



UNIVERSIDAD MICHOACANA DE
SAN NICOLÁS DE HIDALGO



FACULTAD DE INGENIERÍA MECÁNICA

DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO

DOCTORADO EN CIENCIAS EN INGENIERÍA MECÁNICA

TESIS:

**“OBTENCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE UN MATERIAL COMPUESTO A
PARTIR DE NANOESTRUCTURAS DE CARBONO MULTICAPA Y
POLIESTIRENO”**

Que para obtener el grado de Doctor en Ciencias en Ingeniería Mecánica

Presenta:

M. C. David Ricardo Poiré de la Cruz

Director de Tesis

Dra. Lada Domratcheva Lvova

Codirector de Tesis

Dr. Francisco Gabriel Granados Martínez

Morelia, Michoacán, Agosto 2026

DEDICATORIA Y AGRADECIMIENTOS

Este trabajo está dedicado a mi esposa, a Nala y a mi familia, cuya presencia ha sido luz y refugio en el camino hacia esta meta. A mi padre, con profundo respeto y cariño, con la esperanza de que, una vez más, encuentre en mí un motivo de orgullo y una sonrisa serena. Y a mi madre, que aun en la distancia, sigue sosteniéndome con su amor incondicional, como un lazo que el tiempo y el espacio no logran desatar.

A mi esposa HEPA, compañera de vida, y a nuestra querida “Gorda” (Nala), que con su partida temprana dejó una huella imborrable en el corazón.

A la Dra. Lada Domratcheva Lvova por la confianza que me sostuvo, la paciencia que me cobijó y la generosa disposición que, como guía constante, me acompañó hasta ver consumada la esencia de este trabajo.

Al Dr. Francisco Gabriel Granados Martínez por el apoyo incondicional y los consejos que, como faro en la distancia, iluminaron cada paso en la realización de este arduo camino.

Al Dr. Luis Béjar Gómez por el apoyo y la confianza QEPD.

A los Dres., maestros y técnicos; Dr. Leandro García Morales, Dr. Luis Zamora Peredo, Dr. Orlando Hernández Cristóbal, a la Maestra María Remedios Cisneros Magaña y a la Maestra María de Lourdes Mondragón Sánchez.

Se agradece al comité tutorial: Dra. Domratcheva Lvova, Lada Dr. Francisco Gabriel Granados Martínez, Dr. Erasmo Cárdenas Calderón, al Dr. Miguel Villagómez Galindo y al Dr. José de Jesús Contreras Navarrete.

Al grupo de trabajo: Francisco Granados, Alhelí Hernández, Juan Ignacio y Jesús Contreras, por todo el tiempo y esfuerzo dedicados apoyarme en esta ardua tarea.

A la Dra. Nelly Flores Ramírez por amabilidad al momento facilitarme el acceso a sus equipos de caracterización.

A la Dra. Diana Litzajaya García Ruiz, su tiempo y paciencia al contestarme mis dudas más insignificantes.

Agradezco el apoyo a:

- ❖ La Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo y al Departamento de Posgrado de la Facultad de Ingeniería Mecánica.

- ❖ SECIHTI por la beca brindada.
- ❖ Al proyecto CIC de la UMSNH de Dra. Lada Domratcheva Lvova.
- ❖ La Universidad Veracruzana y al Centro de Investigaciones en Micro y Nanotecnología.
- ❖ Al Instituto Tecnológico de Morelia y al Departamento de Posgrado de la carrera de Ingeniería en Materiales.
- ❖ La ENES UNAM Campus Morelia.

RESUMEN

Este trabajo presenta la síntesis de un material compuesto avanzado bajo principios de química verde, utilizando poliestireno expandido reciclado como fuente de carbono para obtener nanoestructuras mediante deposición química de vapor. Las nanoestructuras esféricas obtenidas se integraron en una matriz polimérica mediante mezcla en solución y dispersión mediante sonicación.

Los análisis de SEM y espectroscopía Raman confirmaron una interacción efectiva y una distribución homogénea del refuerzo dentro de la matriz. Las pruebas físico-mecánicas demostraron un incremento significativo de la microdureza Vickers y una mejora en el desempeño tribológico, en el que las nanoesferas actuaron como lubricantes sólidos, reduciendo el coeficiente de fricción. Además, la incorporación de estas estructuras otorgó conductividad eléctrica al material, permitiendo el transporte de electrones a través de la red de carbono, incluyendo que la transformación de residuos plásticos en nanomateriales de alto valor tecnológico es una buena alternativa para aplicaciones en blindaje electromagnético y electrónica flexible.

Palabras clave: nanoestructuras de carbono, poliestireno expandido, nanomateriales, deposición química de vapor, material compuesto avanzado.

ABSTRACT

This thesis details the synthesis of an advanced composite under green chemistry principles, using recycled expanded polystyrene as a carbon source to produce nanostructures via Chemical Vapor Deposition. These spherical structures were integrated into a polymer matrix through solvent mixing and sonification.

Subsequent SEM and Raman analyses corroborated the effectiveness of the interaction and the homogenous reinforcement distribution within the matrix. The implementation of physical tests resulted in the observation of a substantial increase in Vickers microhardness and an enhancement in tribological performance. This phenomenon can be attributed to the action of the nanospheres, which functioned as solid lubricants, thereby leading to a reduction in the friction coefficient. Furthermore, the incorporation of carbon nanostructures into the material resulted in the enhancement of electrical conductivity, a property that was previously absent in the insulating material. The research indicates that converting plastic waste into valuable nanomaterials holds promise for applications in electromagnetic shielding and flexible electronics.

Key words: carbon nanostructures, chemical vapor deposition, advanced composite material.

CONTENIDO

RESUMEN	IV
ABSTRACT	V
CONTENIDO	VI
ÍNDICE DE FIGURAS	IX
ÍNDICE DE TABLAS	XI
ÍNDICE DE ECUACIONES	XII
ABREVIATURAS	XIII
1 CAPÍTULO I.....	14
INTRODUCCIÓN.....	14
OBJETIVOS.....	16
JUSTIFICACIÓN.....	16
HIPÓTESIS	17
2 CAPÍTULO II: MARCO TEÓRICO	18
2.1 Nanoestructuras de carbono	18
2.2 Estructura de los nanomateriales de carbono	19
2.2.1 Fullerenos.....	20
2.2.2 Nanotubos de carbono.....	20
2.2.3 Grafeno	21
2.2.4 Esferas de carbono	21
2.3 Métodos de síntesis de nanoestructuras de carbono mediante CVD.....	22
2.4 Polímeros.....	23
2.4.1 Mecanismos de polimerización.....	25
2.4.1.1 Polimerización por adición de un monómero	25
2.4.1.2 Polimerización por condensación.....	26
2.4.1.3 Polimerización por etapas	27
2.4.2 Poliestireno	27
2.5 Principios de química verde	27
2.6 Materiales compuestos	28
2.6.1 Compósitos de nanoestructuras de carbono con poliestireno	28
2.6.2 Nanoestructuras de carbono y polímeros	29
2.6.3 Propiedades mecánicas de los compósitos con CNs (CNTs & CSs).....	30
2.6.4 Propiedades eléctricas de los compósitos reforzados con CNTs & CSs	30

2.7	Técnicas de caracterización de materiales	30
2.7.1	Microscopía electrónica de barrido (SEM).....	31
2.7.2	Espectroscopía de Energía Dispersa	31
2.7.3	Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR).....	32
2.7.4	Espectroscopía Raman	32
2.7.5	Microscopía Electrónica de Transmisión.....	33
2.7.6	Difracción de rayos X	33
2.8	Pruebas físico-mecánicas	34
2.8.1	Dureza de los materiales	34
2.8.2	Tribología.....	35
2.8.3	Conductividad eléctrica	35
3	CAPÍTULO III: METODOLOGÍA	37
3.1	Materiales y reactivos.....	38
3.2	Síntesis de CNs.....	38
3.3	Síntesis de Compósitos de Nanoestructuras de Carbono	39
3.4	Equipos de caracterización.....	41
3.4.1	Microscopía electrónica de barrido.....	41
3.4.2	Espectroscopía de energía dispersa.....	41
3.4.3	Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier	42
3.4.4	Espectroscopía Raman	43
3.4.5	Difracción de rayos X	43
3.4.6	Microdureza Vickers.....	44
3.4.7	Resistividad y conductividad eléctrica.....	44
3.4.8	Tribología.....	45
3.5	Ultrasonificación.....	46
4	CAPÍTULO IV: RESULTADOS Y DISCUSIÓN	48
4.1	Obtención de CNs	48
4.1.1	Análisis SEM y EDS.....	48
4.1.2	Análisis FTIR.....	51
4.1.3	Análisis XRD	52
4.1.4	Análisis Raman	53
4.2	Obtención de los compósitos de CSs/poliestireno (PS)	54
4.2.1	Análisis SEM de los compósitos.....	55

4.2.2	Análisis FTIR de los compósitos	56
4.2.3	Análisis Raman de los compósitos	57
4.2.4	Análisis de microdureza Vickers de los compósitos.....	60
4.2.5	Análisis de resistividad y conductividad eléctrica	61
4.2.6	Análisis tribológico del compósito	62
4.3	Decapado.....	63
4.3.1	Micrografías SEM de las CSs decapadas.....	65
4.3.2	Análisis EDS de las CSs decapadas.....	66
4.3.3	Espectroscopía Raman de las CSs decapadas.....	67
4.3.4	Análisis XRD de las CSs decapadas.....	69
CONCLUSIONES		73
ACCIONES DE DIFUSIÓN		75
REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS		79
ANEXOS		83

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1 Línea general de tiempo de los CNMs (Gusain, Kumar, & Ray, 2020).....	18
Figura 2 Algunas estructuras de carbono formadas a partir del grafeno (Gusain et al., 2020)	19
Figura 3 Proceso de nucleación icospiral para la formación de fullerenos (Mojica et al., 2013)	20
Figura 4 Vista superficial e interna de los CNTs: a) simple, b) doble y c) múltiple (Rathinavel et al., 2021)	21
Figura 5 Método genérico de síntesis por CVD.....	23
Figura 6 : Tipos de polímeros: a) lineal y b) ramificado (Askeland et al., 1998).....	24
Figura 7 Polímero termoestable: a) sin ramificación y b) ramificado (Askeland et al., 1998)	25
Figura 8 Reacción por adición para producir polietileno a partir de etileno (Askeland et al., 1998).	26
Figura 9 Reacción por condensación para producir el tereftalato de polietileno (PET) (Askeland et al., 1998).	26
Figura 10 Doce principios de la química verde (Anastas & Eghbali, 2009)	28
Figura 11 Indentadores para ensayos de macrodureza Brinell y Rockwell con diferentes puntas (Askeland et al., 1998).....	34
Figura 12 Micrografía de un ensayo de microdureza hecho con una punta Berkovich (pirámide de tres lados) (Askeland et al., 1998).	35
Figura 13 : Esquema del método Van der Pauw (Ambriz-Torres et al., 2019).	36
Figura 14 Arreglo del método de los cuatro puntos en una muestra rectangular (Smits, 1958).	36
Figura 15 Metodología general de la investigación.....	37
Figura 16 Diagrama esquemático del proceso de CVD. Se delinean los siguientes componentes: (1) gas de arrastre (argón de alta pureza); (2) flujómetro; (3) tubo de cuarzo; (4) precursor (EPS); (5) horno tubular; (6) catalizador (AISI 304); (7) condensador; (8) bomba de agua y (9) trampa de acetona.....	39
Figura 17 Preparación de los compósitos de CSs/poliestireno.	40
Figura 18 Medidor de espesores para recubrimiento ferrosos y no ferrosos.	41
Figura 19 Equipo de microscopía electrónica: a) SEM y b) FESEM.	42
Figura 20 Espectrómetro infrarrojo por transformada de Fourier, Spectrum 400.	42
Figura 21 Espectrómetro Raman.	43
Figura 22 Equipo de difracción de rayos X.	43
Figura 23 Microdurómetro Mitutoyo HM-200.	44
Figura 24 Equipo de medición eléctrica: Método de los cuatro puntos.....	45
Figura 25 Tribómetro CSM y pin 100Cr6.	46

Figura 26 Proceso de ultrasonificación, recolección y análisis (Cruz et al., 2026).....	47
Figura 27 Micrografía de las CNs sintetizadas a 850 °C y 30 minutos: a)-b) flujo bajo y c)-d) flujo alto.	49
Figura 28 FTIR de las nanoestructuras de carbono (flujo bajo y flujo alto).....	52
Figura 29 Difracción de rayos X de las muestras obtenidas de la superficie del catalizador. .	53
Figura 30 Espectro Raman de la muestra obtenida de la superficie del catalizador.....	54
Figura 31 Micrografías SEM: a) Puramente CSs y b) compuesto al 4.8 % wt CSs.....	55
Figura 32 Micrografía SEM de la Superficie del compuesto.	56
Figura 33 FTIR de los compósitos prístino y con diferentes concentraciones de CSs.	57
Figura 34 Espectro Raman del polímero prístino y el compuesto.....	58
Figura 35 Espectros Raman del desplazamiento de las señales: a) compuesto 5.6 % -CSs, b) compuesto 5.6 %-PS y c) compuesto 5.6 %-CSs-PS	59
Figura 36 Variación de la HV en los compósitos.	60
Figura 37 Conductividad eléctrica de los compósitos de CSs y PS.....	62
Figura 38 Efecto del porcentaje de CSs en el PS sobre la velocidad de deslizamiento/coeficiente de fricción.	63
Figura 39 Esquema general del proceso de decapado.	64
Figura 40 Micrografía SEM: a) sin decapar, b) decapado.	65
Figura 41 Esquema de una vacancia o hueco en la red cristalina del grafeno (Sonia et al., 2019).	66
Figura 42 Espectro Raman de la muestra sometida a un baño ultrasónico (decapado).....	68
Figura 43 Raman de la muestra sometida a un baño ultrasónico (tratada y no tratada).	68
Figura 44 XRD de las CSs antes del tratamiento.....	69
Figura 45 XRD de las CNs tratadas durante 2 horas.	70
Figura 46 XRD de las CNs tratadas durante 4 horas.	71

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1 Composición porcentual en masa de los compósitos.....	40
Tabla 2 Diámetro de las CSs para un flujo bajo y un flujo alto.....	49
Tabla 3 Determinación de la composición elemental de las muestras mediante Espectroscopia de Dispersión de Energía (EDS): M1, M2, M3 y M4.....	51
Tabla 4 Valores y relación de intensidades del espectro Raman.	54
Tabla 5 Valores medios de la HV de los compósitos.	61
Tabla 6 Valores de la resistividad y conductividad eléctrica de los compósitos a diferentes concentraciones.....	61
Tabla 7 Promedio de los espesores de las hojuelas de GO	66
Tabla 8 Análisis EDS de las muestras tratadas durante 2 y 4 horas.	67
Tabla 9 Valores y relación de intensidades del espectro Raman de las muestras sin tratamiento y con tratamiento ultrasónico.....	69
Tabla 10 Ángulos de difracción y distancia interplanar del plano (100).	72

ÍNDICE DE ECUACIONES

Ecuación 1 Más pequeño es mejor:	38
Ecuación 2 Resistividad eléctrica:	44
Ecuación 3 Tamaño de la muestra para una población infinita:	48
Ecuación 4 Bragg:	72

ABREVIATURAS

CNs Nanoestructuras de carbono.

CNTs Nanotubos de carbono.

Cr Cromo

CSs Esferas de carbono.

CVD Deposición química de vapor.

DWCNT Nanotubos de carbono de pared doble

Ec Ecuación.

EDS Espectroscopia de energía dispersa.

EPS Poliestireno expandido.

Fe Hierro

FTIR Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier.

MWCNTs Nanotubos de carbono

PS Poliestireno

SEM Microscopía Electrónica de Barrido.

SWCNTs Nanotubos de carbono de pared simple.

TEM Microscopio Electrónico de Transmisión.

XRD Difracción de rayos X.

1 CAPÍTULO I

INTRODUCCIÓN

La última década ha atestiguado la creciente demanda de los materiales compuestos, lo cual se atribuye a la manifestación de propiedades y características superiores, incluyendo la resistencia al desgaste, la disminución del coeficiente de fricción, la conductividad eléctrica y la dureza [1],[2], entre otras, así como la viabilidad del reaprovechamiento de recursos de un solo uso, cuya degradación natural se extiende por siglos; esta circunstancia promueve el cuidado ambiental [3] y la generación de tecnologías innovadoras y optimizadas, en relación con las exigencias actuales y prospectivas, fundamentadas en la investigación y el desarrollo de dichos materiales. Cabe destacar que la creación de nuevos materiales compuestos implica el mejoramiento de sus propiedades y características intrínsecas. El presente proyecto contempla la síntesis de un material compuesto novedoso, fundamentado en nano y microesferas de carbono derivadas de poliestireno expandido (EPS) reciclado, para su posterior caracterización, análisis y la definición de aplicaciones funcionales potenciales.

El presente proyecto enfatiza enfoques centrados en el cuidado al medio ambiente y la sustentabilidad, lo cual representa una continuación del trabajo desarrollado en los estudios de maestría, cuyo resultado fue la síntesis de nano y microesferas de carbono empleando el EPS como precursor, con la aplicación de los doce principios de la química verde [3]. En el presente trabajo, se propone la optimización del proceso de síntesis de las nano y microesferas de carbono, así como la subsiguiente incorporación de estas estructuras derivadas del EPS para la obtención de un compósito novedoso, con la mediata caracterización de sus propiedades físico-mecánicas en aras de potenciales aplicaciones.

La investigación continúa centrándose en los materiales compuestos reforzados con nanoestructuras de carbono, dada su capacidad para mejorar las propiedades intrínsecas de los materiales convencionales mediante la transmisión de atributos superiores, [4]. Por definición, los materiales compuestos deben contener dos o más materiales distintos; uno de estos componentes actúa como matriz en la cual se dispersan las partículas del otro material, el cual opera como refuerzo para la optimización de las propiedades. Se presenta la metodología propuesta con el objetivo de optimizar la gestión del tiempo en cada fase del proyecto y, de este modo, asegurar su conclusión oportuna y adecuada.

Se procederá a la caracterización de todos los compósitos desarrollados, con la finalidad de efectuar un análisis exhaustivo de las propiedades intrínsecas del nuevo material y, consecuentemente, definir una potencial aplicación.

OBJETIVOS

General

Crear un material compuesto en base a nanoestructuras de carbono multicapa y poliestireno con propiedades mejoradas Específicos

- Sintetizar nanoestructuras de carbono usando el poliestireno expandido como precursor por deposición química de vapor con diferentes variables de síntesis.
- Crear los materiales compuestos con diferentes concentraciones de nanoestructuras.
- Caracterizar estos materiales compuestos.
- Realizar las pruebas de dureza (microdureza Vickers), tribología y conductividad eléctrica en los materiales compuestos.
- Realizar los análisis y comparar los resultados obtenidos.

JUSTIFICACIÓN

Dada la significativa contribución que confieren al rendimiento de diversos productos y su trascendental aportación al avance de nuevas tecnologías, los materiales basados en nanoestructuras de carbono mantienen una relevancia considerable; por ende, su investigación debe orientarse hacia una perspectiva de sustentabilidad. Asimismo, el significativo potencial inherente a estos nuevos materiales en diversos campos y áreas de aplicación demandan la puesta en marcha de investigaciones más específicas, con el propósito de esclarecer posibles soluciones para las problemáticas contemporáneas. Dichas soluciones podrían enfocarse en la mitigación de la degradación por desgaste en materiales sometidos a entornos altamente corrosivos, la optimización de la lubricación de componentes o la mejora de la dureza superficial. Asimismo, pueden comprender la optimización de sus propiedades conductivas (eléctricas y térmicas), entre otras consideraciones, cuya comprensión resulta imperativa [5],[4].

HIPÓTESIS

La creación de un material compuesto, basado en nanoestructuras de carbono multicapa y poliestireno, podría resultar en una mejora sustancial de sus propiedades mecánicas y eléctricas, junto con una mitigación del desgaste.

2 CAPÍTULO II: MARCO TEÓRICO

2.1 Nanoestructuras de carbono

El desarrollo de materiales de carbono se ha convertido en un hecho tan trascendental que, al pasar de la macro a la nanoescala debido a la constante evolución de la nanociencia y la tecnología, estos avances en el estudio de los materiales de carbono estructurado han logrado el descubrimiento de diversos alótropos como el diamante, grafeno, carbono amorfo, nanotubos de carbono (CNTs) y puntos de carbono (CDs), etcétera. [6]. Los CNTs que están formados básicamente por hoja de grafeno o grafito (nanotubos de pared simple, nanotubos de pared doble o nanotubos de pared multiple respectivamente) enrollada en sí misma hasta formar un cilindro, con diversos diámetros [7] y las esferas de carbono (CSs) de tamaño nano y micro son una forma especial de estructura [8], ambas estructuras (CNTs y CSs) poseen propiedades inusuales que las vuelven atractivas para científicos e investigadores en diversos campos de investigación en las cuales destacan: la mecánica, la física, la electrónica y la médica por mencionar algunas [9]. Es debido al estudio de estas estructuras que se han desarrollado en gran medida nuevas tecnologías que de otro modo no habrían podido ser posibles de imaginar, lo que permitió dar un mayor impulso al avance de la ciencia e ingeniería en la ciencia de los materiales. En la figura 1 podemos observar algunas de las fechas más relevantes sobre el descubrimiento de los nanomateriales de carbono.

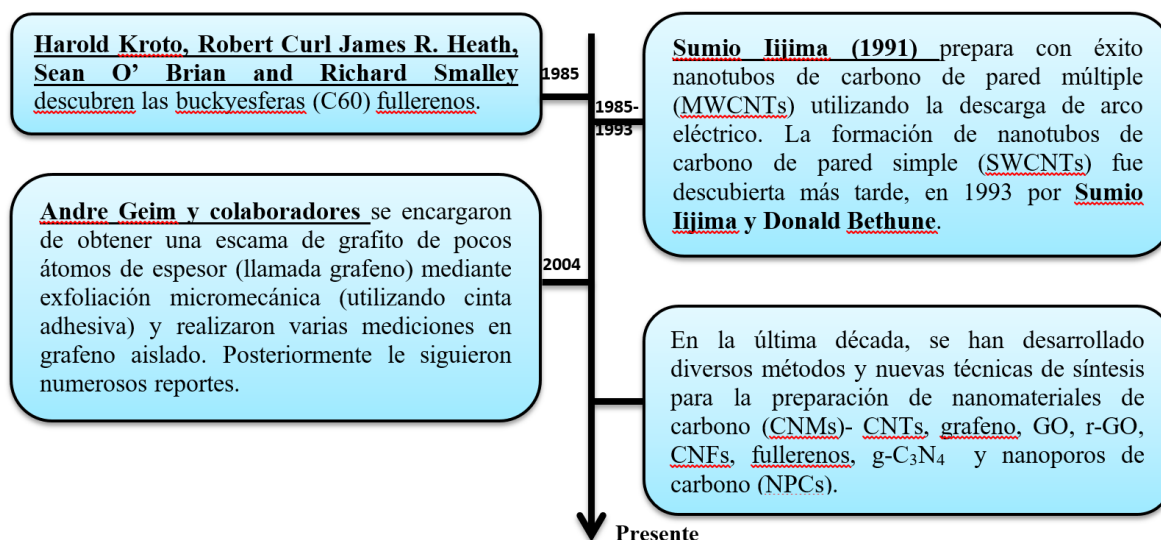


Figura 1 Línea general de tiempo de los CNMs [10]

2.2 Estructura de los nanomateriales de carbono

El carbono es uno de los cuatro elementos que más abundan en el universo y tiene la capacidad de lograr cualquier combinación posible debido a las hibridaciones de sus enlaces sp , sp^2 y sp^3 permitiéndoles formar una gran variedad de estructuras y morfologías, por efecto de la alotropía [11, 12].

El carbono presenta cuatro electrones de valencia, los cuales ocupan los orbitales: $1s^1$, $2s^2$, $2p_x^1$ y $2p_y^1$, estos electrones de valencia permiten formar enlaces covalentes, el carbono es un elemento tetravalente y forma hibridaciones sp^3 [12]. Para las hibridaciones sp^2 , tres de los cuatro electrones forman enlaces covalentes σ en un plano y el restante forma un enlace π [12]. Los electrones de los enlaces tipo π se encuentran deslocalizados, lo que provee al grafito y grafeno su conductividad eléctrica [12].

Otros nanomateriales (NMs) basados en carbono incluyen nanobeads, nanobarras, nanoesferas y nanodiamante, entre otros [13-17], cada uno con sus propiedades únicas como: dureza, anisotropía, superconductividad mediante dopaje por mencionar algunas [16]. Se denomina grafeno a una sola capa de carbono con unas estructuras simétricas hexagonales [18, 19]. Esta estructura es ampliamente usada para describir la estructura de muchos materiales de base en carbono, incluyendo a los nanotubos, grafito, fullerenos, etcétera [11, 17]. En la figura 2 se puede apreciar las diferentes estructuras que se forman a partir de una lámina de grafeno.

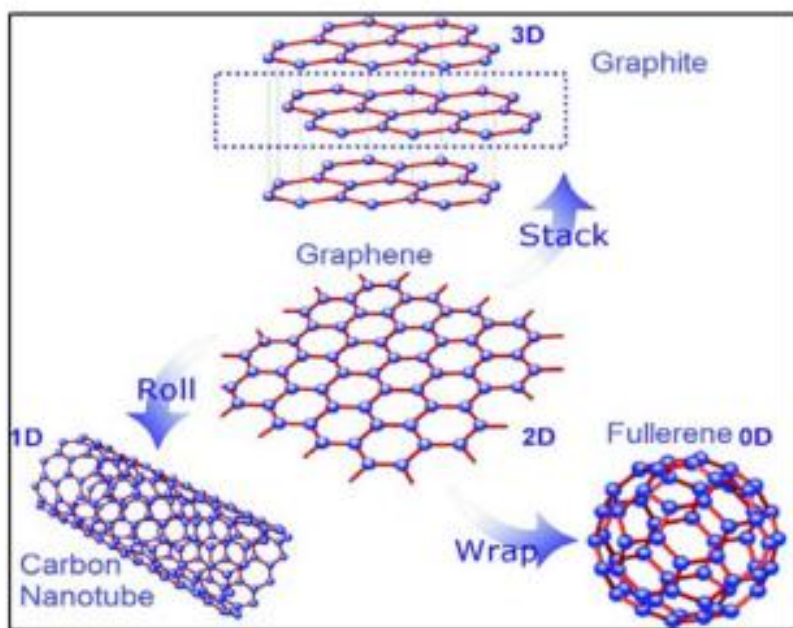


Figura 2 Algunas estructuras de carbono formadas a partir del grafeno [10]

Conforme avanza la tecnología en nuestra era, se espera que este desarrollo se dé a través de la producción y uso de las nanoestructuras, dentro de las cuales destacan las CSs (nano y micro) de carbono, CNTs y carbon nanobeads (CNBs) [18].

2.2.1 Fullerenos

Descubiertos por Harold Kroto en 1985, los fullerenos han sido el objeto de muchos estudios e investigaciones debido a las excelentes propiedades que estos presentan. Conformados principalmente por un número par de átomos de carbono con hibridación sp^2 , que forman 12 anillos pentagonales y m anillos hexagonales donde $m = (n-20)/2$ y n es el número de átomos de carbono en la molécula [18]. El carbono C_{60} es el fullereno que cumple con la regla del pentágono aislado, lo cual establece que los pentágonos deben estar separados por hexágonos, para lo que evita la inestabilidad inherente de los pentágonos unidos [18]. Los átomos de carbono C_{60} incompletos en los que cada átomo conforma un vértice, tienen una disposición geométrica y están conformados por 12 pentágonos y 20 hexágonos, lo que hace que todos los átomos de carbono sean equivalentes [18]. En la figura 3 podemos ver la formación del fullereno.

