



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL
ESTADO DE MORELOS



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MORELOS
INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN EN CIENCIAS BÁSICAS Y APLICADAS
CENTRO DE INVESTIGACIONES QUÍMICAS

**“Síntesis y bibliometría de óxido de grafeno, su reducción por irradiación
gamma y aplicaciones en almacenamiento de energía”**

TESIS

QUE PARA OBTENER EL GRADO DE
LICENCIADO EN DISEÑO MOLECULAR Y NANOQUÍMICA

PRESENTA:

MAXIMILIANO ROJAS TABOADA

DIRECTOR DE TESIS

Dra. MARÍA LUISA GARCÍA BETANCOURT.

CUERNAVACA, MORELOS

Noviembre, 2021



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL
ESTADO DE MORELOS



INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN EN CIENCIAS BÁSICAS Y APLICADAS



Control Escolar de Licenciatura

VOTOS DE APROBATORIOS

Secretaría ejecutiva del Instituto de Investigación en Ciencias Básicas Aplicadas de la Universidad Autónoma del Estado de Morelos.

Presente.

Por medio de la presente le informamos que después de revisar la versión escrita de la tesis que realizó el C. **ROJAS TABOADA MAXIMILIANO** con número de matrícula **20164010847** cuyo título es:

“Síntesis y bibliometría de óxido de grafeno, su reducción por irradiación gamma y aplicaciones en almacenamiento de energía”

Consideramos que **SI** reúne los méritos que son necesarios para continuar los trámites para obtener el título de **LICENCIADO EN DISEÑO MOLECULAR Y NANOQUÍMICA**.

Cuernavaca, Mor a 04 de noviembre del 2021

Atentamente
Por una universidad culta

Se adiciona página con la e-firma UAEM de los siguientes:

DR. HUGO MORALES ROJAS
DR. HUGO ALBEIRO SALDARRIAGA NOREÑA
DRA. MARÍA LUISA GARCÍA BETANCOURT
DRA. ISMAILIA LEILANI ESCALANTE GARCÍA
DRA. JEANNETE RAMÍREZ APARICIO

PRESIDENTE
SECRETARIO
VOCAL
PRIMER SUPLENTE
SEGUNDO SUPLENTE



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL
ESTADO DE MORELOS

Se expide el presente documento firmado electrónicamente de conformidad con el ACUERDO GENERAL PARA LA CONTINUIDAD DEL FUNCIONAMIENTO DE LA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MORELOS DURANTE LA EMERGENCIA SANITARIA PROVOCADA POR EL VIRUS SARS-COV2 (COVID-19) emitido el 27 de abril del 2020.

El presente documento cuenta con la firma electrónica UAEM del funcionario universitario competente, amparada por un certificado vigente a la fecha de su elaboración y es válido de conformidad con los LINEAMIENTOS EN MATERIA DE FIRMA ELECTRÓNICA PARA LA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE ESTADO DE MORELOS emitidos el 13 de noviembre del 2019 mediante circular No. 32.

Sello electrónico

HUGO ALBEIRO SALDARRIAGA NOREÑA | Fecha:2021-11-04 11:30:50 | Firmante
tbt5qHBH0wDKhnA0Fkn0wva2KqCJ+ExzKFTWnzD4U+9LJSuDDfF29ug8FCldH+TMu0Jg2e2cJRFh2vKVVk|nnwO2|qeuhuFCw|F6G2mY9HYXG+JKSqAdV|+NXR0Nw3TdxUW4
e9+0UjH5HxPw4/G2Vbm4Ad3|Qb5GSK3ngnk977sP8uSkNfq1T4rh/5y4g|GeF7Lw5dJWc1xexk0dE5ek.JnZhugJzFLqJ53NgPDR76ZdFN0ea4DBR4zYwJ9m0eqR.Uqr5KVdmoL
mLH3jVjIIOq7b7ReTms54BtkUz6qt/vbdqEkhebbdHzFJ3|AN8BkFZ|3FSqRu6LGI1FBgg--

ISMAILIA LEILANI ESCALANTE GARCÍA | Fecha:2021-11-04 11:47:34 | Firmante
FN3xWL+qmuuufaNDcISX7h06varv3YWHPRPmeN3+mQLIX2h1xdGd0D697hhSrsFoRJKatQDwwgR3kuAaloJmkWKAMBXhG0mWa6vFHSvwwV4kBl0p4PXWJtuZixMV8W/
ZHNF4bnDDPcFZmwpFQpEyrDgm11Hg4HQbxFghQOD+KI4u0Uq4aYVXLnXZOMHnOkdL11G0mVDDTqd3mBPXQq9r6m+p4WZDI5xaMvDsjYHym1uLmNBmfOrfwzWig+Th2
qT8YpsLDN94zSgS6ixYRovxVieCvb/3/7V64sIC7UPV2Y6GJKNyTm|tNpbeqC0I5VuO74I3kItX4BgQ--

JEANNETE RAMÍREZ APARICIO | Fecha:2021-11-04 12:07:22 | Firmante
TRqXqTq3pHHWEudvdvJou++2gVUES/cASBmH08nyg6nevlyNNwLRlnbY020aJAmP3SkfukxTum4Y+1o4Goo4py+2wVcSWOcjxcvVhERpqRT+oJZhTzp1lbEkJ6ZYCYnp+09m
oLmFPQJOCR5VXy|bp010Ur7c98vaPylkdda2yWYluwoXKVN2FcohhFk8QPT7SEBLKw+Zwsaln8meBof+GFY1|P+afd8DRsu3d1Nkk2LA0HHIVYFPuqARsouMoKH5IF9Q2
DP8JGnDBU7o7H0ToKMqF8H56cerZi5nr59Xyweaf8koXNZPh6RvBBwMBcJQEpxBSV6pqYpMXH2w--

