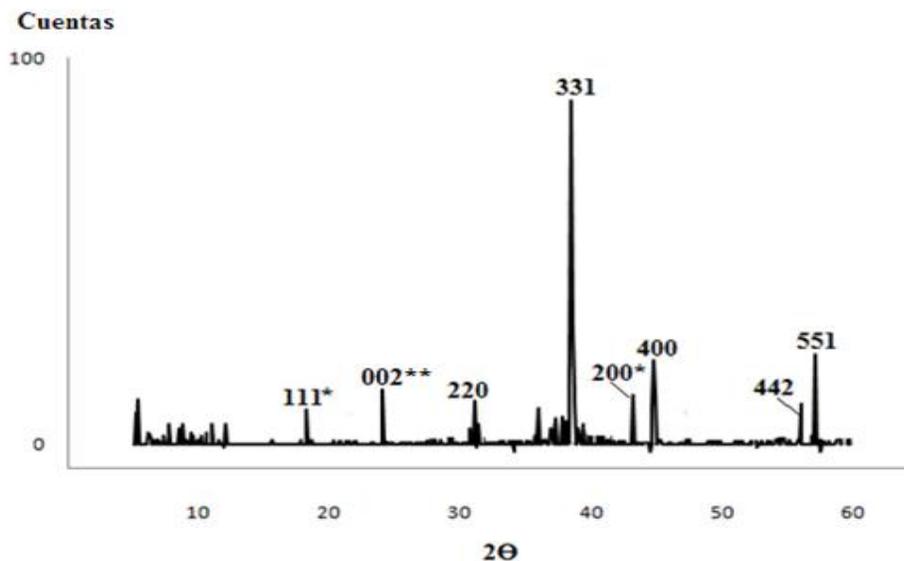


Figura 15. Diagrama de difracción de rayos X para el grafeno.

Las señales de la Figura 15 se contrastaron con estudios previos donde obtienen $\text{Co}_3\text{O}_4/\text{CoO}$ en la superficie del grafeno a partir de diversos compuestos de cobalto. En 2014 Kumar y Naveen en 2015 reportaron en sus investigaciones señales para el Co_3O_4 , las cuales se ajustan a la difracción del material exfoliado. Sin embargo, no todos los picos corresponden al cobalto trivalente, puesto que los planos (111) y (200) son indicativos del cobalto divalente, Co^{2+} , en su forma CoO de acuerdo a estudios realizados por Shu y cols., en 2020. Estos resultados mantienen la tendencia de obtener un óxido de cobalto en el grafeno, independientemente del precursor metálico y el método empleado.

La señal correspondiente al plano (002) se desplaza hasta $26,10^\circ$, lo que sugiere la desintercalación del material y algunas laminillas sin el intercalado. Además el análisis de la Figura 15 indica que los híbridos consisten en láminas de grafeno apiladas desordenadamente y nanopartículas de Co_3O_4 bien cristalizado tal como se señala en la representación de la Figura 16 (Kumar y cols., 2014).

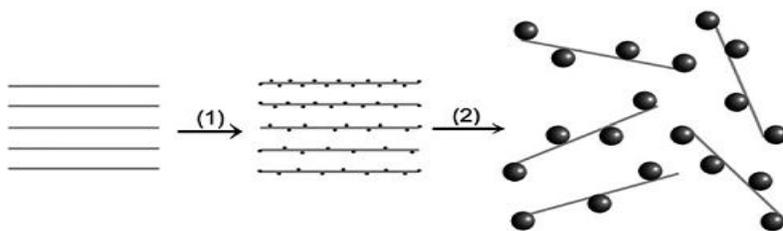


Figura 16. (1) La intercalación y adsorción de CoCl_2 . (2) La exfoliación y crecimiento de cristales de Co_3O_4 , lo que resulta en la expansión de las láminas GO.

El tamaño de cristal de grafito en la dirección perpendicular a los planos basales, fue medido a partir de la reflexión del plano (002). En la Tabla 7 se muestran los resultados, observándose que la intercalación de grafito aumenta el tamaño del cristal de las muestras a lo largo del eje c (May Lozano y cols., 2021). En contraste el óxido de grafeno, produce una disminución en su distancia interlaminar cercana al 20 % en comparación al CIG- CoCl_2 , acercándose bastante a la distancia interlaminar el grafito, lo cual confirma la deserción del intercalante por efecto de la temperatura (Díaz, 2017).

Tabla 7. Tamaño de cristal para las diferentes muestras estudiadas.

Muestra	2θ (°)	d (nm)	β (nm)
Grafito	26,70	0,34	27,41
CIG- CoCl_2	18,90	0,47	39,20
GO/ Co_3O_4 / CoO	26,10	0,38	39,70

Análisis por microscopía electrónica de barrido

En la Figura 17 y Figura 18 se muestran las micrograffías obtenidas por MEB para el grafito prístino e intercalado con cobalto, a diferentes magnificaciones. Cabe destacar que el grafito es un material conductor, por lo que no fue necesario metalizar la muestra para observarla en el microscopio.

Se observa en la Figura 17 a una magnificación de 50μ que el grafito prístino presenta una estructura ordenada y compacta, esto como consecuencia de las interacciones entre cada lamina a lo largo del eje transversal (Beltrán, 2020). Al no poseer cavidades entre sus capas se ve limitada la intercalación natural de elementos o compuestos, sin

embargo, no limita que ciertos grupos oxigenados que se encuentren en el entorno reaccionen con los carbonos que se ubican a los extremos de la estructura.

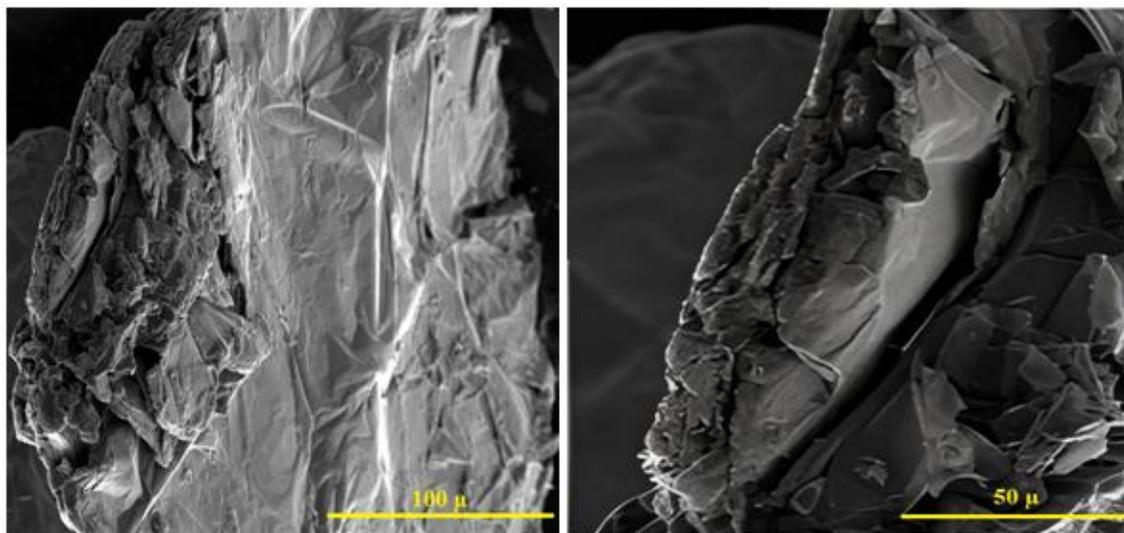


Figura 17. Micrografía obtenida por MEB para el grafito prístino.

Comparando las micrografías del prístino e intercalado, a diferentes magnificaciones, es posible observar que este ultimo posee una separación en sus láminas en la magnificación a 50 μ. Este cambio en la morfología es consecuencia de la inserción del cloruro de cobalto entre las galerías del material, esto de acuerdo a lo que concluyo Ujihara y cols., 2014, quienes obtuvieron CIG, y presentaban la misma característica morfológica de acuerdo a la Figura 18 y Figura 19. De esta manera se confirma que se tiene un compuesto de intercalación.