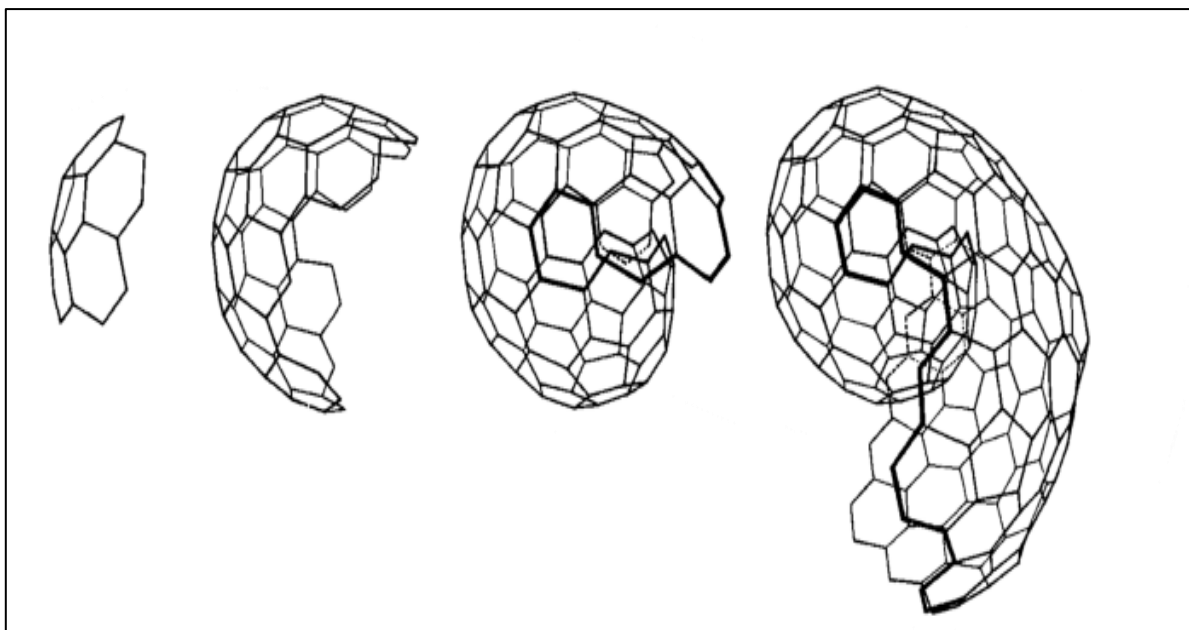


Figura 3 Proceso de nucleación icospiral para la formación de fullerenos [18]

2.2.2 Nanotubos de carbono

Los CNTs presentan una morfología cilíndrica conformada por arreglos hexagonales de átomos de carbono que presentan una hibridación sp^2 , su estructura interna es hueca y la superficie

suele estar formada por una o varias capas de grafeno [20] enrolladas una encima de la otra. Dependiendo de la cantidad de capas de grafeno podemos clasificar en:

- **Nanotubos de carbono monocapa (SWCNTs).** Los SWCNTs están formados por una lámina de grafeno con un diámetro de 1-2 nm [20]. Figura 4-a.
- **Nanotubos de carbono de dos paredes (DWCNTs).** Los DWCNTs están hechos de dos CNTs y los podemos distinguir porque el tubo externo encierra al tubo interno. El diámetro del tubo exterior es de 2-4 nm y el tubo interno 1-3 nm [20]. Figura 4-b.
- **Nanotubos de carbono de pared múltiple (MWCNTs).** Debido a la presencia de varias láminas de grafeno enrolladas una encima de la otra [20]. Figura 4-c.

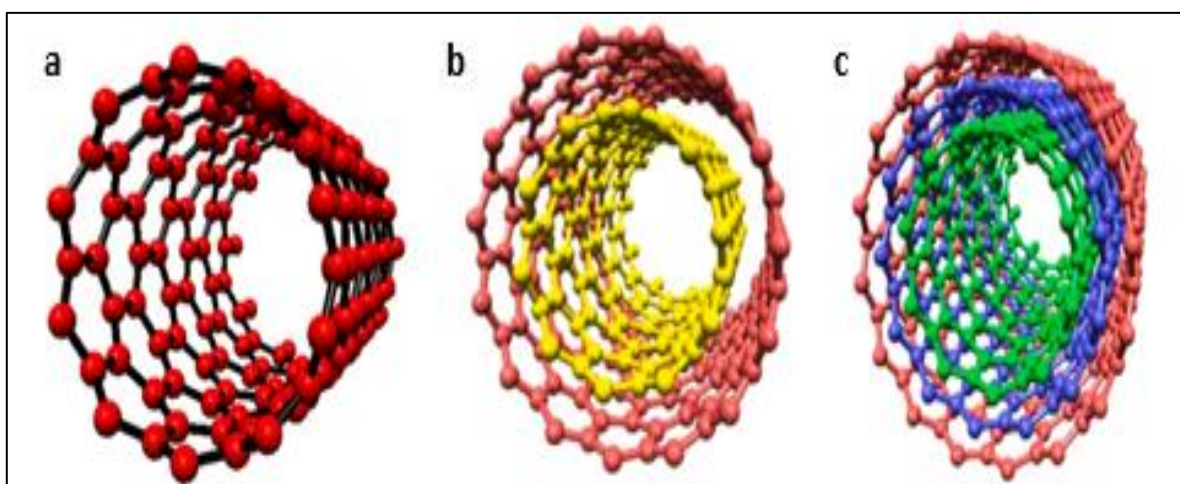


Figura 4 Vista superficial e interna de los CNTs: a) simple, b) doble y c) múltiple [20]

2.2.3 Grafeno

Grafeno es el nombre que recibe una sola lámina plana de átomos de carbono estrechamente empaquetados en una estructura bidimensional (2D), es una red cristalina con forma de panal, el carbono en el grafeno presenta sp^2 hibridación. [21]. Los fuertes enlaces σ en el plano actúan como la columna vertebral rígida y hexagonal, mientras que los enlaces π son los que controlan las interacciones entre las distintas capas de grafeno [21]. Los cambios estructurales del grafeno son debidos principalmente a la ausencia de uno o más átomos de carbono sp^2 o la presencia de uno o más átomos diferentes con hibridación sp^3 [21].

2.2.4 Esferas de carbono

La forma esférica de los materiales de carbono ha recibido diversos nombres, estas incluyen bolas de carbono, microbeads de carbono negros, microbeads mesoporosas, nanoesferas de carbono, cebollas, etcétera [8]. Se ha demostrado que muchas CSs están conformadas por

muchas capas de carbono y que suelen hacer capas concéntricas, rotas que provienen del núcleo [8]. Las CSs son atraídas entre sí por fuerzas de Van der Waals y esto da lugar al conjunto de aglomerados de CSs [8]. Cuando las CSs tienen diámetros inferiores a 1000 nm, tienden a acumularse, es decir, unirse para formar estructuras similares a collares de perlas [8].

CSs se pueden clasificar en cuatro categorías diferentes:

1. Esferas que pueden ser descritas como sólidas, con núcleo o huecas [8].
2. Según su textura nanométrica, es decir, si están formadas por capas concéntricas, radiales o aleatorias [8].
3. Según su tamaño, sobre todo su diámetro: esferas grafitizadas (2-20 nm), esferas menos grafitizadas (20-1000 nm) y beads de carbono (>1000 nm) [8].
4. Finalmente, pueden ser clasificadas en función del método de síntesis [8].

Como se puede observar, existe una amplia variedad de nanomateriales de carbono, cada uno de ellos presenta excelentes propiedades, estructuras y morfologías, lo que les permite tener una gran presencia en diversas áreas de aplicación. Son estas características que los hacen tan atractivos para su investigación a nivel internacional y que a un hay un amplio camino por abordar en el campo de las nanoestructuras de carbono (CNs). Por tanto, los CNs mencionados en este trabajo representan solo una parte de estos.

2.3 Métodos de síntesis de nanoestructuras de carbono mediante CVD

Actualmente hay una amplia variedad de métodos que permiten la obtención de nanomateriales de carbono, estos consisten en someter a los materiales carbonáceos a altas temperaturas, con lo que se logra obtener diferentes morfologías y propiedades, [11, 22] entre los métodos más frecuentemente usados están: el de descarga de arco eléctrico, por ablación láser, por electrolisis y de deposición química de vapor (CVD). Este último método es el que resulta más versátil por la amplia variedad de materiales de carbono que se pueden obtener, con sus distintas morfologías y propiedades. La deposición química de vapor es una técnica tan versátil que se pueden usar precursores carbónicos en diferentes estados de agregación (como metano, acetileno, benceno, naftaleno, entre muchos otros), pirólizando estos a altas temperaturas para la formación de nanoestructuras de carbono [23]. En la figura 5 puede observarse un diagrama del método de CVD.

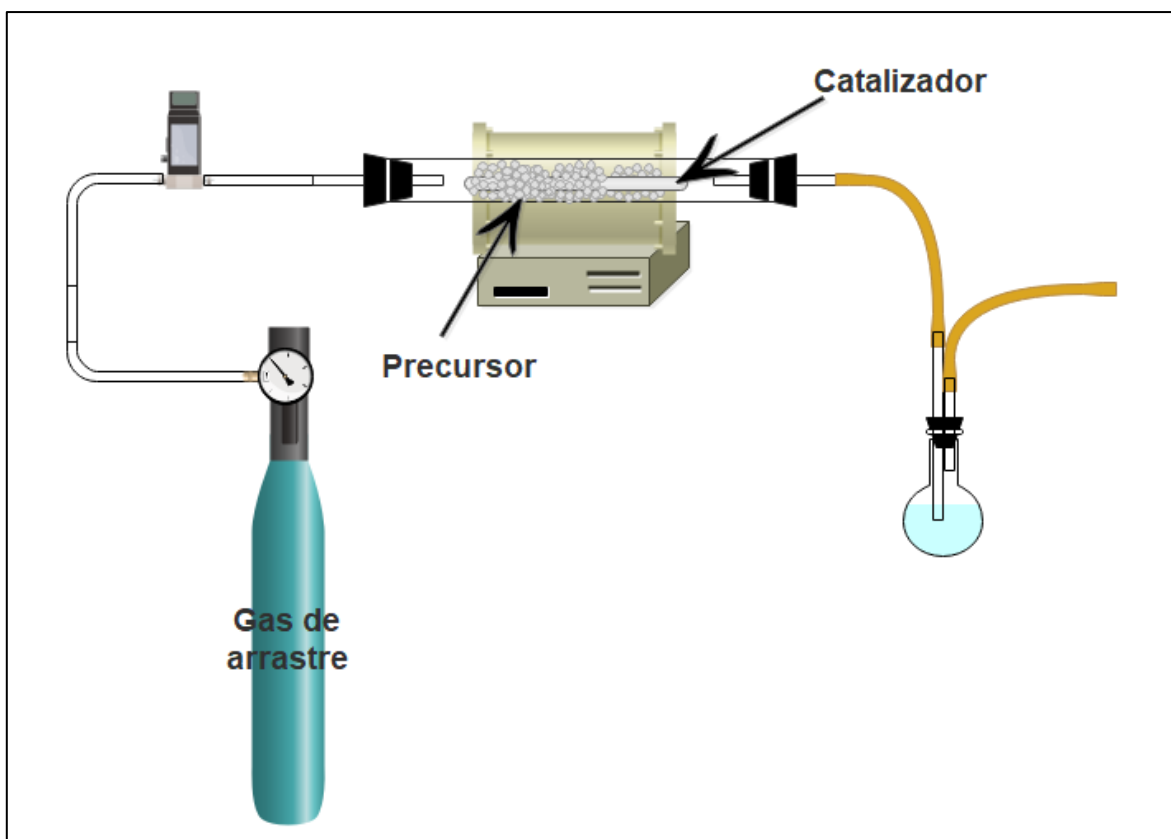


Figura 5 Método genérico de síntesis por CVD.

Debido a estas ventajas que presenta el método de CVD, es lo que permite que se pueda trabajar bajo los principios de la química verde que se retomará más adelante.

2.4 Polímeros

El término polímero hace referencia a un grupo unitario de átomos o moléculas que define una distribución característica para un polímero [24]. Los polímeros son materiales conformados por grandes cadenas de moléculas [24] la polimerización es un proceso mediante el cual pequeñas moléculas formadas por una unidad (conocida como monómero) o algunas unidades (denominadas oligómeros) se unen químicamente para crear moléculas más grandes [24], estas están unidas por un enlace covalente que particularmente tiende a presentar masas molares grandes [25]. El tamaño y la forma de un polímero están directamente relacionados con las propiedades inherentes del mismo, su forma tiene una relación muy característica con el tamaño de los monómeros que conforman sus moléculas, así como también las diferentes fuerzas de enlace (primario y secundario) que se encuentran dentro de las cadenas [26].

Los polímeros se clasifican de diversas maneras, que incluyen el tipo de síntesis molecular, la estructura resultante y la clasificación por familia química. La clasificación de los polímeros implica, en primera instancia, la distinción entre estructuras lineales y ramificadas (figura 6).

Un polímero lineal está formado por cadenas moleculares en forma de espagueti. En un polímero ramificado hay cadenas primarias y cadenas secundarias más pequeñas (ramales) que crecen de las cadenas principales [24]. Otra forma de describirlos es en función de su comportamiento mecánico y térmico, como polímeros termoplásticos y termoestables [24].

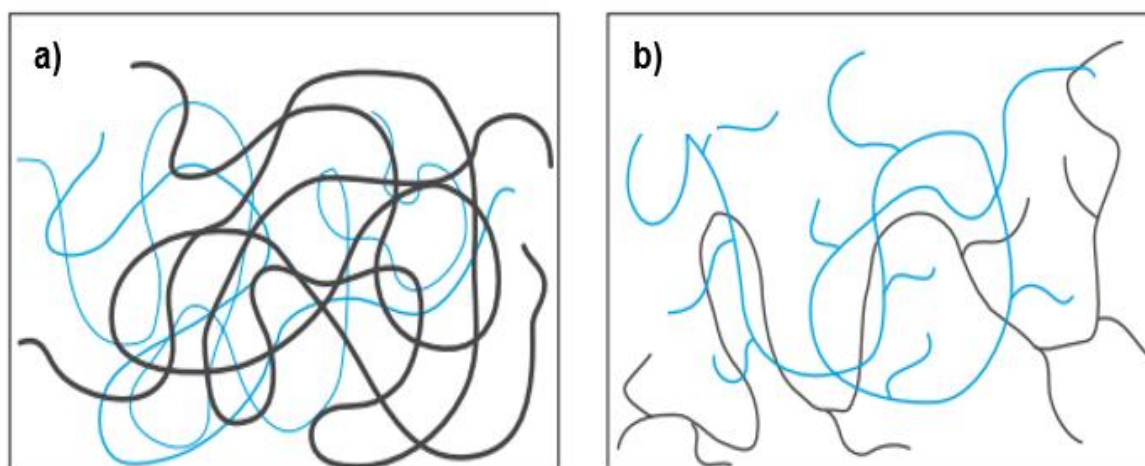


Figura 6 : Tipos de polímeros: a) lineal y b) ramificado [24].

Los **termoplásticos** están formados por grandes cadenas que se forman al unir monómeros; generalmente, se comportan de manera plástica y dúctil [24]. Las cadenas pueden o no estar ramificadas. Las cadenas individuales están entrelazadas. Entre los átomos de cadenas diferentes existen enlaces de Van der Waals relativamente débiles [24] mientras que los **termoestables** están constituidos por cadenas largas, (lineales o ramificadas) (figura 7), de moléculas fuertemente unidas por enlaces cruzados y entrelazados, formando estructuras tridimensionales de red [24]. Es pertinente señalar que la reciclabilidad de ambos tipos de polímeros es factible, aunque con la particularidad de que la revalorización del primero tiende a ser más sencilla, mientras que la del segundo presenta una mayor complejidad. Podemos mencionar que los **elastómeros** pueden ser termoplásticos o termoestables ligeramente entrelazados [24].

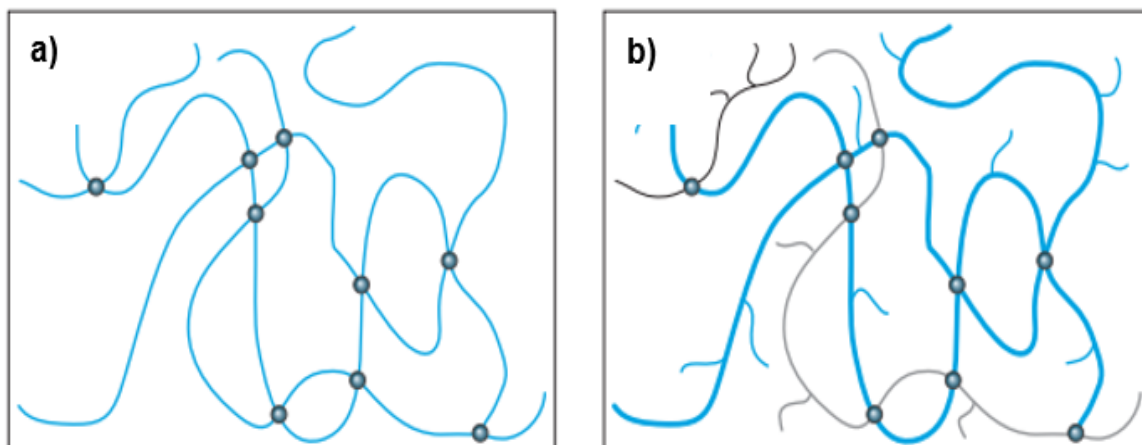


Figura 7 Polímero termoestable: a) sin ramificación y b) ramificado [24]

Los campos de aplicación de los polímeros demuestran una diversidad considerable. Estos abarcan una gran cantidad de sectores, desde la industria química, farmacéutica, automotriz y electrónica hasta la aeronáutica, entre otros sectores.

2.4.1 Mecanismos de polimerización

La creación de los polímeros se da por la formación de enlaces químicos entre los monómeros constituidos por moléculas de mayor tamaño. Los métodos de polimerización más comunes son los siguientes [27]:

2.4.1.1 Polimerización por adición de un monómero

Dependiendo de la naturaleza química del centro activo, la polimerización por adición de un monómero la podemos clasificar de tres maneras: aniónica, catiónica y radicalaria [28]. En este tipo de polimerización la masa del polímero debe ser igual al total de las masas moleculares del monómero sumadas que la conforman [28]. En la figura 8 podemos apreciar un ejemplo de este tipo de polimerización.

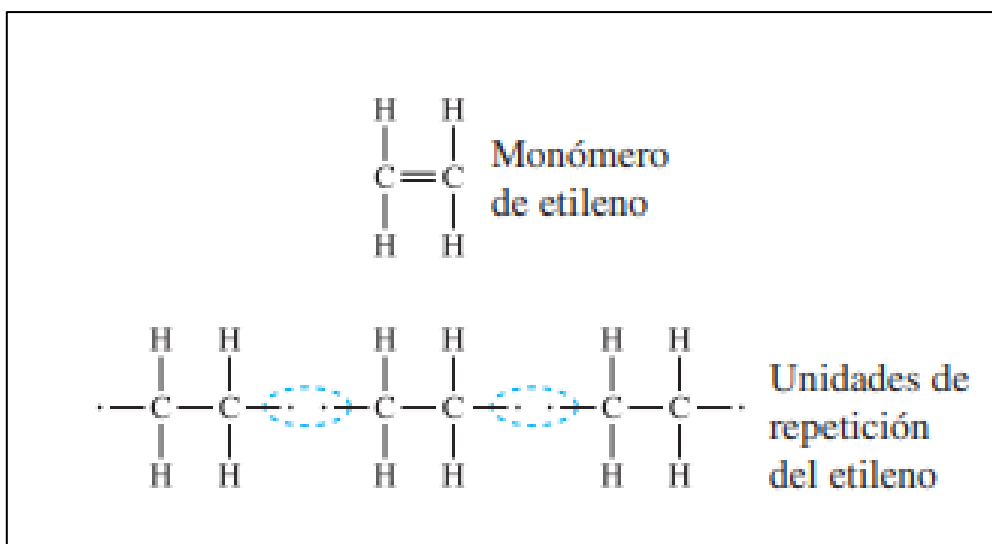


Figura 8 Reacción por adición para producir polietileno a partir de etileno [24].

2.4.1.2 Polimerización por condensación

Las cadenas poliméricas también pueden formarse mediante reacciones de condensación, (figura 9), o polimerización de crecimiento por pasos, produciendo estructuras y propiedades parecidas de los polímeros creados por adición de un monómero [24]. En la polimerización por condensación se crea una molécula relativamente pequeña (por ejemplo, agua, etanol, metanol, etc.), como resultado de la reacción de polimerización. Este mecanismo puede incluir diferentes monómeros como moléculas de inicio o precursoras [24].

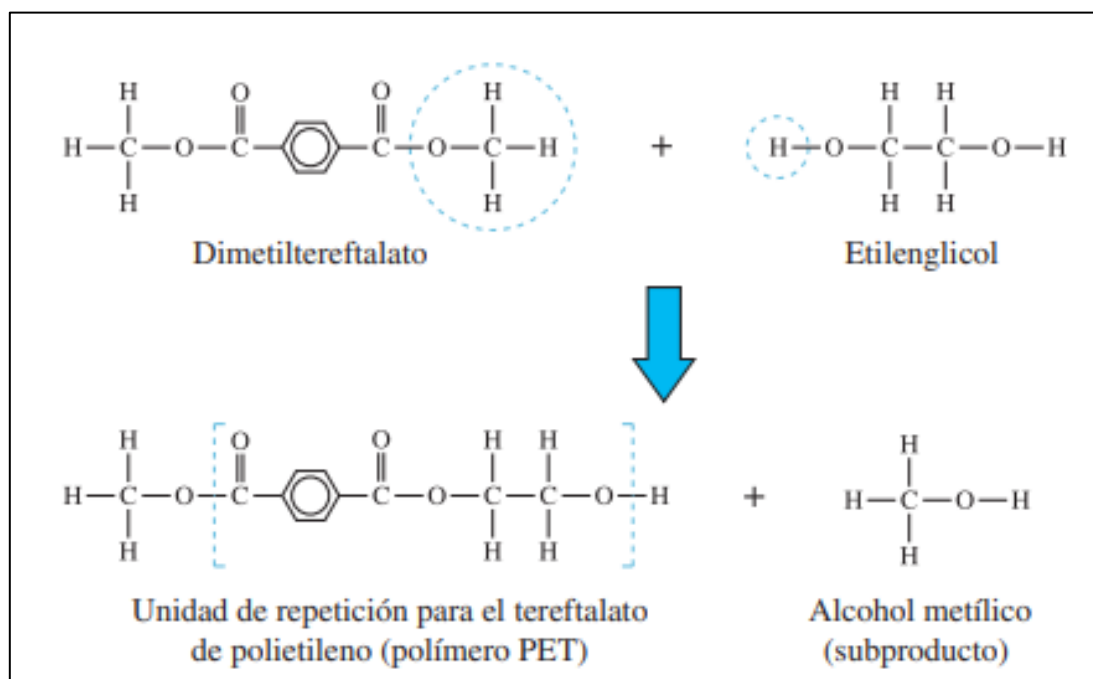


Figura 9 Reacción por condensación para producir el tereftalato de polietileno (PET) [24].

2.4.1.3 Polimerización por etapas

La polimerización en etapas se realiza por la reacción entre grupos funcionales, usualmente de distinta naturaleza, y se caracteriza porque cada etapa ocurre de manera independiente. Se conocen diferentes tipos de polímeros por etapas, la gran mayoría de ellos tienen importantes aplicaciones a niveles industriales y comerciales. [29].

2.4.2 Poliestireno

El monómero del estireno es usado ampliamente para la polimerización catiónica, polimerización aniónica, polimerización por radicales libres y por mecanismos de coordinación, esto se debe a un par de razones, la primera es la estabilización por resonancia de las especies reactivas de poliestireno en su estado de transición que reduce la cantidad de energía de activación de la reacción de propagación y la segunda es la por la baja polaridad del monómero, esto facilita el ataque de radicales libres, iones de diferente carga y complejos metálicos [30].

El poliestireno es manufacturado mediante la polimerización de radicales libres atácticos. Industrialmente la polimerización del estireno por radicales libres se lleva a cabo por volumen, en emulsión, en solución y en suspensión [30]. Comercialmente hablando, existen tres tipos de poliestireno: el de alto impacto, empleado en la producción de desechables (vasos, platos, etc.), cristal que se emplea en la fabricación de recipientes y EPS que tiene varios usos, por ejemplo: material de embalaje [29].

2.5 Principios de química verde

Durante la década de 1990 Paul Anastas y John Warner propusieron los “Doce principios de la química verde” [31]. Estos doce principios son una serie de "reglas de diseño" que tienen por objetivo ayudar a los investigadores a lograr el objetivo intencional de la sustentabilidad. Las principales características de la química se basan en una meticulosa planificación de la síntesis química y en el diseño molecular, que busca mitigar las consecuencias negativas que esto supone [31]. El objetivo primordial de la química verde y en concreto el de los doce principios de la química verde (figura 10), es la disminución de los riesgos que se pueden generar durante todas las etapas del proceso o ciclo de vida, lo que resulta ser menos costoso y más rentable.

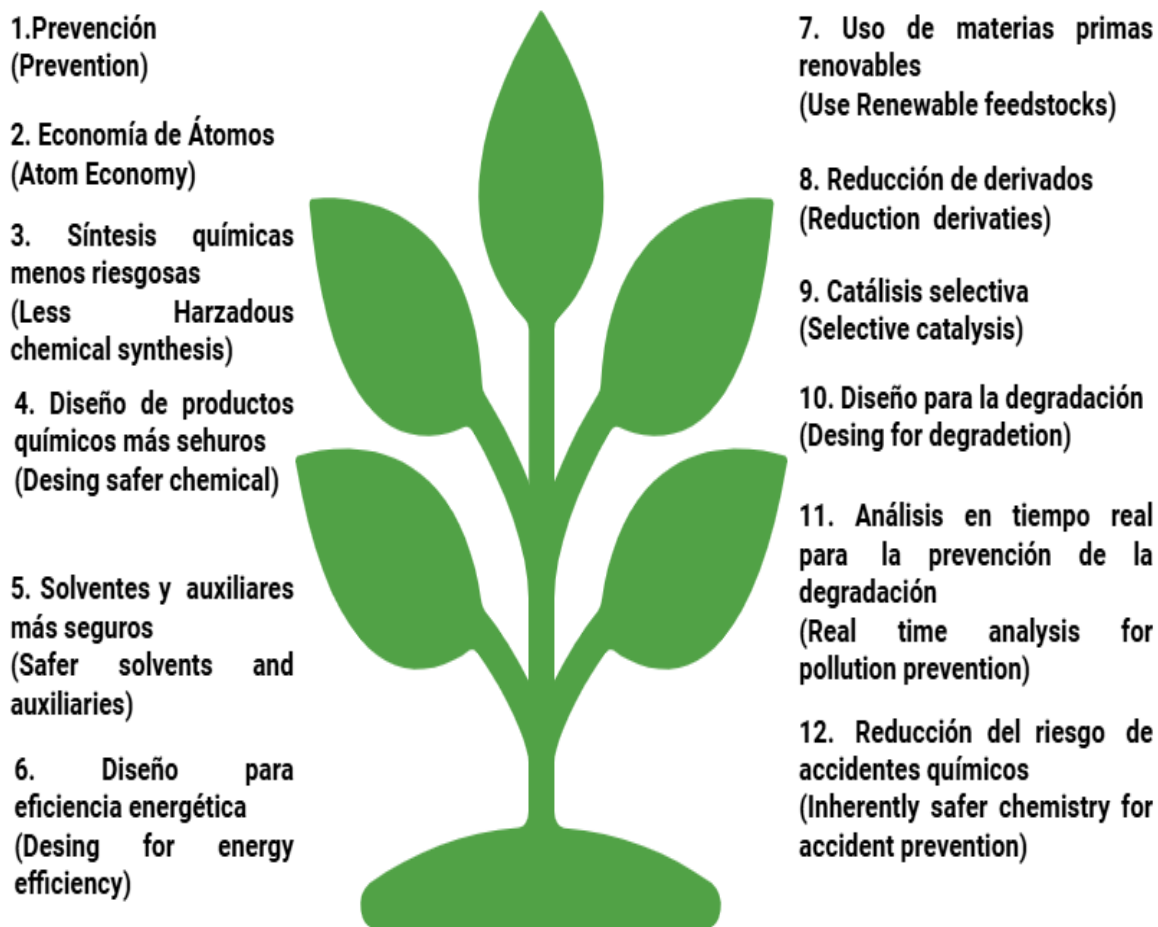


Figura 10 Doce principios de la química verde [31]

2.6 Materiales compuestos

Los compuestos se forman cuando dos o más materiales o fases, se utilizan juntas para obtener una combinación de propiedades que de manera individual no se puede lograr [24]. Los compuestos se pueden seleccionar para alcanzar combinaciones no usuales de rigidez, peso, densidad, desempeño a altas temperaturas, resistencia a la corrosión, dureza o conductividad [24]. Un material compuesto es un material que está conformado de un material base (matriz) y uno o más materiales de refuerzo.