HUGO MORALES ROJAS | Fecha:2021-11-04 12:48:45 | Firmante
Bw0AOHwQdVdRjP0lqz5hF/3EDFJz8HA60FIHnOUzXJYH4chvWe5wpOY2VOzgreGzGwWnmslBk|9me7FN3TkkAZq3ECVdhG2x|vz0A|3x2wJDKSw19gqleYwWc66yD55o|3
SWs|ECGGV4CBRS0J|99313AHoodaygt6yWMVr8ZPGfJ3hewNL6NRpSooF7ZzkUj5LSExjwftqDfVFRgrlbFYK5ClarpFAfMBXMKwXf0XQx79Z+HmwRs8ezVUmKega71|q5tBTX
Cr2Hx5A4IaVgGsaO+9WBh2m1gHyEDzzhUd2ufg0MSgcjy5KyZgmOupFu8S3cc8x1eWIIA--

MARIA LUISA GARCIA BETANCOURT | Fecha:2021-11-04 13:15:57 | Firmante
ZlQpUhfMlGKMDuyimV4y5tmVRj4lIzpfqncEnEA7fn+oRgl1STYYRNoAL9IKVvxSE+JKCR+InRdoGK|5+pb+AxExaulJ8q|7ehfXgdmedGCpov88BWW3koGvRfdAhtuGPTuSNdVr
vB|q2ApgcJ2RE68uxXKa6KAHh0YYPozEleVOal9fssPAZs7ZoEw2w9F8sdAv75UR+xsFYHSnqkMqHsyexCq8lkygs5PAOK|9RhtSwf53Hu+Ws83akPKm|tyw9ftxbdfEm+rWWF
dcGpJzbxvrf3MfybdDfdABH5sd3ZnbtahA3m6fowf73kol9d7K+L7vKuYAH62HKA--

Puede verificar la autenticidad del documento en la siguiente dirección electrónica o
escaneando el código QR ingresando la siguiente clave:



WdkQ3uNcg

<https://efirma.uaem.mx/noRepudio/YxY71Q910J0JwwbpgUjFvEyFin3PftguA>





UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL
ESTADO DE MORELOS



INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN EN CIENCIAS BÁSICAS Y APLICADAS

Licenciatura en Diseño Molecular y Nanoquímica

CIQ/DMNQ/CONT. 183/2021.

Cuernavaca, Mor. 14 de junio de 2021.

Asunto: Notificación de aceptación de registro
tema de Proyecto de Investigación.

**C. MAXIMILIANO ROJAS TABOADA
P R E S E N T E**

Por medio del presente me permito notificarle que después de una revisión en el banco de registros de Proyectos de Investigación, se le informa que su título:

“Síntesis y bibliometría de óxido de grafeno, su reducción por irradiación gamma y aplicaciones en almacenamiento de energía”

Fue aceptado dentro del Programa de la Licenciatura en Diseño Molecular y Nanoquímica, puesto que no se encontró algún título igual puede continuar con los trámites correspondientes para su Titulación.

Sin más por el momento, le envío un cordial saludo.

ATENTAMENTE

*Por una humanidad culta
Una universidad de excelencia*

**Dr. José Raymundo Hugo Tlahuext Romero
COORDINADOR ACADÉMICO
LIC. DISEÑO MOLECULAR Y NANOQUÍMICA**

C.c.p. Control Escolar de Licenciatura IICBA
Estudiante
Archivo



Se expide el presente documento firmado electrónicamente de conformidad con el ACUERDO GENERAL PARA LA CONTINUIDAD DEL FUNCIONAMIENTO DE LA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MORELOS DURANTE LA EMERGENCIA SANITARIA PROVOCADA POR EL VIRUS SARS-COV2 (COVID-19) emitido el 27 de abril del 2020.

El presente documento cuenta con la firma electrónica UAEM del funcionario universitario competente, amparada por un certificado vigente a la fecha de su elaboración y es válido de conformidad con los LINEAMIENTOS EN MATERIA DE FIRMA ELECTRÓNICA PARA LA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE ESTADO DE MORELOS emitidos el 13 de noviembre del 2019 mediante circular No. 32.

Sello electrónico

JOSE RAYMUNDO HUGO TLAHUEXT ROMERO | Fecha:2021-06-17 09:12:42 | Firmante

CDx7bqItr+QkzcVKm3HyJWwrOD6T4MjYw/ouXIR9oIgcVDMDCtbsFaihc75BLn658bQL9oLLKJ6gEutpRWkHujRfIvftvg75luu8GDBiSR334WwnXSeK5EkTPSL5hqybrpY2m5pWoCLF/5DWgoihll06vL4sGk08/eENDvYq7dOauH+aDn2if7JOlap8I0q6btVIOQq9C7/BOE2umD9+CbXwA75CILUdHlkt1UKrvZ89rbGS/+cZkSFIKEaFLrC3IryjPscUGsRptTpK05vLOTfBLNqnA8Kb2lp9xq2WmBA2h1eAePpUev41b4Q4LMdMIHzqcLBlq4Dg2A--

Puede verificar la autenticidad del documento en la siguiente dirección electrónica o escaneando el código QR ingresando la siguiente clave:



OY7K3o

<https://efirma.uaem.mx/noRepudio/Pmu0uZE7QdrReXQXH8GfocPrqdlgzl8l>





UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL
ESTADO DE MORELOS



INSTITUTO DE INVESTIGACIÓN EN CIENCIAS BÁSICAS Y APLICADAS
CENTRO DE INVESTIGACIONES QUÍMICAS

JEFATURA DE LA LICENCIATURA EN DISEÑO MOLECULAR Y NANOQUÍMICA

CIQ/DMNQ/CONT. 23/2021.

Cuernavaca, Mor. 25 mayo de 2021.

Asunto: Integración Jurado Revisor de Tesis.

