



**Formulación de tintas de grafeno oxidado (GO) obtenidas a partir de cascarilla de arroz.**

Juliana Montoya Sánchez

Trabajo de investigación presentado para optar al título de Ingeniera Química

Asesora

Dora Ángela Hoyos Ayala, Doctora (PhD) en Ciencias Químicas

Coasesora

Laura Cristina Urán, Doctora (PhD) en Ciencias Químicas

Universidad de Antioquia  
Facultad de Ingeniería  
Ingeniería Química  
Medellín, Antioquia, Colombia  
2024

Cita	Montoya Sánchez [1]
<b>Referencia</b>	[1] J. Montoya Sánchez, “Formulación de tintas de grafeno oxidado (GO) obtenidas a partir de cascarilla de arroz.”, Trabajo de grado profesional, Ingeniería Química, Universidad de Antioquia, Medellín, Antioquia, Colombia, 2024.
Estilo IEEE (2020)	



Grupo de Investigación Catalizadores y Adsorbentes.

Centro de Investigación en Ciencias Exactas y Naturales (CIEN).



Centro de Documentación Ingeniería (CENDOI)

**Repositorio Institucional:** <http://bibliotecadigital.udea.edu.co>

Universidad de Antioquia - [www.udea.edu.co](http://www.udea.edu.co)

El contenido de esta obra corresponde al derecho de expresión de los autores y no compromete el pensamiento institucional de la Universidad de Antioquia ni desata su responsabilidad frente a terceros. Los autores asumen la responsabilidad por los derechos de autor y conexos.

### **Agradecimientos**

A mi mamá, gracias por guiar mi vida día a día con tu inagotable fortaleza y apoyo. He alcanzado este logro gracias a la confianza que pusiste en mí y a tu ayuda incondicional.

A mi hijo, tu luz ilumina mis días, tu ternura y comprensión da sentido a todos mis esfuerzos.

Has sido mi fuente de motivación y mi mayor aliciente. Eres parte de este logro, porque cada paso lo hemos dado juntos.

Cada línea de este trabajo tiene sus nombres escritos en ella, recordándome que con su amor todo es posible.

A mis amigos y seres queridos, que han estado a mi lado durante mi vida académica, dándome aliento y consuelo en los momentos más duros.

A mis profesores y mentores, gracias por compartir sus conocimientos conmigo, por guiarme sabiamente y con paciencia. A todos los que de una manera u otra tuvieron parte en mi progreso y éxito académico, dedico este trabajo con gratitud y estima.

Al claustro universitario, por brindarme las herramientas intelectuales y la orientación necesaria para enfrentar los desafíos académicos.

Sin el apoyo de todos ustedes, no habría sido posible este logro.

Soy, porque somos.

---

## TABLA DE CONTENIDO

RESUMEN.....	9
ABSTRACT .....	10
I. INTRODUCCIÓN .....	11
II. JUSTIFICACIÓN.....	13
III. OBJETIVOS.....	14
IV. MARCO TEÓRICO.....	15
V. METODOLOGÍA .....	21
VI. RESULTADOS.....	26
VII. DISCUSIÓN .....	53
VIII. CONCLUSIONES.....	54
REFERENCIAS .....	55

---

**LISTA DE TABLAS**

TABLA I SOLVENTES Y RESINAS PROPUESTAS PARA SER UTILIZADAS .....	22
TABLA II PARES RESINA SOLVENTE SELECCIONADOS Y SUS CORRESPONDIENTES CARGAS DE GRAFENO .....	23
TABLA III CRONOGRAMA DE ACTIVIDADES .....	25
TABLA IV SOLVENTES Y RESINAS PROPUESTAS PARA SER USADAS.....	26
TABLA V CARACTERISTICAS DE LAS MUESTRAS .....	38
TABLA VI MEDIDAS DE CADA UNA DE LAS MUESTRAS.....	39
TABLA VII ESPESORES DE LAS MUESTRAS .....	44
TABLA VIII VALOR DE RESISTIVIDAD POR MUESTRA .....	52

## LISTA DE FIGURAS

Fig. 1. Par resina solvente de PVC en NMP mezclada mediante agitación magnética a) 10% PVC – 90%NMP b)15%PVC – 85%NMP c)20%PVC –80%NMP .....	27
Fig. 2. Par resina solvente de PVC en NMP mezclada con mortero Agatha a) 10% PVC – 90%NMP b)15%PVC – 85%NMP c)20%PVC –80%NMP .....	28
Fig. 3. Par resina solvente de PVC en agua. ....	28
Fig. 4. Par resina solvente de PVC en benceno.....	29
Fig. 5. Par resina solvente de CMC en agua a) 10% CMC – 90% agua b) 2% CMC – 98% agua c)0.5% CMC – 99.5% agua.....	29
Fig. 6. Par resina solvente de CMC en NMP. ....	30
Fig. 7. Par resina solvente de CMC en benceno.....	30
Fig. 8. Par resina solvente de EVAL en agua.....	31
Fig. 9. Par resina solvente de EVAL en NMP. ....	31
Fig. 10. Par resina solvente de EVAL en benceno a) 10% EVAL – 90% benceno b) 15% EVAL – 85% benceno c)20% EVAL – 80% benceno. ....	32
Fig. 11. Mezcla obtenida con 5%GO, 1%CMC y 99%agua a 25°C .....	33
Fig. 12. Muestras de GO a 800°C con CMC y agua, secando a 44°C .....	33
Fig. 13. Muestras de GO a 800°C con CMC y agua, secas y con la misma área.....	34
Fig. 14. Muestras de GO a 900°C con CMC y agua, secas y con la misma área.....	34
Fig. 15. Medidas de área para las muestras de 5% y 30% GO en CMC y agua a 800°C. ....	35
Fig. 16. Medidas de área para las muestras de 15% GO en CMC y agua a 800°C.....	35
Fig. 17. Mezcla obtenida con 5%GO, 1%PVC y 99%NMP a 25°C.....	36
Fig. 18. Muestras de GO a 800°C con PVC y NMP, secas y con la misma área.....	36
Fig. 19. Muestras de GO a 900°C con PVC y NMP, secas y con la misma área.....	37
Fig. 20. Medidas de área para las muestras de 5%, 15% y 30% GO en PVC y NMP a 800°C. ....	37
Fig. 21. Medidas de área para las muestras de 5%, 15% y 30% GO en PVC y NMP a 900°C. ....	38
Fig. 22. Espesor muestra 1. ....	40
Fig. 23. Espesor muestra 2. ....	40
Fig. 24. Espesor muestra 3. ....	40
Fig. 25. Espesor muestra 4. ....	41

---

Fig. 26. Espesor muestra 5. ....	41
Fig. 27. Espesor muestra 6. ....	41
Fig. 28. Espesor muestra 7. ....	42
Fig. 29. Espesor muestra 8. ....	42
Fig. 30. Espesor muestra 9. ....	42
Fig. 31. Espesor muestra 10. ....	43
Fig. 32. Espesor muestra 11. ....	43
Fig. 33. Espesor muestra 12. ....	43
Fig. 34. Resistencia muestra 1.....	46
Fig. 35. Resistencia muestra 2.....	46
Fig. 36. Resistencia muestra 3.....	47
Fig. 37. Resistencia muestra 4.....	47
Fig. 38. Resistencia muestra 5.....	48
Fig. 39. Resistencia muestra 6.....	48
Fig. 40. Resistencia muestra 7.....	49
Fig. 41. Resistencia muestra 8.....	49
Fig. 42. Resistencia muestra 9.....	50
Fig. 43. Resistencia muestra 10.....	50
Fig. 44. Resistencia muestra 11.....	51
Fig. 45. Resistencia muestra 12.....	51

---

**SIGLAS, ACRÓNIMOS Y ABREVIATURAS**

<b>AFM</b>	Microscopia de fuerza atómica
<b>CMC</b>	Carboximetil celulosa
<b>Eval</b>	Etilen-vinil-alcohol
<b>GO</b>	Grafeno oxidado
<b>NMP</b>	N-metil-2-pirrolidona
<b>PC</b>	Computador personal
<b>PES UF</b>	Ultrafiltración con espiral de polietersulfona
<b>PTFE</b>	Politetrafluoroetileno
<b>PVC</b>	Policloruro de vinilo
<b>PVDF</b>	Fluoruro de polivinilideno



---

## RESUMEN

En este trabajo, se plantea el desarrollo de una tinta a base de materiales derivados del carbón, obtenido a partir del proceso de pirolisis realizado a un residuo agroindustrial como lo es la cascarilla de arroz. El objetivo principal es plantear estrategias de obtención y caracterización de la tinta a partir de un material carbonoso. Definiendo sus propiedades y características físicas, tales como la reología (viscosidad, espesor), estabilidad en el tiempo, conductividad, entre otras. Estas tintas serán formuladas usando vehículos orgánicos como resinas y polímeros, en las cuales se mezclará el material carbonoso obtenido. Con esto se lograrán suspensiones que puedan ser depositadas usando técnicas de impresión. Esto involucra una optimización de los porcentajes de sólidos y el tipo de vehículo utilizado en la formulación. Por lo tanto, se realizará una caracterización de las tintas obtenidas usando técnicas como reometría para determinar la viscosidad obtenida y estabilidad coloidal que permita determinar el tiempo de almacenamiento. Además, la tinta formulada será depositada usando técnicas similares al doctor-blade o slot-die, usando una cuchilla para dispersar la tinta y usando un sustrato con un espesor diferente, esto para obtener un espesor relativamente igual en toda la deposición sobre los sustratos rígidos, a partir de dichas deposiciones, se caracterizarán los espesores de películas obtenidas usando un pie de rey digital.