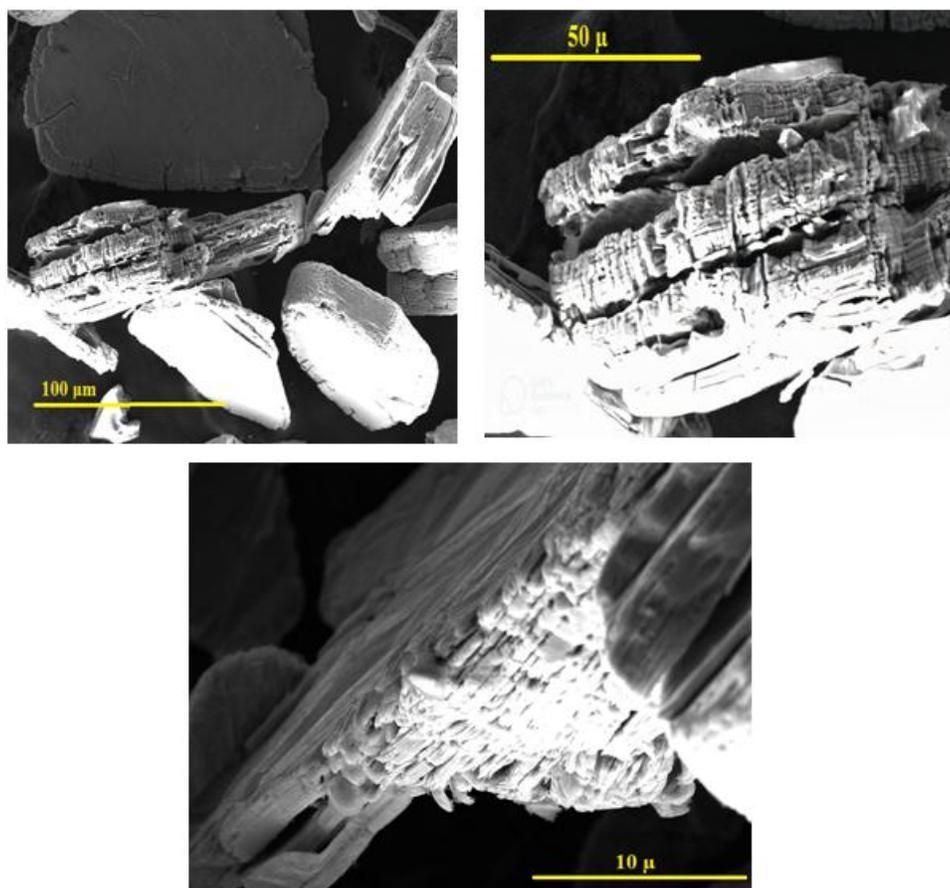


Figura 18. Micrografía obtenida por MEB para el compuesto de intercalación de grafito con CoCl_2 .

La presión y la energía térmica suministrada durante el proceso de intercalación fue lo suficiente para debilitar las fuerzas de VDW y permitir el acceso del huésped, el cual se ubica mediante una mezcla de etapas. Esto último es impredecible al evaluar la micrografía, pero se pueden notar separaciones desiguales a $10\ \mu\text{m}$ en la Figura 18.

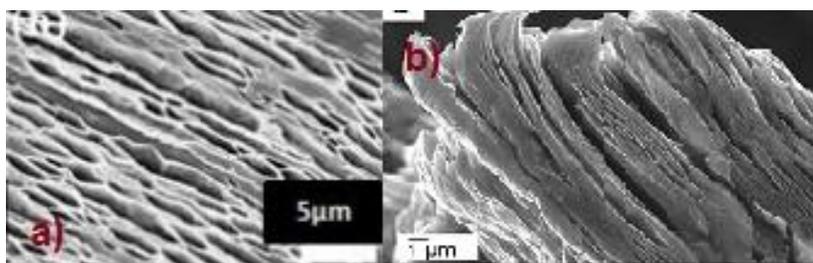


Figura 19 . Micrografías para un CIG de a) Ahmed y cols., 2017 y b) Ujihara y cols., 2014.

Del mismo modo, se reconoció que el grafito está conformado por varias capas, cumpliéndose la teoría que afirma que este material está formado por varias laminas de grafeno que se pueden separar al aplicar una exfoliación física o química (Farías y cols., 2017). A su vez se distingue en la Figura 18 que el material intercalado posee clústeres con apariencia esponjosa, lo que se puede atribuir al CoCl_2 condensado que se deposito sobre los CIG. (Ujihara y cols., 2014).

A diferencia del resto de las muestras en la Figura 20 se observa una estructura tipo esponja en forma de gusano (Qi y cols., 2015), la cual es el resultado del proceso de una exfoliación térmica aplicada al grafito intercalado. Con este resultado se permite discriminar con exactitud entre un grafito prístino y uno grafito expandido (Sierra, 2015; Ahmed y cols., 2017). Se observa la expansión a lo largo del eje c del CIG, aumentando considerablemente esta distancia de acuerdo al trazado rojo señalado en la Figura 20.

Además del proceso térmico, una de las causas que promovió la separación y obtención de láminas de grafeno es la sonicación, ya que mediante esta se completa la ruptura de interacciones que aun mantienen la estructura grafítica, dando lugar a planchas transparentes al haz de electrones (Dhakate y cols., 2011). El resultado se asemeja al grafeno publicado por Dhakate y cols., 2011 quien sintetizo grafeno a partir de un intercalado con ácidos y obtuvo rGO de poco espesor.

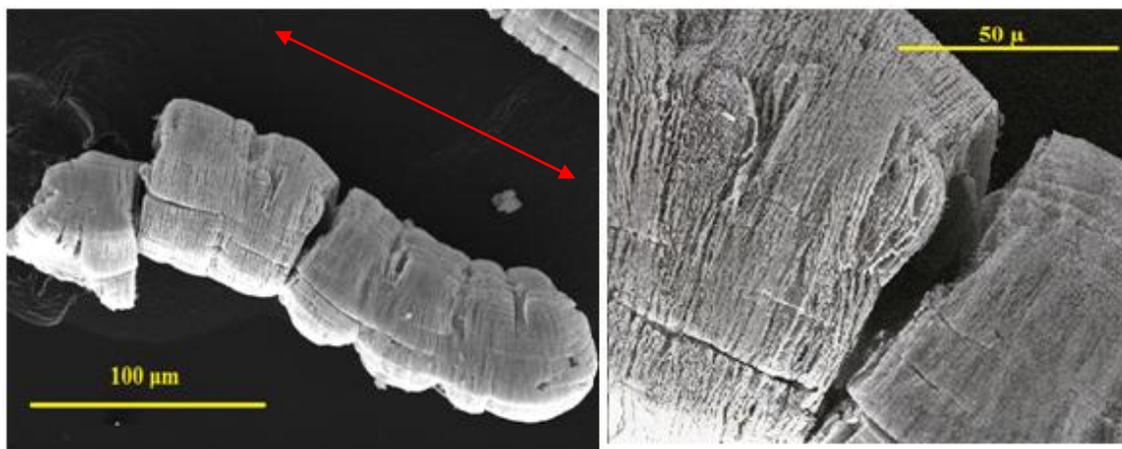


Figura 20. Micrografía obtenida por MEB para el grafeno.

Más allá de la naturaleza de cada etapa, a $100\ \mu$ y $50\ \mu$ no se visualizan en las imágenes nanopartículas o clústeres de elementos relacionados al intercalante, pero de acuerdo a la difracción de rayos X, se sabe que estos están presentes dentro de las galerías del CIG.

Análisis por espectroscopia de dispersión de rayos x

En la Figura 21 se presenta la micrografía obtenida por esta técnica, en la que se observa una reducción de láminas de grafeno por efecto de la expansión térmica. Si bien el tamaño de cristal es análogo al grafito, al contrastar con las micrografías de las Figura 17 y Figura 18 se logra detallar una baja densidad a través del eje transversal del exfoliado. A raíz de estos resultados se estima la obtención de un grafeno de pocas capas (Sáenz, 2015).

El análisis químico por espectrometría de dispersión de energía de rayos X (EDX), denota la presencia de gran porcentaje de carbono, correspondiente a la naturaleza química del grafito como material de partida del óxido de grafeno obtenido; además la presencia del cobalto como óxido, que por análisis de rayos X sugiere ser el Co_3O_4 .

Las señales correspondientes al cloro y aluminio se deben a trazas del portamuestra y del CoCl_2 y Cl_2 usados en el proceso de intercalación.