**C. MAXIMILIANO ROJAS TABOADA
P R E S E N T E.**

Por medio del presente la Comisión Académica de la Licenciatura de Diseño Molecular y Nanoquímica le informa que le fue asignado el siguiente Jurado Revisor de Tesis en su reunión del 24 febrero del año en curso como se menciona a continuación:

TÍTULO: “Síntesis y bibliometría de óxido de grafeno, su reducción por irradiación gamma y aplicaciones en almacenamiento de energía”.

No.	NOMBRE	LUGAR DE ADSCRIPCIÓN	ASIGNACIÓN
1	Dr. Hugo Morales Rojas	CIQ	Presidente
2	Dr. Hugo Albeiro Saldarriaga Noreña	CIQ	Secretario
3	Dra. María Luisa García Betancourt	CIQ	Vocal
4	Dra. Ismailia Leilani Escalante García	UAZ	Suplente
5	Dra. Jeannete Ramírez Aparicio	CONACYT- INEEL	Suplente

Sin otro particular me despido de usted.

Atentamente
“POR UNA HUMANIDAD CULTA”

Dr. José Raymundo Hugo Tlahuext Romero
Coordinador Académico
LICENCIATURA DISEÑO MOLECULAR Y NANOQUÍMICA

C.c.p. Control Escolar
Estudiante



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL
ESTADO DE MORELOS

Se expide el presente documento firmado electrónicamente de conformidad con el ACUERDO GENERAL PARA LA CONTINUIDAD DEL FUNCIONAMIENTO DE LA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE MORELOS DURANTE LA EMERGENCIA SANITARIA PROVOCADA POR EL VIRUS SARS-COV2 (COVID-19) emitido el 27 de abril del 2020.

El presente documento cuenta con la firma electrónica UAEM del funcionario universitario competente, amparada por un certificado vigente a la fecha de su elaboración y es válido de conformidad con los LINEAMIENTOS EN MATERIA DE FIRMA ELECTRÓNICA PARA LA UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE ESTADO DE MORELOS emitidos el 13 de noviembre del 2019 mediante circular No. 32.

Sello electrónico

JOSE RAYMUNDO HUGO TLAHUEXT ROMERO | Fecha:2021-05-31 08:44:54 | Firmante

aPwNLHGZISFwCPhi4muqUKZNLgazwRYmJvVw3bSF4g60MSmS4I9QAzdghHlWzat6pK7EH1KPYdNqj8x9QI9TH34vu393D2dDymg1qEvShd1wO5WnVsfQj/h18VbN87I+Ud7VZuWICCOjwdYfIE+eKT1RGIsWV+FvoLxz+oLNK/F8BNZJFFUXn0/PqhtWQOUjPsdBvAjiINYNiHNuooCwvsKEUg6Ppb1DyVJE1BpENoE1CqI0NH1n288HZQyjsEgoSaQz+DRxhbHV2D0uGGxmI08U+/TXOakyqMlul6cd3ZIX1+gIpteEIdmmyUqTfj49/E8aXnBXKaUvg--

Puede verificar la autenticidad del documento en la siguiente dirección electrónica o escaneando el código QR ingresando la siguiente clave:



[vki7Ls](#)

<https://efirma.uaem.mx/noRepudio/33nvWfX9oBS5xtUrCE3EJxxMVigHuh4M>



Agradecimientos

A la Universidad Autónoma del Estado de Morelos, al Centro de Investigaciones Químicas, especialmente al laboratorio 223 por el acceso a las instalaciones y a la infraestructura que hizo posible la realización de este proyecto.

A la Dra. María Luisa García Betancourt por compartir conmigo su conocimiento y tenerme paciencia en cada día.

Al Centro de Investigación en Ingeniería y Ciencias Aplicadas por las facilidades brindadas para la caracterización de mis muestras y el uso del microscopio electrónico de barrido.

Al apoyo técnico brindado por T.A. María Gregoria Medina Pintor, Dra. Maricruz Rezendez, y Dr. René Guardian María del Carmen Rocha Medina

A mis profesores que contribuyeron en mi formación académica, los cuales siempre me brindaron sus consejos y recomendaciones.

A mis compañeros del laboratorio y a mis amigos, por siempre estar dispuestos a escucharme.

A mi madre y padre, por siempre brindarme todo lo necesario y darme siempre palabras de aliento, y a mi hermana por tenerme paciencia y escucharme.

Dedicatoria

A María Fernanda Góngora Ramírez,

por ayudar a darme cuenta de que puedo superar cualquier cosa, de la índole que sea, por enseñarme a ver que el mundo está lleno de amor y alegría y a disfrutar de las cosas más ordinarias de la vida. Llegaste a mi vida sin haberlo esperado, ni pedido y si las personas vieran el mundo como tú lo hacías, sería un mundo distinto. Hasta que te vuelva a ver, prometo aprovechar más el tiempo. Y como aquella sonrisa que marcó el comienzo, te brindo este esfuerzo como regalo para agradecer tu eternidad.

Feliz ayer, hoy, mañana...siempre.

Resumen

El grafeno, es uno de los nanomateriales más estudiados actualmente y debido a sus excelentes propiedades electrónicas, mecánicas, ópticas y térmicas, puede ser muy prometedor para aplicaciones tecnológicas. La obtención de este nanomaterial a gran escala es muy complicada, por lo que se ha buscado nuevas opciones de obtenerlo mediante análogos. Uno de ellos es el óxido de grafeno (GO, por sus siglas en inglés *Graphene Oxide*), el cual tiene una estructura similar a la de una hoja de grafeno, pero con grupos funcionales en los bordes y en el plano basal. Al quitar los grupos funcionales del GO mediante una reducción, se obtiene óxido de grafeno reducido (rGO, por sus siglas en inglés *reduce Graphene Oxide*), el cual posee una estructura similar a la del grafeno. En la primera parte de este trabajo se muestra el método de oxidación utilizado para obtener GO.