2.6.1 Compósitos de nanoestructuras de carbono con poliestireno

Hoy en día la generación de materiales compuestos (polímeros) con nanoestructuras de carbono ha impulsado el desarrollo de nuevos materiales con excelentes propiedades, en algunos casos incrementando las propiedades mecánicas, conductivas (eléctrica y térmica) por mencionar

algunas [32, 33] . Actualmente existen diferentes métodos de fabricación de compósitos como lo son el mezclado de soluciones, por fundición y polimerización in situ [32, 33].

Los compósitos de matriz polimérica han ido ganando popularidad, ya que presentan mejores propiedades que los vuelven muy atractivos para diferentes campos de aplicación, presentando, por ejemplo: pesos ligeros, resistencia a la corrosión, flexibilidad y menor costo que los metales. Un factor importante para considerar en la mejora de estos materiales es la correcta dispersión de los nanomateriales de carbono en la matriz polimérica, por consiguiente, de no haber una buena dispersión, las propiedades de estos materiales en vez de mejorar se verían comprometidas de forma negativa. Se han alcanzado buenos resultados debido a la buena difusión de los nanomateriales de carbono mejorando las propiedades de diferentes polímeros como lo son:

- CSs/PMMA.
- MWCNTs/PMMA.
- MWCNTs/policaprolactama.
- MWCNTs/poliestireno funcionalizado.
- MWCNTs/PA6.

En donde se mejoraron de forma significativa los valores de microdureza y de conductividad eléctrica [32-35].

2.6.2 Nanoestructuras de carbono y polímeros

Debido a las mejores propiedades que presentan las CNs de forma natural, los investigadores han realizado diversos estudios en el área de polímeros y su interacción con estos CNs, con la finalidad de poder encontrar mejores combinaciones de las propiedades conductivas y mecánicas de los CNs, a un compuesto de matriz polimérica. Esto se puede lograr por medio de una correcta dispersión de las CNs en la matriz polimérica, que permita establecer una afinidad química en el material compuesto.

Hay diversos métodos ampliamente utilizados en la preparación de materiales compuestos, los más comunes para la preparación de compuestos de CNs y polímeros consiste en mezclar ambos componentes en un solvente y dejar evaporar, para que se forme la película compuesta. En todos los métodos de soluciones se incluye la dispersión del polvo de CNs por baño

ultrasónico, que mezcla las CNs dispersos en la solución del polímero método que ya ha sido reportado en otras investigaciones como la de Ambriz, et al [32].

2.6.3 *Propiedades mecánicas de los compósitos con CNs (CNTs & CSs)*

Ambriz-Torres y colaboradores observaron mejoras en la microdureza del polímero (polimetilmetacrilato, PMMA), en donde se añadieron CNTs (22.16 H V) y CSs (36.20 H V), con un porcentaje máximo de CNs del 4 % wt, en comparación con el PMMA prístino (14.5 HV) [32] . Otros investigadores han utilizado otros refuerzos (ZrO_2) obteniendo una microdureza máxima de 22.90 HV e incorporando un 10 % wt [32]. Como se puede observar, estas mejoras significativas se pueden atribuir a las CNs usadas como refuerzo y que están dispersas en la matriz polimérica, que contrasta cuando se usa otro tipo de material de refuerzo.

2.6.4 *Propiedades eléctricas de los compósitos reforzados con CNTs & CSs*

Los CNTs y las CSs presentan excelentes propiedades eléctricas debido a las hibridaciones sp^2 que presenta el carbono, esto le permite fácilmente poder transportar electrones por sus enlaces π . Añadir CNs a materiales que naturalmente son aislantes les transfiere y/o mejora la baja capacidad de condición eléctrica. Algunos autores han reportado mejoras en la conductividad eléctrica en PMMA al incorporarle CNTs ($8.45 \times 10^{-5} \text{ S/cm}$) y CSs ($7.98 \times 10^{-7} \text{ S/cm}$) al agregarle un porcentaje máximo de estas estructuras del 4 % wt, respecto al PMMA prístino ($7.17 \times 10^{-12} \text{ S/cm}$) [32] Otro estudio ha demostrado que un incremento máximo del 9 % wt de CSs en el PMMA mejora su conductividad en $1.66 \times 10^{-3} \text{ S/cm}$ [36]. Esto corrobora que las CSs son una alternativa para su uso como refuerzo en materiales poliméricos y que además permite mejorar las propiedades en materiales de estos nuevos materiales.

2.7 **Técnicas de caracterización de materiales**

La caracterización de los materiales es fundamental para la ciencia de los materiales ya que proporciona las características y propiedades de un material específico, basándose en técnicas que analizan y evalúan las muestras que han debido ser preparadas debidamente con antelación. Indudablemente los tipos de técnicas de caracterización que pueden ser empleadas varían, las más utilizadas tienen que ver con: la radiación de rayos X, el haz de electrones de alta energía y el espectro de luz visible, en ese sentido, las tres técnicas más utilizadas siguiendo este orden son: la difracción de rayos X, la microscopía electrónica y la microscopía óptica [37]. En la actualidad hay una mayor diversidad de técnicas de caracterización de materiales que pueden ser utilizadas, sin embargo, esto dependerá de las características propias del material antes de

ser analizado, procurando usar las técnicas que más se adapten para precisar sus características y propiedades. Para este trabajo se presentan algunas de las técnicas más utilizadas y necesarias para la caracterización de los nanomateriales de carbono.

2.7.1 Microscopía electrónica de barrido (SEM)

El SEM es sin lugar a duda es la técnica de caracterización más usada actualmente, es una de las primeras técnicas en ser utilizada, ya que permite realizar diversos análisis y mostrar una imagen visual [38], la cual se logra haciendo incidir un haz de electrones sobre la muestra barriendo toda la superficie de esta mediante el uso de un detector de electrones secundarios. La potencia y resolución pueden variar dependiendo del equipo. Así como la posibilidad de tener acceso a diversos análisis relacionados al equipo, tales como: espectroscopía de energía dispersa (EDS), técnicas de difracción, técnicas de electrones retrodispersados, entre otras (dependiendo del equipo) [38]. Por lo tanto, con ayuda del SEM se puede determinar la morfología, topografías y diámetros de los CNs, logrando determinar el tipo de estructuras de carbono sintetizadas. Algunas de las características que se puede resaltar son:

- Excelente resolución espacial con aumentos que oscilan entre 10x y 1.000.000x (dependiendo del equipo [38]).
- Calidad del enfoque, iluminación, contraste, etcétera [38].
- La versatilidad de analizar muestras de mayor o menor tamaño en comparación con la microscopía de transmisión que solo admite muestras pequeñas.
- Facilidad para la interpretación de las imágenes [38].
- Posibilidad de emplear programas comerciales para analizar y procesar la información proveniente de los archivos generados por el equipo SEM [38].

2.7.2 Espectroscopía de Energía Dispersa

El principio físico de la espectrometría de rayos X por un detector EDS se basa en la absorción fotoeléctrica de un fotón por el contenido activo de un semiconductor de silicio (Si), toda esa energía del fotón se transfiere a un electrón atómico de capa interna y que es expulsado con la misma energía cinética del fotón menos la energía de enlace (energía de ionización) [39]. Como consecuencia de esto, en la banda de conducción, los electrones libres se pueden mover como respuesta al diferencial de potencial aplicado entre la superficie de entrada del electrodo y la superficie opuesta, a través del espesor del cristal de Si, mientras que en los espacios positivos

de la banda de conducción se desplazan en dirección contraria, lo que da como resultado la absorción de electrones en la superficie posterior del ánodo del detector EDS [39]. En otras palabras, el detector EDS separa los rayos X de los elementos de una muestra dentro del espectro de energía [39]. Este espectro se analiza mediante el software del sistema EDS, lo que permite calcular la amplitud del elemento específico, es decir, la energía liberada de los fotones es convertida en señales eléctricas. Finalmente, se pueden hacer mapas de la composición química de los elementos de forma cualitativa como cuantitativa [39].

2.7.3 Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR)

El FTIR es uno de tantos métodos no destructivos que permite la medición en tiempo real, además sirve para identificar un material desconocido y la concentración de sustancias orgánicas e inorgánicas presentes en el [40], por lo tanto, la espectroscopia infrarroja busca las vibraciones moleculares de los grupos funcionales. Se puede asociar a los grupos funcionales con dichas bandas de absorción infrarroja particulares y que pertenecen a las vibraciones fundamentales de los grupos funcionales (Colthup et al.1975; Griffith y de Haseth 1986) [41]. Destacando que las vibraciones simétricas no son detectadas dentro del espectro infrarrojo, puntualmente, solo cuando una molécula tiene un centro de simetría, las vibraciones que sean simétricas respecto al centro serán imperceptibles en el infrarrojo. Por el contrario, todas las vibraciones asimétricas de las moléculas serán detectadas. Esta carencia de selectividad permite explorar las propiedades de casi todos los grupos químicos en la muestra, más cuando se trata de moléculas de agua o aminoácidos, que raramente pueden ser observadas por otras técnicas espectroscópicas [41, 42]

2.7.4 Espectroscopía Raman

La espectroscopía Raman es otra de las técnicas de caracterización de los nanomateriales con la cual se obtienen algunas propiedades importantes como: el número de capas, modo de cizallamiento, la anisotropía en el plano, dopaje, conductividad térmica y modos fotónicos, por mencionar algunos [43]. Una característica importante para los nanomateriales es la que corresponde a las frecuencias vibracionales específicas y posibles defectos causados por las hibridaciones de los enlaces de los CNs. Las bandas G y D son típicas para las estructuras de carbono y representan el grado de grafitización y de defectos presentes del material, los materiales grafíticos pueden presentar una fuerte señal en el rango $2500\text{-}2800\text{ cm}^{-1}$ que corresponde al sobretono de la banda D (G') [44]. El contraste de las intensidades de las bandas IG'/IG se relaciona con el número de capas de grafeno [44].

2.7.5 *Microscopía Electrónica de Transmisión*

La microscopía electrónica de transmisión (TEM) es una potente alternativa para examinar características increíblemente pequeñas, cuyas dimensiones son inferiores a 100 nm de tamaño o incluso a una escala atómica en ciertos casos [45]. Frecuentemente utilizado en los campos de la ciencia e ingeniería de materiales. Se ha usado cada vez más en el campo de la separación de membranas para caracterizarlas a micro y nanoescala (por ejemplo, la estructura de una membrana de ósmosis inversa de película fina o la de una capa de suciedad de la membrana), así como sus componentes (por ejemplo, la morfología y/o estructura cristalina de las nanopartículas incorporadas a las membranas) [45].

2.7.6 *Difracción de rayos X*

Otra potente técnica de caracterización es la difracción de rayos X (XRD) que permite caracterizar materiales cristalinos; esta provee información sobre el tipo de estructura, orientación cristalina preferida (textura), fases, etcétera. También ofrece otros criterios paramétricos de carácter estructural como la cristalinidad, el tamaño medio del grano, los defectos y deformación del cristal [46]. La formación de los picos por XRD es producida por una consecutiva interferencia de un haz monocromático de rayos X que se dispersa en ángulos específicos a cada conjunto de planos de red en la muestra. En consecuencia, las intensidades en los picos serán determinadas por la disposición de los átomos dentro de la red cristalina [46]. Estos rayos X son generados por un tubo de rayos catódicos, se filtran para producir una radiación monocromática, se coliman para concentrarlos y se dirigen hacia la muestra, por ende, las disposiciones atómicas periódicas de un determinado material se obtienen una huella digital del patrón de difracción de rayos X correspondiente [46]. Cada vez es mayor la tendencia científica que está asociada a mejorar esta técnica y actualmente el XRD es una técnica frecuentemente usada para el estudio de las estructuras cristalinas y del espaciado atómico [46].

2.8 Pruebas físico-mecánicas

2.8.1 Dureza de los materiales

El ensayo de dureza de materiales mide la resistencia a la penetración de la superficie de un material por un objeto duro. Existe una variedad de pruebas y ensayos de dureza, algunas de las más utilizadas son los ensayos Rockwell (DR) y Brinell (DB) para la macrodureza, figura 11, para las pruebas de microdureza se tienen los ensayos Knoop (DK) y Vickers [24]. En los ensayos de macrodureza comúnmente se usan una esfera de acero de diferentes diámetros para materiales blandos y un indentador de diamante o Brale para materiales más duros, mientras que para los ensayos de microdureza las indentaciones generan marcas tan pequeñas que es necesario el uso de un microscopio para poder obtener la medida [24]

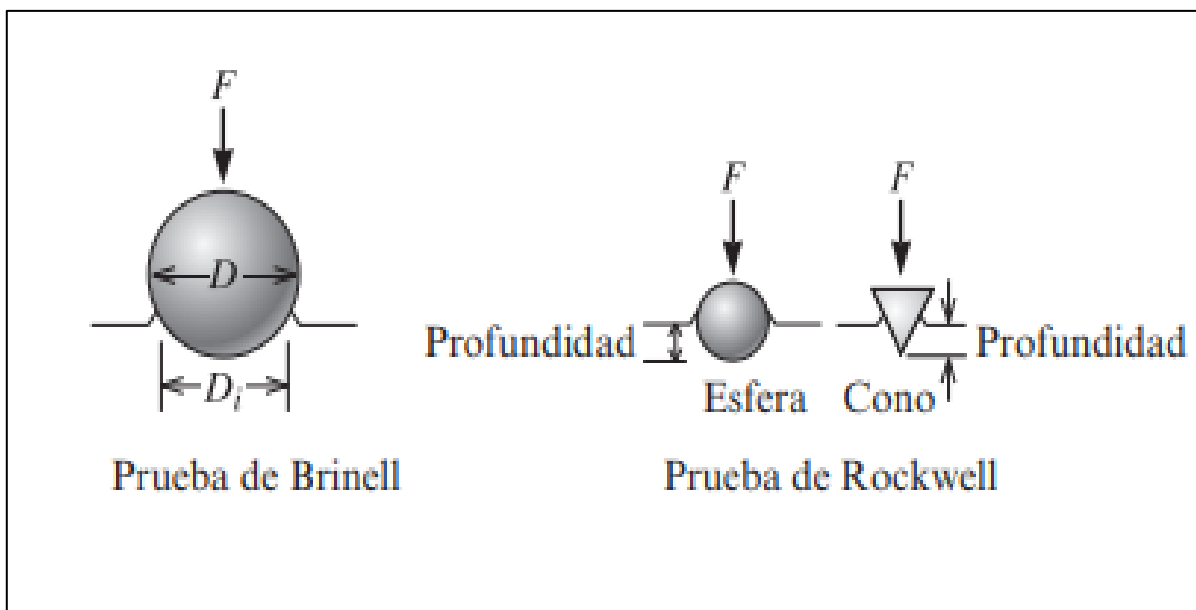


Figura 11 Indentadores para ensayos de macrodureza Brinell y Rockwell con diferentes puntas [24]

Estas pruebas de microdureza (figura 12) también pueden ser aplicadas para analizar compósitos poliméricos, con la finalidad de poder comparar las propiedades de los compósitos con y sin nanoestructuras para confirmar si realmente existe una mejora en función de la dureza y resistencia del material [32, 47]

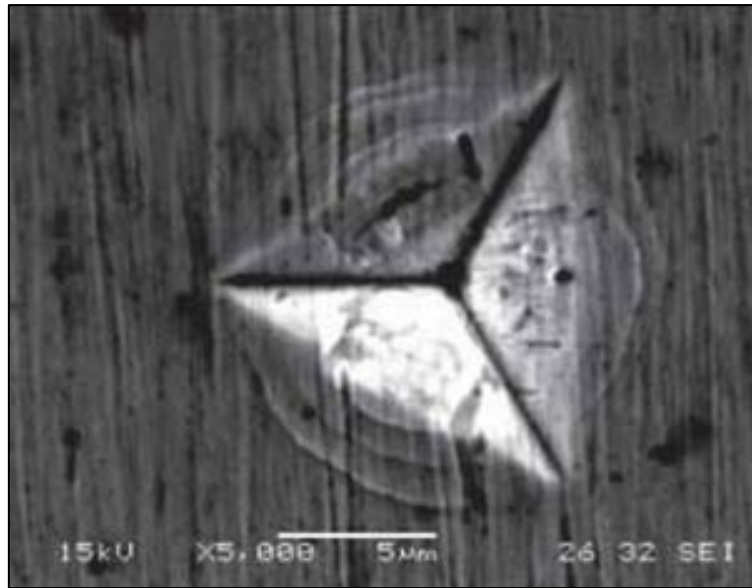


Figura 12 Micrografía de un ensayo de microdureza hecho con una punta Berkovich (pirámide de tres lados) [24].

2.8.2 Tribología

La historia de la tribología puede ser rastreada hacia el año 1800 a.C. (Egipto), donde se usaban lubricantes (base de agua y aceite), utilizados para reducir la fricción entre las superficies de deslizamiento de sus esculturas que podían pesar 60 toneladas [48]. El estudio de la tribología se centra en las pérdidas que se producen por fricción y desgaste, que se generan en las zonas de lubricación superficial y mixtas durante el movimiento transitorio. Se han realizado diversos estudios que comprobaron la excelente estabilidad mecánica y química de las CSs, usadas como aditivo para lubricantes con una composición del 3% de CSs suspendidas en un aceite de motor SAE 5W30, donde se mostró una reducción sustancial de la fricción y desgaste (10 a 25%) en contraste con el aceite sin aditivos, sin cambios en la viscosidad; esto es debido a que las esferas actúan como rodamientos entre las superficies reduciendo el coeficiente de fricción y desgaste [49].

2.8.3 Conductividad eléctrica

En la actualidad existen diversas técnicas o métodos para evaluar las propiedades eléctricas en un material, tal es el caso de los llamados materiales semiconductores. Un método frecuentemente usado es el de Van der Pauw que permite medir la resistividad del material de una muestra con forma rectangular o cuadrada y con un espesor mucho menor que el ancho del material. Este método consiste en hacer pasar un flujo de corriente a través de dos puntos en la muestra, en donde el voltaje se mide desde los otros dos extremos. Normalmente se usa una

fuentes de poder para suministrar el voltaje, mientras que la intensidad es medida con un multímetro [36]. En la figura 13 se puede apreciar el método de Van der Pauw.

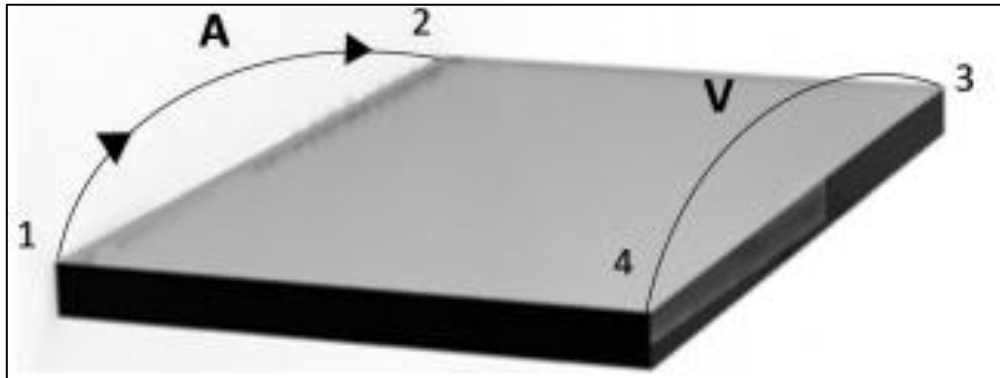


Figura 13 : Esquema del método Van der Pauw [36].

Otra alternativa para obtener la conductividad eléctrica en un material compuesto es el método de los cuatro puntos, este método tiene cuatro contactos o puntas alineadas sobre la superficie del material, figura 14, aplicando corriente en los extremos y midiendo el voltaje al centro, esto lo hace volver un método sencillo, rápido y adecuado para muestras uniformes.

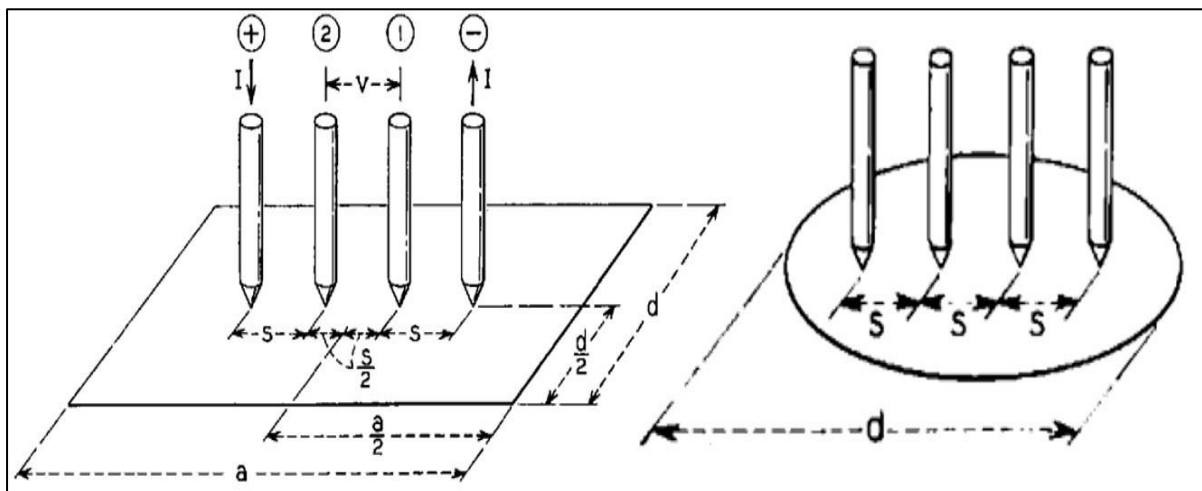


Figura 14 Arreglo del método de los cuatro puntos en una muestra rectangular [50].

Este último método es sumamente útil en materiales que tienen una alta resistividad en películas delgadas en donde otros métodos pueden ser menos precisos, además de ser un método sumamente sencillo de aplicar.

3 CAPÍTULO III: METODOLOGÍA

A continuación, se describen los materiales, métodos y equipos usados, en la obtención de CNs y obtención de los compósitos de CSs y EPS.

Esta metodología consta de sintetizar CNs multicapa usando como precursor el poliestireno expandido mediante deposición química de vapor para obtener las cantidades necesarias para su caracterización y empleo en la creación de compósitos. La figura 15 muestra el proceso general de investigación.

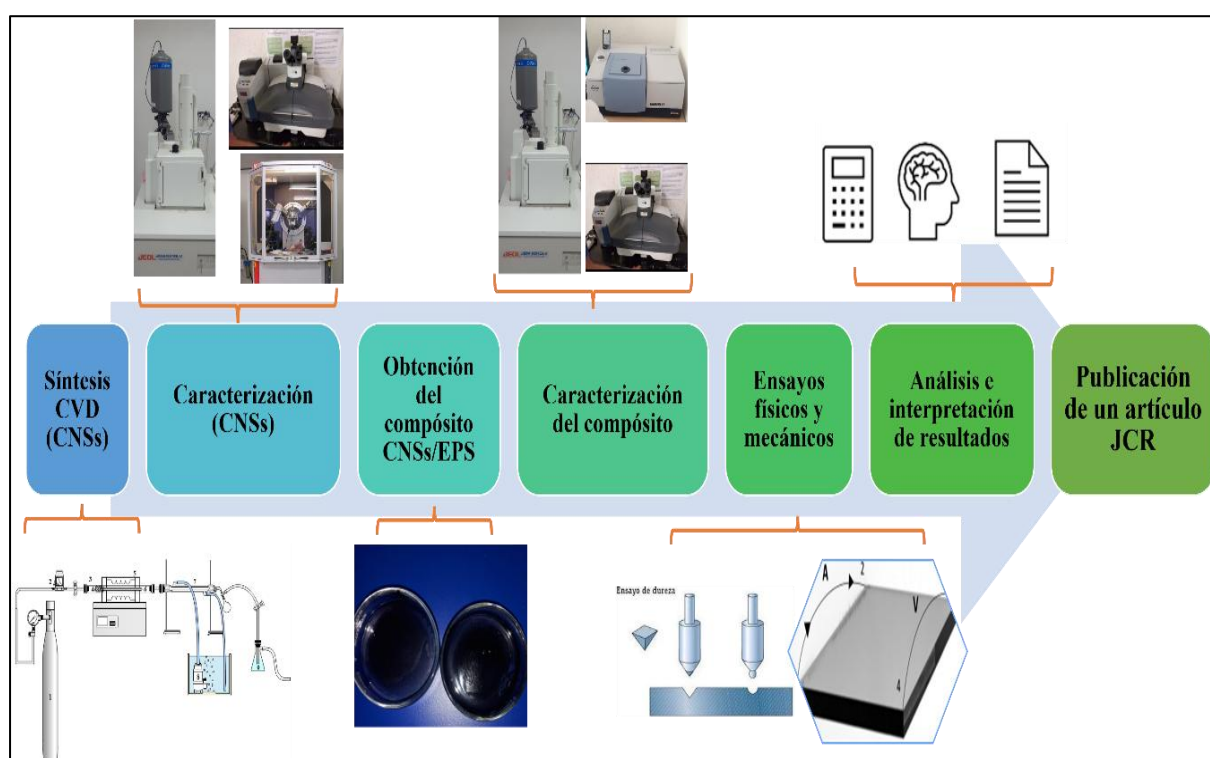


Figura 15 Metodología general de la investigación.

Esta metodología fue dividida en 2 fases:

La primera fase comprendió la síntesis de CNs a partir de un precursor reciclado de EPS usando un catalizador AISI 304 (una aleación de acero), manteniendo períodos temporales reducidos y una temperatura de 850 °C y con dos flujos diferentes (un caudal bajo de diez mililitros por minuto (10 ml/min) y un caudal elevado de sesenta mililitros por minuto (60 ml/min)) del gas de arrastre (argón). Una vez sintetizadas las CNs, se procedió a la recolección mecánica desde la superficie de la aleación de acero; posteriormente, se efectuó su pesaje y, subsiguientemente, se llevó a cabo las caracterizaciones pertinentes, a saber: SEM, EDS, FTIR, RAMAN y XRD.

La segunda fase involucro la obtención del material compuesto con diferentes concentraciones (1.6, 3.2, 4.8 y 5.6 % en peso) según lo sugerido por otros autores [51, 52] utilizando el mismo

polímero, pero con diferentes CNs. Posteriormente, se efectuó las caracterizaciones previamente delineadas en la fase inicial. Una vez caracterizados los materiales compuestos, se procedió a la ejecución de ensayos físicos y mecánicos, incluyendo microdureza Vickers, conductividad eléctrica mediante el método de los cuatro puntos y tribología. Finalmente, tras la obtención de los resultados de estos ensayos, se llevó a cabo un análisis exhaustivo para derivar las conclusiones pertinentes.

3.1 Materiales y reactivos

Argón de alta pureza (INFRA); es un gas incoloro, inodoro e insípido, el cual está almacenado en un cilindro a presión.

Catalizador AISI 304 (La Paloma Metales); es un acero austenítico, no templable antimagnético, con resistencia al golpe y excelente ductilidad.

Poliestireno expandido (C_8H_8)_n; es un polímero termoplástico obtenido de la polimerización del estireno, el cual tiene una temperatura de pirólisis de 350 a 400 °C y presenta una temperatura de transición vítrea (Tg) o punto de ablandamiento de 100 °C con pentano como agente expansor. El EPS se obtuvo del reciclaje del embalaje para diversos productos, desechables y a granel.

Tolueno ($C_6H_5CH_3$) Sigma-Aldrich es un líquido incoloro que presenta un olor aromático característico. Es inmiscible en agua y es menos denso que este solvente.

3.2 Síntesis de CNs

El método de obtención de CNs empleado para la presente investigación se basó en la técnica de CVD, ilustrada en la figura 16. Este proceso implicó la exposición de un precursor carbonáceo a temperaturas elevadas dentro de un reactor, compuesto por un tubo de cuarzo de 60 centímetros de longitud y 2,54 centímetros de diámetro, en el cual se procedió a la introducción del catalizador de acero inoxidable (AISI-304). Dicho sistema empleó un horno tubular Thermo Scientific modelo F21135. Las condiciones de síntesis (tiempo-temperatura) fueron determinadas a través de un *diseño de experimentos de Taguchi*, cuyo *arreglo ortogonal L9 (3²)* se aplicó, centrando la optimización en la minimización del tamaño de las CNs obtenidas; este objetivo se expresa mediante la siguiente ecuación:

Ecuación 1 Más pequeño es mejor:

$$\frac{S}{N} = -10 \log_{10} \left[\frac{1}{n} \sum_{i=1}^n Y_i^2 \right] \dots\dots\dots Ec (1)$$

Dónde:

- ❖ S/N: es la relación señal-ruido.
- ❖ n: el número de respuestas en la combinación de niveles y factores.
- ❖ S: es la desviación estándar de las respuestas para la combinación de niveles y factores.
- ❖ Y: son las respuestas para la combinación de niveles y factores [53].