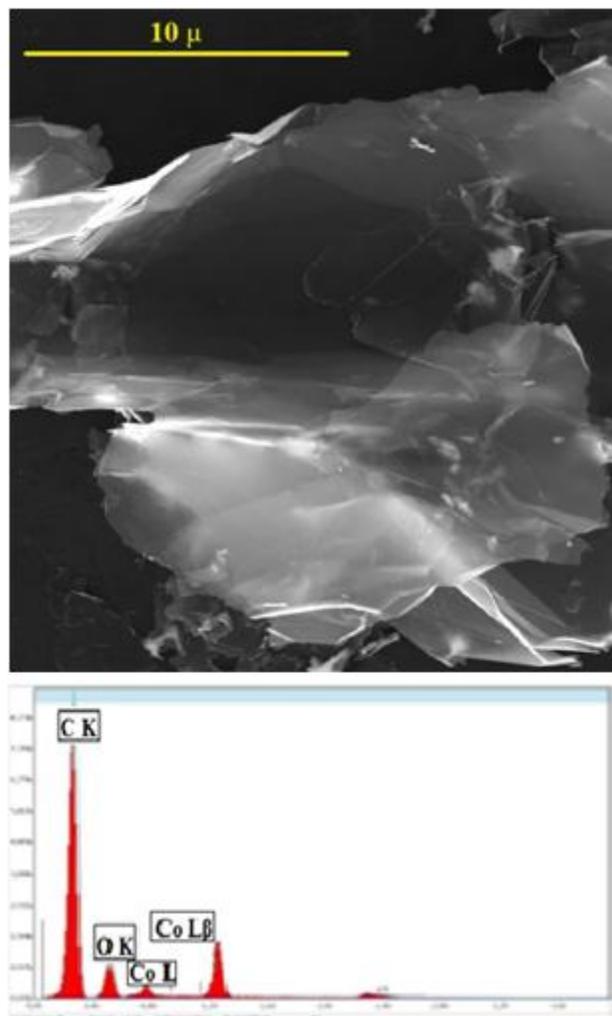


Figura 21. Micrografía obtenida por MEB y EDX del grafeno.

La Tabla 8 describe al carbono con el mayor porcentaje en el material, seguido de un contenido significativo de oxígeno. Para el objetivo de este trabajo, el oxígeno fue de particular interés, debido a que su presencia permite la exfoliación y oxidación del material grafítico, así como la cristalización de óxido de cobalto en la estructura de grafeno que puede potenciar las aplicaciones del híbrido de acuerdo a los antecedentes consultados.

Tabla 8. Elementos y parámetros hallados a través de la espectroscopia de dispersión de Rayos X para el grafeno.

Elemento	% Peso	% Atómico	Intensidad	% Error	Relación K
C K	61,0	79,2	991,4	9,0	9,0
O K	15,3	14,9	305,4	10,8	10,8
Al K	0,3	0,2	50,5	12,6	12,6
Cl K	9,9	4,4	168,2	2,3	2,3
Co L	13,5	1,4	405,6	5,2	5,2

Análisis por espectroscopia infrarroja por transformada de fourier

En la Figura 22 se muestra el espectro FTIR del CIG-CoCl₂. Se observan algunas bandas en 3434 cm⁻¹, 2915 cm⁻¹, 1629 cm⁻¹ y 1053 cm⁻¹. El ancho de la banda en 3434 cm⁻¹ corresponde a la vibración de estiramiento y de flexión del enlace O-H, lo que representa grupos hidrófilos en la estructura del grafito (Beltrán 2020; Colom 2020). La pequeña banda alrededor de 2915 cm⁻¹ indica la presencia de alcanos C-H, las cuales están relacionadas a vibraciones asimétricas y simétricas de grupos CH₂ (Sumba 2018). La señal a 1642 cm⁻¹ indica la presencia de dobles enlaces conjugados C=C del grupo funcional alqueno o estructura aromática del grafito (Pérez Torres, 2021; Colom, 2020; Campos, 2013). De 1500 cm⁻¹ a 500 cm⁻¹ se considera la zona región de la huella dactilar. Por último, a 1053 cm⁻¹ corresponde a la vibración de estiramiento C-O y C-C (Pérez Torres, 2021; Beltrán 2020; Campos 2013).

La señal alrededor de 1730 cm⁻¹ que corresponde al estiramiento C=O (Campos, 2013) no aparece. Sin embargo, estos resultados muestran que el CIG tiene una estructura funcionalizada. La presencia de estos grupos funcionales es consecuencia un posible aumento en la reactividad del material por efecto de la intercalación.

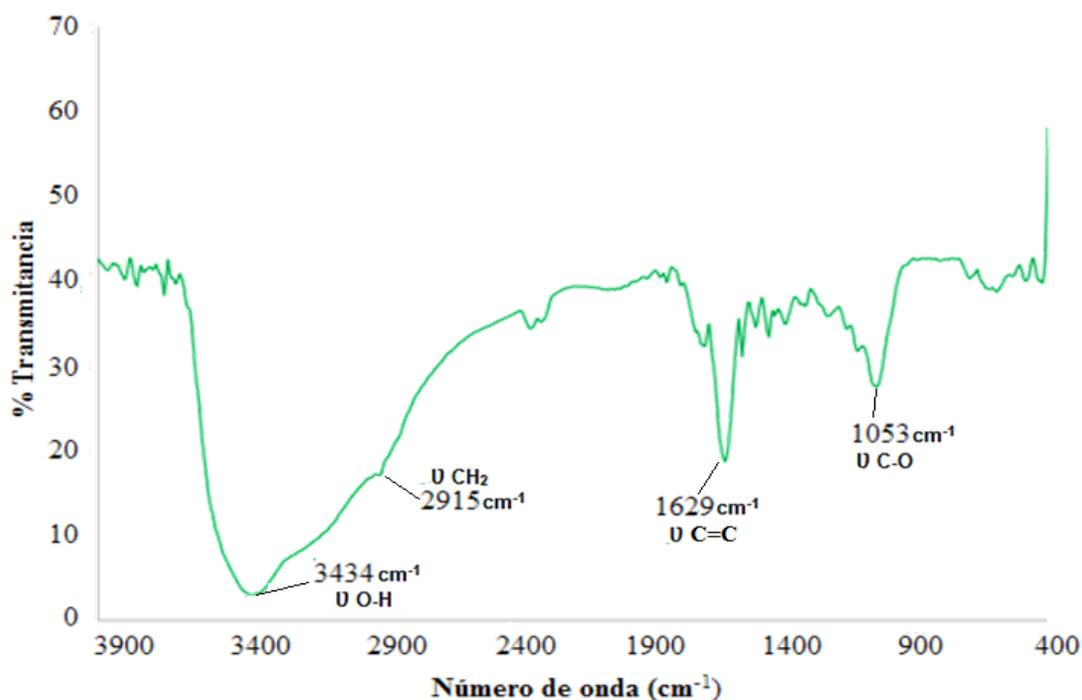


Figura 22. Espectro FTIR del compuesto de intercalación de grafito con CoCl₂.

El material adquirido se sometió a espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) en el rango de 400 cm⁻¹ a 4000 cm⁻¹. Este procedimiento se realizó con el objetivo de evaluar sus características composicionales e identificar grupos funcionales, aportando datos determinantes para confirmar si constituye o no óxido de grafito y complementar el resultado de los análisis de DRX, MEB y EDX.

Se muestra el espectro FTIR del grafito en la Figura 23. El pico a 3448 cm⁻¹ se atribuye a las vibraciones de estiramiento O-H. Otro grupo funcional que contiene oxígeno es revelado por la banda en 1034 cm⁻¹, correspondiente a epóxido y éter C-O-C. A 1398 cm⁻¹ indica la presencia de un enlace C-O el cual está asociado a la banda de flexión a 3448 cm⁻¹ (Campos 2013, Martínez 2013). Además se ha reportado que esta banda se genera debido a la contracción de los grupos C-OH (Sumba 2018), los cuales pueden estar ubicados en el plano basal de la estructura (Zolezzi 2017). El pico a 1627 cm⁻¹ (aromático C=C) se puede asignar a las vibraciones esqueléticas de dominios gráfiticos no oxidados. Estas características confirman la obtención de un óxido de grafito (Rosas,

2016).

