

# Obtención de grafeno por exfoliación en fase líquida de grafito y su efecto en materiales cerámicos

Eva O. Rodríguez-Romo<sup>1</sup>, Raúl A. Ortiz-Medina<sup>2</sup>, Sathish K. Kamaraj<sup>3</sup>, Víctor A. Maldonado-Ruelas<sup>2</sup> y Francisco J. Rodríguez-Valadez<sup>4</sup>

<sup>1</sup> Universidad Politécnica de Aguascalientes, Ingeniería en Energía, Calle Paseo San Gerardo No. 207, Fracc. San Gerardo C.P.20342 Aguascalientes, Ags., México, [up170382@alumnos.upa.edu.mx](mailto:up170382@alumnos.upa.edu.mx)

<sup>2</sup> Universidad Politécnica de Aguascalientes, Dirección de Posgrado e Investigación, Calle Paseo San Gerardo No. 207, Fracc. San Gerardo C.P.20342 Aguascalientes, Ags., México, [raul.ortiz@upa.edu.mx](mailto:raul.ortiz@upa.edu.mx), [victor.maldonado@upa.edu.mx](mailto:victor.maldonado@upa.edu.mx)

<sup>3</sup> Instituto Tecnológico de El Llano Aguascalientes, Departamento de Ingeniería, km. 18 Carretera Ags.-S.L.P., El Llano Aguascalientes, C.P. 20330, [sathish.bot@gmail.com](mailto:sathish.bot@gmail.com)

<sup>4</sup> Centro de Investigación y Desarrollo Tecnológico en Electroquímica, Parque Tecnológico Querétaro, s/n, Sanfandila, C.P. 76703, Pedro Escobedo, Qro., México, [frdriguez@cideteq.mx](mailto:frdriguez@cideteq.mx)

## Resumen

Los materiales cerámicos cuentan con excelentes propiedades que les han permitido ser utilizados en un sinnúmero de aplicaciones; sin embargo, poseen algunas desventajas como su nivel de fragilidad y mala conductividad eléctrica. Buscando reducir estos inconvenientes, se incorporó grafeno a diferentes concentraciones como agregado en compuestos cerámicos. Para ello se emplearon dos tipos de pasta, arcilla combinada con agua, y arcilla combinada con aloe vera, buscando siempre la facilidad de producción y minimización de costos. Se llevó a cabo el análisis de microscopía electrónica de barrido para analizar la morfología del grafeno empleado, y se analizó la fuerza de tensión que soportan las cerámicas formadas, donde las que cuentan con el mayor porcentaje de grafeno mostraron los mejores resultados en estas pruebas.

**Palabras clave**— Cerámicos, fuerza de tensión, grafeno, grafito

## I. INTRODUCCIÓN

LAS CERÁMICAS han adquirido gran importancia debido a sus atractivas propiedades como alta rigidez, resistencia y estabilidad a altas temperaturas. Es por ello que este tipo de material se ha incorporado en diferentes aplicaciones biomédicas, electrónicas, automotrices, industriales, de defensa y espaciales. Sin embargo, estas tienden a ser frágiles, mecánicamente poco fiables y malas conductoras eléctricas, lo cual ha limitado su uso [1].

El grafeno cuenta con una gran superficie específica, geometría de hoja bidimensional y excelentes propiedades mecánicas, es por ello que es gran prospecto para utilizarse como nanorrelleno en materiales compuestos [2]. Es así como se ha llegado a la incorporación de grafeno en cerámicos. Se han buscado diferentes métodos para lograr una formación homogénea en este tipo de compuesto, como el ultrasonido, molienda de bolas y agitación; sin embargo, estas técnicas pueden ser muy agresivas, llegando a destruir las capas de grafeno o generar reaglomeración de este [3].

### A. El grafeno y su obtención a partir de la exfoliación en fase líquida de grafito

El grafeno es una capa única 2D de átomos de carbono con una estructura hexagonal. Dichos enlaces de carbono se encuentran en una hibridación  $sp^2$ , la cual cuenta con el enlace  $\sigma_{C-C}$ , el cual es uno de los más fuertes en los materiales. El grafeno mantiene un enlace  $\pi$  fuera de plano, el cual contribuye a una red deslocalizada de electrones, formando así una interacción débil entre capas de grafeno o entre el grafeno

y el sustrato [4]. El reto más importante para la utilización de grafeno es su método de producción. En este trabajo, se ha implementado la exfoliación en fase líquida de cristales de grafito. Usualmente, el grafito se sonica en disolventes para generar dispersiones de grafeno, es decir, se inducen microchorros que dan como resultado la exfoliación del grafito. Sin embargo, este es un proceso duro que puede dañar el grafeno [5]. Buscando solucionar esto, se llegó a la exfoliación en fase líquida auxiliada por dinámica de fluidos.