Debido a las características antes mencionadas sobre el grafeno, actualmente se han desarrollado un número importante de investigaciones. En este estudio se pretende realizar el análisis bibliométrico exhaustivo de diversos documentos reportados por la comunidad científica, específicamente en los temas de; “óxido de grafeno y su reducción por irradiación gamma” y “óxido de grafeno reducido y sus aplicaciones en almacenamiento de energía”, entre los años 2011 al 2020. Esto con el fin de identificar la producción anual, las revistas más relevantes, la producción de revistas, y de los autores, a través del tiempo y las palabras clave junto con su correlación, de dichos temas. Para el análisis bibliométrico, se realizó una búsqueda bibliográfica utilizando la base de datos Pubmed. Estos datos se analizaron en las aplicaciones de libre acceso Biblioshiny y Vosviewer. Para “óxido de grafeno y su reducción por irradiación gamma”, se encontraron 21 documentos científicos y para “óxido de grafeno reducido y sus aplicaciones en almacenamiento de energía”, se encontraron 231 documentos científicos, los cuales fueron publicados durante los últimos 10 años (2011-2020). Para ambos temas se realizaron los análisis de producción anual, en donde se pudo observar que el año 2020 fue el de mayor

producción en ambos casos. También se analizaron las revistas más relevantes, siendo *Journal of Colloid and Interface Science* y *ACS Applied Materials & Interfaces*, las revistas más relevantes debido a que publicaron la mayor cantidad de artículos. Del mismo modo, se analizó la producción de las revistas a través del tiempo y la producción de los principales autores a lo largo del tiempo. En dicho análisis se pudo observar para ambos temas, cuando fue la mayor producción de las revistas en los últimos 10 años y a su vez, la producción de los diez autores que más artículos han publicado en ese mismo periodo de tiempo. Por último, se hizo un análisis de palabras clave y su correlación. En este análisis se encuentran las diversas relaciones de los conceptos/palabras clave que más se utilizaron en la mayoría de los artículos, este análisis tiene el fin de poder analizar más a profundidad la documentación científica de los temas estudiados.

Palabras clave: óxido de grafeno; óxido de grafeno reducido; análisis bibliométrico; irradiación de rayos gamma; almacenamiento de energía.

ÍNDICE

AGRADECIMIENTOS	VIII
DEDICATORIA	IX
RESUMEN	X
ÍNDICE DE FIGURAS	XVI
ÍNDICE DE TABLAS	XIX
CAPÍTULO 1	1
INTRODUCCIÓN	1
CAPÍTULO 2	4
ANTECEDENTES	4
2.1. NANOMATERIALES 2D ULTRAFINOS	4
2.1.1. <i>Propiedades de nanomateriales ultrafinos</i>	5
2.2. MÉTODOS DE PREPARACIÓN DE NANOMATERIALES 2D ULTRAFINOS	7
2.2.1. <i>Escisión mecánica</i>	8
2.2.2. <i>Exfoliación líquida</i>	9
2.2.3. <i>Exfoliación e intercalación de iones</i>	11
2.2.4. <i>Crecimiento por deposición química de vapor</i>	12
2.2.5. <i>Síntesis de química húmeda</i>	14
2.2.6. <i>Exfoliación líquida asistida por oxidación</i>	15

2.3.	APLICACIONES DE NANOMATERIALES 2D ULTRAFINOS.....	17
2.3.1.	<i>Electrónica</i>	18
2.3.2.	<i>Catálisis</i>	19
2.3.3.	<i>Almacenamiento de energía</i>	20
2.4.	EJEMPLOS DE NANOMATERIALES 2D ULTRAFINOS.....	23
2.4.1.	<i>Nitruro de boro hexagonal</i>	23
2.4.2.	<i>Nitruro de carbono grafitico (g-C₃N₄)</i>	23
2.4.3.	<i>Dicalcogenuros de metales de transición</i>	24
2.4.4.	<i>Fósforo negro</i>	25
2.4.5.	<i>MXenes</i>	26
2.4.6.	<i>Metal-organic frameworks (MOF's)</i>	27
2.5.	GRAFENO	29
2.5.1.	<i>Propiedades del grafeno</i>	29
2.5.2.	<i>Aplicaciones del grafeno</i>	31
2.6.	ALÓTROPOS DEL GRAFENO	32
2.6.1.	<i>Fullerenos</i>	32
2.6.2.	<i>Nanotubos de carbono</i>	33
2.6.3.	<i>Carbino</i>	33
2.6.4.	<i>Grafino</i>	34
2.6.5.	<i>Óxido de grafeno</i>	35
2.6.6.	<i>Óxido de grafeno reducido</i>	37
2.7.	NANOCOMPOSITO.....	40
2.7.1.	<i>Nanocompositos de grafeno/ carbono</i>	41
2.7.2.	<i>Nanocompositos de polímeros conductores de grafeno</i>	42
2.7.3.	<i>Nanocomposito de grafeno / óxidos metálicos de transición</i>	42
2.8.	TÉCNICAS DE CARACTERIZACIÓN.....	43
2.8.1.	<i>Microscopia electrónica de barrido SEM</i>	43
2.8.2.	<i>Difracción de Rayos X</i>	44