***Palabras clave*** — **Cascarilla de arroz, grafenos oxidados, formulación de tintas, deposición en sustrato, estabilidad en el tiempo, viscosidad, rugosidad.**

---

## ABSTRACT

In this work, the development of an ink based on carbon-derived materials obtained from the pyrolysis process carried out on an agro-industrial waste such as rice husks is proposed. The main objective is to propose strategies to obtain and characterize the ink from a carbonaceous material. Defining its properties and physical characteristics, such as rheology (viscosity, thickness), stability over time, conductivity, among others. These inks will be formulated using organic vehicles such as resins and polymers, in which the carbonaceous material obtained will be mixed. With this, suspensions that can be deposited using printing techniques will be achieved. This involves an optimization of the percentages of solids and the type of vehicle used in the formulation. Therefore, a characterization of the inks obtained will be carried out using techniques such as rheometry to determine the viscosity obtained and colloidal stability to determine the storage time. In addition, the formulated ink will be deposited using techniques similar to doctor-blade or slot-die, using a blade to disperse the ink and using a substrate with a different thickness, this to obtain a relatively equal thickness throughout the deposition on rigid substrates, from such depositions, the thicknesses of films obtained will be characterized using a digital caliper.

***Keywords* — Rice husk, oxidized graphene, ink formulation, substrate deposition, time stability, viscosity, roughness.**

---

## I. INTRODUCCIÓN

La cáscara de arroz es un residuo del cultivo del arroz y, mediante el descascarillado del arroz, se obtiene un ~20% en peso del grano de arroz [1]. La cascarilla de arroz no se desintegra en el suelo y cuando se quema se liberan diversas formas de gases tóxicos y partículas finas [2]. Sin embargo, la quema al aire libre se sigue practicando, especialmente en los países pobres y en vías de desarrollo, causando problemas medioambientales y de salud [3]. Por ello, en estos momentos se está prestando especial atención al reciclaje y la utilización de este residuo agrícola y a su procesamiento para obtener productos valiosos. Las cenizas de la cascarilla de arroz están formadas por componentes orgánicos, principalmente un 50% de celulosa, un 25%-30% de lignina y un 15%-20% de sílice. Debido a su alto contenido de compuestos orgánicos, las cascarillas de arroz se convierten en una fuente ideal para la obtención de materiales carbonosos y sílice. En la actualidad se discute ampliamente la preparación de sílice y carbonos de cascarilla de arroz y su aplicación en materiales funcionales medioambientales y energéticos. Existen numerosas técnicas tal como la pirolisis, que se usan para la obtención del carbón mediante el control de condiciones como la temperatura y el tiempo de combustión.

Las tintas conductoras a base de carbono presentan potencial aplicación en electrónica flexible, debido a su bajo costo, inercia química, facilidad de obtención, bajo peso y posibilidad de ser impresas por métodos corrientes. Según Kydyr Askaruly y colaboradores, la composición elegida para los electrodos de material activo/PVDF/negro de carbono C45, contenía un 68% en peso de material activo (1-SiO<sub>2</sub> ó 2-SiO<sub>2</sub>), un 20% en peso de negro de carbono C45 y un 12% en peso de PVDF disuelto en NMP, dicha composición dio como resultado un material con una gran superficie específica de 980 m<sup>2</sup> g<sup>-1</sup>, de alta pureza superior al 99 %, y gran volumen de poros (1,20 cm<sup>3</sup> g<sup>-1</sup>), que da lugar a una capacidad reversible de unos 841 y 442 mAh g<sup>-1</sup> (1er y 50º ciclo) con una eficiencia coulombica superior al 95 %. El carbón activado demostró la mayor capacidad específica de descarga inicial y una capacidad reversible estable tras 50 ciclos de 1462 y 477 mAh g<sup>-1</sup> (ciclos 1 y 50), y una eficiencia coulombica superior al 90 % [4]. Lo anterior indicaría que es potencialmente factible la fabricación de dispositivos electrónicos impresos para sensar variables a partir de los materiales obtenidos. Por otro lado, Qi P, Su Y, Zhang S et al. usan el material de

---

carbono molido a 0,037 - 0,045 mm y lo mezclan de acuerdo con la proporción de masa de carbono poroso: aglutinante (ptfe micro polvo): agente conductor (negro de humo) a 8:1:1, y se añaden 20 ml de etanol anhidro para preparar la tinta. La tinta obtenida mostró que las condiciones experimentales óptimas a partir de un tratamiento de pirolisis alcalina, eran una relación de masa álcali/cáscara de arroz de 3:1, una temperatura de reacción de 500°C y un tiempo de reacción de 60 minutos. Diversos resultados de caracterización mostraron que el álcali grababa la superficie de la cáscara de arroz a la temperatura adecuada, formando un gran número de estructuras porosas y liberando sustancias volátiles e hidrógeno. La adición de álcali redujo la estructura micro cristalina entre las capas de grafito y aumentó la proporción de estructura amorfa en el carbono poroso. Los resultados de las pruebas electroquímicas mostraron que la capacitancia específica del carbono poroso preparado en las mejores condiciones de reacción alcanzó 228,94 F/g a una densidad de corriente de 0,2 A/g [5].

En este sentido, pareciera importante explorar la formulación de tintas y su deposición sobre sustratos rígidos, como una primera aproximación a las diferentes aplicaciones que este tipo de sistemas puedan tener.

---

## II. JUSTIFICACIÓN

Se plantea el desarrollo de una tinta conductiva a base de materiales derivados de carbón obtenido, usando procesos de pirolisis de la cascarilla de arroz. El objetivo principal es utilizar el desecho agroindustrial de la cascarilla de arroz, que genera afectaciones negativas al medio ambiente, y convertirlo en un material útil y de valor agregado, para entender sus propiedades e incorporarlo en tecnologías emergentes como la electrónica impresa. En una fase inicial se tendrá un trabajo de identificación para determinar las mejores condiciones y ruta de obtención de carbón a partir de cascarilla de arroz. Seguidamente, se plantean las estrategias de obtención y caracterización del material carbonoso a partir de la cascarilla de arroz; para dar lugar a una fase final en la cual se plantea la implementación del carbón obtenido en una tinta conductora con potencial de aplicación en sensores capacitivos. Adicionalmente, el proyecto plantea un último objetivo específico que pretende establecer una prospectiva tecnológica de los prototipos de sensores desarrollados, realizando un análisis técnico económico de la tecnología desarrollada y estableciendo sus potencialidades.

### III. OBJETIVOS

#### *A. Objetivo general*

Desarrollar una tinta a partir de grafenos oxidados obtenidos a partir de cascarilla de arroz.

#### *B. Objetivos específicos*

- Formular una tinta, basada en grafenos oxidados.
- Determinar las características de la tinta obtenida, en términos de su reología y estabilidad en el tiempo.
- Obtener películas a partir de las tintas formuladas.
- Establecer las características de las películas obtenidas.

#### IV. MARCO TEÓRICO

Para la obtención de los grafenos oxidados a partir de la cascarilla de arroz se realiza una pirolisis, la cual consta de una descomposición química de la materia orgánica y otros materiales, excepto metales y vidrio, mediante su calentamiento a alta temperatura en ausencia de oxígeno (atmósfera controlada). La industria química utiliza este proceso para producir carbón activado, metanol y otros productos químicos derivados de la madera, así como para la transformación de hidrocarburos de peso medio en productos más ligeros, como la gasolina. Estos usos especializados de la pirolisis se conocen con diferentes nombres, como destilación seca, destilación destructiva o craqueo. La pirolisis también se utiliza en la generación de nanopartículas [6]. Para validar el sistema, carbonizamos muestras de cáscara de arroz variando la temperatura y el tiempo de carbonización. Para llevar a cabo el proceso de pirolisis se usan una mufla como fuente de calentamiento, un reactor, una red de suministro de nitrógeno, una trampa para condensar los gases producidos durante el proceso y evitar la contaminación ambiental, y una bomba para la generación de vacío.

Dentro de las aplicaciones de estos grafenos oxidados, se encuentra la generación de energía, acumuladores eléctricos, recubrimientos anticorrosión, construcción de células solares, fabricación de aparatos ópticos y sensores biométricos. Dependiendo de su aplicación se escoge el tipo de sustrato, existen sustratos de vidrio, metálicos, plásticos, etc.

La caracterización de las tintas se lleva a cabo para analizar diferentes factores importantes, tales como la estabilidad en el tiempo ya que las propiedades de las tintas deberán ser estables durante las condiciones de aplicación para garantizar la repetibilidad de las muestras y la reología que se usa para dar cuenta de la viscosidad de la mezcla. Las interacciones que existen entre las variables de diseño, los sistemas de impresión y las características físico-químicas de las tintas, afectan la estabilidad de las tintas obtenidas, los fenómenos físicos tales como la adherencia y fenómenos de capilaridad, dependen principalmente de la reología de la tinta y del soporte sobre el que se va a imprimir. La técnica de caracterización para analizar la reología o viscosidad de las tintas se llama reometría y consiste en utilizar un reómetro el cual aplica una fuerza a la muestra y la tensión o esfuerzo resultantes se miden con un dispositivo sensor, como un transductor o un

sensor de desplazamiento. Es posible conectar algunos reómetros a la computadora para realizar un cálculo automatizado de los factores del esfuerzo y la deformación a partir de las fuerzas medidas para un análisis de reometría simple. La reometría suele determinar la viscosidad o viscoelasticidad del material. En nuestro caso al ser una tinta se pretende medir la viscosidad a partir de medir la cantidad de resistencia de flujo que provoca la fricción interna y que depende de las propiedades microscópicas del sistema, como el tamaño de las partículas [7].