La exfoliación del grafito puede llevarse a cabo utilizando cuchillas giratorias muy simples y de alta velocidad [6]. La dinámica de fluidos generada en este paso permite la producción escalable de grafeno de alta calidad. Los eventos responsables de la exfoliación del grafito son el esfuerzo cortante viscoso y la colisión grafito-grafito [7]. Esta técnica puede llevarse a cabo con tensioactivos, los cuales son moléculas que tienen una parte polar y otra apolar. La parte polar define al tensioactivo como catiónico o aniónico; mientras que la parte apolar es una cadena longitudinal de hidrocarburos [8]. El jabón como tensioactivo puede aumentar la capacidad del agua para disolver el grafito. Una pequeña cantidad de jabón de manos puede ser eficaz para reducir el grosor de los cristales de grafito y aumentar los rendimientos de exfoliación [9]. Varios análisis han estudiado los efectos del tensioactivo sobre la tensión superficial de diferentes muestras, y en general, al aumentar la cantidad de surfactante disminuye la tensión superficial [10].

### B. Combinación de materiales cerámicos con grafeno

El grafeno es uno de los candidatos más importantes para el endurecimiento de materiales cerámicos, es por ello que varios

autores han estudiado el efecto del grafeno en estos. La incorporación de este nanomaterial mejora la tenacidad de fractura, el tamaño crítico de grieta y la energía de fractura de cerámica del tipo ZrC-SiC [11]. Buscando endurecer materiales cerámicos de la matriz  $Al_2O_3$  se añadieron nanoplaquetas de grafeno con un 0.2 % de peso, como resultado mejoró un 35.3 % la resistencia a la flexión del compuesto [12].

Dichos resultados ofrecen fundamento al objetivo de la presente investigación, el cual es sintetizar grafeno mediante la exfoliación en fase líquida de grafito y combinarlo con dos materiales cerámicos para analizar la resistencia mecánica de dichas muestras.

## II. MÉTODOS DE PRODUCCIÓN

### A. Síntesis de grafeno

Para la producción de grafeno se emplea detergente líquido lavatrastes como tensioactivo (fig. 1a). Por cada gramo de este se utiliza 0.7 g de grafito, y estos dos materiales se mezclan en una licuadora con 500 mL de agua por un periodo de 40 min (fig. 1b). La solución se mezcla con alcohol y se realiza una filtración en un embudo de separación (fig. 1c), en donde el decantado es grafeno. Dicha solución se coloca en una campana de extracción para eliminar presencia de agua y alcohol, quedando únicamente el grafeno (fig. 1e). Para excluir impurezas se emplea una solución de agua con metanol (fig. 1f) para así tratarla en el ultrasónico (fig. 1g). La solución reposa hasta obtener la separación de fases para que los contaminantes presentes sean removidos. Finalmente, por medio de vapor de agua se elimina cualquier humedad presente en el grafeno (fig. 1h).

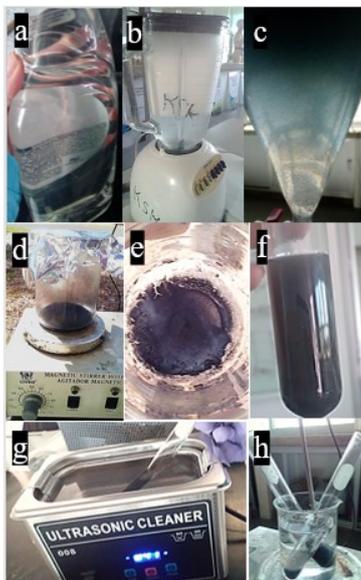


Fig. 1. Proceso de síntesis de grafeno, (a) Detergente líquido utilizado, (b) Licuadora empleada en funcionamiento, (c) Proceso de decantación del grafeno, (d) Campana de extracción, (e) Grafeno obtenido, (f) Solución de grafeno con agua destilada y metanol, (g) Proceso de sonicación, (h) Proceso de calentamiento al vapor.