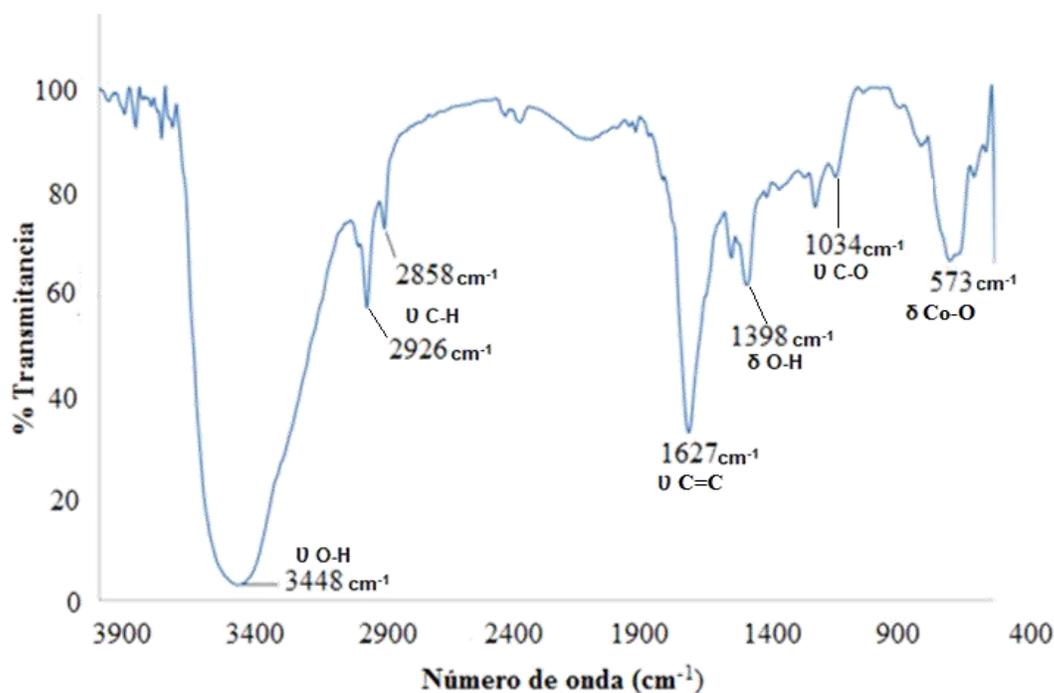


Figura 23. Espectro FTIR de grafeno

En la Tabla 9 y la Figura 23 se observa que las bandas a 2926 cm^{-1} y 2858 cm^{-1} atribuidas al estiramiento de enlace C-H e hibridación sp^3 aparecen con mayor intensidad en contraste a la Figura 23 como consecuencia de la descomposición térmica del etanol, mientras la señal correspondiente al grupo C-O decrece por la formación del óxido de cobalto (Guan y cols., 2003).

Tabla 9. Comparación de las bandas del espectro FTIR del CIG-CoCl₂ y grafeno.

Grupo funcional	-OH	C-H	C=C	C-OH	C-O/C-O-C
CIG-CoCl ₂ (cm ⁻¹)	3434	2915	1629	-	1053
Grafeno (cm ⁻¹)	3448	2926/2858	1627	1398	1034

El lado derecho de la figura exhibe señales registradas para CoO/Co₃O₄. El pico a 573 cm^{-1} está asociado con la vibración de Co^{3+} en el hueco octaédrico (smyrnioti y cols., 2017). Otros investigadores han observado señales a 650 cm^{-1} correspondientes al Co^{2+}

(Naveen y cols., 2015), pero esta no se refleja en el espectro, por lo que solo se evidencia la banda para la formación de óxido de cobalto en su forma trivalente, Co_3O_4 .

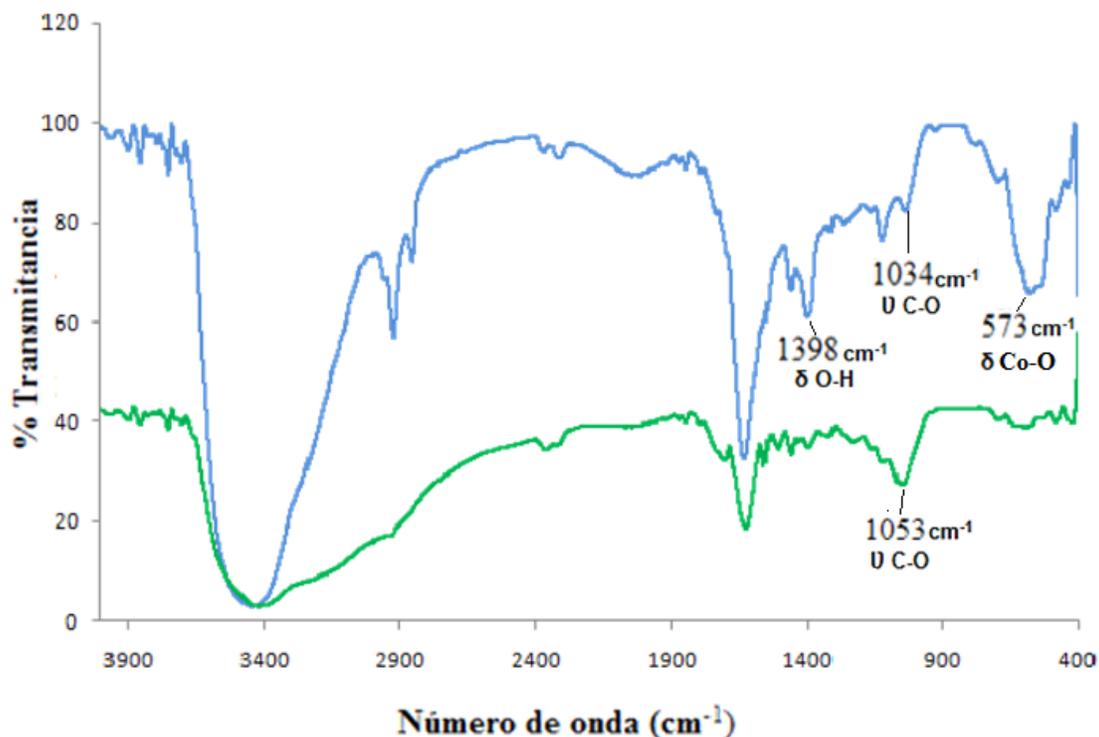


Figura 24. Comparativa espectro FTIR del CIG- CoCl_2 y el grafeno.

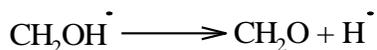
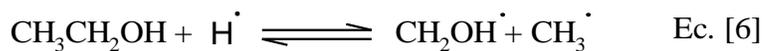
En vista a estos resultados, se estima que durante el proceso de exfoliación térmica a $T \geq 850^\circ\text{C}$ se generó radicales libres y especies oxidantes. Es por ello que se describe una serie de etapas del proceso para la formación del óxido de cobalto, que incluye tres pasos, la ruptura de CoCl_2 , la descomposición del etanol y producción de Co_3O_4 . El paso 1 muestra en la ecuación 5 que el cloruro de cobalto intercalado en el grafito reacciona con el hidrógeno, para proporcionar gradualmente los iones Co^{2+} , y en cuanto a los átomos de cloro, estos forman parcialmente HCl (g) y Cl_2 (g), que expanden verticalmente las laminas de grafeno.



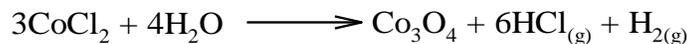
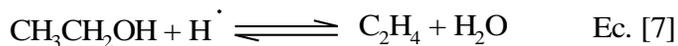
La siguiente etapa es la descomposición térmica del etanol, donde la molécula en presencia de hidrógeno se descompone como muestran las reacciones 6,7 y 8, sin embargo por efectos de la temperatura se favorece la ruptura C-C y no la C-O (Relanzón, 2011), debido a que la energía de enlace del primero en etanol es más débil. En base a este análisis, se deduce que dicho solvente en presencia de hidrógeno produce hidroximetilo y radicales metilo. El primero se descompone en formaldehído, un compuesto esencial en la producción de CO, que posteriormente genera aglomerados de carbono y beneficia la estructura del grafeno obtenido.

Por atracción electrostática del Co^{2+} y los radicales presentes genera la formación de $\text{Co}(\text{OH})_2$, CoCO_3 , CoO , los cuales dan lugar a la oxidación de Co^{2+} a Co^{3+} y la transformación de nanopartículas a Co_3O_4 de acuerdo a las siguientes representaciones (Kumar 2014 y Leicester 1962):

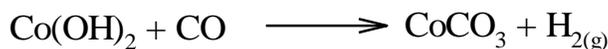
- 1) Obtención de óxido de cobalto (III) a partir de la ruptura C-C de etanol.



- 2) Obtención de óxido de cobalto (III) a partir de la descomposición del CoCl_2 .

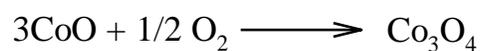
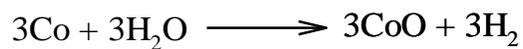


- 3) Obtención de óxido de cobalto (III) a partir de carbonato de cobalto





Finalmente, en el material de estudio fue posible detectar una mezcla de CoO y Co₃O₄, según lo confirmado a través del patrón de difracción de Rayos X, el análisis elemental y los antecedentes consultados. Sin embargo, por estabilidad el CoO se re oxida por el oxígeno residual del proceso, por lo que predomina la estructura Co₃O₄ en el grafeno.