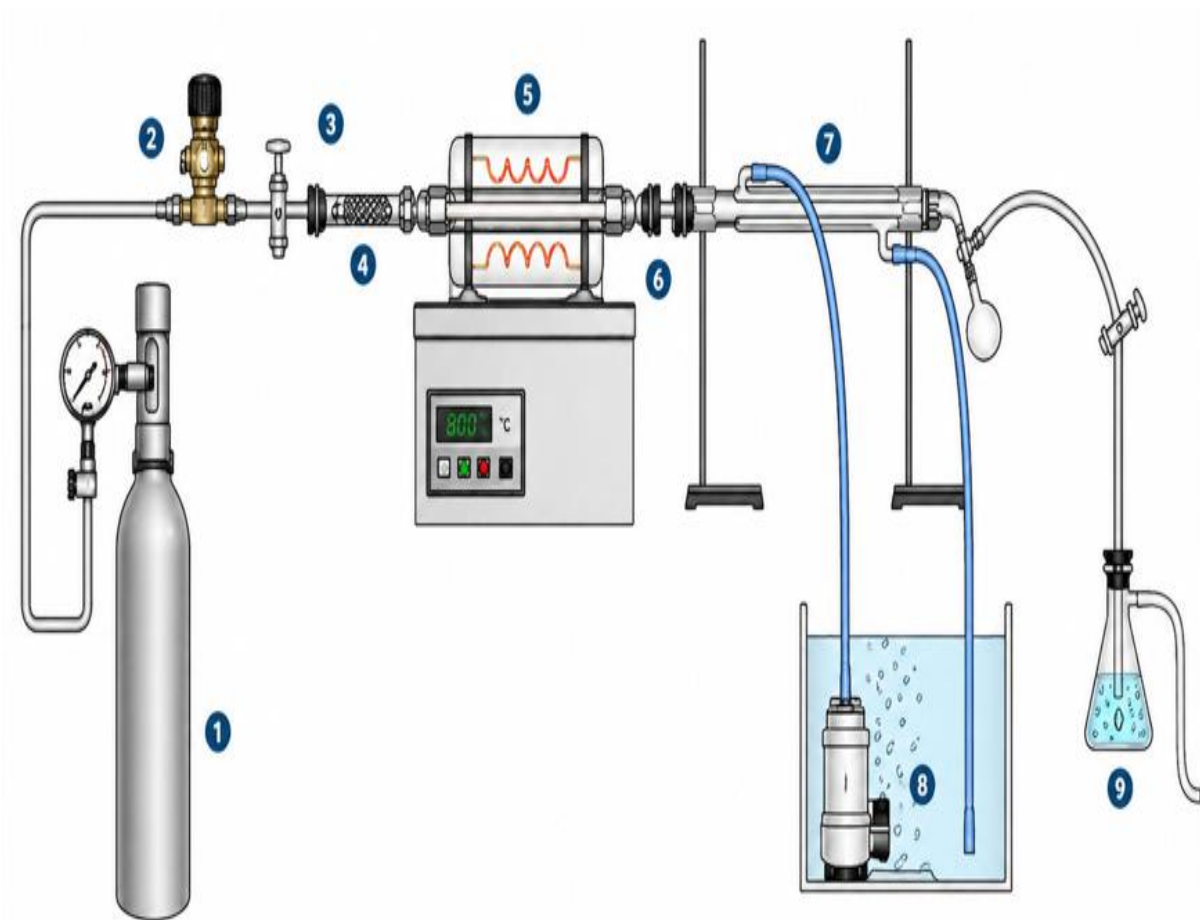


Figura 16 Diagrama esquemático del proceso de CVD. Se delinean los siguientes componentes: (1) gas de arrastre (argón de alta pureza); (2) flujómetro; (3) tubo de cuarzo; (4) precursor (EPS); (5) horno tubular; (6) catalizador (AISI 304); (7) condensador; (8) bomba de agua y (9) trampa de acetona.

3.3 Síntesis de Compósitos de Nanoestructuras de Carbono

Posterior a la síntesis de las CNs, se llevó a cabo la formación de los compósitos, empleando diversas concentraciones. Este procedimiento implicó la aplicación de las relaciones porcentuales especificadas en la tabla 1.

Tabla 1 Composición porcentual en masa de los compósitos

COMPÓSITO	GRAMOS CNs		GRAMOS DE EPS		SOLVENTE ml
1	0.0064	(1.6 %)	0.3936	(98.4 %)	2
2	0.0128	(3.2 %)	0.3872	(96.8 %)	2
3	0.0192	(4.8 %)	0.3808	(95.2 %)	2
4	0.0224	(5.6 %)	0.3776	(94.4 %)	2

Se observa que el peso total del compósito ascendió a 0.4 gramos, lo cual representa el 100 % de la masa disuelta en dos mililitros de tolueno. Con estas proporciones se efectuó la disolución del polímero (EPS) en conjunto con los CNs en un vial. Posteriormente, con el propósito de alcanzar una dispersión homogénea de los CNs en el polímero, la mezcla fue sometida a un baño ultrasónico (Sonicador Branson 1000) durante un lapso de 30 minutos (figura 17) Posteriormente se vacía sobre una caja Petri y se deja secar a temperatura ambiente por 24 horas

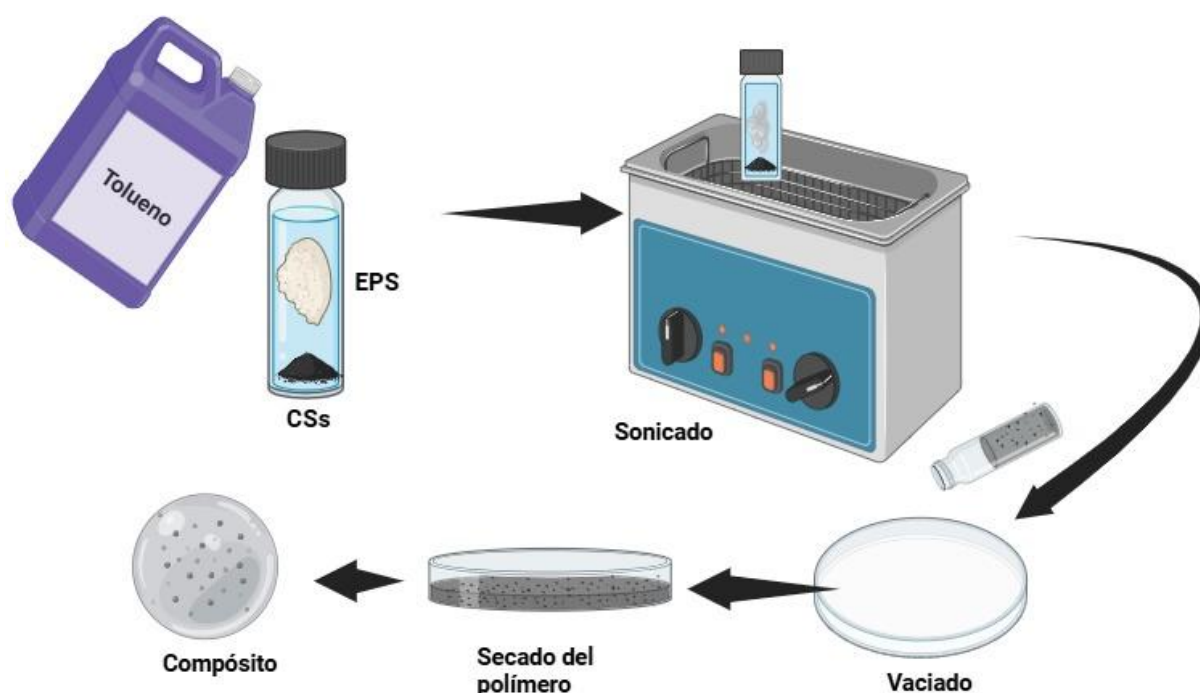


Figura 17 Preparación de los compósitos de CSs/poliestireno.

Tras la obtención de los distintos compósitos, se procedió a la medición precisa de su espesor usando un medidor de espesor de recubrimiento HW300PRO, figura 18, el cual tiene un rango de medición de 0 a 2000 μm con una variación de ± 3 por ciento.

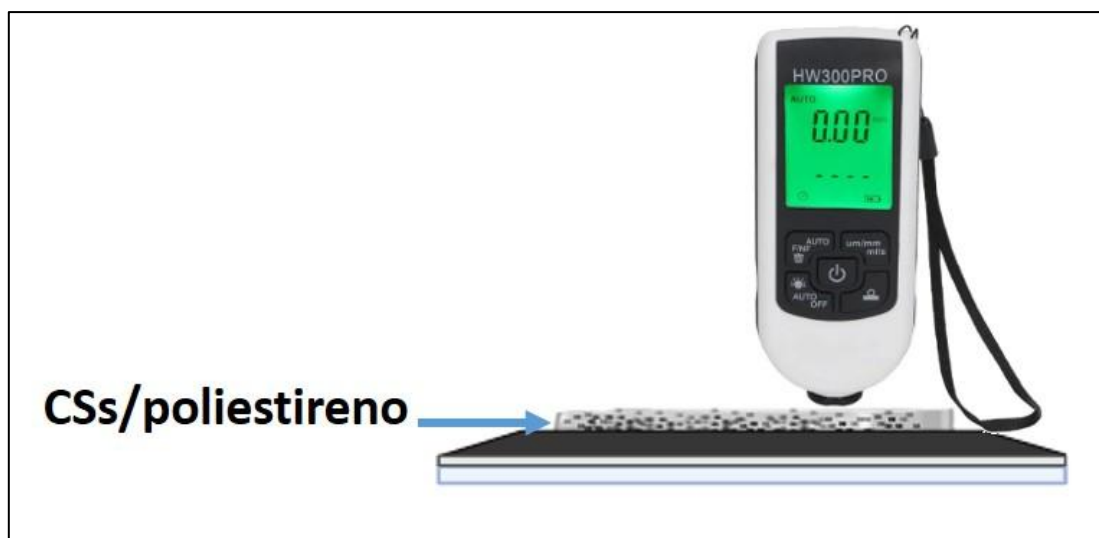


Figura 18 Medidor de espesores para recubrimiento ferrosos y no ferrosos.

3.4 Equipos de caracterización

3.4.1 Microscopía electrónica de barrido

Con el fin de elucidar la morfología de las CNs sintetizadas y de los compósitos elaborados, se emplearon dos equipos de microscopía electrónica de barrido: un SEM Jeol JSM-IT300 (figura 19a), localizado en la Escuela Nacional de Estudios Superiores UNAM campus Morelia, y un FE-SEM, JEOL 7600 F (figura 19b), ubicado en el Centro de Investigaciones en Micro y Nanotecnología (Microna) de la Universidad Veracruzana. Para la ejecución de este análisis, se procedió al recubrimiento de las muestras (CNs y compósitos) con oro, utilizando una evaporadora de oro modelo Denton Vacuum Desk.

3.4.2 Espectroscopía de energía dispersa

La determinación de la concentración de los elementos presentes en las muestras se realizó de manera puntual y por área, utilizando un detector acoplado al microscopio electrónico (figura 19 a, b).

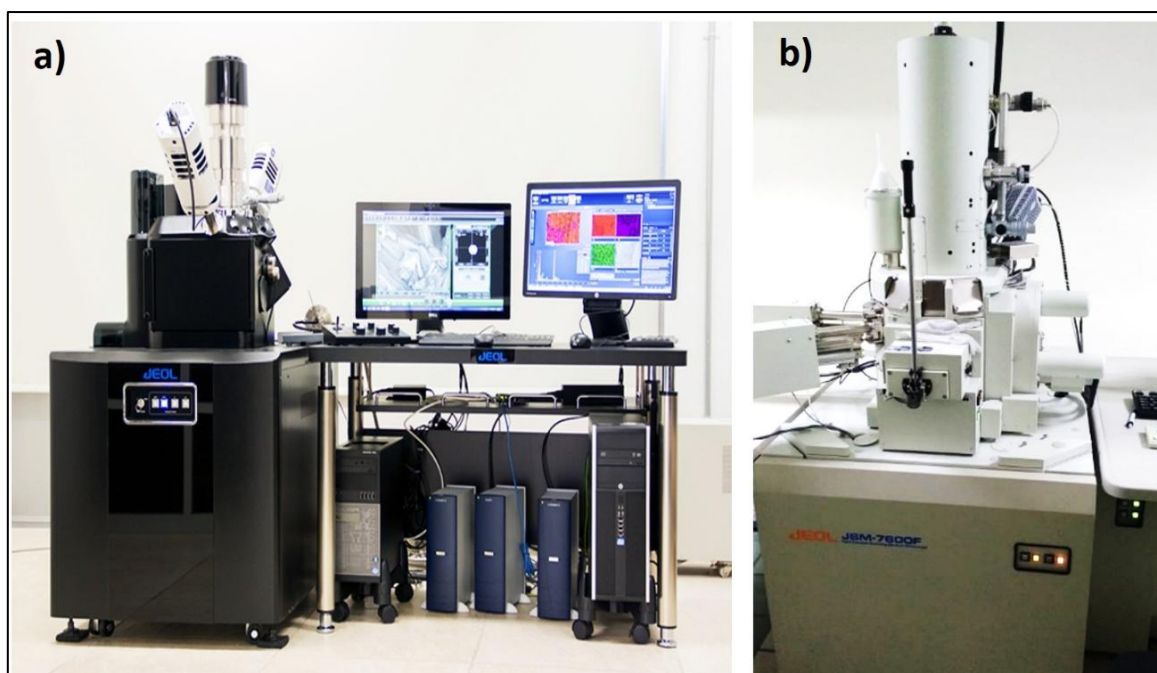


Figura 19 Equipo de microscopía electrónica: a) SEM y b) FESEM.

3.4.3 Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier

Los espectros infrarrojos de CNs y de los compósitos fueron registrados mediante la instrumentación del equipo Perkin Elmer Precisely Spectrum 400 (figura 20), equipado con un accesorio de reflectancia total atenuada (ATR) y en el Laboratorio de Polímeros del Edificio Alfa, adscrito a la Facultad de Ingeniería Química de la Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo. El rango de medición abarca de 4000 a 650 cm^{-1} , con cuatro barridos por muestra.



Figura 20 Espectrómetro infrarrojo por transformada de Fourier, Spectrum 400.

3.4.4 Espectroscopía Raman

La medición de los espectros Raman fue efectuada mediante la utilización del equipo Raman Thermo Scientific DXR Raman cuyo rango de escaneo abarcó de 100 a 3500 cm^{-1} con una longitud de onda de 532 nm, (figura 21), de Microna, en la Universidad Veracruzana.



Figura 21 Espectrómetro Raman.

3.4.5 Difracción de rayos X

La cristalinidad de las CNs y análisis de fases fue efectuada mediante la instrumentación del difractómetro de rayos X Bruker D2 Phaser (Cobre K-alfa ($\text{Cu-K}\alpha$), 30 kV, 10 mA) (figura 22), con un intervalo de medición de 10 a 90° en 2θ . El equipo se ubica en la Escuela Nacional de Estudios Superiores, Universidad Nacional Autónoma de México (UNAM) Campus Morelia, el cual opero con un tiempo de 0.75 segundos y un tamaño de paso de 0.02°.



Figura 22 Equipo de difracción de rayos X.

3.4.6 Microdureza Vickers

La ejecución del ensayo de microdureza Vickers se llevó a cabo con el equipo Mitutoyo Hardness Testing Machine HM-200, figura 23, ubicado en el Instituto de Investigaciones en Metalurgia y Materiales de la UMSNH, usando una carga de 0.02 kg y un tiempo de carga de 15 s, realizando siete indentaciones por muestra.



Figura 23 Microdurómetro Mitutoyo HM-200.

3.4.7 Resistividad y conductividad eléctrica

El análisis de la resistividad eléctrica en los compósitos se realizó empleando el equipo KEITHLEY 8009 (figura 24), ubicado en Microna de la Universidad Veracruzana, para muestras segmentadas a un tamaño de 10 x 10 mm con un espesor medio de 0.17 mm. La determinación de la resistividad de las películas poliméricas mediante este equipo se efectuó a través de la siguiente ecuación:

Ecuación 2 Resistividad eléctrica:

$$\rho = \frac{\pi t}{\ln 2} R \dots\dots\dots Ec (2)$$

En donde:

- ❖ ρ : resistividad eléctrica.
- ❖ R: es la resistencia medida.
- ❖ t: el espesor de la muestra [32]

La determinación de la conductividad eléctrica (σ), tanto para el polímero prístino como para los compósitos, se logró a partir del inverso de la resistividad eléctrica (ρ). En todas las muestras se efectuaron cinco mediciones. La evaluación de los compósitos se llevó a cabo a 50 V, con una corriente que osciló entre $1.00E^{-6}$ y $8.12E^{-12}$.



Figura 24 Equipo de medición eléctrica: Método de los cuatro puntos.

3.4.8 Tribología

La evaluación de los ensayos de tribología, concernientes al desgaste por fricción, se efectuó empleando un tribómetro CSM (Critical Sliding Mass) ubicado en las instalaciones de Microna, adscritas a la Universidad Veracruzana (figura 25). Esta evaluación se realizó sobre el polímero prístino y los compósitos de CSs/poliestireno, utilizando un pin cilíndrico provisto de una esfera de 100Cr6 bajo las siguientes condiciones: un radio de dos milímetros; una velocidad de 0.04 cm/s; y una carga de 3 newtons.



Figura 25 Tribómetro CSM y pin 100Cr6.

3.5 Ultrasonicación

Más allá del alcance de este proyecto se propuso un tratamiento posterior para la reducción y el cambio de la morfología de las CNs obtenidas, mediante un baño ultrasónico usando el equipo Sonics Vibra-Cell VCX 750 (40 kHz). Se preparó una mezcla consistente en 150 mililitros de $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$ (alcohol etílico) y una cantidad determinada de CSs expresada en gramos. La aplicación de energía ultrasónica se realizó a una frecuencia de 40 Hz durante periodos de dos y cuatro horas, estructurados en ciclos de diez segundos de operación seguidos por diez segundos de interrupción. Posteriormente, la evaporación del $\text{CH}_3\text{CH}_2\text{OH}$ facilitó la recuperación de las muestras. Posterior a la recolección, se propuso el análisis de las muestras a través de técnicas como la espectroscopía Raman, FTIR, XRD, EDS y microscopía SEM, según se detalla en la figura 26.

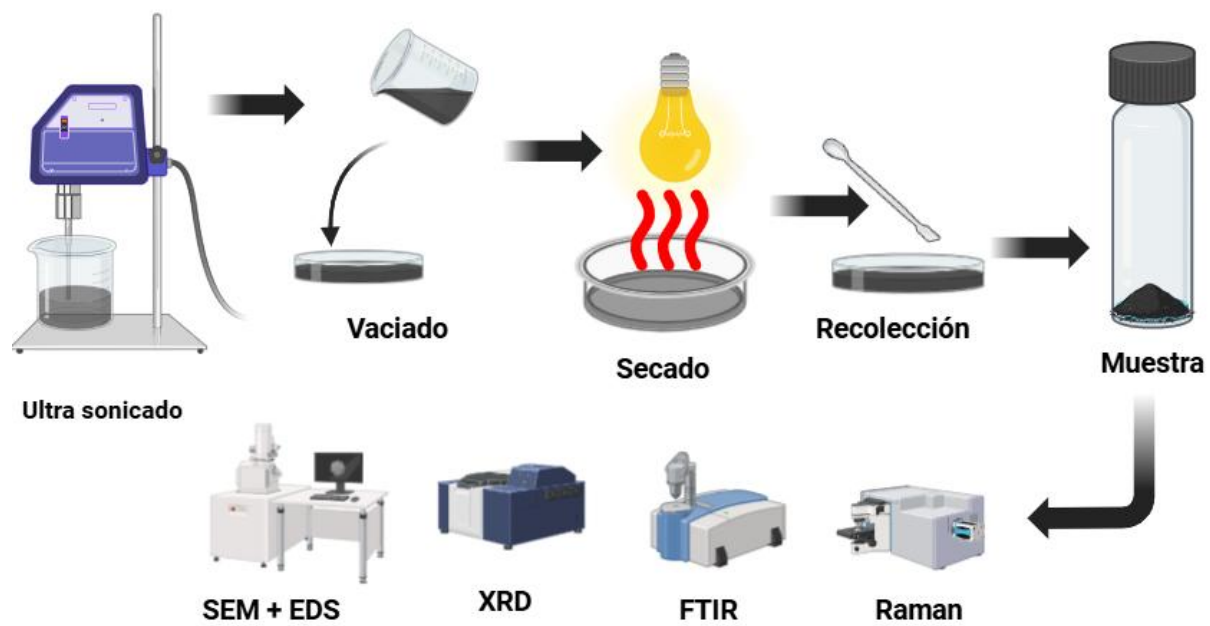


Figura 26 Proceso de ultrasonificación, recolección y análisis [54].

4 CAPÍTULO IV: RESULTADOS Y DISCUSIÓN

4.1 Obtención de CNs

Tras la síntesis de las CNs, se procedió a la caracterización de las muestras obtenidas mediante CVD. Este proceso implicó la recolección de las muestras de la superficie del catalizador AISI 304. La síntesis se llevó a cabo a una temperatura de 850 °C, con un tiempo de reacción establecido en 30 minutos, durante el cual se gestionaron dos configuraciones de flujo de gases: uno alto, consistente en 60 ml/min, y uno bajo, de 10 ml/min. Estas estructuras crecieron en la superficie del catalizador y en la superficie interna del tubo de cuarzo.

4.1.1 Análisis SEM y EDS

Las micrografías Scanning Electron Microscopy (SEM), figura 27a-d, revelaron la manifestación de una morfología esférica, CSs, (flujo bajo y flujo alto) presentando diversos diámetros que van desde ~75 a ~2000 nm presentando un ligero efecto de coalescencia. El diámetro medio para el flujo bajo fue ~686 nm y para el flujo alto ~ 688 nm. La medición de las CSs se realizó con la ayuda del software *Image J* ®; estas mediciones se presentan en la tabla 2. La estimación del tamaño muestral se realizó considerando una población infinita, aplicando un nivel de confianza del noventa y cinco por ciento y un margen de error máximo del cinco por ciento, conforme a la ecuación subsiguiente para un tamaño de población infinita considerando una distribución normal.

Ecuación 3 Tamaño de la muestra para una población infinita:

$$n = \frac{z_{\alpha}^2 * p * q}{e^2} \dots\dots\dots Ec (3)$$

En donde:

n: representa el tamaño de la muestra de las CSs.

Z_α: Corresponde al estadístico que depende del nivel de confianza.

p: es la probabilidad de ocurrencia del evento

q: es la probabilidad de que no ocurra el evento

e: es el error máximo aceptado [55].

Adicionalmente, los análisis de EDS de estas muestras evidenciaron elevadas concentraciones de carbono, que oscilan entre 95 a 97.7 % con bajas concentraciones de oxígeno desde 2.0 a 4.2 %, cromo desde 0.2 a 0.5 % y finalmente hierro de 0.1 a 0.3 %, en la tabla 3 podemos apreciar estas concentraciones para cada elemento.

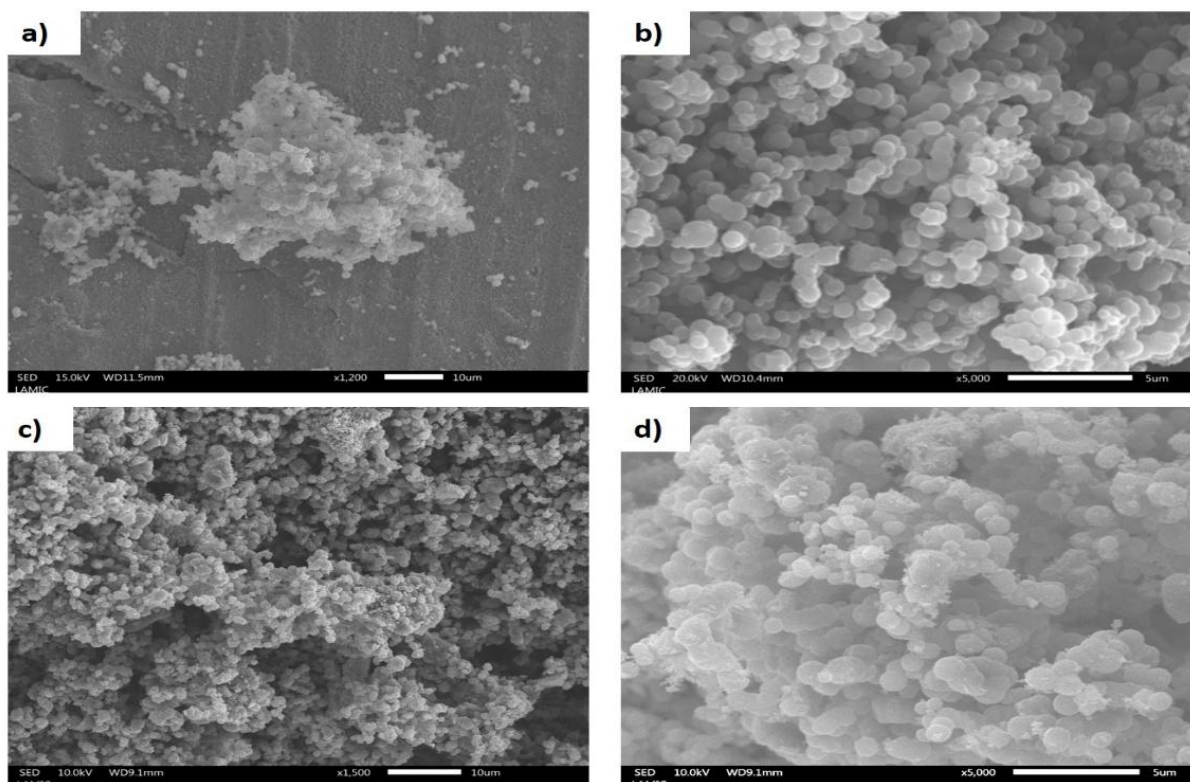


Figura 27 Micrografía de las CNs sintetizadas a 850 °C y 30 minutos: a)-b) flujo bajo y c)-d) flujo alto.

Tabla 2 Diámetro de las CSs para un flujo bajo y un flujo alto.

# CSs	Flujo Bajo	Flujo Alto	# CSs	Flujo Bajo	Flujo Alto
1	75.61	137.93	56	660.68	590.00
2	88.40	161.56	57	664.83	592.03
3	96.00	168.08	58	677.66	592.92
4	96.18	198.49	59	679.41	594.64
5	107.56	240.42	60	681.18	599.27
6	108.85	246.98	61	684.17	602.80
7	149.16	250.20	62	685.58	626.60
8	170.60	305.29	63	689.51	640.08
9	178.89	326.10	64	690.80	645.02
10	180.28	330.10	65	703.42	652.15

11	181.73	332.42	66	711.51	658.03
12	182.00	385.39	67	722.77	681.71
13	240.22	424.85	68	728.01	684.47
14	265.05	424.92	69	752.86	693.99
15	289.25	428.02	70	753.92	696.42
16	323.88	447.77	71	760.26	720.62
17	325.58	450.77	72	766.55	726.22
18	331.06	453.43	73	766.62	727.19
19	332.04	456.18	74	781.03	735.83
20	332.34	462.28	75	788.16	765.91
21	335.41	466.91	76	806.10	770.79
22	335.60	470.91	77	815.84	776.21
23	345.25	472.65	78	823.77	776.66
24	371.08	481.04	79	839.15	784.09
25	377.36	483.74	80	843.34	790.55
26	382.00	484.21	81	867.38	791.91
27	384.19	486.67	82	873.74	807.22
28	431.74	491.63	83	877.85	814.03
29	438.09	492.39	84	895.20	830.02
30	450.98	492.44	85	905.54	854.40
31	461.94	494.98	86	915.49	855.13
32	494.77	504.88	87	930.38	859.83
33	512.64	506.06	88	947.63	894.16
34	538.15	510.88	89	960.47	915.25
35	568.51	511.96	90	980.61	918.37
36	576.28	516.24	91	989.95	929.26
37	581.38	523.74	92	993.63	1033.68
38	583.46	524.98	93	1023.63	1049.24
39	583.46	525.60	94	1053.18	1085.04
40	585.00	529.25	95	1055.87	1105.56
41	588.22	530.33	96	1061.61	1133.18
42	590.93	547.45	97	1067.02	1137.77
43	594.35	550.36	98	1137.19	1148.09

44	595.48	554.55	99	1164.56	1201.67
45	597.63	555.20	100	1205.39	1243.19
46	600.19	563.27	101	1217.54	1248.68
47	601.66	565.16	102	1332.22	1260.89
48	617.41	566.04	103	1370.11	1272.36
49	624.44	570.09	104	1388.52	1302.97
50	624.82	572.45	105	1394.42	1312.10
51	631.98	577.24	106	1469.16	1341.12
52	635.61	580.90	107	1552.42	1441.39
53	644.98	583.03	108	1556.02	1500.25
54	645.17	586.71	109	1580.13	1556.12
55	651.15	588.22	110	1613.10	1652.45

Tabla 3 Determinación de la composición elemental de las muestras mediante Espectroscopia de Dispersión de Energía (EDS): M1, M2, M3 y M4.