### B. Preparación del compuesto grafeno-cerámico

Para la preparación del compuesto grafeno-cerámico se utilizan dos tipos de pasta, una hecha con agua y otra elaborada con aloe vera (AV), en las cuales el agregado fue grafeno a concentraciones de 0.25, 0.5 y 1 % del peso total de la arcilla. La forma de incorporar el grafeno a las pastas es mediante un proceso manual de agitación. A la mezcla, se agrega agua o AV, según sea el caso, hasta formar una masa moldeable, que se corta en cuadros para un mejor manejo, dependiendo de la aplicación que se le quiera dar. Las muestras se deshidratan a temperatura ambiente, para su posterior cocción a  $800^{\circ}C$  durante tres horas. Este proceso se esquematiza en la fig. 2.



Fig. 2. Proceso de producción de los compuestos grafeno-cerámicos.

## III. RESULTADOS

### A. Microscopía electrónica de barrido (SEM)

La prueba SEM al grafito y al grafeno se usa para comparar la morfología antes y después del proceso de síntesis. Los resultados se observan en la fig. 3, en donde se puede ver el cambio de un grafito opaco (fig. 3a) a un grafeno brillante (fig. 3c). También es apreciable la transformación de las esferas amorfas de grafito (fig. 3b), a nanohojas de grafeno (fig. 3d).

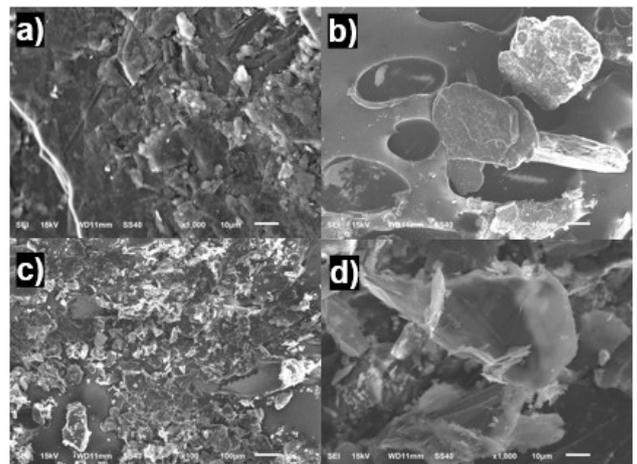


Fig. 3. Imágenes SEM de grafito y grafeno, (a) Grafito con aumento de 100x, (b) Grafito con aumento de 1000x, (c) Grafeno con aumento de 100x, (d) Grafeno con aumento de 1000x.

### B. Análisis del esfuerzo por tensión

Se realizan pruebas de elongación en una máquina universal para obtener la tensión que soportan a las cerámicas elaboradas, y así conocer el efecto del grafeno en la resistencia de estos materiales. En la fig. 4 se observan los resultados obtenidos para las cerámicas hechas con agua, en donde se puede ver que entre más grande es la concentración del grafeno, más grande es la fuerza que la cerámica soporta. La pieza con concentración del 1% de grafeno soporta diecisiete veces más que la cerámica que contiene únicamente arcilla con agua.

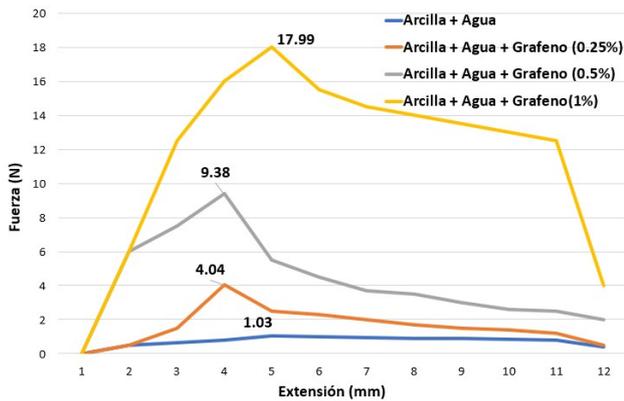


Fig. 4. Fuerza de tensión para las cerámicas formadas con agua.

En cuanto a las cerámicas formadas con AV, se observa este mismo comportamiento, entre más alta la concentración de grafeno, mayor fuerza de tensión, como se visualiza en la fig. 5. Sin embargo, la fuerza que soporta la cerámica con 1 % de grafeno es casi dos veces menor a la que resiste la muestra con el mismo porcentaje de grafeno, pero elaborada con agua. Esto se debe a que las cerámicas hechas con agua son más compactas a comparación de las que se realizaron con AV, ya que, al formarse la masa, la pulpa se incorpora ocupando un espacio considerable en las cerámicas, pero en el proceso de cocción es calcinada, provocando más huecos que sus pares de agua, y por lo tanto hay mayor porosidad y fragilidad en las muestras.