Doctor Blade es la metodología de deposición de la tinta en el sustrato rígido, Yang y compañía fabricaron las membranas de GO reticulado de gran superficie con los hidrogeles de GO resultantes mediante la técnica de Doctor-Blade, las lechadas de GO reticulado se fundieron uniformemente en membranas PES UF fijando la distancia de la cuchilla al sustrato en unos 500 mm. Los recubrimientos húmedos de GO se secaron a temperatura ambiente durante 2 días antes de someterlos a prueba [8]. Se obtuvo como resultado una dispersión de la tinta más uniforme, esto fue comprobado mediante las técnicas como AFM y perfilometría, las cuales serán descritas a continuación.

Luego de depositar la tinta mediante las técnicas anteriormente descritas, se procede a determinar las características de las deposiciones realizadas, se analiza tanto la rugosidad como el espesor de la película depositada. La rugosidad comúnmente se caracteriza a partir de una técnica llamada Microscopía de Fuerza Atómica (AFM), esta es una técnica de medida superficial que se basa en la interacción de una punta afilada situada en el extremo de una palanca flexible con la superficie de la muestra manteniendo constante una pequeña fuerza de interacción. El barrido lo realiza un escáner piezo-eléctrico, y la interacción punta/muestra se monitoriza reflejando un láser en la parte trasera de la palanca, que se recoge en un detector fotodiodo. El fotodiodo está dividido en 4 segmentos, y las diferencias de voltaje entre los distintos segmentos (generalmente los 2 superiores, respecto de los 2 inferiores) determinan con precisión los cambios en la inclinación o amplitud de oscilación de la punta. Esta técnica permite el análisis superficial de muestras con resolución nanométrica o incluso atómica. Como principal ventaja tiene la posibilidad de hacer medidas sin ningún tratamiento previo de la muestra a medir, y sin la necesidad de emplear vacío [9].



Por otro lado, el espesor se podría determinar a través de la técnica de perfilometría, dicha técnica se usa para poder comparar las cargas resultantes de todas las muestras que se han de realizar y arroja una medida del espesor, pues a la hora de depositar la tinta sobre el substrato no se puede asegurar que se esté depositando la misma cantidad de tinta, para ello se utiliza un perfilómetro con el que es posible medir capas delgadas, altura de cráteres, y cualquier otra característica o detalle topográfico de interés en la superficie. Además, el perfilómetro es capaz de determinar calcular la rugosidad. El perfilómetro consta de tres partes: La base es el lugar donde se deposita la muestra, el cabezal es la parte móvil del dispositivo que contiene una aguja que es la encargada de pasar por la muestra para realizar las medidas. Por último, el PC que es el que permite controlar tanto la velocidad como la posición del cabezal [10].

Todas estas técnicas de caracterización se deben llevar a cabo luego de hacer pruebas de solubilidad entre los diferentes pares resina solvente y carga activa o grafeno oxidado (GO). En ese sentido, se investiga acerca de la solubilidad de dichos vehículos orgánicos. La solubilidad del PVC (policloruro de vinilo) en agua es muy baja, lo que significa que el PVC no se disuelve fácilmente en agua. El PVC es un polímero termoplástico que consiste en cadenas largas de unidades de cloruro de vinilo. A nivel molecular, el PVC presenta una estructura muy compacta y no polar, lo que contribuye a su baja afinidad por los disolventes polares como el agua. La estructura del PVC está compuesta principalmente por átomos de carbono e hidrógeno unidos por enlaces covalentes, sin la presencia significativa de átomos electronegativos como oxígeno o nitrógeno. Esto hace que el PVC sea no polar y, por lo tanto, tenga una interacción débil con el agua, que es una molécula polar. Las fuerzas intermoleculares entre las cadenas de PVC y las moléculas de agua son débiles. Las fuerzas de dispersión de London (también conocidas como fuerzas de Van der Waals) son las fuerzas predominantes entre el PVC y el agua, y estas fuerzas son menos efectivas en solventes polares. El PVC tiene una estructura macromolecular, con cadenas largas y entrelazadas. Esta estructura dificulta que el agua penetre y rompa las interacciones entre las cadenas del polímero [11].

Por otra parte, las interacciones intermoleculares entre las cadenas de PVC y el benceno son predominantemente fuerzas de dispersión de London (fuerzas de Van der Waals), que son débiles en comparación con las fuerzas intermoleculares presentes en compuestos más polares,

estás fuerzas de dispersión de London son insuficientes para superar la atracción entre las moléculas de PVC y mantenerlo disuelto en benceno. Estas fuerzas son proporcionales a la masa molecular y la polarizabilidad, y como el PVC es un polímero de alto peso molecular, las fuerzas intermoleculares son relativamente débiles [12].

Otro de los solventes utilizados en este proyecto es el NMP (N-metil-2-pirrolidona) este es un solvente polar y aprótico con una alta capacidad para disolver una variedad de polímeros y compuestos orgánicos. A diferencia de solventes no polares como el benceno, el NMP tiene afinidad por polímeros polares como el PVC (policloruro de vinilo) debido a sus propiedades químicas y su capacidad para formar enlaces de hidrógeno. El NMP es un solvente polar debido a la presencia de un grupo funcional amida en su estructura molecular. La polaridad de la molécula le permite interactuar de manera efectiva con los enlaces polares presentes en el PVC. El NMP tiene la capacidad de formar enlaces de hidrógeno con los átomos electronegativos, como los átomos de cloro en el PVC. Estos enlaces de hidrógeno pueden ayudar a romper las fuerzas intermoleculares en el PVC, facilitando así su disolución en el NMP. La presencia de cloruros en el PVC proporciona sitios para las interacciones de tipo dipolo-dipolo entre las moléculas de NMP y las cadenas de PVC. Esta compatibilidad química contribuye a la solubilidad del PVC en el NMP [13]. Aunque el NMP es un solvente efectivo, también se ha destacado por ciertas preocupaciones ambientales y de salud. Se han buscado alternativas más sostenibles en algunas aplicaciones debido a estas consideraciones.

El CMC (carboximetilcelulosa) es un polímero derivado de la celulosa, y su solubilidad en agua es notablemente alta en comparación con otros polímeros. La solubilidad del CMC en agua se atribuye a su estructura química única y a las interacciones específicas que establece con las moléculas de agua. El CMC se obtiene mediante la carboximetilación de la celulosa, que es un polisacárido natural encontrado en las paredes celulares de las plantas. Durante este proceso de modificación, grupos carboximetilo se introducen en las unidades de glucosa de la celulosa, confiriéndole al CMC una carga negativa debido a la presencia de los grupos carboxilo. La estructura química del CMC lo hace anfipático, lo que significa que tiene regiones hidrófilas (afinidad por el agua) y regiones hidrofóbicas (repulsión al agua). La introducción de grupos carboxilo le otorga al CMC una naturaleza más hidrófila en comparación con la celulosa no

modificada. Los grupos carboxilo en el CMC permiten la formación de enlaces de hidrógeno con las moléculas de agua. Estos enlaces de hidrógeno son interacciones fundamentales que contribuyen a la solubilidad en agua del CMC, ya que facilitan la dispersión y la separación de las cadenas poliméricas. En presencia de agua, el CMC puede hincharse, por la entrada de agua en la estructura polimérica. Este hinchamiento es una consecuencia directa de la interacción entre los grupos carboxilo y las moléculas de agua, que actúan como agentes plastificantes. La presencia de grupos carboxilo también permite la disociación iónica en solución acuosa, generando iones carboxilato y contribuyendo a la carga negativa global del polímero. Esto facilita la interacción con el agua, ya que los iones carboxilato son hidratados por moléculas de agua [14].

El benceno, un solvente no polar, es un solvente usado en este proyecto. Su estructura molecular simétrica y la falta de grupos funcionales polares limitan su capacidad para interactuar con compuestos polares como el CMC, que tiene grupos carboxilo polares. Por la falta de interacciones significativas entre el CMC y el benceno, el CMC no se disolverá en benceno. Las fuerzas intermoleculares entre el CMC y el benceno no son lo suficientemente fuertes como para superar las interacciones intermoleculares en el CMC. También se usa el NMP como solvente y este tiene la capacidad de formar enlaces de hidrógeno con grupos funcionales polares, como los grupos carboxilo presentes en el CMC. Estos enlaces pueden ayudar a romper las interacciones intermoleculares en el CMC, permitiendo su disolución en el NMP, aunque es importante tener en cuenta que la solubilidad de este par resina solvente puede depender de la concentración del polímero, la temperatura y otras condiciones específicas del sistema. Además, debido a las propiedades químicas y físicas específicas del CMC y el NMP, es aconsejable realizar pruebas experimentales para evaluar la solubilidad en condiciones específicas de aplicación [15].