<i>Muestras</i>	<i>% C</i>	<i>% O</i>	<i>% Cr</i>	<i>% Fe</i>
<i>M1 (flujo bajo)</i>	96.4	3.3	0.2	0.1
<i>M2 (flujo bajo)</i>	97.7	2.0	0.2	0.1
<i>M3 (flujo alto)</i>	95.1	4.2	0.4	0.3
<i>M4 (flujo alto)</i>	96.2	3.1	0.5	0.2

4.1.2 Análisis FTIR

El análisis FTIR realizado mostró las principales bandas asociadas a los grupos funcionales presentes en las CNs para los dos flujos de argón y se muestra en la figura 28. La banda de -OH (3321 cm^{-1}) se encuentra presente en el rango de absorción $3700\text{-}3330\text{ cm}^{-1}$ que está estrechamente relacionada con el grupo hidroxilo [56]. La presencia del grupo CH_x (2981 cm^{-1}) corresponde a una débil señal en el rango de $3000\text{-}2800\text{ cm}^{-1}$ y otro pico a 1375 cm^{-1} corresponde a una variación del CH_x [40]. Una de las bandas más importantes y características de CSs es la del grupo funcional $\text{C}=\text{C}$, presente en el pico a 1241 cm^{-1} . Esta banda $\text{C}=\text{C}$ puede ser hallada también en el rango de $1630\text{-}1550\text{ cm}^{-1}$ para los anillos aromáticos [40]. La presencia de estos grupos funcionales que corresponden a las CSs que se observó en ambos casos y fue más pronunciada cuando se usó un flujo bajo. El flujo del gas de arrastre puede influir en las bandas $\text{C}-\text{C}$, CH_x , $\text{C}=\text{O}$, $\text{C}=\text{C}$ y $\text{C}-\text{O}$, lo que puede explicar que a flujos bajos aumenta la intensidad de estos grupos funcionales. Esto se refuerza con el trabajo de Gutiérrez-

García et al, quien reportó que la intensidad y anchura de los grupos funcionales OH, CH_x, C=C y C=O se aprecian por su presencia en los bordes de CSs [44].

Por otra parte, la formación de los grupos funcionales está relacionada con los elementos que conforman los enlaces químicos presentes en el EPS, los cuales se encontraron con la espectroscopía FTIR.

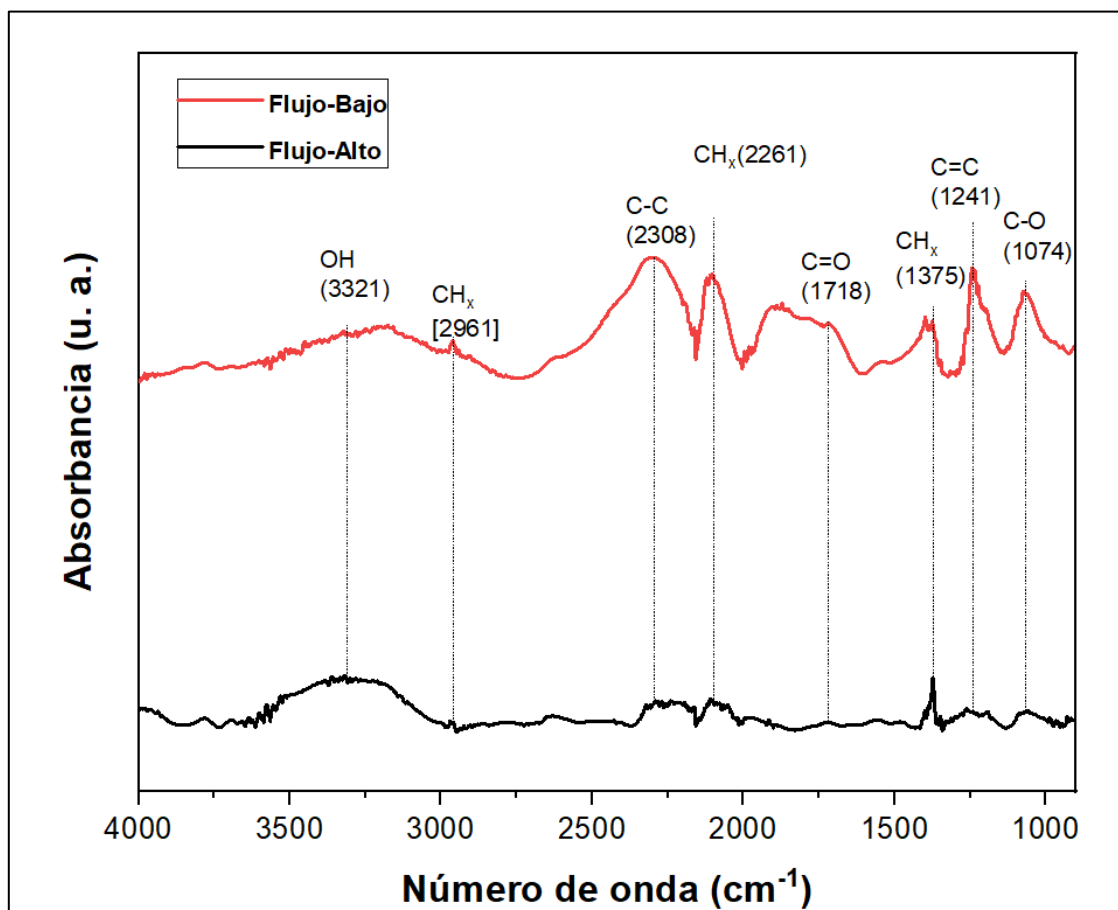


Figura 28 FTIR de las nanoestructuras de carbono (flujo bajo y flujo alto).

4.1.3 Análisis XRD

La difracción de rayos X para las CNs sintetizadas a partir de EPS presentó los planos (002) y (100), figura 29, pueden ser asignados al carbono hexagonal grafitico para los picos $2\theta=26^\circ$ y 43.7° , de acuerdo con la carta JCPDS 00-065-6212 [44]. Otro reflejo del grafito correspondiente al plano (101) fue encontrado a $2\theta=43.6^\circ$ en todo el espectro [57]. Estos picos ya han sido reportados para CSs obtenidos de otros precursores por otros investigadores [44]. Mientras que el plano (220) y (311), corresponden a los picos $2\theta=30.1^\circ$ y 35.5° asignados a la cromita [57], los planos (111) y (200) pueden corresponder a los picos $2\theta=37.8^\circ$ y 40° de wuestita indexado a la carta JCPDS de 01-077-2355 [58]. La presencia de cromita y wuestita

está relacionada con el uso del catalizador metálico de acero inoxidable, esto puede contribuir al uso de estos CNs para sensores electroquímicos [44].

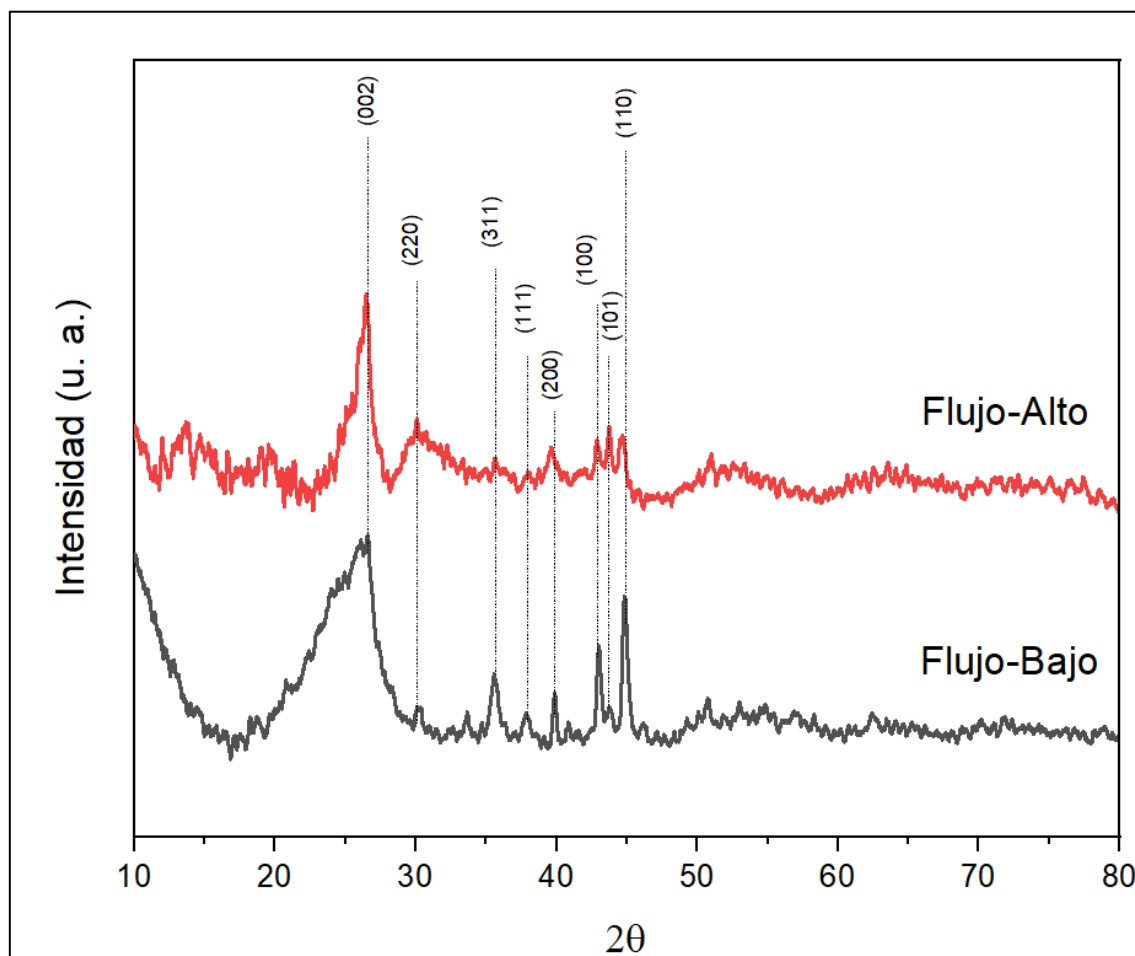


Figura 29 Difracción de rayos X de las muestras obtenidas de la superficie del catalizador.

4.1.4 Análisis Raman

El espectro Raman de las muestras sintetizadas mostró las bandas características que corresponden a una frecuencia de vibración específica y posibles defectos causados debido a la hibridación de los enlaces sp^2 y sp^3 presentes en las CNs.

Se observaron las bandas típicas en la muestra obtenida a 850 °C, a un tiempo de 30 minutos y con un flujo de 10 ml/min, figura 30, presentando la banda D (1348 cm^{-1}) atribuida a los defectos y desorden presente dentro del ordenamiento de los átomos de carbono (impurezas, bordes, efectos de tamaño infinito, etc.) [59], la banda G (1589 cm^{-1}), que se atribuye al grado de grafitización (grafito cristalino) de las CNs [59], debido al estiramiento del enlace C-C que se da en todos los enlaces sp^2 en los materiales gráficos, común en los materiales de carbono [60]. La relación de intensidades de la banda ID/IG representa la correlación del grado de

desorden y defectos del carbono [61]. En la tabla 4 se observa la presencia de defectos confirmados por la relación de intensidades ID/IG.

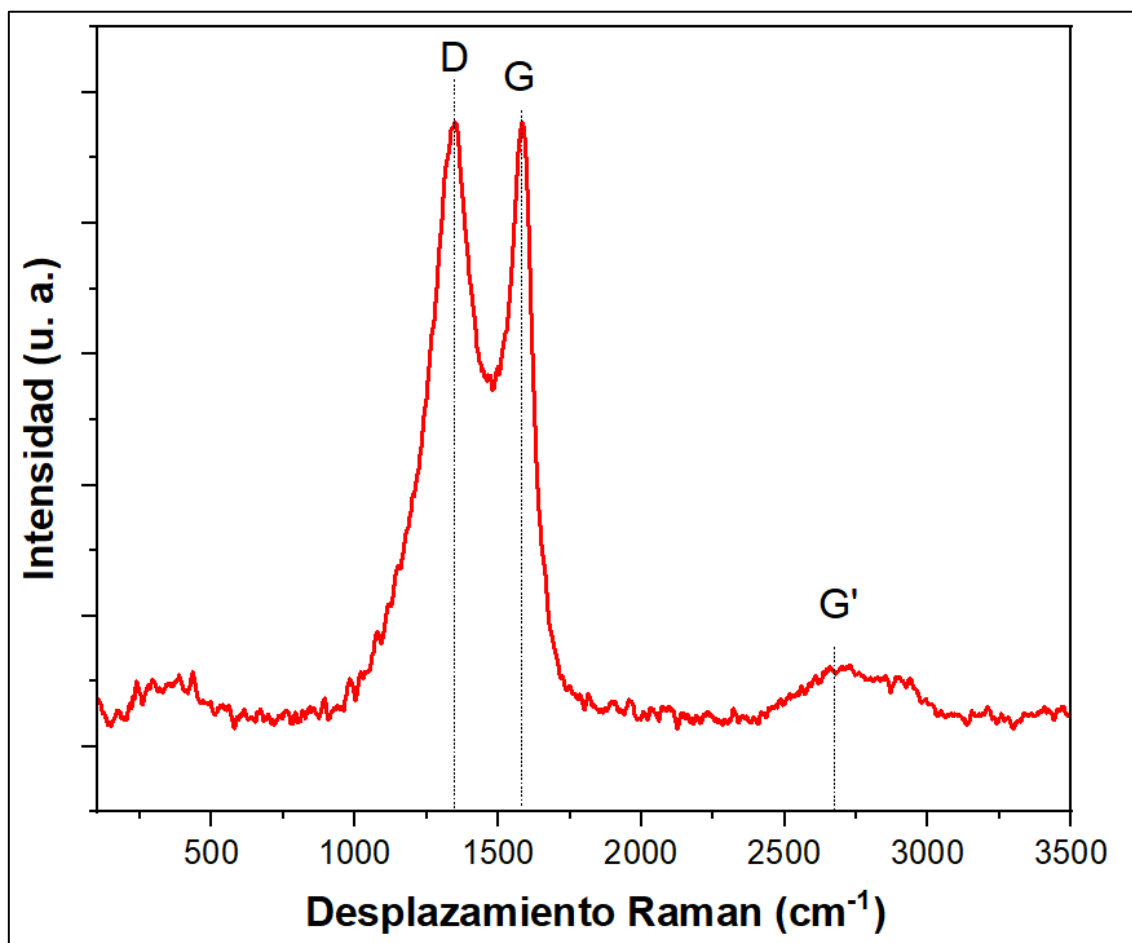


Figura 30 Espectro Raman de la muestra obtenida de la superficie del catalizador.

Tabla 4 Valores y relación de intensidades del espectro Raman.

	D (cm ⁻¹)	G (cm ⁻¹)	G' (cm ⁻¹)	ID/IG	IG'/IG
CSs	8.81	8.81	1.89	1.00	0.21

Los materiales gráfiticos tienden a exhibir una fuerte señal que corresponde al sobretono de la banda D (G' a 2692.9 cm⁻¹) que aparece en el rango de 2500-2800 cm⁻¹ [61] esta banda de segundo orden es sensible al orden de apilamiento de las hojas de grafeno y su relación de intensidades IG'/IG depende el número de capas de grafeno obtenidas por el método de síntesis usado en este proyecto [62]. Como sugiere a Nguyen y colaboradores, esta relación de intensidades $3 > IG'/IG > 2$ indica la presencia de una sola capa de grafeno, $2 > IG'/IG > 1$ es para dos capas de grafeno (bicapa) e $IG'/IG < 1$ para muchas capas de grafeno (multicapa) [62].

4.2 Obtención de los compósitos de CSs/poliestireno (PS)

Una vez obtenidas y caracterizadas las nanoestructuras de carbono, se procedió, como se mencionó en la metodología, a incorporar las CSs en el poliestireno reciclado para posteriormente caracterizarlas y hacerles los ensayos previamente mencionados.

4.2.1 *Análisis SEM de los compósitos.*

Las micrografías SEM (figuras 31a y 31b) mostraron las CSs antes de la incorporación y su contraste una vez incorporadas con una dispersión óptima dentro de la matriz polimérica; esta observación, potencialmente atribuible a un tratamiento de baño ultrasónico previo. Dada la inmersión de estas estructuras en el interior del polímero, su visibilidad en la superficie resulta limitada. El compuesto, sin embargo, exhibe una morfología superficial caracterizada por una amalgama de texturas (lisas y rugosas), junto con la aparición aleatoria de microporos, como se ilustra en las figuras 32a y 32b; este fenómeno podría atribuirse a la evaporación del solvente (Tolueno) [63]. Los compósitos presentaron un espesor que va desde ~ 146.800 a $\sim 209.200 \mu m$. El espectro EDS indicó una prevalencia de carbono, superando el noventa y cinco por ciento, complementado por un contenido de oxígeno que oscilaba entre el 3.03-4.04 %. Asimismo, se detectó una presencia marginal de cromo y hierro, inferior al uno por ciento, y de otros elementos tales como potasio (K), calcio (Ca) y sodio (Na).

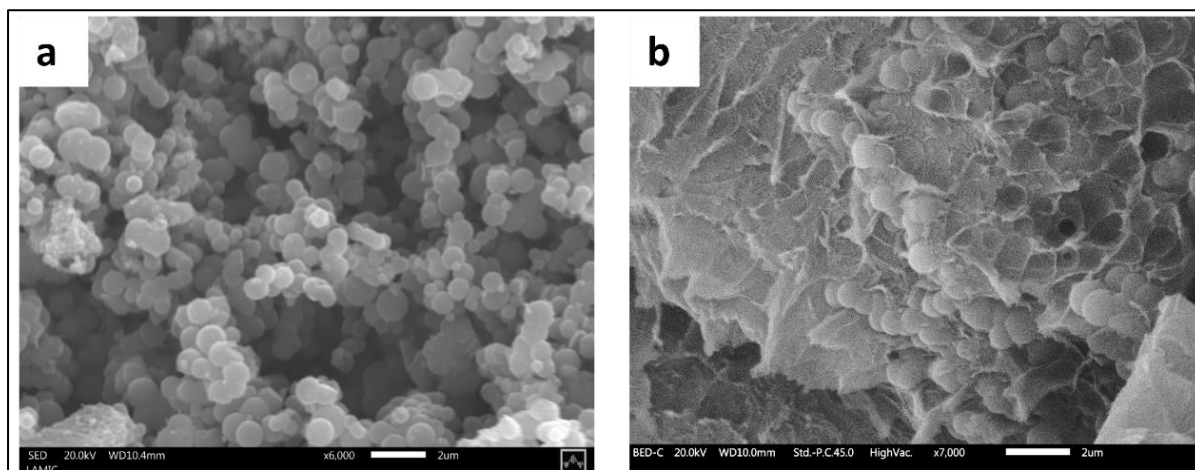


Figura 31 Micrografías SEM: a) Puramente CSs y b) compuesto al 4.8 % wt CSs.

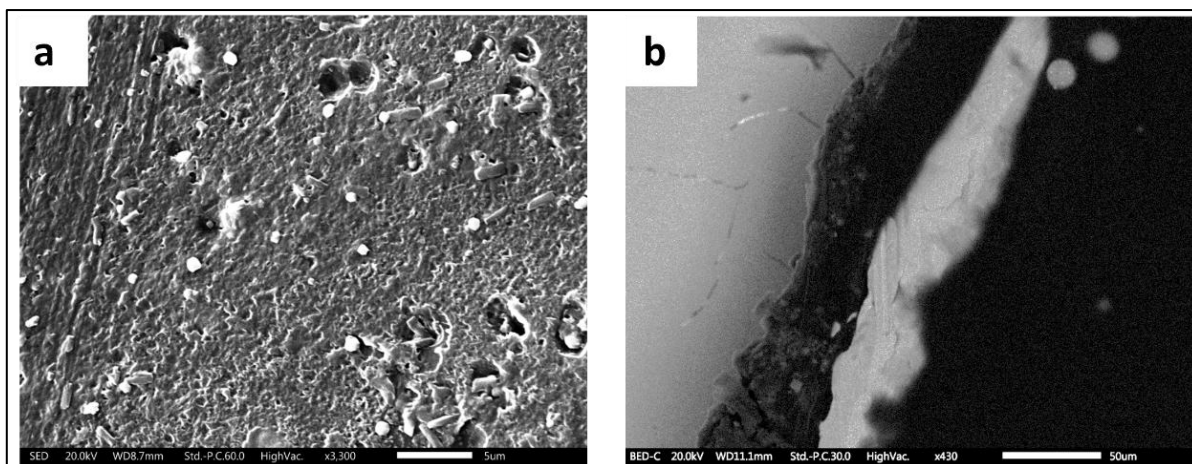


Figura 32 Micrografía SEM de la Superficie del compuesto.

La conformación del compuesto exhibió una dispersión adecuada de los CNs en la matriz polimérica, si bien se observó una propensión a la formación de pequeños aglomerados. Adicionalmente, se detectó una alteración cromática cuya correlación con el contenido porcentual de las CSs parece plausible.

4.2.2 Análisis FTIR de los compósitos

El espectro FTIR de los compósitos, figura 33, presenta las bandas de los grupos funcionales, las bandas CH, encontradas a 3082, 3060 y 3026 cm^{-1} corresponden a la vibración del anillo aromático [48, 64]. Las bandas del CH_2 , fueron observadas a 2920 y 2850 cm^{-1} . La región que comprende 1942 a 1674 cm^{-1} corresponde a los anillos aromáticos monosustituídos del sobretono de las bandas de los anillos aromáticos [51]. Dos picos a 1601 y 1492 cm^{-1} son asignados al estiramiento del $\text{C}=\text{C}$ aromático [51], así como el pico a 1582 cm^{-1} que corresponde al estiramiento del anillo bencénico del $\text{C}=\text{C}$ [64, 65]. En el rango de 1200-1000 cm^{-1} , la presencia del pico a 1069 cm^{-1} se refiere a una variación del CH [64, 65]. Con más de un pico obtenido en la región de la vibración del CH (900-600 cm^{-1}) se apoya la idea de la presencia de una estructura aromática [64, 65]. Aunque no se puede observar a simple vista que haya una interacción entre la matriz polimérica y el refuerzo de las CSs, es probable que esto se deba a que las señales de las CSs y las del poliestireno se traslapan, esto no implica que no haya una interacción entre el refuerzo y la matriz polimérica, lo cual se corrobora mediante un análisis profundo del espectro Raman.

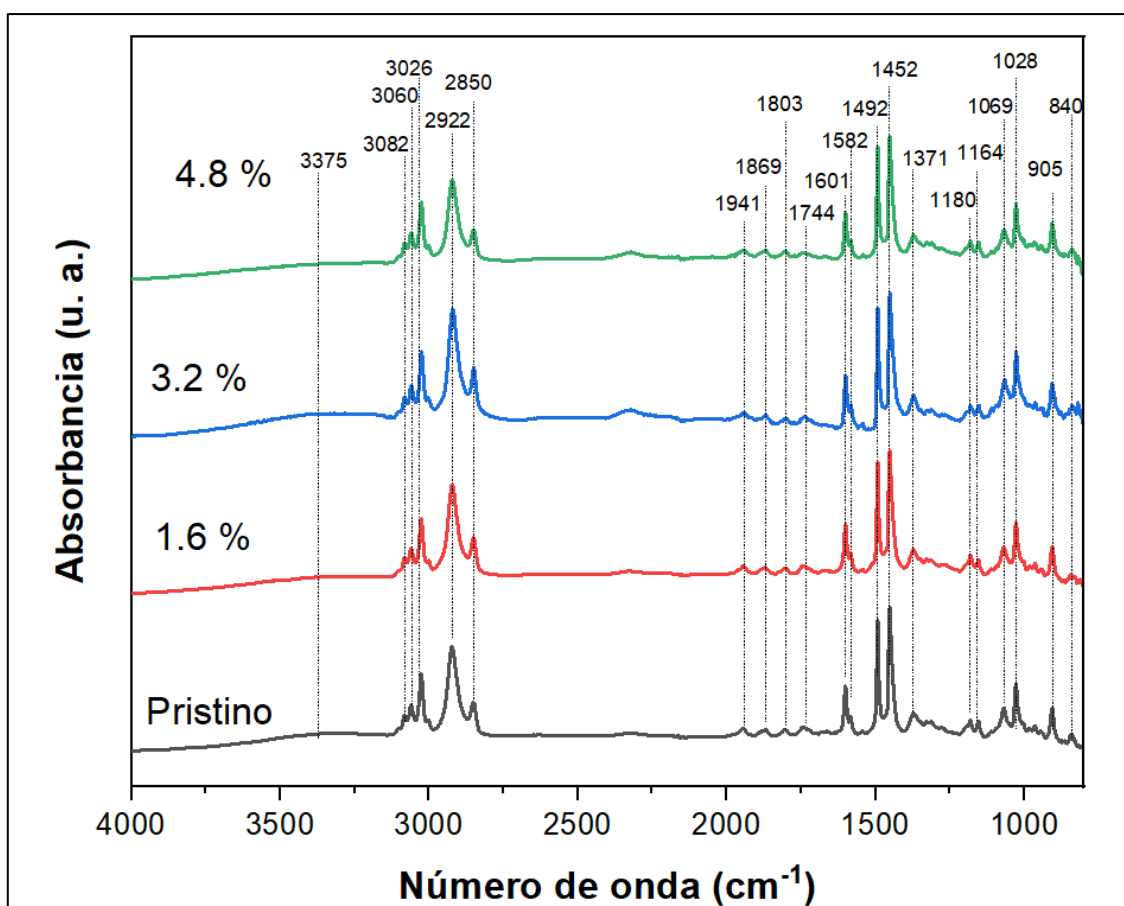


Figura 33 FTIR de los compósitos prístino y con diferentes concentraciones de CSs.

4.2.3 Análisis Raman de los compósitos

Por otra parte, el espectro Raman de la película prístina, figura 34, exhibió una señal media en el rango de los 621 cm^{-1} que corresponde a un modo de estiramiento o deformación radial del anillo, mientras que una fuerte y pronunciada señal en el rango de 1000 cm^{-1} debido a la contracción/expansión del modo de vibración de los anillos bencénicos [65, 66], la señal próxima a 1316 cm^{-1} corresponde a la deformación trigonal del benceno [51], mientras que las vibraciones del grupo funcional CH de la película prístina aparecen en dos bandas una a 2906 cm^{-1} y otra 3055 cm^{-1} [66] respectivamente.