2.8.3.	<i>Espectroscopia de Infrarrojo por transformada de Fourier (FTIR)</i>	47
2.9.	ANÁLISIS BIBLIOMÉTRICO	48
2.9.1.	<i>Indicadores de actividad</i>	49
2.9.2.	<i>Indicadores de impacto</i>	50
CAPÍTULO 3		52
PLANTEAMIENTO DEL PROBLEMA		52
3.1.	JUSTIFICACIÓN	52
3.2.	<i>Hipótesis</i>	53
3.3.	OBJETIVO	53
3.3.1.	<i>General</i>	53
3.3.2.	<i>Específicos</i>	53
CAPÍTULO 4		55
PARTE 1. SÍNTESIS DE ÓXIDO DE GRAFENO		55
4.1.	OBTENCIÓN DE GO POR EXFOLIACIÓN LÍQUIDA ASISTIDA POR OXIDACIÓN.....	55
4.2.	CARACTERIZACIÓN Y CONDICIONES DE PREPARACIÓN DE MUESTRAS.....	58
4.2.1.	<i>Microscopia electrónica de barrido SEM</i>	58
4.2.2.	<i>Difracción de Rayos X</i>	59
4.2.3.	<i>Espectroscopia de Infrarrojo por transformada de Fourier (FT-IR)</i>	59
PARTE 2. BIBLIOMETRÍA		60
4.3.	ANÁLISIS BIBLIOMÉTRICO DE “ÓXIDO DE GRAFENO Y SU REDUCCIÓN POR IRRADIACIÓN GAMMA” Y “ÓXIDO DE GRAFENO REDUCIDO Y SUS APLICACIONES EN ALMACENAMIENTO DE ENERGÍA”.....	60
CAPÍTULO 5		62
PARTE 1. RESULTADOS Y DISCUSIÓN		62
5.1.	CARACTERIZACIÓN DE GO.....	62

5.1.1.	<i>Microscopia y análisis elemental de GO</i>	62
5.1.2.	<i>Difracción de rayos x</i>	64
5.1.3.	<i>Espectroscopia de Infrarrojo por transformada de Fourier (FTIR)</i>	66
PARTE 2. BIBLIOMETRÍA Y DISCUSIÓN		68
5.2.	RESULTADOS DE ANÁLISIS BIBLIOMÉTRICO DE ÓXIDO DE GRAFENO Y SU REDUCCIÓN POR IRRADIACIÓN GAMMA.....	68
5.2.1.	<i>Análisis de producción anual</i>	68
5.2.2.	<i>Análisis de revistas más relevantes</i>	70
5.2.3.	<i>Análisis de producción de revistas a través del tiempo</i>	72
5.2.4.	<i>Análisis de producción de los principales autores a lo largo del tiempo</i>	74
5.2.5.	<i>Análisis de palabras clave y su correlación</i>	75
5.3.	RESULTADOS DE ANÁLISIS BIBLIOMÉTRICO DE ÓXIDO DE GRAFENO REDUCIDO Y SUS APLICACIONES EN ALMACENAMIENTO DE ENERGÍA.....	80
5.3.1.	<i>Análisis de producción anual</i>	80
5.3.2.	<i>Análisis de revistas más relevantes</i>	82
5.3.3.	<i>Análisis de producción de revistas a través del tiempo</i>	84
5.3.4.	<i>Análisis de producción de los principales autores a lo largo del tiempo</i>	86
5.3.5.	<i>Análisis de palabras clave y su correlación</i>	88
CONCLUSIONES		94
BIBLIOGRAFÍA.		96

Índice de figuras

Figura 1. Ilustración esquemática de los diferentes tipos de nanomateriales 2D ultrafinos [14].....	5
Figura 2. Estructuras de (a) grafeno, y (b) h-BN. Modelos de (c) s-triazina, y (d) tri-s-triazina g-C ₃ N ₄ [13].....	24
Figura 3. Estructuras cristalinas de MoS ₂ con diferentes polimorfismos [13].	25
Figura 4. Estructuras cristalinas (a-c) de BP [13].	26
Figura 5. Estructura cristalina de las fases MAX [13].	27
Figura 6. Estructura cristalina de MOF Zn-TCPP [13].	28
Figura 7. Estructura molecular del grafeno [17].....	30
Figura 8. Estructura de fullereno C ₆₀ y fullereno C ₂₀ [21].....	32
Figura 9. Estructura de nanotubo de carbono [23].	33
Figura 10. Estructura del carbino. El carbino está representado de color rojo el cual se vuelve más estable por los nanotubos de carbono, que están representados en color gris [26]	34
Figura 11. Estructura molecular del grafino [28].....	35

Figura 12. Estructura de óxido de grafeno con grupos funcionales [29].	36
Figura 13. Estructura de óxido de grafeno reducido (rGO) parcialmente sin grupos funcionales [29].	38
Figura 14. Esquema de un microscopio electrónico de barrido con la indicación de sus componentes [41].	44
Figura 15. Representación gráfica de la Ley de Bragg [43].	46
Figura 16. Representación de los elementos básicos de un detector de FTIR [45].	48
Figura 17. Micrografías de SEM de óxido de grafeno	63
Figura 18. Espectro de difracción de rayos X de grafito (graphite) y óxido de grafeno (GO).	64
Figura 19. Espectro de FT-IR de grafito y óxido de grafeno (GO).	67
Figura 20. Gráfica de producción anual de los últimos 10 años (2011-2020).	70
Figura 21. Revistas más relevantes con respectivas publicaciones.	71
Figura 22. Gráfico de la producción de revistas a través del tiempo	74
Figura 23. Gráfica de producción de los principales autores a lo largo del tiempo.	75

Figura 24. Diagrama de principales palabras clave vinculados a óxido de grafeno y su reducción por irradiación gamma.	76
Figura 25. Diagrama que muestra la densidad de palabras clave con mayor aparición en trabajos de investigación científica	77
Figura 26. Gráfica de producción anual de los últimos 10 años (2011-2020).....	81
Figura 27. Gráfico de barras revistas más relevantes con respectivas publicaciones.	83
Figura 28. Gráfico de la producción de revistas a través del tiempo.	86
Figura 29. Gráfica de producción de los principales autores a lo largo del tiempo.	87
Figura 30. Diagrama de principales palabras clave vinculados a óxido de grafeno reducido y sus aplicaciones en almacenamiento de energía	89
Figura 31. Diagrama que muestra la densidad de palabras clave con mayor aparición en trabajos de investigación científica	90