El EVAL (alcohol de polivinilo etoxilado) es un copolímero que combina unidades de monómeros de vinilo, etileno y etilenglicol. La solubilidad del EVAL en agua puede variar según la composición específica del copolímero, ya que diferentes grados de etoxilación y estructuras moleculares pueden influir en sus propiedades físicas y químicas. El EVAL es un copolímero que combina unidades de monómeros de vinilo (provenientes del alcohol de polivinilo), etileno y etilenglicol. La incorporación de etilenglicol le confiere al EVAL características hidrofílicas, ya que el etilenglicol contiene grupos hidroxilo (-OH) que pueden interactuar con el agua. Sin

embargo, la presencia de la cadena de polivinilo y etileno también contribuye a un carácter hidrofóbico, lo que puede afectar la solubilidad en agua. En general, el EVAL es soluble en agua en mayor o menor medida, dependiendo de factores como el grado de etoxilación y la longitud de las cadenas poliméricas. Cuanto mayor sea el grado de etoxilación, mayor será la solubilidad en agua debido a la presencia de más grupos hidroxilo, que pueden formar enlaces de hidrógeno con las moléculas de agua. En contacto con agua, el EVAL puede experimentar un cierto grado de hinchamiento debido a la absorción de agua en la estructura polimérica. Este hinchamiento está relacionado con la capacidad del copolímero para interactuar con las moléculas de agua, pero la completa disolución puede depender de varios factores, como el tamaño de partícula del EVAL [12].

Por otra parte, el EVAL contiene unidades de monómero polar y el benceno que es otro de los solventes usados en el proyecto, es un solvente no polar, la solubilidad del EVAL en benceno puede ser limitada. Las fuerzas intermoleculares entre el EVAL y el benceno no son lo suficientemente fuertes como para permitir una disolución completa del polímero en el solvente. Es importante destacar que la solubilidad puede variar en función de las condiciones experimentales, y en algunos casos, el EVAL puede experimentar cierto grado de hinchamiento en benceno debido a la penetración del solvente entre las cadenas poliméricas, incluso si no se disuelve completamente. También se usa el NMP como solvente y dado que el EVAL contiene unidades de monómero polar y apolar, su solubilidad en NMP puede ser limitada. Las fuerzas intermoleculares entre el EVAL y el NMP no son lo suficientemente fuertes como para permitir una disolución completa del polímero en el solvente [12].

Este proyecto en un futuro tiene como finalidad encontrar la tinta más óptima en cuestiones de estabilidad en el tiempo, dispersabilidad, fácil adhesión al sustrato, pero también que logre ser conductora, ya que las tintas a base de carbono presentan baja resistividad y por ende una buena conductividad eléctrica por lo que tienen potencial aplicación en electrónica flexible, debido a su bajo costo, inercia química, facilidad de obtención, bajo peso y posibilidad de ser impresas por métodos corrientes. Para lograr este objetivo, es necesario desarrollar materiales con capacidad de conducir eléctricamente, inertes químicamente, de alta disponibilidad y bajo costo.

## V. METODOLOGÍA

### **Ob1. Formular una tinta, basada en grafenos oxidados:**

La formulación de tintas basados en el carbón obtenido a partir del proceso de pirolisis de cascarilla de arroz a 800°C y 900°C, usando diferentes porcentajes de carbón en diversos vehículos orgánicos tales como N-metilpirrolidona (NMP), Agua, Benceno y resinas de Cloruro de polivinilo (PVC), Carboxi Metil Celulosa (CMC) y Etilen Vinil Alcohol (EVAL).

a. Verificar solubilidad de resinas en solventes:

A partir de varios porcentajes peso a peso tanto de solvente como de resina, se comprueba la solubilidad de los pares, y se verifica que la característica de la pasta formada sea consistente y estable en el tiempo. Se utilizan los porcentajes que se muestran en la siguiente tabla y posteriormente se eligen de 2 a 3 pares de solvente-resina, que cumpla con las características de solubilidad y estabilidad establecidas.

TABLA I  
SOLVENTES Y RESINAS PROPUESTAS PARA SER UTILIZADAS

<b>Solventes</b>	<b>% p/p</b>	<b>Resinas</b>	<b>% p/p</b>
Agua	90	PVC	10
	85		15
	80		20
Agua	90	CMC	10
	85		15
	80		20
Agua	90	EVAL	10
	85		15
	80		20
Benceno	90	PVC	10
	85		15
	80		20
Benceno	90	CMC	10
	85		15
	80		20
Benceno	90	EVAL	10
	85		15
	80		20
N-metilpirrolidona	90	PVC	10
	85		15
	80		20
N-metilpirrolidona	90	CMC	10
	85		15
	80		20
N-metilpirrolidona	90	EVAL	10
	85		15
	80		20

- b. Probar la carga de fase activa (GO) en los vehículos orgánicos seleccionados

Se probarán cargas de grafeno oxidado de 800°C y 900°C hasta un máximo 30%, esto se logra por medio de la adición del grafeno oxidado al vehículo orgánico seleccionado, se deja en agitación a 360 rpm por varios minutos (2 - 3 minutos), a temperatura ambiente.

TABLA II  
PARES RESINA SOLVENTE SELECCIONADOS Y SUS CORRESPONDIENTES CARGAS DE GRAFENO

Resinas	Solventes	Carga de grafeno (% p/p)
Resina 1	Solvente 1	5
		15
		30
Resina 2	Solvente 2	5
		15
		30
Resina 3	Solvente 3	5
		15
		30

**Ob2. Caracterizar la tinta obtenida usando diferentes técnicas, como reología y estabilidad en el tiempo.**

- a. Verificar la estabilidad en el tiempo:

Esto se hace a partir de la tinta obtenida, la cual se deja por varias horas expuesta a condiciones ambiente, para comprobar si continua homogénea o si en algún momento se separan las fases y vuelve a comportarse como una mezcla heterogénea.

**Ob3. Obtener películas a partir de las tintas formuladas.**

- a. Depositar la tinta sobre sustrato:

El sustrato a utilizar será un portaobjetos (76 x 26 mm), la tinta se depositará mediante una técnica rudimentaria que simula a la técnica de Doctor blade, la cual consta de una cuchilla y un molde el cual nos permite tener el mismo espesor a lo largo de la película y ayuda a obtener el mismo largo y ancho de la película en las diferentes deposiciones.

**Ob4. Establecer las características de las películas obtenidas.**

- a. Espesor:

El espesor de las películas obtenidas se determina a partir de un pie de rey digital, con el cual recopilamos los datos de altura de la película en 6 diferentes puntos y posteriormente se realiza un promedio para obtener el valor del espesor de cada película depositada.

- b. Resistividad:

La resistencia de cada película se mide con un multímetro, se toma la medida en kilo ohmios y se mide en los extremos de la película, se usa la misma distancia en cada medición en las diferentes películas obtenidas.



- Cronograma de actividades

TABLA III  
CRONOGRAMA DE ACTIVIDADES

Actividades propuestas	Meses					
	1	2	3	4	5	6
Revisión bibliográfica	■	■	■	■	■	■
Optimizar la formulación de tintas	■	■	■			
Caracterización de la tinta obtenida			■	■		
Optimizar el proceso de formación de películas					■	
Caracterización de películas obtenidas					■	■
Escritura informes parciales	■	■	■	■	■	■
Escritura informe final						■

## VI. RESULTADOS

A partir de varios porcentajes peso a peso tanto de solvente como de resina, se comprueba la solubilidad de los pares y que la característica de la pasta formada sea consistente y estable en el tiempo. Se utilizan los porcentajes que se muestran en la siguiente tabla y posteriormente se eligen de 2 a 3 pares de solvente-resina.

TABLA IV  
SOLVENTES Y RESINAS PROPUESTAS PARA SER USADAS

<b>Solventes</b>	<b>% p/p</b>	<b>Resinas</b>	<b>% p/p</b>	<b>Solubilidad</b>
Agua	90	PVC	10	Insoluble
	85		15	Insoluble
	80		20	Insoluble
Agua	90	CMC	10	Soluble
	85		15	Soluble
	80		20	Soluble
Agua	90	EVAL	10	Insoluble
	85		15	Insoluble
	80		20	Insoluble
Benceno	90	PVC	10	Insoluble
	85		15	Insoluble
	80		20	Insoluble
Benceno	90	CMC	10	Insoluble
	85		15	Insoluble
	80		20	Insoluble
Benceno	90	EVAL	10	Soluble
	85		15	Insoluble
	80		20	Insoluble
N- metilpirrolidona	90	PVC	10	Soluble
	85		15	Soluble
	80		20	Soluble

N- metilpirrolidona	90	CMC	10	Soluble
	85		15	Soluble
	80		20	Soluble
N- metilpirrolidona	90	EVAL	10	Insoluble
	85		15	Insoluble
	80		20	Insoluble

A partir de la tabla IV se realizaron pruebas de solubilidad y los resultados se muestran en estas imágenes, que dan razón a la solubilidad de algunas resinas en solventes específicos.