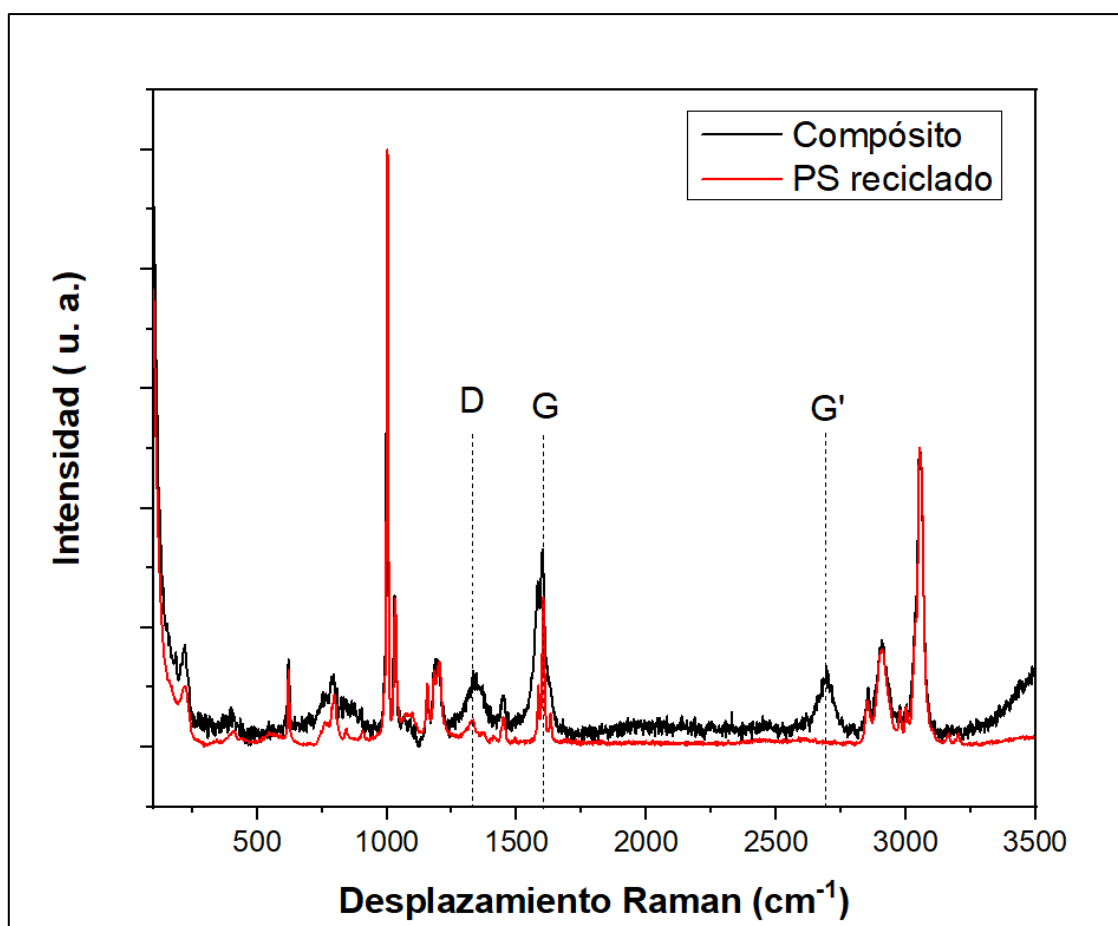


Figura 34 Espectro Raman del polímero prístino y el compósito.

Un análisis más detallado del espectro Raman del compósito (5.6 %) respecto a los cambios en las señales de las bandas D, G y G', nos permite entender mejor la interacción del material de refuerzo y la matriz polimérica, así como la dispersión dentro de esta. En la figura 35a se presenta la comparación de los espectros Raman del compósito en comparación con el espectro de las CSs, exhibiendo un desplazamiento perceptible de la banda G a la derecha de 10 cm^{-1} . La señal correspondiente del compósito a 1599 cm^{-1} está en el rango donde aparece la señal de la banda G de las CSs y presenta un desplazamiento a la izquierda de 3 cm^{-1} respecto de la matriz polimérica (figura 35b). Este desplazamiento puede deberse a una mayor interacción de las CSs en el polímero gracias a una buena distribución de estas dentro de la matriz [32, 36]. Este comportamiento (desplazamiento) ha sido reportado por otros autores como Carrión y colaboradores usando diferentes matrices poliméricas (poliestireno, polimetilmetacrilato y policarbonato) reforzadas con otra estructura de carbono [67]. Destacando que la presencia de las CSs dentro del polímero en los rangos donde aparecen las bandas características de las CNs presentó una mayor intensidad, fenómeno que ha sido reportado por Granados-Martínez et al. [51], respecto de la película prístina. Por otra parte, el sobretono de la banda D (G') es sensible

a la deformación y tensión que puede aplicar el medio que envuelve a las CNs [68] presente en la figura 35c

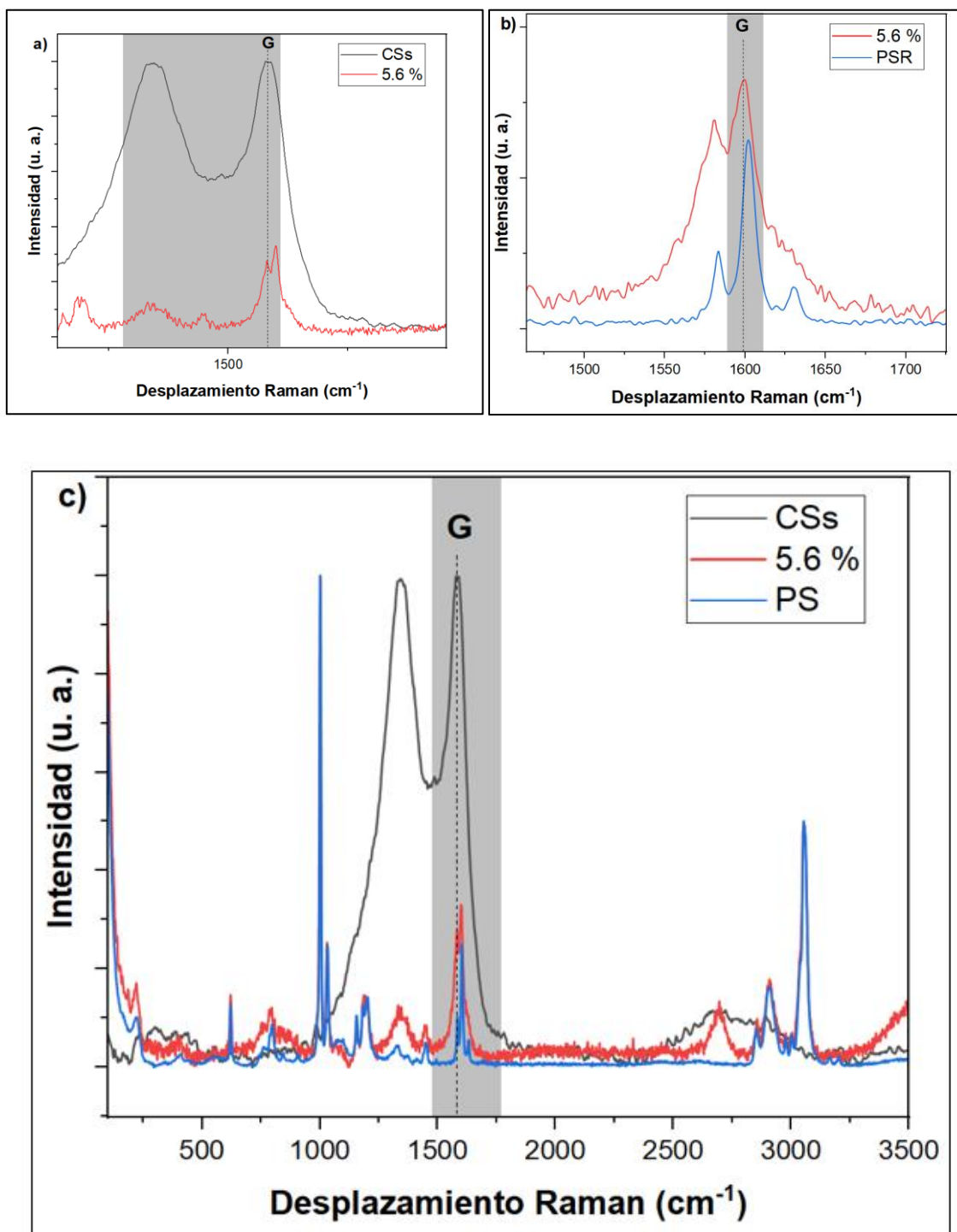


Figura 35 Espectros Raman del desplazamiento de las señales: a) compuesto 5.6 % -CSs, b) compuesto 5.6 %-PS y c) compuesto 5.6 %-CSs-PS

Como se puede apreciar, existe dispersión en el polímero con tendencia a formar pequeños aglomerados en los tres compósitos, así como también el cambio en su coloración respecto al polímero sin CSs.

4.2.4 Análisis de microdureza Vickers de los compósitos

En la figura 36 se presenta la gráfica de la dureza de los compósitos CSs/poliestireno con diferentes concentraciones. Se puede observar que conforme va aumentando la inserción del material de refuerzo en el compuesto su dureza se incrementa, alcanzando una dureza de 15.700 HV cuando se llega al 1.6 % de concentración, sin embargo, esta dureza decae ligeramente cuando se aumenta la concentración a 3.2 % y mantuvo esta tendencia al volver aumentar la concentración a un 4.8% obteniendo una dureza mínima de 12.980 HV, esto puede ser explicado por la tendencia de las CNs a aglomerarse como sugiere Wang C. et al [69], pero el máximo valor alcanzado fue de 18.540 HV cuando se aumentó la concentración hasta un 5.6 % y esto puede ser atribuido a la buena dispersión del material de refuerzo dentro de la matriz polimérica, comportamiento similar al reportado en otras investigaciones [32, 47]. En la tabla 5 se pueden observar los valores medios de la microdureza Vickers con su respectivo margen de error que consideran índice de confiabilidad del 95 %.

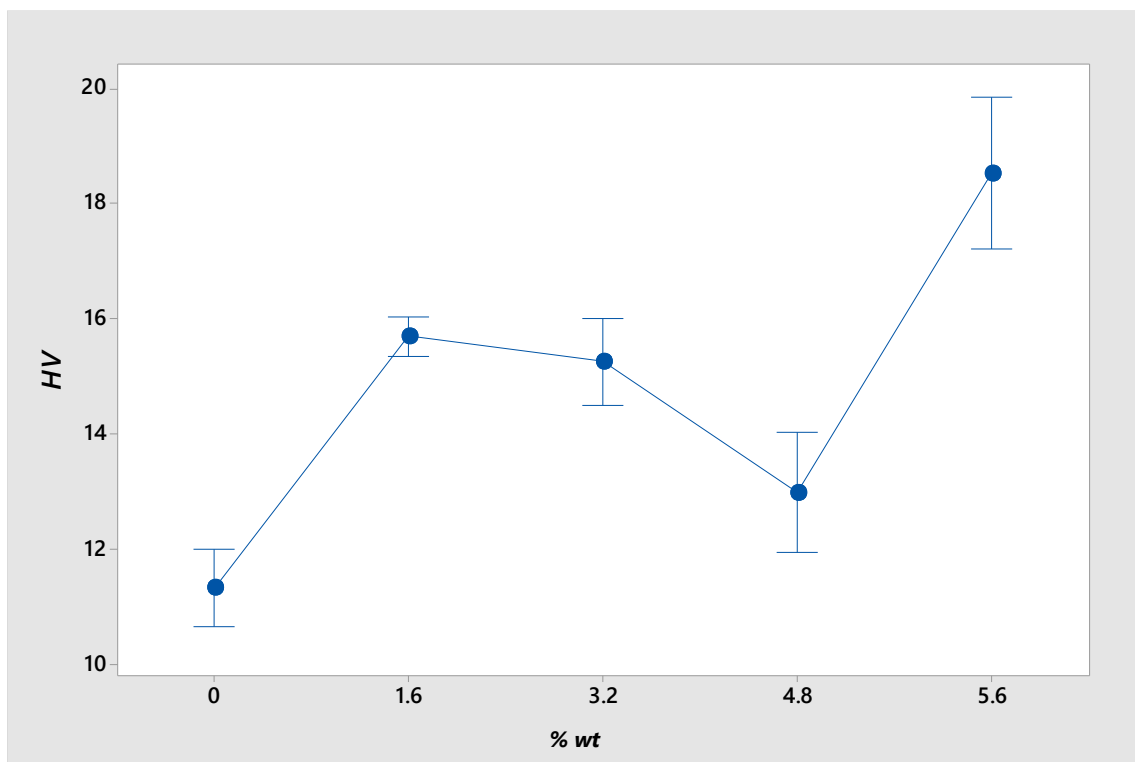


Figura 36 Variación de la HV en los compósitos.

Tabla 5 Valores medios de la HV de los compósitos.

CNs/PS	
CNs (wt%)	HV
0.0	11.325 ± 0.650
1.6	15.700 ± 0.351
3.2	15.260 ± 0.748
4.8	12.980 ± 1.044
5.6	18.540 ± 1.330

4.2.5 Análisis de resistividad y conductividad eléctrica

El análisis de la resistividad y la conductividad eléctrica de la matriz polimérica y de los compósitos (esferas de carbono/Poliestireno), con diferentes concentraciones (véase figura 37), reveló una variabilidad de valores, los cuales se presentan detalladamente en la tabla 6. Cabe destacar que se observó una mejora en la conductividad de la matriz polimérica (-1.66×10^{-24} S/cm) mediante el uso de CSs como refuerzo. Esta optimización culminó en el valor más alto de conductividad a una concentración de 3.2% en peso (wt%) de 3.77×10^{-18} S/cm. El mecanismo subyacente a esta conducción de corriente se atribuye, plausiblemente, a los enlaces tipo π inherentes a las capas constituyentes de los CSs, lo cual facilita el transporte de electrones a través de la matriz polimérica [70].

Tabla 6 Valores de la resistividad y conductividad eléctrica de los compósitos a diferentes concentraciones.

CSs (wt %)	Resistividad eléctrica (Ω/cm)	Conductividad eléctrica (S/cm)
0	-6.03×10^{23}	-1.66×10^{-24}
1.6	1.70×10^{19}	5.88×10^{-20}
3.2	2.65×10^{17}	3.77×10^{-18}
4.8	6.57×10^{17}	1.03×10^{-18}
5.6	8.26×10^{17}	1.21×10^{-18}

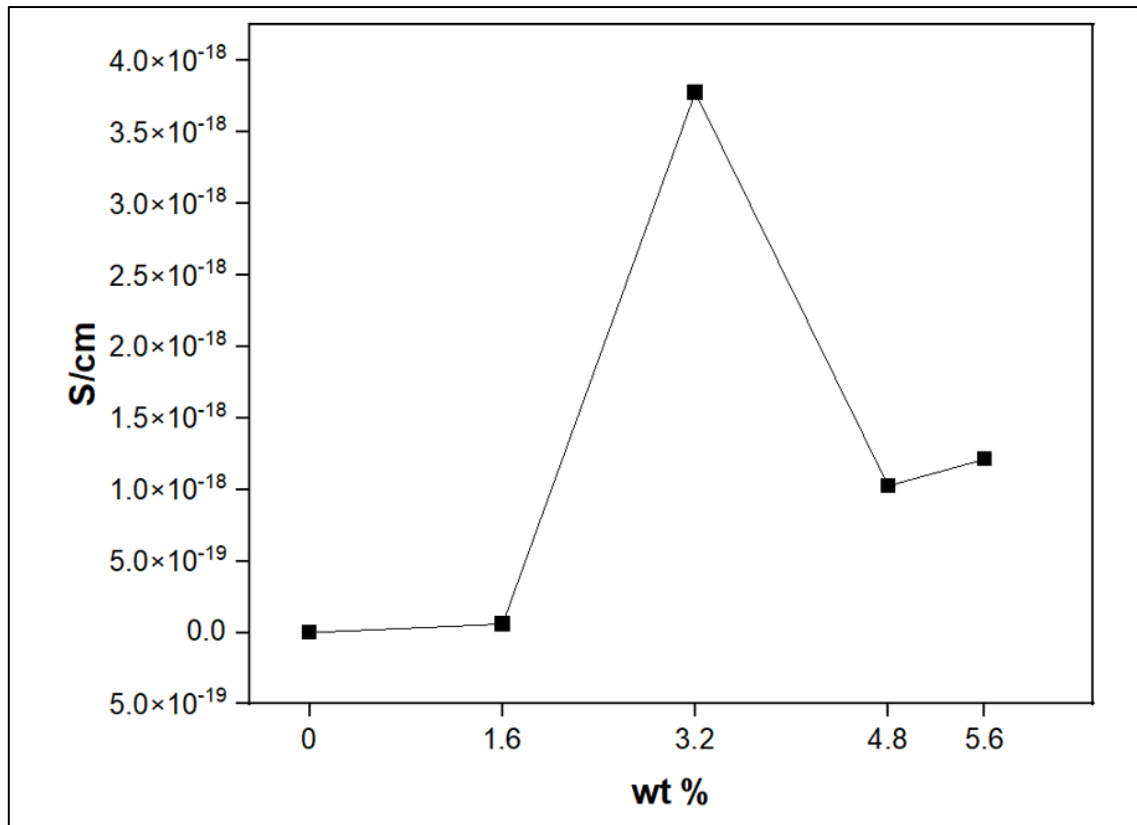


Figura 37 Conductividad eléctrica de los compósitos de CSs y PS.

Estos valores pueden resultar atractivos para el campo del blindaje electromagnético (EMI Shielding) debido a las características intrínsecas de los compósitos poliméricos que tienen la capacidad para la conducción eléctrica debido a que son más ligeros, flexibles, presentan un menor costo de producción en comparación de las láminas metálicas [71]. También es importante considerar el tamaño del refuerzo (menor), su conductividad eléctrica (alta) y una gran relación de superficie [71]. Otro aspecto importante es el número de capas que conforma el material usado como refuerzo como sugiere Chikyu-Norikazu y colaboradores [72]. Por lo que este tipo de compósito (CSs-PS) que se desarrolló en este trabajo de investigación puede ser una alternativa para una investigación más profunda en el campo del blindaje electromagnético.

4.2.6 Análisis tribológico del compósito

Los ensayos de tribología, figura 38, realizados al compósito reforzado con un 3.2 % wt mostraron una mejora significativa respecto del polímero prístino. El desgaste por fricción en el compósito de CSs/PS y del polímero prístino fue evaluado en seco mediante un pin cilíndrico aplicando las mismas condiciones para ambos casos; una carga normal de 3 N, con una velocidad de deslizamiento de 0.0004 m/s y una distancia de recorrido de un metro. Los

resultados obtenidos de las muestras presentaron un valor promedio de su coeficiente de fricción 0.1040 ± 0.00019 para el compuesto reforzado al 3.2 %, mientras que el material prístino presentó un valor medio de 0.1670 ± 0.00025 .

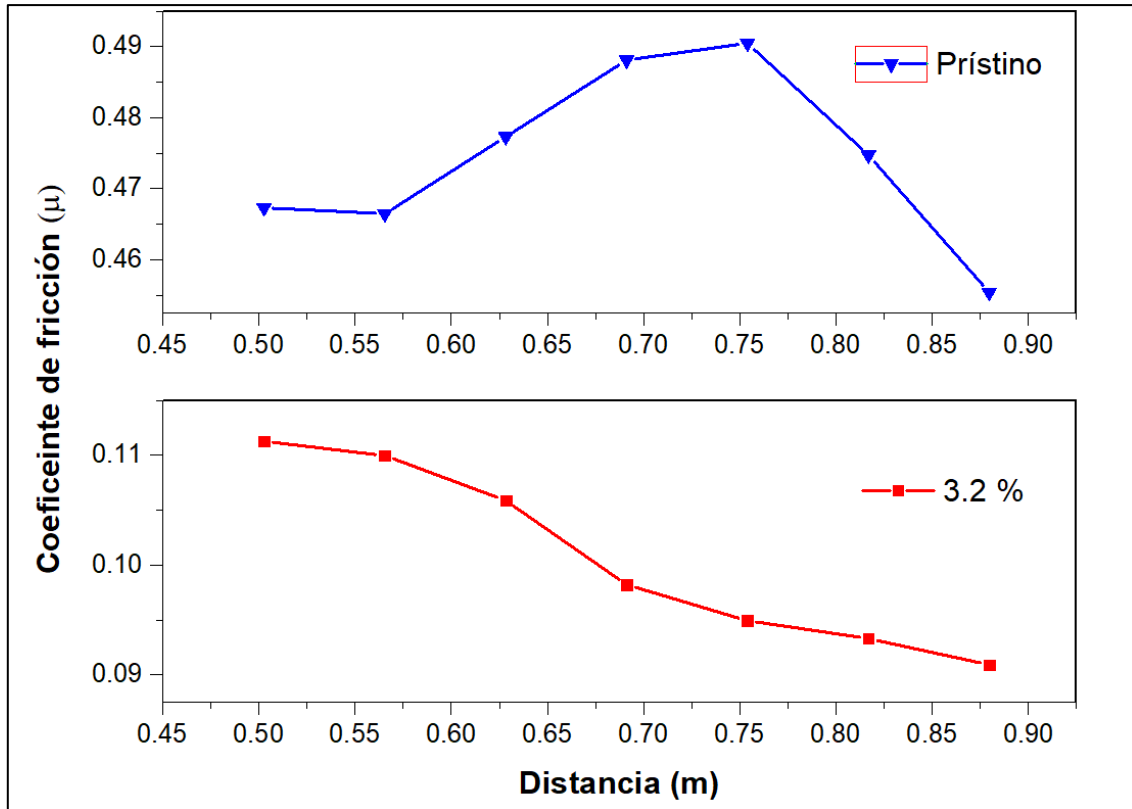


Figura 38 Efecto del porcentaje de CSs en el PS sobre la velocidad de deslizamiento/coeficiente de fricción.

Esta propiedad tribológica de los compuestos está directamente relacionada con la velocidad de deslizamiento respecto de la superficie de contacto [73], esto puede atribuirse a que a mayor velocidad de deslizamiento genera calor, lo que debilita la unión interfacial entre la matriz y el refuerzo [73]. Por lo que con una carga constante la tasa de desgaste aumentará al incrementarse esta velocidad de deslizamiento [73], lo que sugiere que el desgaste es mayor en el polímero sin refuerzo de CSs.

4.3 Decapado

Complementario a este proyecto se profundizó en cómo obtener nuevos nanomateriales de carbono a partir de los ya sintetizados (CSs) por CVD y que además permitieran cambiar la morfología y por consiguiente modificar sus propiedades. Actualmente la búsqueda por más y mejores aplicaciones para CNs se basa en:

1. La aplicación para dichas CNs.

2. El tipo de estructura deseada.
3. El tamaño de dicha estructura (en general “más pequeño es mejor”).
4. La gran demanda de CNs para satisfacer las necesidades del mercado.

Por mencionar algunas, es debido al gran interés que hay por la obtención de CNTs, CSs y láminas de grafeno de escalas nanométricas; se han buscado formas de modificar su morfología y dimensiones estructurales. Algunos autores como Rubio N. y colaboradores [74] optaron por un enfoque de molienda mecánica usando un molino planetario. Otros investigadores como Lucas A. et al. [75] mediante un baño ultrasónico en HNO_3 (ácido nítrico) pudieron controlar el tamaño de las CNs sintetizadas a partir de la fragmentación GO (óxido de grafeno). Considerando estas alternativas que permiten reducir el tamaño, se consideró dar un tratamiento a las CSs con la finalidad de obtener láminas de GO a partir del decapado por ultrasonificación. En la figura 39 se presenta el esquema del proceso de decapado.

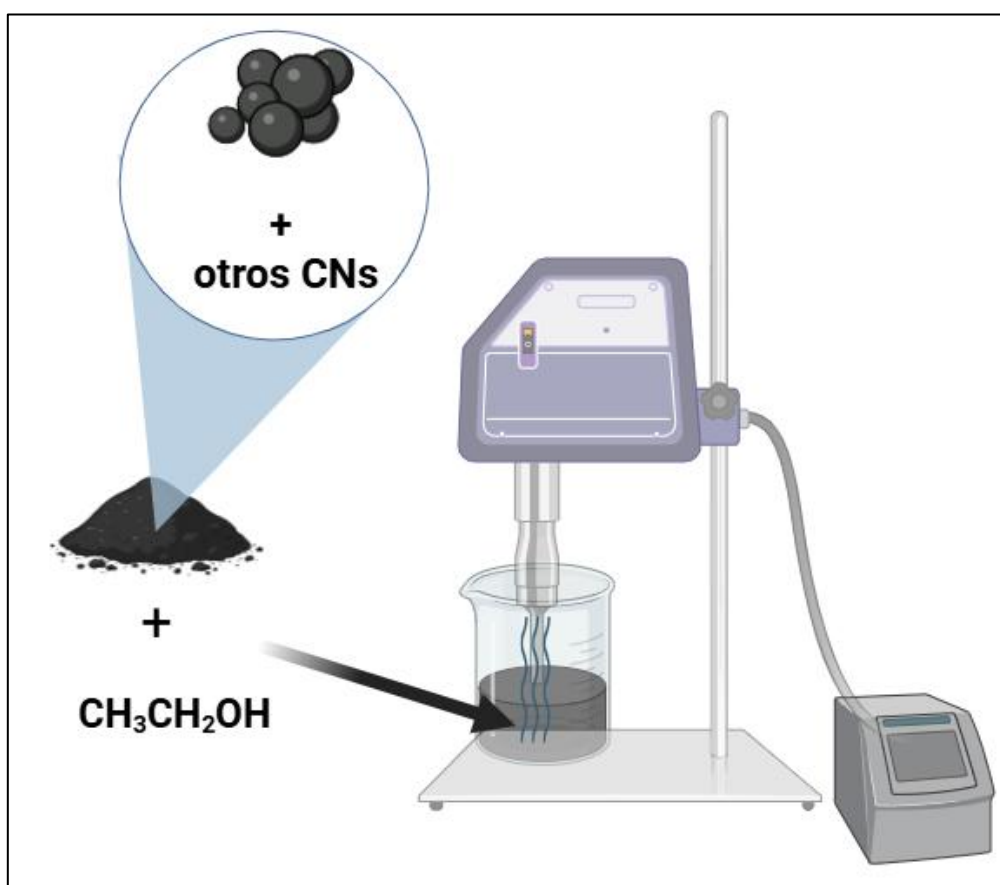


Figura 39 Esquema general del proceso de decapado.

Este baño ultrasónico genera un efecto llamado cavitación, lo que genera la aparición de defectos estructurales en la superficie, lo que modifica la estructura y la morfología inicial de

la estructura [76]. El cambio se atribuye a la destrucción de los agregados, que anteriormente se mantenían unidos por fuerzas de Van der Waals [76]. La presencia de estos defectos, como lo han reportado Arrigo et al., mejora considerablemente las propiedades reológicas y conductivas, así como su estabilidad térmica y oxidativa cuando se utiliza óxido de grafeno como refuerzo [76]. Como ya se ha mencionado que la propiedad de las CNs está relacionada con la morfología y el tamaño de la sintetizada, por lo que el efecto de cavitación puede variar significativamente dependiendo del diámetro y la estructura inicial a tratar, como también de la viscosidad del fluido donde se realice el tratamiento [77, 78]. Las CSs obtenidas en este trabajo son multicapa confirmadas por la relación de intensidades IG'/IG . Algunos investigadores han reportado que las CSs están formadas por muchas capas de grafito/grafeno con forma de hojuelas [19, 79], estas hojuelas siguen la curvatura de la esfera, lo que forma bordes en la superficie y permite una mejor interacción con el polímero [79]. Estos bordes reciben el nombre de enlaces colgantes y los hacen ideales para aplicaciones catalíticas en comparación con otros CNs [79].

4.3.1 Micrografías SEM de las CSs decapadas

Las micrografías SEM de las muestras recolectadas antes y después de este baño ultrasónico mostraron un cambio significativo en su morfología, como se puede apreciar en las figuras 40a y 40b.

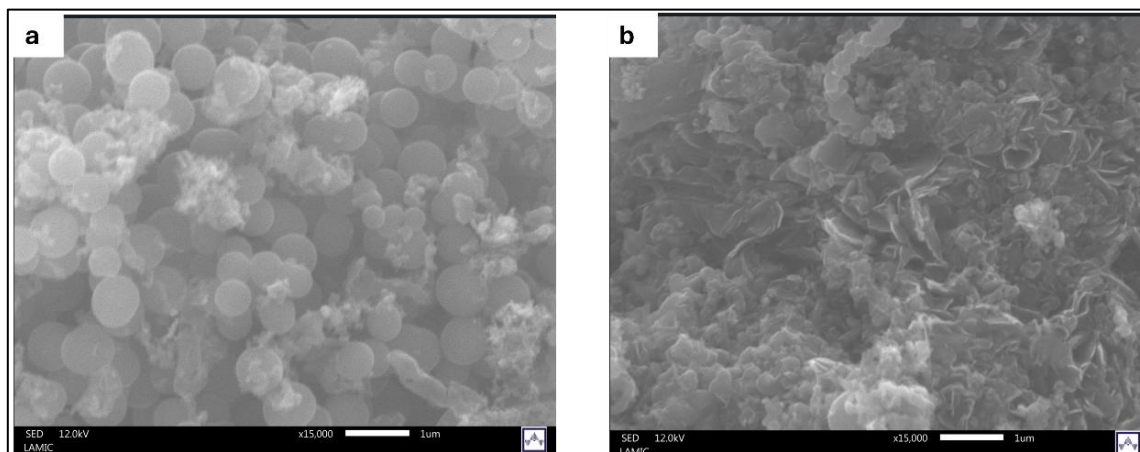


Figura 40 Micrografía SEM: a) sin decapar, b) decapado.