Índice de tablas

Tabla 1. Tabla de composición elemental del óxido de grafeno.	63
Tabla 2. Producción anual de los últimos 10 años (2011-2020) del análisis de “óxido de grafeno y su reducción por irradiación gamma”.	69
Tabla 3. Revistas más relevantes con respectivas publicaciones.....	71
Tabla 4. Producción anual de los últimos 10 años (2011-2020) del análisis de “óxido de grafeno reducido y sus aplicaciones en almacenamiento de energía”.	81
Tabla 5. Revistas más relevantes con respectivas publicaciones.....	83

Capítulo 1

INTRODUCCIÓN

Desde hace varias décadas fue descubierto el grafeno, este ha sido uno de los nanomateriales con mayor interés en varios sectores de la investigación y se ha estudiado por más de 40 años. Nos referimos a grafeno a un alótropo del carbono, el cual es una hoja que tiene una única capa de átomos de carbono, que tiene hibridación sp^2 , cuya estructura tiene un arreglo hexagonal.

Se habló por primera vez del grafeno en 1947, en el trabajo teórico de Philip Russell Wallace, presentado en *Physical Review*, sobre la estructura de bandas del grafito [1]. A estas bandas se les puede nombrar también como grafeno, ya que el trabajo se enfocó en el estudio de una monocapa de grafito, pero en ese momento el término grafeno todavía no existía. En 1962 Hanns-Peter Boehm y su equipo aislaron las primeras monocapas de óxido de grafito reducido, las cuales se consideran un material semejante al grafeno, mediante la deflagración del óxido de grafito y la reducción de este mismo en una suspensión alcalina [2]. De esta forma encontraron láminas de hasta 3.6 Å de grosor. Cabe recalcar que a este material se le nombro grafeno por el mismo Boehm y su equipo hasta 1986, quienes combinaron la palabra “grafito”, con el sufijo “eno”, que refiere a los hidrocarburos aromáticos policíclicos y desde entonces el término grafeno se usa para referirse a

una sola capa de átomos de carbono [2, 3]. Es importante mencionar dicha información ya que en el 2004 este material fue redescubierto por Andre Geim y Konstantin Novoselov, en la universidad Manchester, quienes aislaron este nanomaterial por el método de exfoliación mecánica de grafito y, gracias a que estudiaron las propiedades físicas, como el Efecto Hall Cuántico a temperatura ambiente, fueron galardonados con el premio Nobel en 2010 [4, 5].

El grafeno tiene excelentes propiedades ópticas, mecánicas, electroquímicas y eléctricas. Por lo tanto, puede tener aplicaciones en diversas áreas tales como la electrónica, catálisis, sensores, y también puede ser utilizado para la conversión y almacenamiento de energía [6]. Lo que significa que este nanomaterial podría ser utilizado para la fabricación de baterías, esto debido a que una batería a base de grafeno puede llegar a tener mejor almacenamiento de energía y mejor eficiencia que las baterías actuales, también posiblemente sea utilizado para paneles solares, sustituyendo los actuales a base de silicio cristalino [5, 6].

En la actualidad, el uso de energía es indispensable para el desarrollo de muchas actividades humanas, y debido a las propiedades particulares del grafeno, desde hace algunas décadas atrás se le considero como un candidato perfecto para poder mejorar el rendimiento de supercondensadores, paneles y baterías. Desafortunadamente, éste nanomaterial no ha tenido el auge que se había pensado que tendría y la razón es debido a que no se ha logrado un método de producción en masa a un bajo costo que pueda fabricar grafeno de alta calidad [1]. Debido a

esto, se han desarrollado diversos métodos para su síntesis a un bajo costo, y a partir de nanomateriales análogos al grafeno. Por ejemplo, copos de grafeno, grafeno de pocas capas, o el óxido de grafeno (GO por sus siglas en inglés *Graphene Oxide*) [1]. La ventaja del GO es que es un gran precursor para formar hojas de grafeno, ya que al reducirlo se le pueden quitar los grupos funcionales, lo que genera óxido de grafeno reducido (rGO por sus siglas en inglés *reduce Graphene Oxide*), el cual tiene una estructura similar a la de una hoja de grafeno. El GO se puede sintetizar de varias maneras, pero el método más común es por el método de Hummers convencional [7]. Recientemente, se ha reportado la síntesis de GO, mediante la oxidación de grafito molido, con un método de Hummers modificado [6], el cual presenta, un bajo costo, un alto rendimiento y una disminución de emisión de gases tóxicos. De igual forma, se ha reportado que la reducción por irradiación gamma puede ser una opción viable, ya que no es un método de reducción que sea tóxico, ni peligroso para la salud, como los ya existentes [8, 9].

En este trabajo se sintetizó el GO mediante un método de Hummers modificado, y se elaboraron dos análisis bibliométricos, sobre los temas; “*óxido de grafeno y su reducción por irradiación gamma*” y “*aplicaciones en almacenamiento de energía*”. Estos análisis se elaboraron mediante el software de libre acceso Biblioshiny [10] y VOSviewer [11], los cuales mediante una carga de indicadores, de la base de datos científica Pubmed, realizan análisis de variables semánticas que permiten identificar conglomerados de los temas que más se abordan de acuerdo con los patrones de búsqueda de los temas que se describen en la metodología de este trabajo.

Capítulo 2

ANTECEDENTES

2.1. Nanomateriales 2D ultrafinos

Los nanomateriales ultrafinos de dos dimensiones (2D) se convirtieron de gran interés después de que Novoselov, Geim y sus colegas exfoliaran por primer vez grafeno a partir de grafito en 2004 [4].