Los primeros ensayos de PVC y NMP se realizaron a una temperatura de 65°C, con agitación magnética constante, bajo esas condiciones se obtuvieron las siguientes deposiciones en los sustratos rígidos:

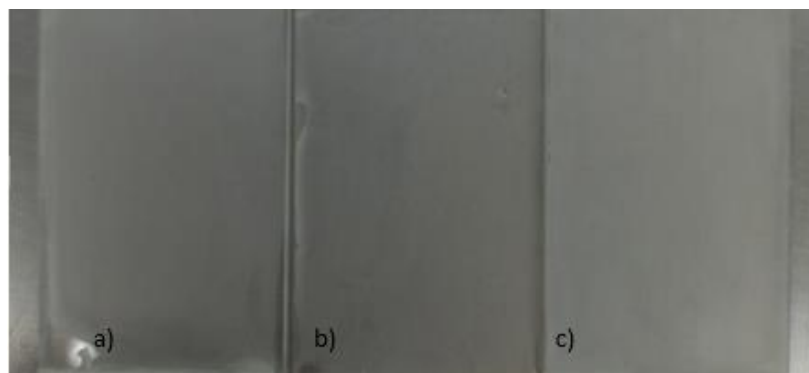


Fig. 1. Par resina solvente de PVC en NMP mezclada mediante agitación magnética a) 10% PVC – 90%NMP b)15%PVC – 85%NMP c)20%PVC –80%NMP

Posteriormente, al observar que la deposición quedaba con un color blanquecino debido al tamaño de la partícula de PVC, se opta por tamizar el PVC (tamiz 121) y además mezclar la resina y el solvente mediante un mortero Agatha. Así, lograr mayor solubilidad en el solvente y una mejor película depositada, así como se muestra en la figura 2.

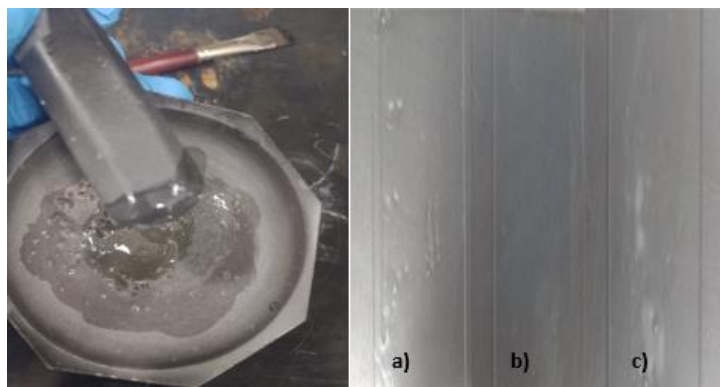


Fig. 2. Par resina solvente de PVC en NMP mezclada con mortero Agatha a) 10% PVC – 90%NMP b)15%PVC – 85%NMP c)20%PVC –80%NMP

Se evidencia que la solubilidad del PVC en el NMP es alta, en las tres proporciones se logró una buena disolución, fácil dispersión de la tinta en el soporte y buena adherencia. Se elige seguir el procedimiento con el 15% PVC y el 85% NMP, ya que fue la que quedó más homogénea al dispersarlo en el portaobjetos, para luego añadir proporciones de grafeno oxidado (GO).

El segundo experimento realizado fue el de PVC tamizado en agua, mezclado en mortero Agatha, como se evidencia en la figura 3 este par resina solvente no son compatibles, ya que el PVC no logró solubilizarse en el agua en ninguna de las proporciones añadidas. Al igual que el experimento realizado con PVC y benceno, el cual es mostrado en la figura 4 tampoco solubilizó en el solvente escogido y no fue posible ni dispersar, ni lograr una tinta debido a que el benceno es muy volátil y se evaporó muy rápido.



Fig. 3. Par resina solvente de PVC en agua.



Fig. 4. Par resina solvente de PVC en benceno.

Por otro lado, se realizaron experimentos con el CMC tanto en benceno, como en agua y NMP, a temperatura ambiente y mortero Agatha. El primer experimento fue CMC con agua y al empezar con la primera proporción (10% CMC y 90% agua) que es la proporción más baja de resina, se evidencia que el agua no logra solubilizar esa cantidad y queda en forma de gel muy viscoso y difícil de manipular para dispersarlo en el portaobjetos, el resultado se muestra en la figura 5. Luego, se disminuye la proporción (2% CMC y 98% agua) y aunque es menos viscoso, aun en esa proporción no se obtiene una tinta fácil de dispersar. Se redujo la proporción a (0.5 % CMC y 99.5 % agua) y en esas proporciones sí se puede obtener una tinta, que se puede dispersar en el sustrato y que forma una película con buena adherencia, homogénea y estable en el tiempo.

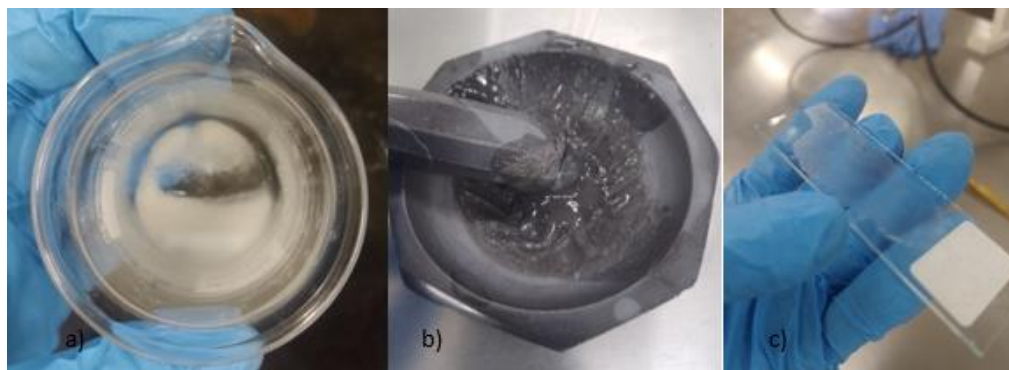


Fig. 5. Par resina solvente de CMC en agua a) 10% CMC – 90% agua b) 2% CMC – 98% agua c) 0.5% CMC – 99.5% agua.

En este par resina solvente, se elige el par con las proporciones 0.5% CMC y 99.5% agua, ya que es el experimento que mejores resultados arrojó en términos de adherencia, homogeneidad y estabilidad en el tiempo.

También se realizó el experimento entre CMC y NMP en la proporción más baja y se evidenció que no era soluble, que el CMC quedaba separado del NMP, tal y como se muestra en la figura 6.

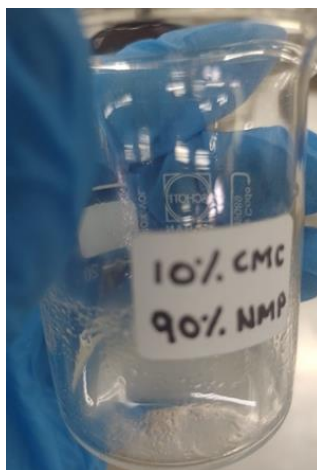


Fig. 6. Par resina solvente de CMC en NMP.

En el caso del CMC y el benceno, por la volatilidad del benceno y la baja solubilidad del CMC en este solvente, al depositar la tinta en el sustrato e intentar obtener una película en el portaobjeto, el benceno se evapora y no se genera ninguna película, como se refleja en la figura 7.



Fig. 7. Par resina solvente de CMC en benceno.

La última resina fue EVAL, esta se ensayó con agua, benceno y NMP. En agua y en NMP no se pudo solubilizar la resina por el tamaño de la partícula de dicha resina, como se muestra en las figuras 8 y 9.

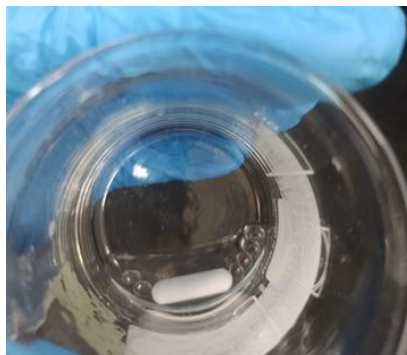


Fig. 8. Par resina solvente de EVAL en agua.

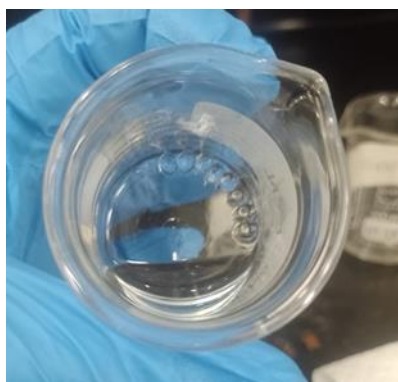


Fig. 9. Par resina solvente de EVAL en NMP.

Por último, la resina EVAL en benceno se solubiliza a una temperatura de 62°C y agitación magnética en plancha de calentamiento, no se utilizó el mortero Agatha debido a que la muestra debía estar en calentamiento y agitación continua. Se realizó el experimento en las diferentes proporciones mostradas en la tabla IV y se obtuvieron las películas mostradas en la figura 10.

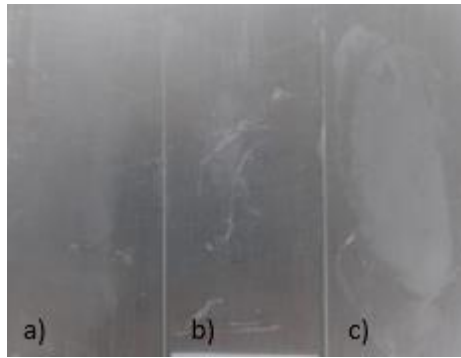


Fig. 10. Par resina solvente de EVAL en benceno a) 10% EVAL – 90% benceno b) 15% EVAL – 85% benceno c) 20% EVAL – 80% benceno.