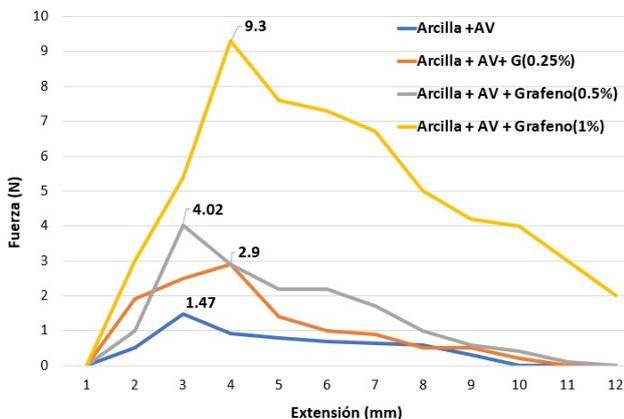


Fig. 5. Fuerza de tensión para las cerámicas formadas con AV.

### IV. CONCLUSIONES Y RECOMENDACIONES

Se sintetizó exitosamente grafeno a partir de grafito y se logró su incorporación en los dos tipos de cerámicas elaboradas a un bajo costo. Las cerámicas formadas con agua mostraron gran fuerza de tensión; mientras que las hechas con AV mostraron mayor nivel de fragilidad.

La obtención de grafeno por esta metodología y las pruebas de tensión a los materiales cerámicos obtenidos seguirán llevándose a cabo para llegar a resultados más específicos y confiables.

Como perspectiva a trabajo futuro se tiene la utilización de las cerámicas elaboradas con AV como herramienta de reducción de emisiones contaminantes en motores diésel, debido a la porosidad presentada, y también se planea la implementación de los dos tipos de cerámica para el tratamiento de agua residual.

### REFERENCIAS

- [1] H. Porwal, S. Grasso, y M. J. Reece, "Review of graphene-ceramic matrix composites", *Advances in applied ceramics*, vol. 112, no. 8, pp. 443-454, mayo 2013.
- [2] L. S. Walker, V. R. Marotto, M. A. Rafiee, N. Koratkar, y E. L. Corral, "Toughening in graphene ceramic composites", *ACS NANO*, vol. 5, no. 4, pp. 3182-3190, marzo 2011.
- [3] K. Markandan y J. K. Chin, "Recent progress in graphene based ceramic composites: a review", *Journal of materials research*, vol. 32, pp. 84-106; noviembre 2016.
- [4] X. Huang, Z. Yin, S. Wu y X. Qi, "Graphene-Based Materials: Synthesis, Characterization, Properties, and Applications", *Small*, vol. 7, no. 14, pp. 1876-1902.
- [5] M. Yin y Z. Shen, "Kitchen blender for producing high-quality few-layer graphene", *Carbon*, vol. 78, pp. 622-626.
- [6] E. Varrla, K. Paton, C. Backes y J. Coleman, "Turbulence-assisted shear exfoliation of graphene using household detergent and a kitchen blender", *Nanoscale*, vol. 6, pp. 11810-11819, agosto 2014.
- [7] M. Yin y Z. Shen, "Fluid dynamics: an emerging route for the scalable production of graphene in the last five years", *RSC*, vol. 1, no. 3, pp:1-13, Julio 2016.
- [8] I. Aranberri, B. Binks, J. Clint y P. Fletcher, "Elaboración y caracterización de emulsiones estabilizadas por polímeros y agentes tensioactivos", *Revista Iberoamericana de Polímeros*, vol. 7, no. 3, pp. 211-231, agosto 2006.
- [9] M. Noroozi, A. Zakaria, S. Radiman y Z. Wahab, "Environmental Synthesis of Few Layers Graphene Sheets Using Ultrasonic Exfoliation with Enhanced Electrical and Thermal Properties", *PLOS ONE*, vol. 11, no. 4, pp. 1-17, abril 2016.
- [10] R. Manglik, V. Wasekar y J. Zhang, "Dynamic and equilibrium surface tension of aqueous surfactant and polymeric solutions", *ETF Science*, vol. 25, pp. 55-64, mayo 2001.
- [11] Y. Cheng, P. Hu, S. Zhou, X. Zhang y W. Han, "Using microporous graphene networks to toughen ZrC-SiC ceramic", *Journal of the European Ceramic Society*, vol. 38, no. 11, pp. 3752-3758, septiembre 2018.
- [12] E. Cui, J. Zhao, X. Wang, J. Sun, X. Huang y C. Wang, "Microstructure and toughening mechanisms of Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>(W, Ti)C/graphene composite ceramic tool material", *Ceramics International*, vol. 45, no. 8, pp. 10321-10329, abril 2018.