CONCLUSIONES

Se obtuvo óxido de grafeno (GO) dopado de cobalto (Co_3O_4 y CoO), a partir de la exfoliación térmica de un G-CoCl_2 de fase mixta, mediante un conjunto técnicas convencionales.

Por difracción de rayos X se determino un índice de periodicidad de 0,95 nm para etapa 1, y 1,28 nm para etapa 2. Conjuntamente se determino que la intercalación incremento el tamaño de cristal de grafito de 27,41 nm a 39,20 nm.

En el grafeno se evidenció una mezcla de óxidos de cobalto, siendo la estructura Co_3O_4 la de mayor predominio por encima del CoO . Además se dedujo que el material final trata de pocas láminas apiladas desordenadamente.

Los análisis por MEB revelaron el contraste en las diferentes estructuras estudiadas, por lo que se pudo observar la separación laminar por efecto de una intercalación y exfoliación térmica.

Mediante la energía dispersiva de rayos X (EDS), se evidencio la presencia de cobalto en el grafeno, junto con una contribución sustancial de oxígeno, lo que validó junto a los espectros FTIR la formación de Óxidos de Cobalto y la existencia de grupos $-\text{OH}$.

BIBLIOGRAFÍA

Aceituno, R. 2018. *Funcionalización covalente y selectiva de grafeno en ultravacío*. Trabajo de grado. Instituto de Ciencia de los Materiales de Madrid. Universidad Autónoma de Madrid, España.

Ahmed, M. M.; Imae, T.; Hill, J. P.; Yamauchi, Y.; Ariga, K.; y Shrestha, L. K. 2017. Defect-free exfoliation of graphene at ultra-high temperature. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 538: 127-132.

Aliyeva, S. B.; Aliyev, E. M.; Alosmanov, R. M.; Maharramov, A. M.; Azizov, A. A.; Bunyatzadeh, I. y Aghamaliyev, Z. A. 2016. Graphite intercalated compound. *Azerbaijan Chemical Journal*, 4: 24-28.

Backes, C.; Abdelkader, A. M.; Alonso, C., Andrieux-Ledier, A.; Arenal, R., Azpeitia, J.; y Garcia, M. 2020. Production and processing of graphene and related materials. *2D Materials*, 7(2):022001.

Barakat, N. A.; Khil, M. S.; Sheikh, F. A.; & Kim, H. Y. 2008. Synthesis and optical properties of two cobalt oxides (CoO and Co₃O₄) nanofibers produced by electrospinning process. *The Journal of Physical Chemistry C*, 112(32): 12225-12233.

Beltrán, M. 2020. *Síntesis y caracterización de óxido de grafeno y óxido de grafeno reducido*. Trabajo de Grado. Facultad de Mecánica. Escuela Superior Politécnica de Chimborazo. Riobamba, Ecuador.

Botas, C.; Álvarez, P.; Blanco, Clara.; Santamaría, R.; Granda, M.; Gutiérrez Dolores, M.; Rodríguez-Reinoso, F. y Menéndez, R. 2013. Critical temperatures in the synthesis of graphene-like materials by thermal exfoliation–reduction of graphite oxide. Elsevier, 52: 476-485.

Cai, M.; Thorpe, D.; Adamson, D. H.; y Schniepp, H. C. 2012. Methods of graphite exfoliation. *Journal of Materials Chemistry*, 22(48): 24992-25002.

Camargo, R. y Sevilla, M. 2021. Método de funcionalización química para la obtención de óxido de grafeno adherido a la superficie de placas de grafito pirolítica de alta densidad por spray coating ácido. Ingeniería y competitividad. *Revista científica y tecnológica*. Vol. 23 No. 2-2021.

Campos, V. 2013. *Preparación y caracterización de grafeno modificado con nanopartículas metálicas y bimetálicas*. Trabajo de Grado. Facultad de Ingeniería Mecánica y Eléctrica, Universidad Autónoma de Nuevo León, Monterrey.

Canavesio, C.; Nassini, D.; Nassini, H. E.; y Bohé, A. E. 2020. Study on an original cobalt-chlorine thermochemical cycle for nuclear hydrogen production. *International Journal of Hydrogen Energy*, 45(49): 26090-26103.

Chia, J. S. Y.; Tan, M. T.; SimKhiew, P.; Chin, J. K.; Lee, H.; Bien, D. C. S.; y Siong, C. W. 2013. Facile synthesis of few-layer graphene by mild solvent thermal exfoliation of highly oriented pyrolytic graphite. *Chemical Engineering journal*, 231:1-11.

Colom, X.; Cañavate, J.; Lis, M. J.; Sanjuan, G. y Gil, I. 2020. Análisis estructural de Óxidos de Grafeno (GO) y Óxidos de Grafeno reducidos (rGO). *Afinidad*, 77: Vol 591.

Dhakate, S. R.; Chauhan, N.; Sharma, S.; Tawale, J.; Singh, S.; Sahare, P. D. y Mathur, R. B. 2011. An approach to produce single and double layer graphene from re-exfoliation of expanded graphite. *Carbón*, 49(6): 1946-1954.

Díaz, A. A. 2017. Desarrollo de nanocompósitos a base de polipropileno y óxido de grafito reducido térmicamente y determinación de sus propiedades mecánicas y de barrera.

Dresselhaus, M. S. 1987. *Intercalation in layered materials*. *MRS Bulletin*, 12: 24-28.

Eda, G.; Lin, YY, Mattevi, C.; Yamaguchi, H.; Chen, HA; Chen, IS; y Chhowalla, M. 2010. Fotoluminiscencia azul del óxido de grafeno derivado químicamente. *Materiales avanzados* , 22 (4), 505-509.

Enoki, T.; Suzuki, M. y Endo, M. 2003. *Graphite intercalation compounds and applications*. Oxford University Press.

Fariás, L.; Flores, J.; Rosales, L.; Sáenz, A. y López, Ll. 2017. Grafeno, el material del futuro síntesis y propiedades. *Ciencias Químicas*. Ciencia cierta.

Gandarilla F., Moreno G., Aviles M. 2005. “Aplicaciones de la difracción de rayos-X a materiales policristalinos, Sociedad Mexicana de cristalografía, A. C.

García Martínez, V. 2013. *Estudio de la estabilidad del óxido de grafeno con el tiempo*.

Garcia, M. 2007. *Determinación del tamaño de cristal utilizando el software Jade 6.5*. Trabajo de Grado. Centro de Investigación de Energía. Universidad Nacional Autónoma de México.

Geng, Y.; Zheng, Q. y Kim, J. K. 2011. Effects of stage, intercalant species and expansion technique on exfoliation of graphite intercalation compound into graphene sheets. *Journal of nanoscience and nanotechnology*, 11(2): 1084-1091.

González, J.; Hernández, A. y Guinea F. 2010. *Electrónica del grafeno*. Investigación y Ciencia.

Guan, H.; Shao, C.; Wen, S.; Chen, B.; Gong, J.; y Yang, X. 2003. A novel method for preparing Co_3O_4 nanofibers by using electrospun PVA/cobalt acetate composite fibers as precursor. *Materials Chemistry and Physics*, 82(3): 1002-1006.

H. Krebs. 1968. Grundzüge der Anorganischen Kristallchemie. F. Enke, Stuttgart.

He, T., Chen, D., Jiao, X., Wang, Y., & Duan, Y. 2005. Solubility-controlled synthesis of high-quality Co_3O_4 nanocrystals. *Chemistry of materials*, 17(15): 4023-4030.

Jang, H. D.; Hwang, D. W.; Kim, D. P.; Kim, H. C.; Lee, B. Y. y Jeong, I. B. 2004. Preparation of cobalt nanoparticles by hydrogen reduction of cobalt chloride in the gas phase. *Materials Research Bulletin*, 39(1): 63-70.

Janowska, I.; Chizari, K.; Ersen, O.; Zafeiratos, S.; Soubane, D.; Costa, V. D. y Pham-Huu, C. 2010. Microwave synthesis of large few-layer graphene sheets in aqueous solution of ammonia. *Nano Research*, 3: 126-137.

Juanico, J. 2004. *Síntesis y caracterización de nanofibras de carbono para su aplicación en la adsorción de gases tóxicos*. Trabajo de Grado. Universidad Autónoma Metropolitana, México.

Kaupilla, J. 2014. Graphene from graphite by chemical and physical techniques. Turun yliopiston julkaisu. Annales universitatis turkuensis. Sarja - ser. AI osa - tom. 500.

Kim, S. R.; Poostforush, M.; Kim, J. H. y Lee, S. G. 2012. Thermal diffusivity of in-situ exfoliated graphite intercalated compound/polyamide and graphite/polyamide composites. *Express Polymer Letters*, vol 6, no 6.