Como se puede apreciar, este cambio se debe al efecto de cavitación en C_2H_5OH , este efecto se da cuando al formarse burbujas gaseosas que alcanzan un tamaño crítico y colapsan rápidamente, crean un flujo hidrodinámico en el líquido circundante, lo que permite exfoliar o cortar macromoléculas y CSs [75]. Al separar estos aglomerados que conforman las CSs que están unidas entre ellas por fuerzas de Van der Waals [76] se desprenden las últimas capas de

grafeno que conforman las CSs en un medio etanólico. Estas nuevas estructuras (GO) formadas fueron medidas con el programa Image J ® presentando diferentes espesores, los cuales se pueden observar en la tabla 7. Dependiendo de la cantidad de láminas de grafeno lo que podríamos clasificarlos como sugiere Sonia, F. J. y colaboradores [80]:

- Diez o más capas de grafeno se conocen popularmente como “grafeno multicapa”.
- Menos de diez capas y más de dos se conoce como “grafeno de algunas capas”
- El grafeno monocapa y bicapa se les conoce como “semimetal de hueco cero” con un tipo de espacio y un tipo de electrón, como se puede apreciar en la figura 41 [80].

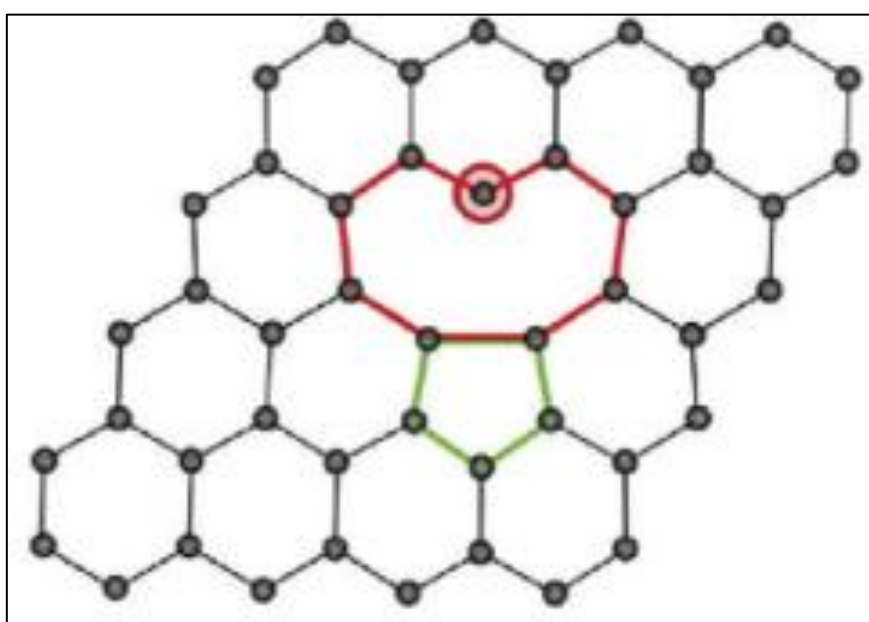


Figura 41 Esquema de una vacancia o hueco en la red cristalina del grafeno [80].

Tabla 7 Promedio de los espesores de las hojuelas de GO

Tratamiento	Espesor promedio	
	(nm)	± (nm)
2 horas	7.90	1.96
4 horas	5.26	0.58

4.3.2 Análisis EDS de las CSs decapadas

Por otra parte, el análisis EDS de las muestras tratadas durante dos y cuatro horas, tabla 8, mostró un incremento significativo del oxígeno de aproximadamente 0.58 % (atómico) para la muestra tratada a dos horas. Este comportamiento del incremento del oxígeno y la disminución

del carbono se presentó en la muestra tratada durante cuatro horas mostrando un incremento del 1.20 % (atómico) de oxígeno.

Tabla 8 Análisis EDS de las muestras tratadas durante 2 y 4 horas.

CNs despues del tratamiento	C %	O %	Fe %
<i>CNs (2 horas)</i>	98.19	1.46	0.35
<i>CNs (4 hordas)</i>	97.55	2.07	0.39

4.3.3 Espectroscopía Raman de las CSs decapadas

El espectro Raman para la muestra decapada mostró las bandas características de los CNs como se observa en la figura 42, presentando una relación de intensidades de las bandas ID/IG = 1.088 y IG'/IG = 0.314. La primera relación indica el grado de desorden en el carbono y el segundo es inversamente proporcional al número de capas de grafeno [60, 81]. Un análisis comparativo entre los espectros Raman de las CNs decapadas y no decapadas, presenta claras diferencias en las bandas características, figura 43, donde la relación de intensidades presenta valores diferentes que se pueden observar en la tabla 9. Un aumento en la relación de las intensidades ID/IG ocurre debido a la dispersión elástica causada por la mayor intensidad de los defectos, por el contrario, mientras la estructura es más amorfa esta relación de intensidades disminuye [54, 82] la comparativa de estas dos relaciones ID/IG (tratadas) > ID/IG (no tratadas) lo que sugiere que hay un aumento en la cantidad de defectos una vez tratada la muestra demostrando que si hubo un cambio significativo respecto a la muestra sin tratar, en otras palabras a mayor tiempo del tratamiento aumenta el daño que se produce en la superficie de las CNs [54, 76]. Por otra parte, podemos inferir respecto a la relación de intensidades IG'/IG mientras más nos acerquemos a 1, menores serán las capas de grafeno que forman nuestras CNs.

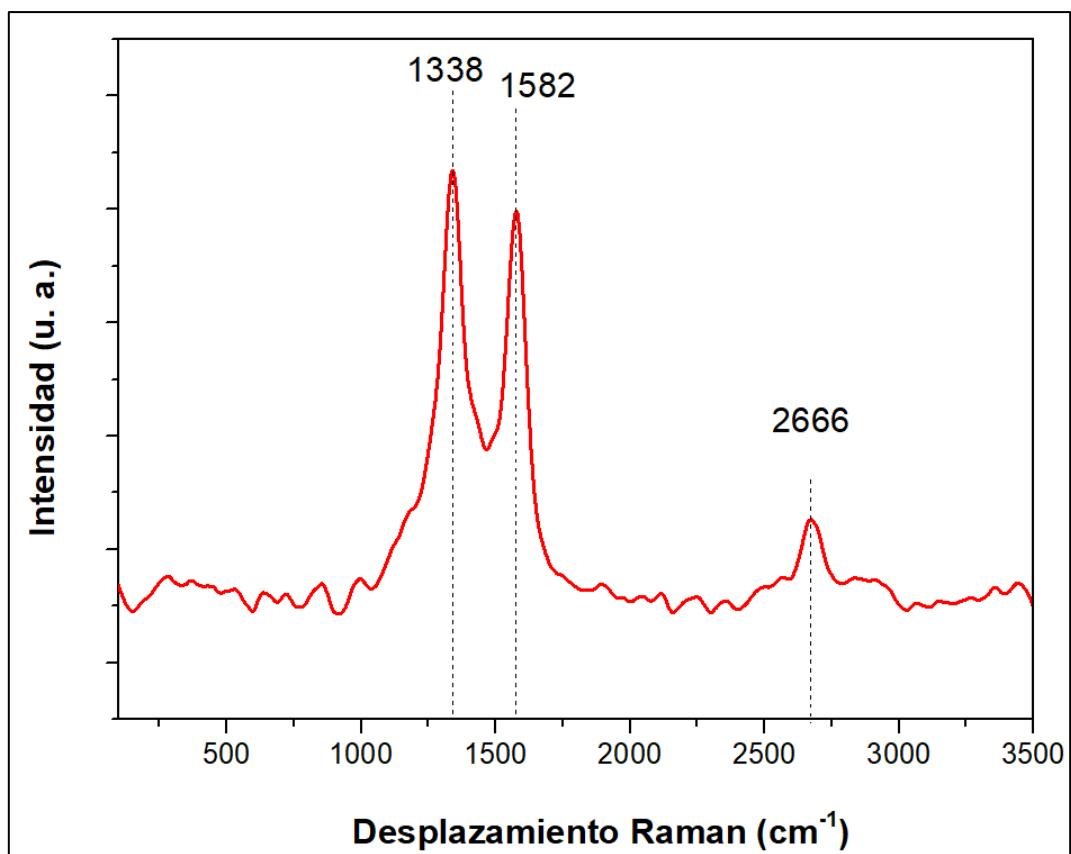


Figura 42 Espectro Raman de la muestra sometida a un baño ultrasónico (decapado).

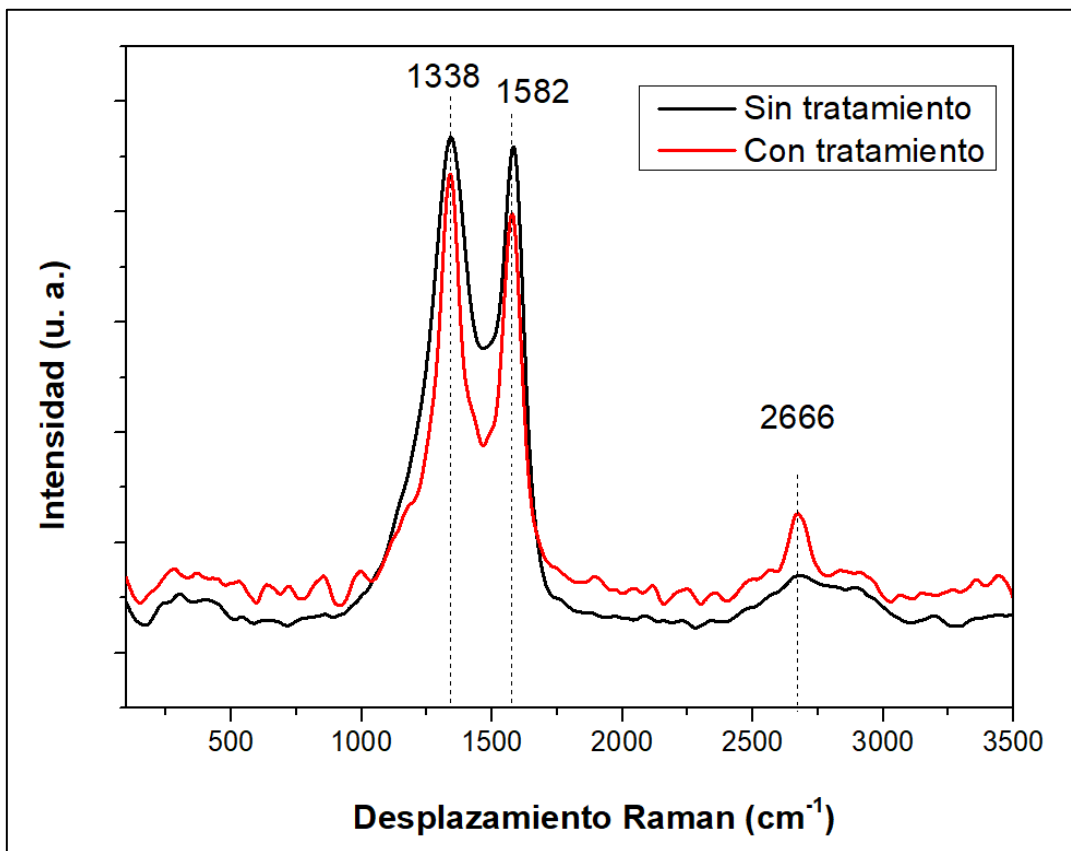


Figura 43 Raman de la muestra sometida a un baño ultrasónico (tratada y no tratada).

Tabla 9 Valores y relación de intensidades del espectro Raman de las muestras sin tratamiento y con tratamiento ultrasónico

	D (cm ⁻¹)	G (cm ⁻¹)	G' (cm ⁻¹)	ID/IG	IG'/IG
CSs	0.935	0.917	0.139	1.019	0.151
CSs Tratadas	0.872	0.801	0.252	1.088	0.314

4.3.4 Análisis XRD de las CSs decapadas

El patrón de las muestras: sin tratar (figura 44), tratada a 2 horas (figura 45) y tratada a 4 horas (figura 46) presentó cambios significativos en la intensidad y amplitud. El pico de difracción que suele aparecer en el rango de 10.4-10.64° (2θ) es típico del óxido de grafeno (GO) y normalmente presenta una distancia interplanar en un intervalo de 0.82-0.85 nm para el plano (100) [54, 83, 84]. Esta diferencia de distancias entre las capas del GO se les atribuye a las fuerzas de repulsión de los planos basales relacionadas con la presencia de los grupos funcionales que presentan oxígeno [83]RevisiónbibliografíaRevisión aunque también podemos encontrar el mismo plano (100) en el ángulo de difracción 8.5°-8.6° (2θ) [85] como se puede apreciar en la figura 44, la figura 45 y figura 46. Estas diferencias entre los ángulos son otro indicador que sugiere grandes distancias interplanares entre los planos cristalográficos [85].

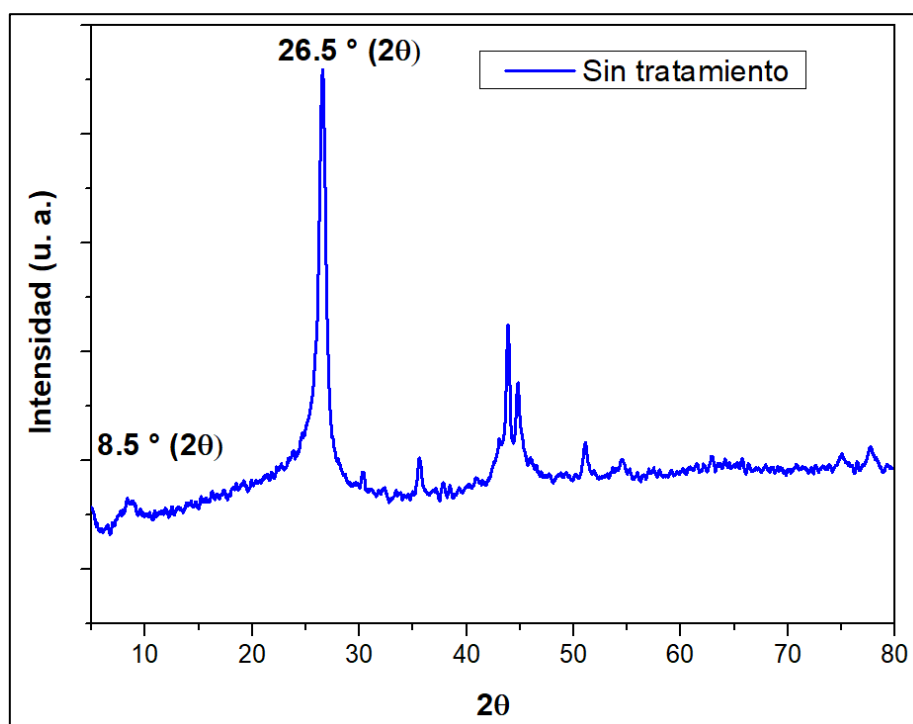


Figura 44 XRD de las CSs antes del tratamiento.

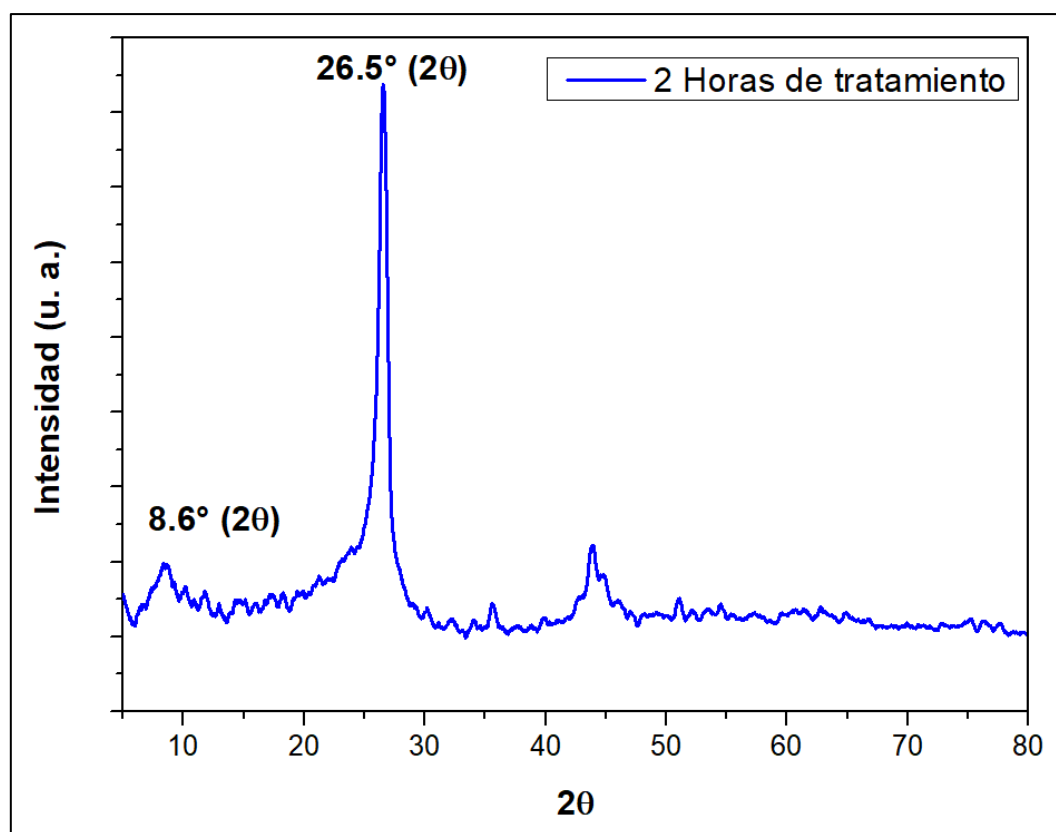


Figura 45 XRD de las CNs tratadas durante 2 horas.

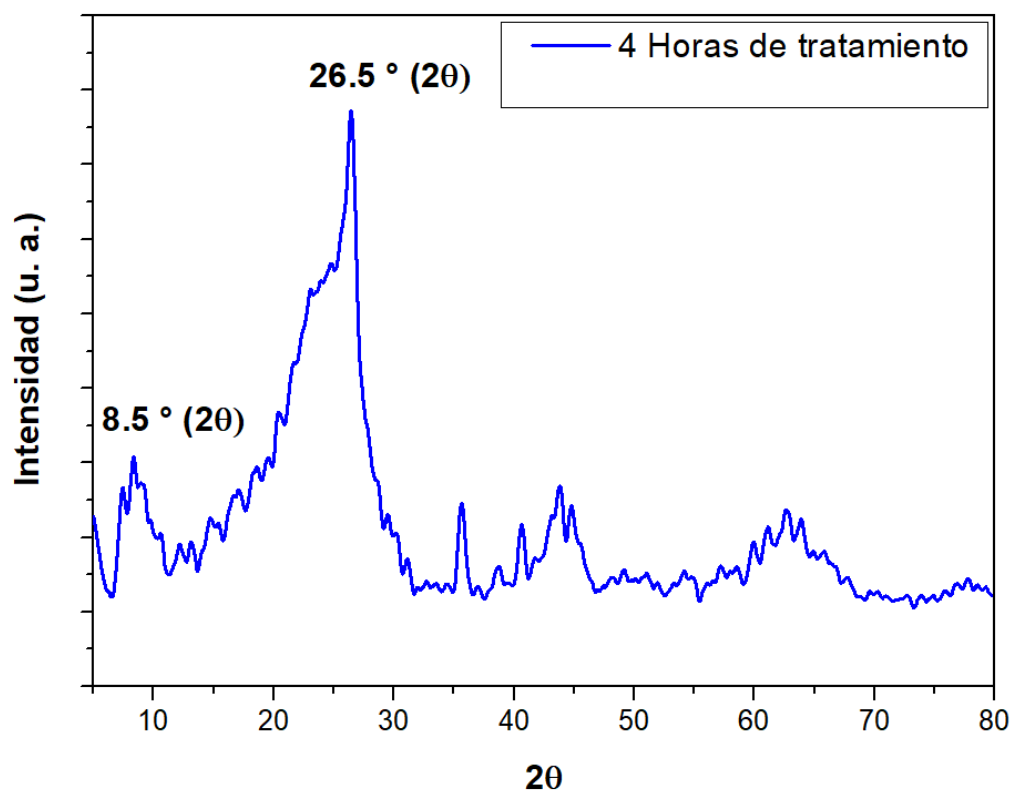
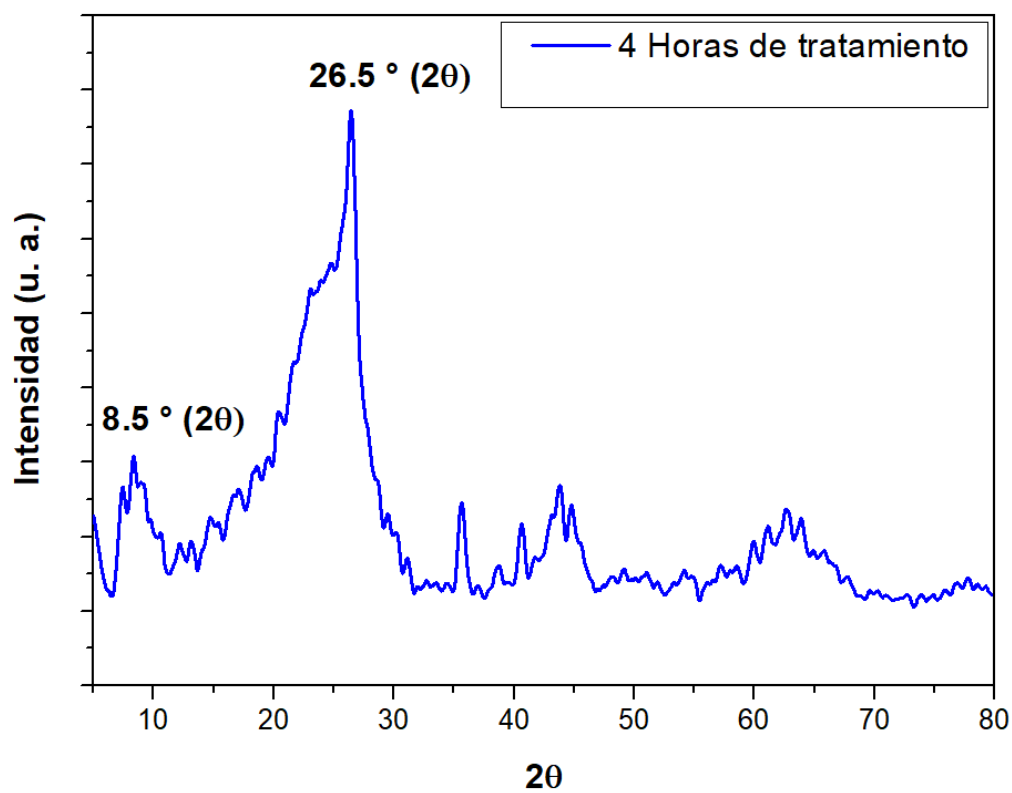


Figura 46 XRD de las CNs tratadas durante 4 horas.

Estos cambios sugieren una modificación inducida por el tratamiento en las distancias interplanares y el tamaño de grano bajo distintas condiciones de procesamiento.

Mediante la aplicación de la ley de Bragg, fue posible determinar la distancia interplanar de las CNs tanto en su estado inicial como después de los tratamientos de dos y cuatro horas. Este incremento en la distancia interplanar, en correspondencia directa con el aumento del tiempo de tratamiento, se alinea con las expectativas previas y se corrobora en la tabla 10. Dicha expansión interplanar podría posibilitar su aplicación en escenarios que demanden amplias separaciones para la acomodación de grupos funcionales específicos. Simultáneamente, una reducción en el tamaño de grano fue observada, decreciendo de aproximadamente 38.90 nm para las CSs iniciales a 32.40 nm tras dos horas de tratamiento, y ulteriormente a 17.60 nm después de cuatro horas.

Ecuación 4 Bragg:

$$\lambda = 2d\sin\theta \quad \text{.....} Ec (4)$$

Donde:

λ : longitud de onda.

d: distancia entre planos cristalinos.

θ : ángulo de incidencia [86]

La variación en el tamaño de grano muestra el desprendimiento de las capas de grafeno que constituyen las CSs y también una reducción en su dimensión a través de la inducción de defectos mediada por el efecto de cavitación.

Tabla 10 Ángulos de difracción y distancia interplanar del plano (100).

Muestras	Angulo de difracción 2θ	Distancia d (nm)
CSs (EPS)	8.5	1.060
CNs tratada (2 horas)	8.6	1.061
CNs tratada (4 horas)	8.5	1.080

CONCLUSIONES

- Se logró sintetizar CNs por CVD y optimizar este proceso, con lo que se pudo obtener un mayor rendimiento de la masa de los CNs sintetizadas. También se pudo conformar compósitos a partir de CNs y poliestireno expandido usando diferentes concentraciones.
- Las micrografías SEM demostraron que las CNs sintetizadas presentaron una morfología esférica con la tendencia a formar aglomerados de estas esferas.
- Se analizaron las CNs por XRD, con la presentación de picos característicos en los planos (002) y (100) del carbono hexagonal grafitico. Por otra parte, la espectroscopía FTIR evidenció las bandas principales de los grupos OH, CH_x, C=C y C=O.
- La implementación de un baño ultrasónico facilitó una dispersión homogénea de las CNs dentro de la matriz polimérica, con la consecuente localización de estas estructuras en el centro de dicha matriz. Dichos compósitos presentaron altos contenidos de carbono, bajos contenidos de oxígeno y una mínima presencia de otros elementos (Cr, Fe, Na, K y Ca).
- El análisis FTIR para los compósitos con diferentes concentraciones mostró los grupos funcionales OH, CH_x, C=C y C=O. La presencia de dichos grupos funcionales podría, por lo tanto, influir en la mejora de las propiedades conferidas al compósito, así como en sus potenciales aplicaciones.
- La espectroscopía Raman de las CNs evidenció las bandas características D, G y G' asociadas a sus estructuras, donde la relación de intensidades I_D/I_G sugirió un parámetro de cristalinidad aceptable; asimismo, la relación de intensidades I_G/I_G de la muestra recolectada indicó la naturaleza multicapa de las CSs, una característica corroborada mediante el análisis por microscopía electrónica de barrido (SEM). Adicionalmente, el análisis del polímero prístino y del compósito con una concentración del 5.6 % reveló las señales correspondientes a los anillos aromáticos (contracción/expansión) del poliestireno, junto con los desplazamientos de estas señales en el rango de aparición de la banda G. Este hallazgo sugiere una interacción entre el polímero y las CSs.
- Los ensayos de microdureza Vickers que se realizaron a los compósitos reforzados con CSs a diferentes concentraciones (1.6, 3.2, 4.8 y 5.6 %) mostraron una mayor dureza respecto al compósito prístino, lo cual representa una mejora que oscila desde un mínimo del 38.60% para la concentración más baja (1.6% en peso) de CSs hasta un

máximo del 63.71% en la concentración más alta (5.6% en peso). Ello sugiere una distribución adecuada de las CNs dentro de la matriz polimérica, lo que presumiblemente contribuyó al incremento de la dureza.

- Los ensayos de conductividad eléctrica, llevados a cabo en los compósitos con diversas concentraciones (1.6, 3.2, 4.8 y 5.6 %), revelaron valores superiores de conductividad en comparación con la película polimérica prístina, alcanzando un valor óptimo a una concentración del 3.2% en peso. Estas características inherentes a los compósitos poliméricos reforzados con CNs, por consiguiente, los hacen potencialmente viables para su aplicación en el campo de la electrónica, específicamente como blindaje electromagnético para componentes sensibles a este tipo de fenómenos.
- El ensayo de tribología se realizó sin el uso de lubricantes y aplicando las mismas condiciones, mostrando una mejora significativa respecto del coeficiente de fricción del polímero prístino con un valor promedio de 0.1040 y de 0.1670 para el compósito reforzado con un 3.2 % de CSs. Esto representa una mejora de 60.57 %. Este fenómeno podría asociarse a la adecuada dispersión del refuerzo dentro de la matriz polimérica, así como a las propiedades intrínsecas de los nanomateriales de carbono.
- La modificación de las estructuras de carbono sintetizadas se alcanzó mediante la aplicación de un tratamiento post-síntesis, el cual permitió la observación, a través de micrografías por (SEM), de un cambio morfológico significativo. Este tratamiento ultrasónico posibilitó la separación de los aglomerados unidos por fuerzas de Van der Waals. Adicionalmente, el espectro Raman reveló modificaciones evidentes a través de un aumento en la relación de intensidades ($I_D/I_G = 1.088$) para la muestra tratada, valor superior al de la muestra no tratada ($I_D/I_G = 1.019$). Este hallazgo indica un incremento en la densidad de defectos en las CNs, una reducción en el tamaño de grano y un aumento en la distancia interplanar de estas nuevas estructuras, lo cual podría redundar en un beneficio para la mejora de potenciales aplicaciones. Esto sugiere, por ende, que subsiste un amplio margen para la investigación en el ámbito de los nanomateriales de carbono.