La proporción escogida para añadir la carga de grafeno oxidado fue la de 10% EVAL y 90% benceno, ya que fue la más fácil de dispersar, la menos viscosa y la que tiene mayor adherencia y homogeneidad.

A partir de los experimentos realizados con los pares resina solvente, se escogen dos de estos pares para utilizarlos como vehículos orgánicos de los grafenos oxidados de 800°C y 900°C. Las proporciones de los pares escogidos son las siguientes: 15% PVC y el 85% NMP, 0.5% CMC y 99.5% agua, los pares 10% EVAL y 90% benceno no fueron elegidos para añadir la carga de grafeno oxidado debido a que su deposición es bastante compleja, entonces solo se trabaja con el PVC-NMP y CMC-agua.

Se inicia el proceso con CMC y agua, primero se mezclaron los polvos de CMC (0.02 gr) y de grafeno oxidado a 800°C (0.05 gr), luego se añade la cantidad de agua correspondiente a la proporción definida anteriormente (0.98 gr) pero debido a que se añade una cantidad de sólido que no se consideró en las pruebas de solubilidad, se tuvo que disminuir la proporción de CMC a (0.01 gr) y aumentar la cantidad de agua a (0.99 gr) para poder solubilizar los polvos. La mezcla obtenida fue la mostrada en la figura 11.





Fig. 11. Mezcla obtenida con 5%GO, 1%CMC y 99%agua a 25°C

Luego de mezclar en el mortero Agatha por varios minutos, se obtiene una mezcla homogénea y se procede a depositarla en el portaobjetos, la deposición se realiza con una cuchilla y teniendo como referencia de espesor un portaobjetos con un espesor mayor, esto para intentar garantizar el mismo espesor en todas las películas depositadas. El mismo procedimiento se realiza con las cargas de grafeno oxidado de 15% y 30%. Posteriormente, estos tres portaobjetos se dejan en una plancha a 40°C para que se sequen, tal como se muestra en la figura 12 y luego se modifica el área de la película para que las tres queden con las mismas proporciones, así como se ve en la figura 13.

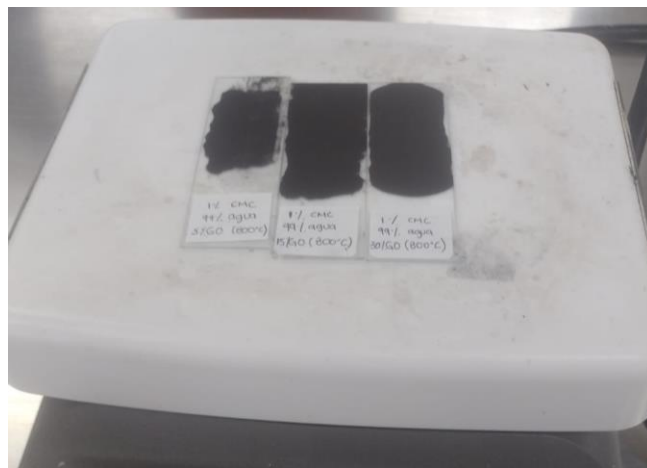


Fig. 12. Muestras de GO a 800°C con CMC y agua, secando a 44°C

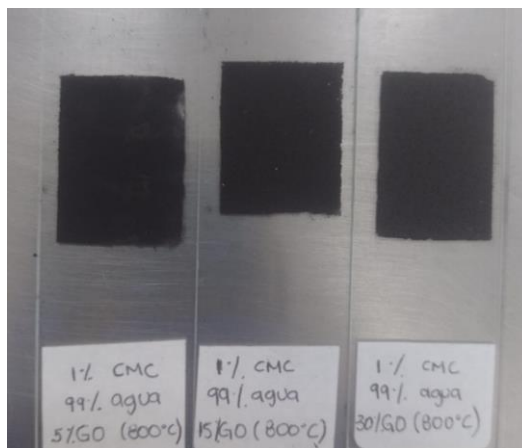


Fig. 13. Muestras de GO a 800°C con CMC y agua, secas y con la misma área.

Luego, para el grafeno oxidado a 900°C se realiza exactamente el mismo procedimiento anteriormente descrito y al final se obtienen las siguientes películas. Visualmente son muy similares tanto las de 800°C como las de 900°C, pero al momento de caracterizar se evidencian algunas diferencias.

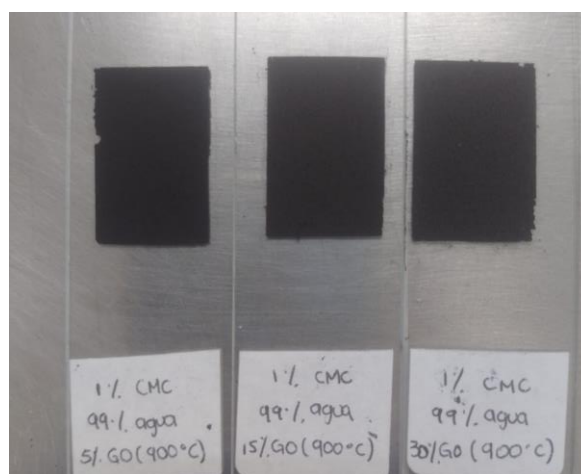


Fig. 14. Muestras de GO a 900°C con CMC y agua, secas y con la misma área.

Las áreas de las películas depositadas se modifican con una cuchilla y con un pie de rey digital que nos ayuda a medir el largo y el ancho de las películas depositadas y así lograr las mismas medidas en cada una de las deposiciones, tal como se muestra en las figuras 15 y 16.



Fig. 15. Medidas de área para las muestras de 5% y 30% GO en CMC y agua a 800°C.



Fig. 16. Medidas de área para las muestras de 15% GO en CMC y agua a 800°C.

Posteriormente, se realiza el mismo proceso con PVC y NMP, primero se mezclaron los polvos de PVC (0.15 gr) y de grafeno oxidado a 800°C (0.05 gr), luego se añade la cantidad de NMP correspondiente a la proporción definida anteriormente (0.85 gr) pero debido a que se añade una cantidad de solido que no se consideró en las pruebas de solubilidad, se tuvo que disminuir la proporción de PVC a (0.01 gr) y aumentar la cantidad de NMP a (0.99 gr) para poder solubilizar los polvos. La mezcla obtenida fue la mostrada en la figura 17.



Fig. 17. Mezcla obtenida con 5%GO, 1%PVC y 99%NMP a 25°C.

Luego de mezclar en el mortero Agatha por varios minutos, se obtiene una mezcla homogénea y se procede a depositarla en el portaobjetos, la deposición se realiza con una cuchilla y teniendo como referencia de espesor un portaobjetos con un espesor mayor, esto para intentar garantizar el mismo espesor en todas las películas depositadas. El mismo procedimiento se realiza con las cargas de grafeno oxidado de 15% y 30%. Posteriormente, estos tres portaobjetos se dejan en una plancha a 40°C para que se sequen y luego se modifica el área de la película para que las tres queden con las mismas proporciones, así como se ve en la figura 18.

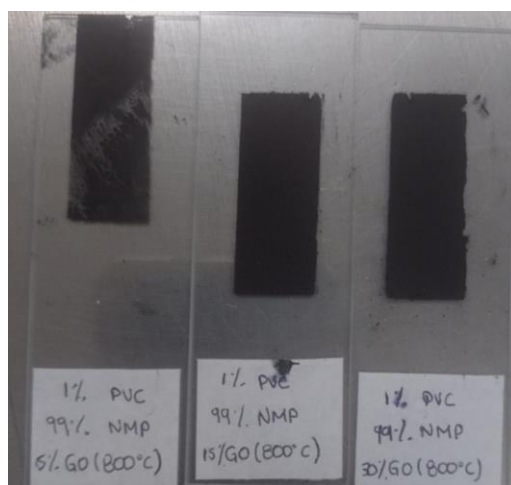


Fig. 18. Muestras de GO a 800°C con PVC y NMP, secas y con la misma área.

Luego, para el grafeno oxidado a 900°C se realiza exactamente el mismo procedimiento anteriormente descrito y al final se obtienen las siguientes películas.

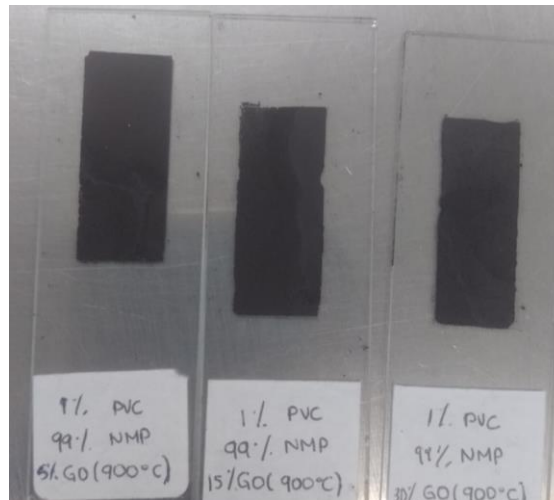


Fig. 19. Muestras de GO a 900°C con PVC y NMP, secas y con la misma área.