Klug H., Alexander L. 1976. X-Ray Diffraction procedures for polycrystalline and amorphous materials, *2nd Edition*.

Kumar, R.; Kim, H. J.; Park, S.; Srivastava, A.; y Oh, I. K. 2014. Graphene-wrapped and cobalt oxide-intercalated hybrid for extremely durable super-capacitor with ultrahigh energy and power densities. *Carbon*, 79: 192-202.

Lee, X. J.; Hiew, B. Y. Z.; Lai, K. C.; Lee, L. Y.; Gan, S.; Thangalazhy-Gopakumar, S. y Rigby, S. 2019. Review on graphene and its derivatives: Synthesis methods and potential industrial implementation. *Journal of the Taiwan Institute of Chemical Engineers*, 98: 163-180.

Leicester, J. y Redman, M. J. 1962. Thermal decomposition of the nickel and cobalt salts of aliphatic acids. *Journal of Applied Chemistry*, 12(8): 357-366.

Leyva, A. 2007. *Síntesis y caracterización de nano-estructuras de óxidos de metales de transición*. Tesis doctoral. Departamento de Ciencia y Tecnología. Universidad Nacional General de San Martín, Argentina.

Li, X.; Zhang, G.; Bai, X.; Sun, X.; Wang, X.; Wang, E. y Dai, H. 2008. Highly conducting graphene sheets and Langmuir–Blodgett films. *Nature nanotechnology*, 3(9): 538-542.

Lopez, I. S., López, R. P. H., González, B. P., Hernández, A. J., Gutiérrez, I. Y., y Carrasco, L. A. 2015. Síntesis y caracterización del grafeno, a partir del método de Hummers y reducción térmica con ácido ascórbico. XII encuentro participación del la mujer en la ciencia.

Luong, D. X.; Bets, K. V.; Algozeeb, W. A.; Stanford, M. G.; Kittrell, C.; Chen, W. y Tour, J. M. 2020. Gram-scale bottom-up flash graphene synthesis. *Nature*, 577(7792): 647-651.

Marín Tapia, L. 2020. *Síntesis de grafeno a partir de grafito mediante un acelerador de electrones con dosis de 50 y 100 kGy*. Trabajo de Grado. Facultad de Ciencias. Escuela Superior Politécnica de Chimborazo. Riobamba, Ecuador.

Martínez, A. 2012. *Nucleación, crecimiento y nanoestructuración en grafeno epitaxial sobre metales*. Trabajo de grado. Departamento de Física de la Materia Condensada, Universidad Autónoma de Madrid, España.

Martínez, M.; Vivas, M.; Manero, S.; Melendez, W.; Garbán, G.; y Benavides, A. 2003. Características morfológicas y cristalográficas del grafito de Osumita, Venezuela, y su uso como geotermómetro. *Estudios geológicos*, 59(5-6), 267-276.

Martínez, R. 2011. *Síntesis y caracterización de materiales compuestos de óxido de grafeno con nanopartículas de plata y con dióxido de titanio*. Trabajo de Grado. Instituto Potosino de Investigación Científica y Tecnológica, A.C.

May Lozano, M.; Caballero Cruz, L.; Bravo González, B. I. y Martínez Delgadillo, S. A. 2021. Degradación fotocatalítica de los colorantes Orange II y Black 5 usando Ag-Eu/grafito-TiO₂.

McMurry, J.; Mondragón, C. H. y Pozo, V. G. 2008. *Química orgánica*. Cengage Learning, México, DF, 5.

Moosa, A.; y Abed, M. 2021. Graphene preparation and graphite exfoliation. *Turkish journal of Chemistry*, 45(3): 493-519.

N.N. Greenwood.; y A. Earnshaw. 1984. *Chemistry of the Elements*, Pergamon Press, Oxford.

Navarrete Manso, G. 2021. *Simulaciones ab initio de la absorción de hidrógeno atómico en láminas de grafeno dopadas con metales*.

Naveen, A. N.; Manimaran, P.; y Selladurai, S. 2015. Cobalt oxide (Co_3O_4)/graphene nanosheets (GNS) composite prepared by novel route for supercapacitor application. *Journal of Materials Science: Materials in Electronics*, 26: 8988-9000.

Nicholls, JT y Dresselhaus, G. 1990. Propiedades magnéticas de los compuestos de intercalación de grafito CoCl_2 de etapa 1 diluidos con MgCl_2 . *Physical Review B*, 41 (14): 9744.

Ojeda, J. 1997. Métodos de microscopía electrónica de barrido en Biología. Universidad de Cantabria, España.

Ordoñez, M. 2018. Estudio de la expansión de los compuestos intercalados de grafito (CIG's). Propiedades y aplicaciones. Trabajo de grado. Universidad de Zaragoza.

Pérez Cadenas, M. 2020. *Aerogeles y xerogeles de carbono dopado con metales*. Trabajo de Grado. Facultad de Ciencias. Departamento de Química Inorgánica y Química Técnica. Universidad Nacional de Educación a Distancia.

Pérez-Torres, L.; de Lourdes Ballesteros-Almanza, M.; y Carbajal-De la Torre, G. 2021. Obtención de membrana de grafeno a partir de *Shewanella oneidensis*. *Pädi Boletín Científico De Ciencias Básicas E Ingenierías Del ICBI*, 9 (Especial 2), 134-138.

Qi, X.; Qu, J.; Zhang, H. B.; Yang, D.; Yu, Y.; Chi, C.; y Yu, Z. Z. 2015. FeCl_3 intercalated few-layer graphene for high lithium-ion storage performance. *Journal of Materials Chemistry A*, 3(30): 15498-15504.

Ramos Fernández, G. 2017. *Efecto de la Química Superficial del Óxido de Grafeno en el Desarrollo de las Aplicaciones*. Trabajo de Grado. Facultad de Ciencias. Universidad de Alicante.

Relanzón, C. E. 2011. *Pirólisis de acetileno con etanol y otros compuestos oxigenados. Estudio de la formación de hollín y contaminantes gaseosos*. Doctoral dissertation, Universidad de Zaragoza.

Romalet, M. 2019. *Estudio de la polarización del óxido de grafito con diaminas y la intercalación del polióxido de etileno*. Trabajo de Grado. Facultad de Ciencias Químicas. Universidad del País Vasco.

Rosas, O.; Silva, E. 2016. *Electrodos transparentes conductores basados en óxido de grafeno reducido para depósito electroquímico de óxidos semiconductores de interés fotovoltaico*. Trabajo de Grado. Centro de Investigación en Materiales Avanzados. Maestría en Nanotecnología.

Sáenz, R. 2015. *Modificación de fieltros de grafito con material grafenico mediante deposito electroforético*. Trabajo de Grado. Instituto Nacional del Carbón.

Sahoo, M., Sreena, K. P., Vinayan, B. y Ramaprabhu, S. 2015. Green synthesis of boron doped graphene and its application as high performance anode material in Li ion battery. *Materials Research Bulletin*, 61: 383-390.

Salgado, E. T. 2019. *Oxidación electroquímica de grafito y su aplicación como soporte de nanopartículas de Pt para la reacción de reducción de oxígeno (rro) en celdas de combustible*.

Sánchez, J., Calderón, Z., y García, M. L. 2017. Tipos de hibridación del átomo de carbono. En química II. Pág. 162-164.

Santhosh, N.; Pradeeswari, K.; Kannadhasan, S.; Kumar, R. M.; Pandian, M. S.; Ramasamy, P. y Vijayakumar, P. 2021. Synthesis of Flower-Like Graphene Doped Cobalt Oxide via Hydrothermal Method and Its Performance as Counter Electrode in Dye Sensitized Solar Cells Applications. *Journal of Cluster Science*, 1-7.

Shu, R., Wu, Y., Zhang, J., Wan, Z., & Li, X. 2020. Facile synthesis of nitrogen-doped cobalt/cobalt oxide/carbon/reduced graphene oxide nanocomposites for electromagnetic wave absorption. *Composites Part B: Engineering*, vol. 193, pág. 108027.

Sierra, U. 2015. *Optimización de la preparación de materiales grafenicos a través de las condiciones de procesado y el precursor*. Trabajo de Grado. Universidad de Oviedo, España.

Silva, C. 2017. *Estudio de la implantación de carbono en Cu (111) como posible método precursor en el crecimiento de grafeno*. Trabajo de Grado. Facultad de Bioquímica y Ciencias Biológicas. Universidad Nacional del Litoral, Argentina.

Skoog, D., West, D., Holler, J. y Crouch, S. 2005. *Fundamentos de Química Analítica*. International Thompson Editores. Madrid.