Los nanomateriales 2D ultrafinos poseen estructuras en forma de láminas con un tamaño lateral mayor de 100 nm, y un grosor solamente de uno o varios átomos, que por lo general es de menos 5nm [12, 13]. Existen distintas variedades de nanomateriales 2D ultrafinos (ver **Figura 1**) tales como el nitruro de boro hexagonal (h-BN), los “transition metal dichalcogenides”, (como; MoS₂, TiS₂, TaS₂, etc.), nitruro de carbono grafítico (g-C₃N₄), óxidos metálicos en capas e hidróxidos dobles en capas (Layered Double Hydroxides, LDHs, por sus siglas en inglés). También han surgido nuevos tipos de nanomateriales ultrafinos 2D, como; “metal organic frameworks”, “covalent organic frameworks”, polímeros, metales, fosforo negro (BP), “silicene”, y “MXenes” [13].

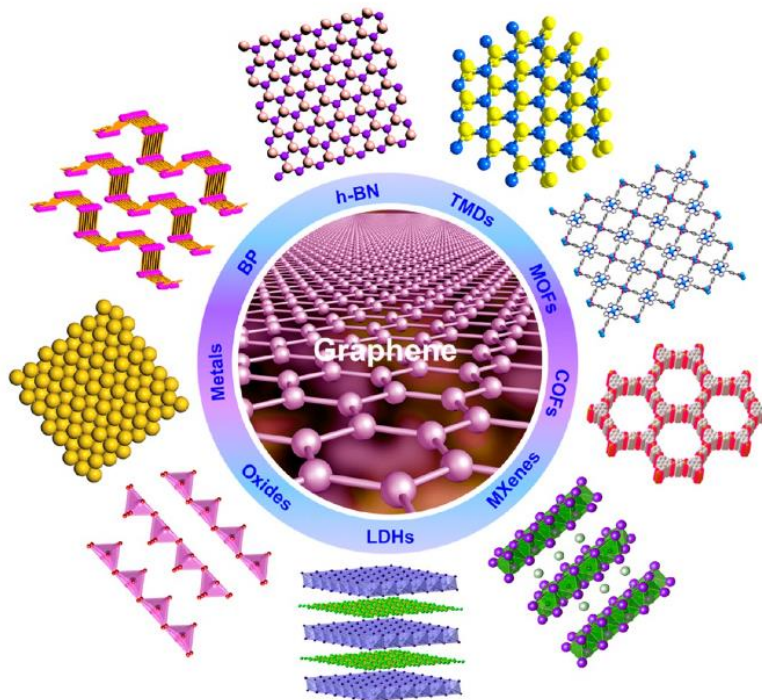


Figura 1. Ilustración esquemática de los diferentes tipos de nanomateriales 2D ultrafinos [13].

En este aspecto, el gran interés por este tipo de nanomateriales 2D ultrafinos, es debido a sus únicas características estructurales, por lo que se han convertido en una clase de materiales clave en física de materia condensada, ciencia de materiales y en la química [13].

2.1.1. Propiedades de nanomateriales ultrafinos.

Los nanomateriales 2D ultrafinos tienen varias características únicas, comparados con otros tipos de nanomateriales en otras dimensiones (0D, 1D, 3D). En primera instancia, el confinamiento de electrones en los nanomateriales 2D ultrafinos sin interacciones entre varias capas de estos, sino más bien nanomateriales de una

sola capa, permite propiedades electrónicas muy convincentes en comparación con otros nanomateriales [13], lo que los hace un material perfecto para el estudio de materia condensada e inclusive para su aplicación en aparatos electrónicos [13]. Además, presentan otra increíble propiedad, su grosor atómico los hace un nanomaterial con increíble flexibilidad mecánica y transparencia óptica, lo que los constituye en un material prometedor para la fabricación de dispositivos electrónicos/optoelectrónicos que sean portátiles, altamente flexibles y con transparencia [13]. También presentan excelentes propiedades mecánicas, debido al grosor atómico ya mencionado y la unión covalente del plano [12, 13].

Otra de sus propiedades es que gracias al gran tamaño lateral que puedan tener y su grosor atómico ultradelgado, hacen que tengan una superficie específica ultra alta, por ende, son favorables para aplicaciones de superficie activa como, catálisis, electrocatálisis, fotocátalisis, catálisis orgánica y supercondensadores [13]. Además, el área de superficie específica alta, permite que los nanomateriales 2D ultrafinos sean bloques de construcción prometedores para construir materiales compuestos (compositos) funcionales [13].

También estos nanomateriales 2D ultrafinos presenta otra atractiva característica, ya que sus estructuras electrónicas son muy sensibles a estímulos externos, por ejemplo, la modificación química, los campos eléctricos externos, la deformación mecánica, el dopaje y la adsorción de otras moléculas o materiales, sugieren que

se puedan ajustar sus propiedades electrónicas de la manera deseada y a un nivel controlable [13].

2.2. Métodos de preparación de nanomateriales 2D ultrafinos

Existe una gran variedad de métodos de síntesis, sencillos, factibles y confiables para la preparación de nanomateriales 2D ultrafinos, como la escisión mecánica, la exfoliación líquida, la exfoliación e intercalación iónica, la crecimiento por deposición química de vapor (CVD, por sus siglas en inglés *Chemical Vapor Deposition Growth*), la síntesis de química húmeda (wet-chemical synthesis), entre otros [12, 13]. La elaboración de estos métodos de síntesis es de gran importancia para la exploración de las propiedades, funciones y aplicaciones, de los nanomateriales 2D ultrafinos ya que, por ejemplo, son bastante prometedores para ser utilizados en la electrónica/optoelectrónica, catálisis, almacenamiento y conversión de energía, biomedicina y sensores [13]. Actualmente se han realizado grandes esfuerzos a la exploración de nuevas estrategias sintéticas para poder producirlos. Sin embargo, todos estos métodos se pueden clasificar en dos categorías, que son; enfoques top-down y bottom-up [13].