ACCIONES DE DIFUSIÓN

Primer Autor en Artículos arbitrados indizados:

- “The use of Taguchi statistical tool for synthesis of carbon nanostructures by chemical vapor deposition from EPS”. MRS-Advances. (2022). <https://doi.org/10.1557/s43580-022-00363-7>
- “Flow variation impact in the synthesis of carbon nanomaterials from polystyrene recycling”. MRS-Advances. (2023). <https://doi.org/10.1557/s43580-023-00672-5>
- “Composites from recycled polystyrene, from nanostructuring to incorporation”. MRS-Advances. (2024). <https://doi.org/10.1557/s43580-024-01007-8>
- “Exfoliation by cavitation of carbon spheres from green sources, an option to graphene oxide synthesis”. J Chem Technol Biotechnol. (2026). DOI 10.1002/jctb.70157

Primer Autor en Ponencias en congresos:

- ❖ XLIII Encuentro Nacional de la AMIDIQ; “Diseño de superficies de respuesta: un análisis comparativo en la mejora del rendimiento de los nanomateriales de carbono sintetizados vía CVD” agosto 2022.
- ❖ 17 Congreso Estatal de Ciencia Tecnología e Innovación; “Precursor verde o precursor derivado del petróleo; que es más conveniente a la hora de sintetizar nanomateriales de carbono por CVD”, octubre 2022.
- ❖ 30th International Materials Research Congress and International Conference on Advanced Materials; “Design of response surfaces for optimal synthesis conditions in synthesis of carbon spheres from recycled polystyrene”, agosto 2022.
- ❖ XV International Conference on Surfaces, Materials and Vacuum; "The use of Taguchi statistical tool for synthesis of carbon nanostructures by chemical vapor deposition from EPS", septiembre 2022.
- ❖ INTERNATIONAL CONFERENCE ON POLYMERS AND ADVANCED MATERIALS “POLYMAT”; “Synthesis of carbon spheres from expanded polystyrene”, octubre 2022.

- ❖ 31st International Materials Research Congress; “Flow variation impact in the synthesis of carbon nanomaterials from polystyrene recycling”, agosto 2023.
- ❖ XLIV Encuentro Nacional de la AMIDIQ; “Influencia del gas de arrastre en la síntesis de nanomateriales de carbono por CVD”, mayo 2023.
- ❖ 18 Congreso Estatal de Ciencia Tecnología e Innovación; “Una forma innovadora de reciclaje de poliestireno de empaque: nanoestructuras de carbono”, octubre 2023.
- ❖ LXVI Congreso Nacional de Física; “Reciclaje de plástico para síntesis de nanoestructuras de carbono”, octubre 2023.
- ❖ XLV Encuentro Nacional de la AMIDIQ; “Obtención de un compuesto polimérico con refuerzo de nanoestructuras de carbono”, mayo 2024.
- ❖ 19 Congreso Estatal de Ciencia Tecnología e Innovación; “Síntesis y caracterización de un material compuesto a partir de una materia prima reciclada”, octubre 2024.
- ❖ 32th International Materials Research Congress; “Composites from recycled polystyrene, from nanostructuring to incorporation”, Agosto 2024.
- ❖ LXVIII Congreso Nacional de Física; “Reducción del tamaño de nanoestructuras de carbono mediante el baño ultrasonico”, octubre 2025
- ❖ XLVI Encuentro Nacional de la AMIDIQ; “Análisis de espectroscopías para observar la influencia de CNs en compósitos de poliestireno reciclado” mayo 2025.
- ❖ 20 Congreso Estatal de Ciencia Tecnología e Innovación; “Uso de CSs para mejorar la dureza de compósitos de poliestireno”, octubre 2025.

Co-Autor en Artículos arbitrados indizados:

- “Carbon nanomaterials synthesis by chemical vapor deposition from conifer exudate”. MRS-Advances. (2022). <https://doi.org/10.1557/s43580-022-00372-6>
- “The use of carbon spheres to enhance the beneficial activity of *Bacillus thuringiensis* and *Micromonospora echinospora* in the germination of *Prosopis glandulosa*”. J Chem Technol Biotechnol. (2023). DOI 10.1002/jctb.7578

- “Carbon spheres: an option to improve the germination and growth process of *Pinus devoniana* under in vitro and greenhouse conditions”. *Journal of Materials Science: Materials in Engineering*. (2024). <https://doi.org/10.1186/s40712-025-00270-3>
- “Statistical and metallurgy analysis of welded joint of three DP-270 steels dissimilar in thickness”. *MRS-Advances*. (2024). <https://doi.org/10.1557/s43580-024-00996-w>
- “Spectral and morphological characterization of carbon nanomaterial-reinforced dual phase 270 steel in resistance spot welding”. *MRS-Advances*. (2025) <https://doi.org/10.1557/s43580-025-01493-4>
- “Cellulose/chitosan biofilms with MWCNTs prepared by the casting method”. *MRS-Advances*. (2025) <https://doi.org/10.1557/s43580-026-01610-x>

Co-Autor en Ponencias en congresos:

- ❖ 30th International Materials Research Congress and International Conference on Advanced Materials; “Application of green chemistry principles for the formation of carbon nanomaterials from conifer exudate”, agosto 2022.
- ❖ XLIV AMIDIQ “Influencia de la acidez de la brea de pino para la síntesis de nanomateriales de carbono”, mayo-junio 2023.
- ❖ 31st International Materials Research Congress and International Conference “Optimization of CVD synthesis of carbon spheres obtained from colophony”, agosto 2023.
- ❖ LXVI Congreso Nacional de Física; “Síntesis de MWCNTS a partir de fracción metanólica de la fermentación de caña de azúcar”, octubre 2023.
- ❖ 20° Foro de Ingeniería e Investigación en Materiales; “Síntesis de Nanotubos de Carbono con un Precursor Industrial Sustentable”, noviembre 2023.
- ❖ XLV AMIDIQ; “Andamios de quitosana-pva con inserción de MWCNTS para aplicación en bioingeniería”, mayo 2024.
- ❖ XLV AMIDIQ; “Influencia de nanomateriales de carbono en la acidez del proceso de germinación de semillas”, mayo 2024.

- ❖ XLVI AMIDIQ; “El rol de nanopartículas de carbono en las variables de respuesta de germinación de semillas de pino”, mayo 2025.
- ❖ XLVI AMIDIQ; “Películas de celulosa/quitosana con nanotubos de carbono como material de refuerzo”, mayo 2025.
- ❖ 32nd International Materials Research Congress; “Analysis of interaction between carbon nanomaterials and dual phase steel in RWS welding technique”, agosto 2024.
- ❖ 32nd International Materials Research Congress; Effect of carbon nanomaterials on the germination process of pinus sp seeds invitro”, agosto 2024.
- ❖ 32nd International Materials Research Congress; “Statistical and metallurgy analysis of welded joint of three dp-270 steels disimilar in thickness”, Agosto 2024.
- ❖ 33rd International Materials Research Congress; “Nanostructured reinforcement of DP-270 dual-phase steel welds: an investigation of carbon nanomaterials integration under resistance spot welding conditions”, Agosto 2025.
- ❖ 33rd International Materials Research Congress; “Synthesis and characterization of carbon nanomaterials produced by electric arc discharge: structural and chemical insights”, Agosto 2025.
- ❖ 33rd International Materials Research Congress; “CNN-Based classification of porosity occurrence in resistance spot welding nuggets”, Agosto 2025.
- ❖ 33rd International Materials Research Congress; “Carbon nanomaterials as inducers of activation in the vegetable growth of pine”, Agosto 2025.
- ❖ 22° Foro de Ingeniería e Investigación en Materiales; “Influencia de Variables de Síntesis de Nanomateriales Carbonosos con Morfología Esférica a Partir de Colofonia y EPS”, noviembre 2025.
- ❖ 20 Congreso Estatal de Ciencia Tecnología e Innovación; “Obtención de compósitos sustentables por electrohilado”, octubre 2025.

REFERENCIAS BIBLIOGRÁFICAS

1. Li, H., et al., *Processing and characterization of nanostructured Cu-carbon nanotube composites*. Materials Science and Engineering A, 2009. **523**: p. 60-64.
2. Santos, L.F.d.P., et al., *Processing, thermal and mechanical behaviour of PEI/MWCNT/carbon fiber nanostructured laminate*. Materials Research Express, 2017. **4**(11): p. 115037-115037.
3. Pineda-Reyes, A.M., et al., *Implementation of the emulsification-diffusion method by solvent displacement for polystyrene nanoparticles prepared from recycled material*. RSC Advances, 2020. **11**(4): p. 2226-2234.
4. Ledesma, J.M., *Nanoquímica, un campo de conocimientos de alto valor educativo y disciplinar*. Mundo Nano Revista Interdisciplinaria en Nanociencia y Nanotecnología, 2021. **15**(28).
5. Aher, A.S. and V.K. Pandey, *Insight on the Effect of Nanoparticles addition in Oil Lubrication: A Review*. 2023, University of Kragujevac. p. 444-456.
6. Nicolaev, P., et al., *Fullerene 60 Nanowires*. Pure & Appl. Chem., 1996. **69**: p. 31-34.
7. Peigney, A., et al., *Specific surface area of carbon nanotubes and bundles of carbon nanotubes*. Carbon, 2001. **39**(4): p. 507-514.
8. Deshmukh, A.A., S.D. Mhlanga, and N.J. Coville, *Carbon spheres*. Materials Science and Engineering R Reports, 2010. **70**: p. 1-28.
9. Balandrán-Quintana, R.R., et al., *Nanotubos de carbono y bionanotecnología*. Interciencia, 2008. **33**(5): p. 331-336.
10. Gusain, R., N. Kumar, and S.S.J.C.C.R. Ray, *Recent advances in carbon nanomaterial-based adsorbents for water purification*. 2020. **405**: p. 213111.
11. Panickar, R., C.B. Sobhan, and S. Chakravorti, *Chemical vapor deposition synthesis of carbon spheres: Effects of temperature and hydrogen*. Vacuum, 2020. **172**: p. 109108-109108.
12. Pang, J., et al., *CVD growth of 1D and 2D sp² carbon nanomaterials*. Journal of Materials Science, 2015. **51**(2): p. 640-667.
13. Yan, Q.L., et al., *Highly energetic compositions based on functionalized carbon nanomaterials*. Nanoscale, 2015. **8**(9): p. 4799-4851.
14. Dai, H., *Carbon Nanotubes: Synthesis, Integration, and Properties*. Accounts of Chemical Research, 2002. **35**(12): p. 1035-1044.
15. Kroto, H.W., A.W. Allaf, and S.P. Balm, *C₆₀: Buckminsterfullerene*. Chemical Reviews, 1991. **91**(6): p. 1213-1235.
16. Falcao, E.H. and F. Wudl, *Carbon allotropes: beyond graphite and diamond*. Journal of Chemical Technology & Biotechnology, 2007. **82**(6): p. 524-531.
17. Partoens, B. and F.M. Peeters, *From graphene to graphite: Electronic structure around the Kpoint*. Physical Review B, 2006. **74**(7).
18. Mojica, M., J.A. Alonso, and F. Méndez, *Synthesis of fullerenes*. Journal of Physical Organic Chemistry, 2013. **26**(7): p. 526-539.
19. Terrones, M. and H. Terrones, *The carbon nanocosmos: novel materials for the twenty-first century*. Philosophical Transactions of the Royal Society A Mathematical Physical and Engineering Sciences, 2003. **361**(1813): p. 2789-2806.
20. Rathinavel, S., K. Priyadharshini, and D. Panda, *A review on carbon nanotube: An overview of synthesis, properties, functionalization, characterization, and the application*. Materials Science and Engineering B, 2021. **268**: p. 115095-115095.
21. Mbayachi, V.B., et al., *Graphene synthesis, characterization and its applications*. Results in Chemistry, 2020. **3**: p. 100163.

22. Journet, C., et al., *Large-scale production of single-walled carbon nanotubes by the electric-arc technique*. 1997. **388**(6644): p. 756-758.
23. Wasel, W., et al., *Experimental characterization of the role of hydrogen in CVD synthesis of MWCNTs*. Carbon, 2007. **45**(4): p. 833-838.
24. Askeland, D.R., W.J. Wright, and L.P. Rosales, *Ciencia e ingeniería de los materiales*. Vol. 3. 1998: International Thomson Editores México.
25. Carraher, C.E.J., *Polymer chemistry*. 2002: CRC Press.
26. J, F., Paul, *Principles of polymer chemistry*. 1952, European Organization for Nuclear Research.
27. Kricheldorf, H.R., M. Berl, and N. Scharnagl, *Poly(lactones)*. 9. *Polymerization mechanism of metal alkoxide initiated polymerizations of lactide and various lactones*. Macromolecules, 1988. **21**(2): p. 286-293.
28. Grande-Tovar, C.D. and F. Zuluaga, *Polimerización por adición, fragmentación y transferencia reversible, RAFT: una revisión del mecanismo y el alcance de la técnica*. Revista Iberoamericana de Polímeros, 2009. **11**(6): p. 339-359.
29. Francisco, L.C., *VI Escuela Venezolana para la Enseñanza de la Química. - Fundamentos de polímeros*. 2003.
30. Ravve, A., *Principles of Polymer Chemistry*. 2011.
31. Anastas, P. and N. Eghbali, *Green chemistry: Principles and practice*. Chem. Soc. Rev., 2009. **39**: p. 301-12.
32. Ambriz-Torres, J.M., et al., *Electrical conductivity and Vickers microhardness of composites synthesized from multiwalled carbon nanotubes and carbon spheres with poly(methyl methacrylate): a comparative study*. Journal of Materials Science Materials in Electronics, 2020. **31**(10): p. 7411-7422.
33. Granados-Martínez, F.G., et al., *MWCNTs-polymer composites characterization through spectroscopies: FTIR and Raman*. 2018. **3**(63): p. 3757-3762.
34. Contreras-Navarrete, J.J., et al., *Electrical and mechanical properties enhancing of PMMA and PA6 by functionalized MWCNTs addition*. 2018. **3**(62): p. 3715-3721.
35. Contreras-Navarrete, J., et al., *Electrical conductivity and Vickers hardness enhancement by pristine and functionalized MWCNTs incorporation in polycaprolactam matrix*. 2018. **29**(18): p. 15776-15783.
36. Ambriz-Torres, J.M., et al., *Synthesis and Characterization of Carbon Spheres/Poly(Methyl Methacrylate) Composites with Enhanced Electrical Conductivity and Vickers Microhardness*. Journal of Electronic Materials, 2019. **48**(8): p. 5161-5168.
37. Kaplan, B.D., *Microstructural Characterization of Materials*. 2007: John Wiley & Sons Ltd.
38. Frank, L., *Advances in scanning electron microscopy*, in *Advances in imaging and electron physics*. 2001, Academic Press. p. 327-373.
39. Goldstein, J.I., et al., *Scanning Electron Microscopy and X-ray Microanalysis*. 2002.
40. Țucureanu, V., A. Matei, and A. Avram, *FTIR Spectroscopy for Carbon Family Study*. Critical Reviews in Analytical Chemistry, 2016. **46**(6): p. 502-520.
41. Berthomieu, C. and R. Hienerwadel, *Fourier transform infrared (FTIR) spectroscopy*. Photosynthesis Research, 2009. **101**: p. 157-170.
42. Prasad, R.D., et al., *A review on spectroscopic techniques for analysis of nanomaterials and biomaterials*. 2024. **27**: p. 1264.
43. Jones, R.R., et al., *Raman Techniques: Fundamentals and Frontiers*. Nanoscale Research Letters, 2019. **14**(1): p. 231-231.
44. Gutiérrez-García, C.J., et al., *Synthesis of carbon spheres by atmospheric pressure chemical vapor deposition from a serial of aromatic hydrocarbon precursors*. Physica E Low-dimensional Systems and Nanostructures, 2019. **112**: p. 78-85.

45. Tang, C.Y. and Z. Yang, *Transmission Electron Microscopy (TEM)*, in *Elsevier eBooks*. 2016, Elsevier BV. p. 145-159.
46. Bunaciu, A.A., E.G. Udriștioiu, and H.Y. Aboul-Enein, *X-Ray Diffraction: Instrumentation and Applications*. *Critical Reviews in Analytical Chemistry*, 2015. **45**(4): p. 289-299.
47. Contreras-Navarrete, J.J., et al., *Electrical and mechanical properties enhancing of PMMA and PA6 by functionalized MWCNTs addition*. *MRS Advances*, 2018. **3**(62): p. 3715-3721.
48. Dennis, J.E.S., et al., *Carbon Microspheres as Ball Bearings in Aqueous-Based Lubrication*. *ACS Applied Materials & Interfaces*, 2011. **3**(7): p. 2215-2218.
49. Alazemi, A.A., et al., *Ultrasooth Submicrometer Carbon Spheres as Lubricant Additives for Friction and Wear Reduction*. *ACS Applied Materials & Interfaces*, 2015. **7**(9): p. 5514-5521.
50. Smits, F.M.J.B.S.T.J., *Measurement of sheet resistivities with the four-point probe*. 1958. **37**(3): p. 711-718.
51. Granados-Martínez, F.G., et al., *Composite Films from Polystyrene with Hydroxyl end Groups and Carbon Nanotubes*. *Materials Research*, 2017. **19**: p. 133-138.
52. Poiré-De la Cruz, D.R., et al., *Composites from recycled polystyrene, from nanostructuring to incorporation*. *MRS Advances*, 2024. **9**(22): p. 1742-1746.
53. Contreras-Navarrete, J.d.J., et al. *Taguchi Experimental Design in Carbon Nanomaterials Synthesis*. in *ASME International Mechanical Engineering Congress and Exposition*. 2016. American Society of Mechanical Engineers.
54. Cruz, D.R.P.D.I., et al., *Exfoliation by cavitation of carbon spheres from green sources, an option to graphene oxide synthesis*. *Journal of Chemical Technology & Biotechnology*, 2026.
55. Sadiq, I.Z., et al., *Sample size calculation in biomedical, clinical and biological sciences research*. 2025. **11**(1): p. 133-141.
56. Cruz, D.R.P.D.I., et al., *Flow variation impact in the synthesis of carbon nanomaterials from polystyrene recycling*. *MRS Advances*, 2023. **8**(23): p. 1315-1318.
57. García-Ruiz, D., et al., *Carbon nanostructures synthesis from isopropanol and ethyl acetate applying green chemistry principles síntesis de nanoestructuras de carbono a partir de isopropanol Y acetato de etilo aplicando principios de química verde*. 2019. **18**(2): p. 659-671.
58. Ismail, I., et al., *Phase, morphological, and magnetic properties of iron oxide nanoparticles extracted from mill scale waste and its surface modification with CTAB surfactant*. *Journal of the Australian Ceramic Society*, 2019. **56**(2): p. 729-743.
59. Cançado, L.G., et al., *General equation for the determination of the crystallite size La of nanographite by Raman spectroscopy*. *Applied Physics Letters*, 2006. **88**(16).
60. Dresselhaus, M.S., et al., *Perspectives on Carbon Nanotubes and Graphene Raman Spectroscopy*. *Nano Letters*, 2010. **10**(3): p. 751-758.
61. Pimenta, M.A., et al., *Studying disorder in graphite-based systems by Raman spectroscopy*. *Physical Chemistry Chemical Physics*, 2007. **9**(11): p. 1276-1290.
62. Nguyen, V.T., et al., *Synthesis of multi-layer graphene films on copper tape by atmospheric pressure chemical vapor deposition method*. *Advances in Natural Sciences Nanoscience and Nanotechnology*, 2013. **4**(3): p. 35012-35012.
63. Landro, L.D., et al., *Detection of Voids in Carbon/Epoxy Laminates and Their Influence on Mechanical Properties*. *Polymers and Polymer Composites*, 2017. **25**(5): p. 371-380.
64. Al-Kadhemy, M.F.H., W.H. Abaas, and I. Fahker, *The Effect of Gamma Radiation on the FTIR Spectrum of Crystal Violet Doped Polystyrene Films*. *Caspian Journal of Applied Sciences Research*, 2012. **2**(7): p. 11-17.
65. Granadino-Roldán, J.M., M. Fernández-Gómez, and A. Navarro, *The vibrational analysis of styrene, revisited*. *Chemical Physics Letters*, 2003. **372**: p. 255-262.

66. Taudul, B., F. Tielens, and M. Calatayud, *Raman Characterization of Plastics: A DFT Study of Polystyrene*. The Journal of Physical Chemistry B, 2024. **128**(17): p. 4243-4254.
67. Carrión, F.J., et al., *Single-walled carbon nanotubes modified by ionic liquid as antiwear additives of thermoplastics*. Composites Science and Technology, 2010. **70**(15): p. 2160-2167.
68. Fujigaya, T. and N. Nakashima, *Non-covalent polymer wrapping of carbon nanotubes and the role of wrapped polymers as functional dispersants*. Science and Technology of Advanced Materials, 2015. **16**(2): p. 24802-24802.
69. Wang, C., et al., *Polystyrene–acrylonitrile–CNTs nanocomposites preparations and tribological behavior research*. Wear, 2008. **265**: p. 1923-1926.
70. Kostromin, S. and S. Bronnikov, *Electrical conductivity of polymer/carbon nanofillers composites*. Journal of Physics Conference Series, 2021. **2045**(1): p. 12008-12008.
71. Sachdev, V.K., et al., *Electrical and EMI shielding characterization of multiwalled carbon nanotube/polystyrene composites*. Journal of Applied Polymer Science, 2013. **131**(24).
72. Chikyu, N., et al., *Excellent electromagnetic interference shielding characteristics of a unidirectionally oriented thin multiwalled carbon nanotube/polyethylene film*. Materials & Design, 2020. **195**: p. 108918-108918.
73. Ujah, C.O., D.V.V. Kallon, and V.S. Aigbodion, *Tribological Properties of CNTs-Reinforced Nano Composite Materials*. Lubricants, 2023. **11**(3): p. 95-95.
74. Rubio, N., et al., *Ball-Milling Modification of Single-Walled Carbon Nanotubes: Purification, Cutting, and Functionalization*. Small, 2011. **7**(5): p. 665-674.
75. Lucas, A., et al., *Kinetics of Nanotube and Microfiber Scission under Sonication*. The Journal of Physical Chemistry C, 2009. **113**(48): p. 20599-20605.
76. Arrigo, R., et al., *Sonication-Induced Modification of Carbon Nanotubes: Effect on the Rheological and Thermo-Oxidative Behaviour of Polymer-Based Nanocomposites*. Materials, 2018. **11**(3): p. 383-383.
77. Hennrich, F., et al., *The Mechanism of Cavitation-Induced Scission of Single-Walled Carbon Nanotubes*. The Journal of Physical Chemistry B, 2007. **111**(8): p. 1932-1937.
78. Chew, H.B., et al., *Compressive dynamic scission of carbon nanotubes under sonication: fracture by atomic ejection*. Proc R Soc Lond A Math Phys Eng Sci, 2010. **467**: p. 1270-1289.
79. Nieto-Márquez, A., et al., *Carbon nanospheres: synthesis, physicochemical properties and applications*. Journal of Materials Chemistry, 2011. **21**(6): p. 1664-1672.
80. Sonia, F.J., M. Aslam, and A. Mukhopadhyay, *Understanding the processing-structure-performance relationship of graphene and its variants as anode material for Li-ion batteries: A critical review*. Carbon, 2019. **156**: p. 130-165.
81. Al-Kadhemy, M.F.H., W.H. Abaas, and I. Fahker, *The Effect of Gamma Radiation on the FTIR Spectrum of Crystal Violet Doped Polystyrene Films*. Caspian Journal of Applied Sciences Research, 2013. **2**(7): p. 11-17.
82. Surekha, G., et al., *FTIR, Raman and XRD analysis of graphene oxide films prepared by modified hummers method*. J Phys Conf Ser, 2019. **1495**.
83. Park, J., et al., *Reduced Graphene Oxide Aerogels with Functionalization-Mediated Disordered Stacking for Sodium-Ion Batteries*. Batteries, 2022. **8**(2): p. 12-12.
84. Surekha, G., et al., *FTIR, Raman and XRD analysis of graphene oxide films prepared by modified hummers method*. J Phys Conf Ser, 2018. **1495**.
85. Mathioudakis, G.N., et al., *Comparative In-Depth Investigation of Benchmark Graphene Oxides in the Perspective of Their Integration into Industrial Production Processes*. Nanomaterials, 2025. **15**(13): p. 980-980.
86. Bragg, W.H., W.L.J.P.o.t.R.S.o.L.S.A. Bragg, *Containing Papers of a Mathematical, and P. Character, The reflection of X-rays by crystals*. 1913. **88**(605): p. 428-438.

ANEXOS

David Ricardo Poiré de la Cruz

**OBTENCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE UN MATERIAL
COMPUESTO A PARTIR DE NANOESTRUCTURAS DE CARBONO...**

 Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo

Detalles del documento

Identificador de la entrega

trn:oid::3117:612587132

Fecha de entrega

5 ago 2026, 11:14 a.m. GMT-6

Fecha de descarga

5 ago 2026, 11:19 a.m. GMT-6

Nombre del archivo

OBTENCIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE UN MATERIAL COMPUESTO A PARTIR DE NANOESTRUCTURA....pdf

Tamaño del archivo

3.9 MB

83 páginas

18.390 palabras

108.279 caracteres

Formato de Declaración de Originalidad y Uso de Inteligencia Artificial

Coordinación General de Estudios de Posgrado
Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo



A quien corresponda,

Por este medio, quien abajo firma, bajo protesta de decir verdad, declara lo siguiente:

- Que presenta para revisión de originalidad el manuscrito cuyos detalles se especifican abajo.
- Que todas las fuentes consultadas para la elaboración del manuscrito están debidamente identificadas dentro del cuerpo del texto, e incluidas en la lista de referencias.
- Que, en caso de haber usado un sistema de inteligencia artificial, en cualquier etapa del desarrollo de su trabajo, lo ha especificado en la tabla que se encuentra en este documento.
- Que conoce la normativa de la Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo, en particular los Incisos IX y XII del artículo 85, y los artículos 88 y 101 del Estatuto Universitario de la UMSNH, además del transitorio tercero del Reglamento General para los Estudios de Posgrado de la UMSNH.

Datos del manuscrito que se presenta a revisión		
Programa educativo	Doctorado en Ciencias en Ingeniería Mecánica	
Título del trabajo	Obtención y caracterización de un material compuesto a partir de nanoestructuras de carbono multicapa y poliestireno	
	Nombre	Correo electrónico
Autor/es	David Ricardo Poiré de la Cruz	1920697h@umich.mx
Director	Lada Domratcheva Lvova	lvova@umich.mx
Codirector	Francisco Gabriel Granados Martínez	francisco.granados@umich.mx
Coordinador del programa	Gilberto González Avalos	doc.cs.ingenieria.mecanica@umich.mx

Uso de Inteligencia Artificial		
Rubro	Uso (sí/no)	Descripción
Asistencia en la redacción	No	

Formato de Declaración de Originalidad y Uso de Inteligencia Artificial

Coordinación General de Estudios de Posgrado
Universidad Michoacana de San Nicolás de Hidalgo



Uso de Inteligencia Artificial		
Rubro	Uso (sí/no)	Descripción
Traducción al español	No	
Traducción a otra lengua	No	
Revisión y corrección de estilo	No	
Análisis de datos	No	
Búsqueda y organización de información	No	
Formateo de las referencias bibliográficas	No	
Generación de contenido multimedia	No	
Otro	No	

Datos del solicitante	
Nombre y firma	David Ricardo Poire de la Cruz
Lugar y fecha	Morelia Michoacán 4 de agosto de 2026