Smyrnioti, M.; y Ioannides, T. 2017. Synthesis of cobalt-based nanomaterials from organic precursors. *Cobalt*, vol. 49, pág. 5772

Solís Fernández, P. 2011. *Modificación superficial de materiales de carbono: grafito y grafeno*. Trabajo de Grado. Departamento de Ciencia de los Materiales e Ingeniería Metalúrgica. Universidad de Oviedo, España.

Sugimoto, T. y Matijević, E. 1979. Colloidal cobalt hydrous oxides. Preparation and properties of monodispersed Co_3O_4 . *Journal of Inorganic and Nuclear Chemistry*, 41(2): 165-172.

Sumba Lusero, C. H. 2018. *Obtención de grafeno mediante exfoliación electroquímica de grafito para fabricar sensores de presión usando esponjas de poliuretano*. Bachelor's thesis. Quito, 2018.

- Suzuki, M.; Oguro, I. y Jinzaki, Y. 1984. Magnetic phase transition of stage-1 ternary $\text{CoCl}_2\text{-FeCl}_3$ -graphite intercalation compound. *Journal of Physics C: Solid State Physics*, 17(22), L575.
- Tascon, J. 2007. *Materiales de Carbono: estructuras y formas*. Instituto Nacional del Carbón. CSIC. Apartado 73:33080, Oviedo.
- Ujihara, M.; Ahmed, M. M. M.; Imae, T. y Yamauchi, Y. 2014. Massive-exfoliation of magnetic graphene from acceptor-type GIC by long-chain alkyl amine. *Journal of Materials Chemistry A*, 2(12): 4244-4250.
- Valencia, A. 2011. El Grafeno. Departamento de Ingeniería Metalúrgica y de Materiales.
- Vargas Torres, P. 2018. Grafeno. Facultad de Ciencias. Universidad Nacional Autónoma de México.
- Wada, T.; Yasutake, T.; Nagasuga, A.; Kinumoto, T.; Tumura, T. y Toyoda, M. 2014. Evaluation of Layered Graphene Prepared via Hydroxylation of Potassium-Graphite Intercalation Compounds. Department of Applied Chemistry, Faculty of Engineering, Oita University, 700 Dannoharu, Oita 870-1192, Japan.
- Xu, C.; Wang, X.; Zhu, J.; Yang, X. y Lu, L. 2008. Deposition of Co_3O_4 nanoparticles onto exfoliated graphite oxide sheets. *Journal of Materials Chemistry*, 18(46): 5625-5629.
- Yapú, E.; Blanco, M.; Cabrera, S.; Balanza, R.; y Yapú, W. 2013. Óxido de grafito expandido. *Revista Boliviana de Química*. 30(2): 156-161.
- Yeh, N. C.; Sugihara, K.; Dresselhaus, M. S. y Dresselhaus, G. 1989. Transport properties and magnetic interactions in acceptor-type magnetic graphite intercalation compounds. *Physical Review B*, 40(1): 622.
- Zolezzi, C. 2017. *Efecto del grado de oxidación del óxido de grafeno sobre la remoción de contaminantes solubles y particulados*. Trabajo de Grado. Facultad de Ciencias Físicas y Matemáticas. Departamento de Ingeniería Química y Biotecnología. Universidad de Chile.

APÉNDICES

APÉNDICE A. Valores de difracción de rayos X para el CIG-CoCl₂ para hallar el valor de I_c y los planos (00 l) a través de las siguientes formulas:

$$1) I_c = ds + 3,35 (n - 1)$$

$$2) l \lambda = 2 I_c \text{ sen } \theta$$

donde:

I_c : Índice de etapa

n : etapa del CIG

λ : longitud de onda (0,15 nm para el cobre)

θ : Ángulo de difracción

l : índice de Miller para una estructura bidimensional (00 l)

Tabla A-1. Parámetros para determinar los valores de I_c , e indexación de los picos de difracción para el compuesto de intercalación de grafito.

2Θ	Θ (°)	Sen Θ	ETAPA 1		ETAPA 2		ETAPA 3	
			I_c	l	I_c^*	l^*	I_c^{**}	l^{**}
9,30	4,65	0,08	0,95	1,03	1,28	1,38	1,62	1,75
17,10	8,55	0,15	0,95	1,88	1,28	2,54	1,62	3,21
17,50	8,75	0,15	0,95	1,93	1,28	2,60	1,62	3,29
18,40	9,2	0,16	0,95	2,03	1,28	2,73	1,62	3,45
18,80	9,4	0,16	0,95	2,07	1,28	2,79	1,62	3,53
19,00	9,5	0,17	0,95	2,09	1,28	2,82	1,62	3,57
19,50	9,75	0,17	0,95	2,15	1,28	2,89	1,62	3,66
20,10	10,05	0,17	0,95	2,21	1,28	2,98	1,62	3,77
23,40	11,7	0,20	0,95	2,57	1,28	3,46	1,62	4,38
23,80	11,9	0,21	0,95	2,61	1,28	3,52	1,62	4,45
24,50	12,25	0,21	0,95	2,69	1,28	3,62	1,62	4,58
27,80	13,9	0,24	0,95	3,04	1,28	4,10	1,62	5,19
28,20	14,1	0,24	0,95	3,09	1,28	4,16	1,62	5,26
28,40	14,2	0,25	0,95	3,11	1,28	4,19	1,62	5,30
28,80	14,4	0,25	0,95	3,15	1,28	4,24	1,62	5,37
29,20	14,6	0,25	0,95	3,19	1,28	4,30	1,62	5,44
29,40	14,7	0,25	0,95	3,21	1,28	4,33	1,62	5,48
29,60	14,8	0,26	0,95	3,24	1,28	4,36	1,62	5,52
30,50	15,25	0,26	0,95	3,33	1,28	4,49	1,62	5,68
31,10	15,55	0,27	0,95	3,40	1,28	4,58	1,62	5,79
31,40	15,7	0,27	0,95	3,43	1,28	4,62	1,62	5,84
41,80	20,9	0,36	0,95	4,52	1,28	6,09	1,62	7,71
42,50	21,25	0,36	0,95	4,59	1,28	6,19	1,62	7,83
43,00	21,5	0,37	0,95	4,64	1,28	6,25	1,62	7,92
43,40	21,59	0,37	0,95	4,68	1,28	6,31	1,62	7,96
46,20	23,1	0,39	0,95	4,97	1,28	6,70	1,62	8,47
46,70	23,35	0,40	0,95	5,02	1,28	6,76	1,62	8,56
51,30	25,65	0,43	0,95	5,48	1,28	7,39	1,62	9,35
53,30	26,65	0,45	0,95	5,68	1,28	7,66	1,62	9,69
54,20	27,1	0,46	0,95	5,77	1,28	7,77	1,62	9,84
57,20	28,6	0,48	0,95	6,06	1,28	8,17	1,62	10,34
57,90	28,95	0,48	0,95	6,13	1,28	8,26	1,62	10,46
58,70	29,35	0,49	0,95	6,21	1,28	8,37	1,62	10,59
59,20	29,6	0,49	0,95	6,26	1,28	8,43	1,62	10,67

APÉNDICE B. Tamaños de cristal calculados a través de la ecuación de Scherrer:

$$\beta = \frac{k \times \lambda}{FWHM \times \cos \theta}$$

Donde:

β : tamaño promedio del cristal.

k : factor de forma del cristal y su valor es 0,9.

θ : ángulo de difracción (radianes)

$FWHM$: es el ancho a la altura media del pico de difracción de la muestra (radianes).