Las áreas de las películas depositadas se modifican con una cuchilla y con un pie de rey digital que nos ayuda a medir el largo y el ancho de las películas depositadas y así lograr las mismas medidas en cada una de las deposiciones, tal como se muestra en las figuras 20 y 21.



Fig. 20. Medidas de área para las muestras de 5%, 15% y 30% GO en PVC y NMP a 800°C.



Fig. 21. Medidas de área para las muestras de 5%, 15% y 30% GO en PVC y NMP a 900°C.

Las medidas de largo y ancho de las diferentes muestras y su respectiva área, se recopilan en la tabla VI.

TABLA V  
CARACTERÍSTICAS DE LAS MUESTRAS

Número de muestra	Características
1	1% CMC, 99% agua y 5% GO a 800°C
2	1% CMC, 99% agua y 15% GO a 800°C
3	1% CMC, 99% agua y 30% GO a 800°C
4	1% CMC, 99% agua y 5% GO a 900°C
5	1% CMC, 99% agua y 15% GO a 900°C
6	1% CMC, 99% agua y 30% GO a 900°C
7	1% PVC, 99% NMP y 5% GO a 800°C
8	1% PVC, 99% NMP y 15% GO a 800°C
9	1% PVC, 99% NMP y 30% GO a 800°C
10	1% PVC, 99% NMP y 5% GO a 900°C
11	1% PVC, 99% NMP y 15% GO a 900°C
12	1% PVC, 99% NMP y 30% GO a 900°C

TABLA VI  
MEDIDAS DE CADA UNA DE LAS MUESTRAS

<b>Muestra</b>	<b>Medidas (mm2)</b>	<b>Área (mm2)</b>
1	Ancho: 19.6	515.48
	Largo: 26.3	
2	Ancho: 19.6	490.00
	Largo: 25.0	
3	Ancho: 19.6	515.48
	Largo: 26.3	
4	Ancho: 17.3	454.99
	Largo: 26.3	
5	Ancho: 17.3	454.99
	Largo: 26.3	
6	Ancho: 17.3	454.99
	Largo: 26.3	
7	Ancho: 12.7	408.94
	Largo: 32.2	
8	Ancho: 12.7	408.94
	Largo: 32.2	
9	Ancho: 12.7	408.94
	Largo: 32.2	
10	Ancho: 12.7	408.94
	Largo: 32.2	
11	Ancho: 12.7	408.99
	Largo: 32.2	
12	Ancho: 11.8	379.96
	Largo: 32.2	

Después de modificar las medidas de cada una de las muestras, se mide el espesor de cada una de ellas, primero se mide el espesor del portaobjetos sin muestra y luego se mide el espesor de la muestra en el portaobjetos cuatro veces en diferentes lugares de la película y por último se calcula el promedio del espesor de cada muestra, restándole el espesor del portaobjetos, los resultados están en la tabla VII. El espesor se mide como se muestra en las siguientes figuras.



Fig. 22. Espesor muestra 1.



Fig. 23. Espesor muestra 2.



Fig. 24. Espesor muestra 3.





Fig. 25. Espesor muestra 4.



Fig. 26. Espesor muestra 5.



Fig. 27. Espesor muestra 6.



Fig. 28. Espesor muestra 7.



Fig. 29. Espesor muestra 8.



Fig. 30. Espesor muestra 9.



Fig. 31. Espesor muestra 10.



Fig. 32. Espesor muestra 11.



Fig. 33. Espesor muestra 12.

TABLA VII  
ESPEORES DE LAS MUESTRAS

<b>Muestra</b>	<b>Espesor (mm)</b>	<b>Promedio espesor (mm)</b>	<b>Promedio espesor de la película (mm)</b>
Portaobjetos		0.98	0.000
1	1.12	1.132	0.152
	1.14		
	1.13		
	1.14		
2	1.17	1.177	0.197
	1.18		
	1.18		
	1.18		
3	1.31	1.305	0.325
	1.30		
	1.28		
	1.33		
4	1.13	1.120	0.140
	1.12		
	1.08		
	1.15		
5	1.24	1.975	0.995
	1.16		
	1.17		
	1.22		
6	1.23	1.245	0.265
	1.24		
	1.25		
	1.26		
7	1.00	1.042	0.062
	1.06		

	1.07		
	1.04		
8	1.17	1.142	0.162
	1.11		
	1.19		
	1.10		
9	1.22	1.170	0.190
	1.14		
	1.16		
	1.16		
10	1.06	1.070	0.090
	1.05		
	1.09		
	1.08		
11	1.21	1.192	0.212
	1.28		
	1.10		
	1.18		
12	1.24	1.235	0.255
	1.22		
	1.26		
	1.22		

Luego de obtener el promedio del espesor de las películas, se procede a medir la resistencia de las películas depositadas, dicha resistencia se mide con un multímetro en kilo ohmios, a la misma distancia para que todas las mediciones sean comparables. Luego, con los valores de área, de espesor y resistividad se calcula la resistividad mediante la siguiente ecuación:

$$resistividad = \frac{resistencia \ (kohmios)}{Área * espesor} \quad Ec. 1$$

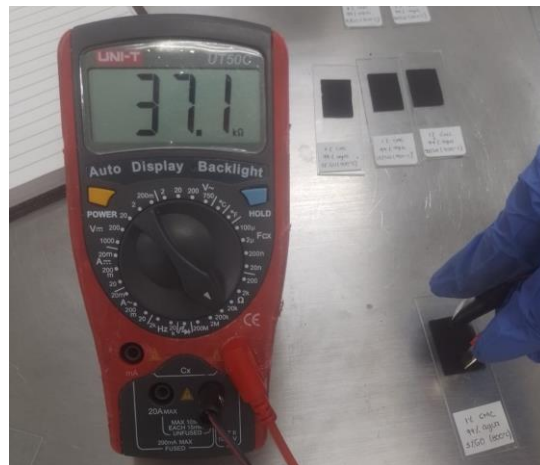


Fig. 34. Resistencia muestra 1.



Fig. 35. Resistencia muestra 2.



Fig. 36. Resistencia muestra 3.



Fig. 37. Resistencia muestra 4.



Fig. 38. Resistencia muestra 5.



Fig. 39. Resistencia muestra 6.





Fig. 40. Resistencia muestra 7.

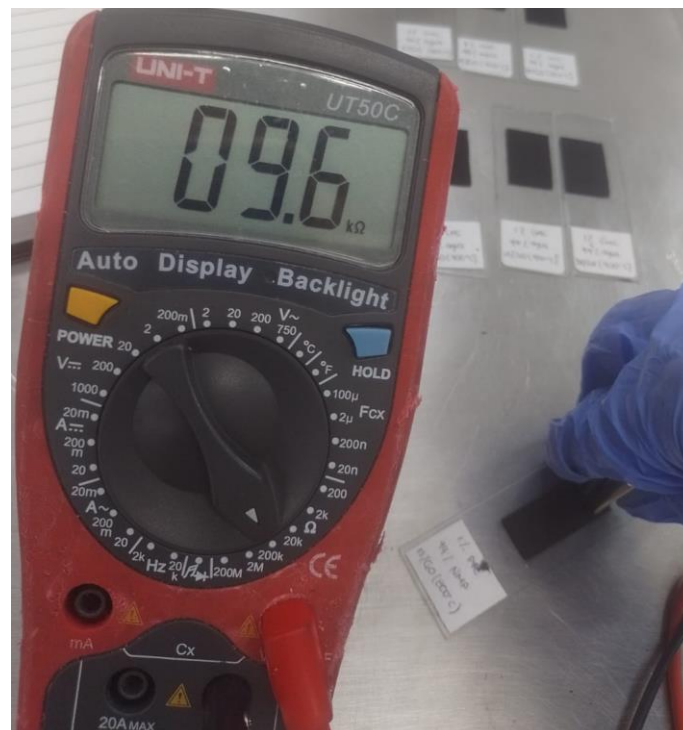


Fig. 41. Resistencia muestra 8.

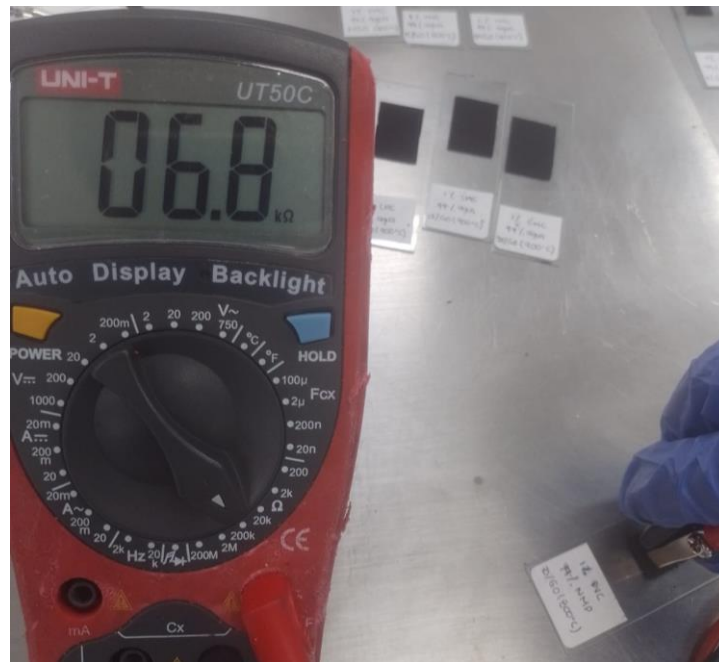


Fig. 42. Resistencia muestra 9.