Tabla B-1. Tamaño de cristal para el grafito prístino.

k	λ (nm)	$FWHM$	2θ	θ	$\cos \theta$	β (nm)
*0,90	0,15	0,00506145	26,66	0,23265239	0,97	27,4106635
0,90	0,15	0,00506145	54,83	0,47848201	0,89	30,0465554
						β (nm) prom
						28,7286094

*Plano (002)

Tabla B-2. Tamaño de cristal para el CIG-CoCl₂.

k	λ (nm)	$FWHM$	2θ	θ	$\cos \theta$	β (nm)
0,90	0,15	0,00628319	9,29	0,081070544	1,00	21,56
*0,90	0,15	0,00349066	18,85	0,164497282	0,99	39,20
0,90	0,15	0,00628319	20,04	0,174881991	0,98	21,82
0,90	0,15	0,0015708	27,8	0,242600766	0,97	88,54
0,90	0,15	0,0015708	28,4	0,247836754	0,97	88,65
0,90	0,15	0,00418879	41,8	0,364773814	0,93	34,50
0,90	0,15	0,00418879	46,7	0,40753438	0,92	35,10
0,90	0,15	0,00418879	57,2	0,499164166	0,88	36,71
0,90	0,15	0,00418879	57,9	0,505272818	0,88	36,83
						β (nm) prom
						44,77

*Plano (002)

Tabla B-3. Tamaño de cristal para el óxido de grafeno.

k	λ (nm)	FWHM	2Θ	Θ	Cos Θ	β (nm)
0,90	0,15	0,00349066	18,29	0,15961036	0,99	39,17
*0,90	0,15	0,00349066	26,1	0,22776547	0,97	39,70
0,90	0,15	0,00349066	31,1	0,2713987	0,96	40,14
0,90	0,15	0,00523599	38,56	0,33649948	0,94	27,32
0,90	0,15	0,00349066	43,18	0,37681659	0,93	41,59
0,90	0,15	0,00349066	44,8	0,39095375	0,92	41,83
0,90	0,15	0,00680678	55,94	0,48816859	0,88	22,46
0,90	0,15	0,00698132	57,03	0,49768064	0,88	22,01
						β (nm) prom
						34,28

*Plano (002)

HOJAS DE METADATOS

Hoja de Metadatos para Tesis y Trabajos de Ascenso – 1/6

Título	Obtención de grafeno dopado con cobalto, por exfoliación térmica del compuesto de intercalación de grafito G-CoCl₂.
Subtítulo	

Autor(es)

Apellidos y Nombres	Código ORCID / e-mail	
Noriega Garcia Pedro Julian	ORCID	
	e-mail	pedroj.noriegag@gmail.com
	e-mail	
	ORCID	
	e-mail	
	e-mail	

Palabras o frases claves:

grafeno
grafito
exfoliación
nanomateriales
dopado
difracción

Hoja de Metadatos para Tesis y Trabajos de Ascenso – 2/6

Área o Línea de investigación:

Área	Subáreas
Ciencias	Química
Línea de Investigación:	

Resumen (abstract):

Resumen

El campo de los nanomateriales ha evolucionado de manera rápida, abriéndose paso entre los materiales ya existentes. Uno de los más importantes, y con gran revuelo científico es el “grafeno”. El grafeno es un material nanométrico bidimensional, compuesto por capas de átomos de carbono dispuestas en anillos hexagonales, confiriéndole propiedades físicas y químicas únicas, que pueden aumentar al dopar al material con metales de transición o de transición interna. Este material ha cobrado especial importancia debido al amplio espectro de aplicaciones tecnológicas, tales como, baterías de alta densidad energética, tabletas flexibles, celdas solares de alta eficiencia, escáneres médicos mejorados electrónicamente, comunicaciones de altísima velocidad e iluminación LED con bajísimo consumo energético. No obstante, este presenta una desventaja considerable; la producción en volúmenes suficientemente amplios mediante un proceso que facilite la obtención de este material dopado para su aplicabilidad industrial. Es por eso, que se propone en este estudio un nuevo método de producción de grafeno dopado con cobalto, por exfoliación del compuesto de intercalación de grafito GIG-CoCl₂. Para la obtención de grafeno se han estudiado diferentes técnicas, que pueden agruparse como técnicas *TOP-DOWN*, cuando se obtiene grafeno de espesor nanométrico a partir de un material de espesor micrométrico como el grafito, o *BOTTOM-UP*, cuando se obtiene la estructura de grafeno a partir de átomos de carbono generados mediante descomposición de moléculas orgánicas, como por ejemplo en un horno usando la técnica CVD (Chemical Vapor Deposition). A partir de estudios previos, en este trabajo se ha optimizado una de las técnicas *TOP-DOWN*, concretamente el proceso de exfoliación térmica. Primeramente, se analizó el compuesto de intercalación de grafito, mediante la difracción de rayos X para confirmar la presencia del intercalante, resultando así un índice de etapa $I_c = 0,95$ nm para la etapa 1, e $I_c = 1,28$ nm para la etapa 2. La exfoliación del compuesto de intercalación de grafito, se llevó a cabo usando el método de exfoliación térmica a 850 °C, bajo corriente de argón e hidrógeno, en relación molar 2:1, y vapor de etanol; este último inyectado por un económico método de nebulización utilizando un nebulizador para afecciones bronco respiratorias, en un reactor formado por un tubo de cuarzo, y un tiempo de tratamiento de 30 minutos. Los compuestos exfoliados se colocan en una solución de etanol al 70 % v/v y se trata con ultrasonido por 15 minutos; obteniéndose lamelas de grafeno muy finas. El estudio por microscopía electrónica de barrido (MEB), muestra notoriamente la exfoliación del compuesto intercalado, observándose la separación de lamelas de grafeno delgadas bidimensionales 2D. Los análisis de composición química de las muestras de grafeno, por EDX, confirma la existencia de los elementos cobalto y oxígeno, indicando que en el proceso de exfoliación permanecen en la estructura de las lamelas finas para dar forma a un óxido de grafeno. Esto permite el cambio en las propiedades químicas y físicas de interés tecnológico.

Hoja de Metadatos para Tesis y Trabajos de Ascenso – 3/6

Contribuidores:

Apellidos y Nombres	ROL / Código ORCID / e-mail										
Mago Fernando	ROL										
		CA		AS	X	TU		JU			
	ORCID										
	e-mail	magofernandoa@gmail.com									
	e-mail										
González Verónica	ROL										
		CA		AS		TU		JU	X		
	ORCID										
	e-mail	veronica_malave@hotmail.com									
	e-mail										
Jiménez Iliana	ROL										
		CA		AS		TU		JU	X		
	ORCID										
	e-mail	jimenezr.iliana@gmail.com									
	e-mail										

Fecha de discusión y aprobación:

Año	Mes	Día
2024	03	22

Lenguaje: Spa

Hoja de Metadatos para Tesis y Trabajos de Ascenso – 4/6

Archivo(s):

Nombre de archivo
NSUTTG_NGPJ2024

Alcance:

Espacial: UNIVERSAL

Temporal: INTEMPORAL

Título o Grado asociado con el trabajo: Licenciado en Química

Nivel Asociado con el Trabajo: Licenciatura

Área de Estudio: Ciencias.

Institución(es) que garantiza(n) el Título o grado: Universidad de Oriente.

Hoja de Metadatos para Tesis y Trabajos de Ascenso – 5/6



UNIVERSIDAD DE ORIENTE
CONSEJO UNIVERSITARIO
RECTORADO

CU N° 0975

Cumaná, 04 AGO 2009

Ciudadano
Prof. JESÚS MARTÍNEZ YÉPEZ
Vicerrector Académico
Universidad de Oriente
Su Despacho

Estimado Profesor Martínez:

Cumplo en notificarle que el Consejo Universitario, en Reunión Ordinaria celebrada en Centro de Convenciones de Cantaura, los días 28 y 29 de julio de 2009, conoció el punto de agenda **"SOLICITUD DE AUTORIZACIÓN PARA PUBLICAR TODA LA PRODUCCIÓN INTELECTUAL DE LA UNIVERSIDAD DE ORIENTE EN EL REPOSITORIO INSTITUCIONAL DE LA UDO, SEGÚN VRAC N° 696/2009"**.

Leído el oficio SIBI – 139/2009 de fecha 09-07-2009, suscrita por el Dr. Abul K. Bashirullah, Director de Bibliotecas, este Cuerpo Colegiado decidió, por unanimidad, autorizar la publicación de toda la producción intelectual de la Universidad de Oriente en el Repositorio en cuestión.



Comunicación que hago a usted a los fines consiguientes.

Cordialmente,

JUAN A. BOLANOS CUAPEL
Secretario



C.C: Rectora, Vicerrectora Administrativa, Decanos de los Núcleos, Coordinador General de Administración, Director de Personal, Dirección de Finanzas, Dirección de Presupuesto, Contraloría Interna, Consultoría Jurídica, Director de Bibliotecas, Dirección de Publicaciones, Dirección de Computación, Coordinación de Teleinformática, Coordinación General de Postgrado.

JABC/YGC/maruja

Hoja de Metadatos para Tesis y Trabajos de Ascenso – 6/6

Artículo 41 del REGLAMENTO DE TRABAJO DE PREGRADO (vigente a partir del II Semestre 2009, según comunicación CU-034-2009): “Los trabajos de grados son de la exclusiva propiedad de la Universidad de Oriente, y solo podrá ser utilizados para otros fines con el consentimiento del Concejo de Núcleo respectivo, quien deberá participarlo previamente al Concejo Universitario, para su autorización”.



Pedro Noriega
AUTOR



Lcdo. Fernando mago
TUTOR