Fig. 43. Resistencia muestra 10.

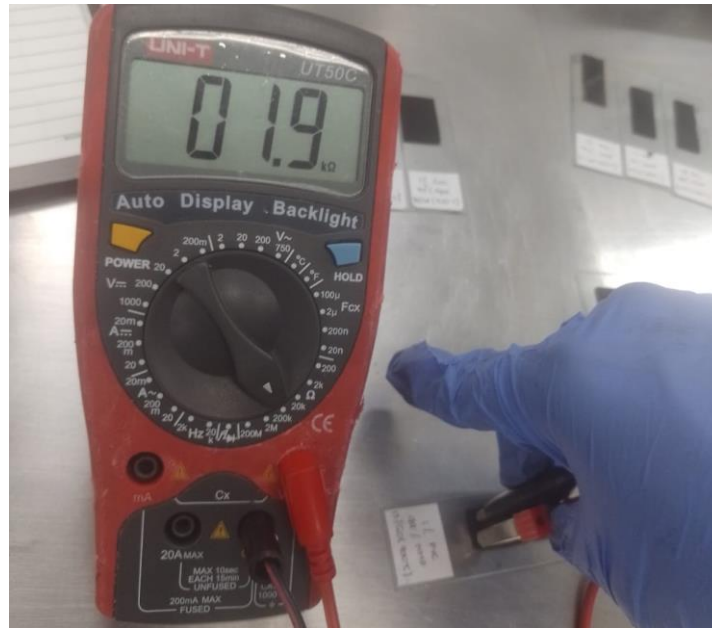


Fig. 44. Resistencia muestra 11.



Fig. 45. Resistencia muestra 12.

TABLA VIII  
VALOR DE RESISTIVIDAD POR MUESTRA

<b>Muestra</b>	<b>Resistencia (kohm)</b>	<b>Resistividad (ohm*m)</b>
1	37.1	125,817.81
2	6.3	15,670.05
3	2.6	4,123.84
4	5.9	19,174.57
5	1.2	<b>548.73</b>
6	0.9	<b>1,545.25</b>
7	22.0	145,107.74
8	9.6	24,233.48
9	6.8	14,635.74
10	3.0	13,631.33
11	1.9	3,665.48
12	1.1	<b>1,639.04</b>

La presente investigación revela que las muestras con menor resistividad son las muestras 5, 6 y 12, respectivamente. Estas tres muestras son derivadas de grafenos oxidados a 900°C. Las dos primeras exhiben concentraciones de grafeno del 15% y 30%, dispersadas en 1% de carboximetilcelulosa (CMC) y 99% de agua. La última muestra corresponde a una concentración del 30% de grafeno, suspendida en 1% de policloruro de vinilo (PVC) y 99% de 1-metil-2-pirrolidona (NMP).

Considerando las potenciales aplicaciones futuras del proyecto, se destaca que la tinta más prometedora es aquella que exhibe la menor resistividad, siendo esta atribuida a la muestra número 5.

## VII. DISCUSIÓN

A partir de los resultados obtenidos, todas las muestras con menor resistividad se derivan de grafenos oxidados a 900°C. Esta temperatura relativamente alta sugiere una pirolisis intensiva, lo que podría contribuir a una reducción significativa de grupos oxigenados y a la formación de una estructura más cristalina.

Las tres muestras con menor valor de resistividad, exhiben concentraciones de grafeno del 15% y 30%, Son concentraciones de grafeno que se pueden considerar altas y que podrían contribuir a una mejor conductividad eléctrica, ya que hay más caminos conductores disponibles para el flujo de electrones.

Se observa que las muestras 5, 6 y 12 tienen la menor resistividad. Este resultado puede atribuirse a la combinación de la temperatura de síntesis, la concentración de grafeno y el vehículo orgánico utilizado. La última muestra, a pesar de tener la misma concentración que la muestra 6, difiere un poco debido a las propiedades particulares del PVC y NMP en términos de dispersión y estabilidad.

Es notorio que las muestra que fueron obtenidas a partir de la pirolisis a 800°C muestran unas resistividades mucho más altas, al igual que las películas que tenían menor porcentaje de carga de grafeno oxidado. Lo cual nos da razón de su baja conductividad y no son muy prometedoras para las aplicaciones planteadas a futuro en el proyecto.

La estabilidad en el tiempo de las películas, su viscosidad y calidad de la tinta dependen en mayor parte de la resina y el solvente. Ya que la resina es el componente polimérico o adhesivo que confiere propiedades mecánicas y de adherencia, mientras que el solvente facilita la aplicación y la formación de una película uniforme. Aunque el grafeno oxidado es el componente conductor en la película, su interacción directa con la estabilidad de la solución puede ser importante debido a que puede afectar la viscosidad de la solución.

## VIII. CONCLUSIONES

La pirolisis a temperaturas elevadas puede reducir significativamente la cantidad de grupos oxigenados en el grafeno oxidado. Estos grupos, como epóxidos, hidroxilos y carboxilos, contribuyen a la resistividad al interferir con la movilidad de los electrones. Una reducción de estos grupos oxigenados puede mejorar la conducción eléctrica. También, puede mejorar la cristalinidad del grafeno, lo que resulta en una estructura más ordenada que se traduce generalmente en una menor resistividad eléctrica.

Por otra parte, las temperaturas más elevadas pueden contribuir a la eliminación de impurezas y defectos en la estructura del grafeno, lo que favorece una mayor conductividad eléctrica al reducir los obstáculos a la transferencia de electrones.

La presencia de solventes orgánicos también puede afectar la resistividad eléctrica del grafeno dependiendo de la concentración y del proceso de síntesis, por lo cual, la elección del vehículo orgánico puede influir en la conductividad eléctrica del grafeno oxidado, siendo importante considerar las propiedades específicas requeridas para la aplicación final. Las interacciones entre el grafeno y el vehículo orgánico pueden afectar la dispersión, estabilidad y, en consecuencia, la resistividad del material.

## REFERENCIAS

- [1] Azat, Z. Sartova, K. Bekseitova, K. Askaruly, Extraction of high-purity silica from rice husk via hydrochloric acid leaching treatment, *Turk. J. Chem.* 43 (2019) 1258–1269.
- [2] Kesari KK. *Perspectives in Environmental Toxicology*. Cham, Switzerland: Springer International Publishing, 2017.
- [3] Memon SA, Shaikh MA, Akbar H. Utilization of rice husk ash as viscosity modifying agent in self compacting concrete. *Construction and Building Materials* 2011; 25 (2): 1044-1048.
- [4] X. S. Kydyr Askarulya, «The electrochemical behavior of silica and activated carbon materials derived from the rice husk waste for li-ion cells,» ELSEVIER, 2023.
- [5] Qi P, Su Y, Zhang S et al. «An innovative strategy on co-production of porous carbon and high purity hydrogen by alkaline thermal treatment of rice husk,» ELSEVIER, 2022.
- [6] Rockstraw, D.A., Pignali K.C., Deng, S. (2005). Silver nanoparticles from ultrasonic spray pyrolysis of aqueous silver nitrate. *Aerosol Science and Technology*. 39 (10): 1010-1014.
- [7] «STUDOCU» [En línea]. Available: <https://www.studocu.com/es-mx/document/instituto-politecnico-nacional/fundamentos-de-fenomenos-de-transporte/reometria/27844863>. [Último acceso: 27 Junio 2023].
- [8] Y. Zhang, N. Anderson, S. Bland, S. Nutt, G. Jursich, and S. Joshi, “All-printed strain sensors: Building blocks of the aircraft structural health monitoring system,” *Sensors Actuators A Phys.*, vol. 253, pp. 165–172, Jan.2017
- [9] «UNIVERSITAT POLITÈCNICA DE VALÈNCIA» [En línea]. Available: <https://www.upv.es/entidades/SME/info/753337normalc.html>. [Último acceso: 27 Junio 2023].
- [10] P. L. C. F. B. Guillermo Peris-Fajarnés, «Estudio teórico sobre el efecto de la reología de las tintas en la resolución y problemática de impresión en los diseños cerámicos,» *ResearchGate*, pp. 367-376, 2002.
- [11] MEXPOLIMEROS. (28 de Noviembre de 2023). Obtenido de MEXPOLIMEROS: <https://www.mexpolimeros.com/etp/PVC.html>
- [12] MEXPOLIMEROS. (28 de Noviembre de 2023). Obtenido de MEXPOLIMEROS: <https://www.mexpolimeros.com/solubilidad%20pol%C3%ADmeros.html>
- [13] BROFIND. (29 de Noviembre de 2023). Obtenido de BROFIND: <https://www.brofind.es/producto/nmp-pirrolidona-instalaciones-de-eliminacion-y-valorizacion>
- [14] KIMACHEMICAL. (02 de Diciembre de 2023). Obtenido de KIMACHEMICAL: <https://www.kimachemical.com/es/news/sodium-carboxymethyl-cellulose-solubility-in-water>
- [15] LIFEDER. (11 de Diciembre de 2023). Obtenido de LIFEDER:

<https://www.lifeder.com/carboximetilcelulosa/>