Los nanomateriales 2D ultrafinos que se han estudiado en la actualidad, provienen de compuestos en capas. Estos compuestos en capas son materiales que tienen por lo general un enlace covalente intraplanar muy fuerte, pero interacciones interplanares de Van der Waals débiles. Por ejemplo, el grafito es un ejemplo típico

de un compuesto en capas, ya que consiste en monocapas de grafeno débilmente apiladas entre si [12].

Los métodos top-down para la síntesis de nanomateriales 2D ultrafinos, se basan en la exfoliación de cristales de varias capas, en nanohojas de una o pocas capas, en las que se utilizan diversas fuerzas impulsoras para romper la débil interacción de Van der Waals entre las capas apiladas. En cambio, los métodos de bottom-up se basan en la síntesis directa a partir de diferentes precursores a través de reacciones químicas en ciertas condiciones experimentales. Dos típicos ejemplos de métodos bottom-up son los métodos de CVD y de síntesis de química húmeda (wet-chemical synthesis) [12, 13].

2.2.1. Escisión mecánica

El método de escisión mecánica es un enfoque tradicional para la exfoliación de cristales de varias capas, para obtener pequeñas escamas (flakes) 2D. En un proceso normal, el cristal de varias capas (por ejemplo, grafito) se adhiere primero a un trozo de Scotch tape, y otro trozo de Scotch tape se adhiere a la otra superficie del cristal. Después de eso, una de las piezas de la Scotch tape se separa del cristal. El proceso se puede repetir varias veces para obtener escamas lo suficientemente delgadas y transferirse a un objetivo sustrato, por ejemplo, SiO_2/Si [12, 13]. Después la Scotch tape con la escama delgada, se une a un sustrato bajo presión suave. Al final la Scotch tape se despegar del sustrato y se pueden encontrar nanohojas de una o pocas capas en el sustrato usando un microscopio óptico. Este método fue

presentado por primera vez en el 2004 por Novoselov, Geim y sus colegas quienes utilizaron con éxito este método para producir grafeno de una sola capa a partir de grafito. A partir de este método, se han preparado muchos otros tipos de nanohojas de una o pocas capas, como otros TMD 2D (TiS_2 , TaS_2 , WS_2 , WSe_2 , TaSe_2 , etc.), óxidos metálicos, fosforo negro (BP), óxidos metálicos y metal organic frameworks (MOFs). Este método permite producir todos estos nanomateriales 2D ultrafinos, los cuales se obtienen con muy buena calidad y con muy pocos defectos. Pero presenta varias desventajas. Una de ellas es que con este método se obtiene un rendimiento muy bajo y no puede cumplir los requisitos de aplicaciones reales para las que se requieren grandes cantidades de materiales [13]. Otra de sus desventajas es que siempre es necesario un sustrato para soportar las nanohojas producidas. A su vez que también es difícil controlar el grosor, el tamaño y la forma de los nanomateriales 2D obtenidos. Finalmente, este método solo es aplicable a materiales para los que hay disponibles cristales de varias capas. Por lo tanto, para utilizar completamente este método, la tasa de producción y el rendimiento deben mejorarse para cumplir con las grandes cantidades requeridas para aplicaciones prácticas [12, 13].

2.2.2. Exfoliación líquida

La exfoliación líquida es otro método que ha sido ampliamente utilizado para poder exfoliar cristales de varias capas para la obtención de nanomateriales 2D ultrafinos. Cabe destacar que hay varios tipos de exfoliación líquida. La exfoliación líquida asistida por sonicación ha sido la más ocupada, debido a que la sonicación es la fuerza mecánica más simple y común de exfoliar los cristales de varias capas en

nanomateriales 2D ultrafinos [12]. La exfoliación líquida asistida por sonicación se encarga de exfoliar los cristales de varias capas directamente en solventes, tales como N-metil-pirrolidona (NMP) y dimetilformamida (DMF) [13]. En este proceso, el cristal de varias capas se dispersa con uno de estos dos solventes, antes de la sonicación [12]. En el proceso de la sonicación se puede romper la interacción débil de Van der Waals entre capas, pero no puede destruir el enlace covalente en cada capa [13]. Después de la sonicación, por lo general la suspensión se purifica por centrifugación para obtener nanohojas en suspensión [12]. Se encontró que para este método un buen ajuste de la tensión superficial entre la capa de cristal y el solvente es el factor clave para minimizar la energía y aumentar la eficiencia de la exfoliación [13]. Además, el solvente también es importante para estabilizar las nanohojas exfoliadas y prohibir su reagrupamiento y agregación. Sin embargo, los solventes utilizados para la exfoliación eficiente son orgánicos [12].

Una alternativa para no usar este tipo de solventes orgánicos fue la sonicación de cristales de varias capas en una solución acuosa de polímero o tensioactivo, la cual también es eficaz para su exfoliación, en la cual el polímero o el surfactante puede estabilizar la nanhoja exfoliada [12, 13]. Este método fue desarrollado por primera vez en el 2008, por el grupo de Coleman, el cual asegura que este método es muy simple y efectivo, el cual no necesita un equipo tan complejo, ni químicos muy caros para su elaboración. Este método marcó un nuevo camino para la producción de grafeno de alto rendimiento y a gran escala a bajo costo en fase líquida [12]. Muchos de los nanomateriales 2D ultrafinos como h-BN, TMDs (MoS_2 , WS_2 , MoSe_2 ,

NbSe₂, TaSe₂, NiTe₂ y MoTe₂), óxidos metálicos (p. ej., WO₃), hidróxidos metálicos, MOFs, BP, se han preparado mediante este método a partir de cristales de varias capas. La ventaja es que este método permite la producción masiva y de alto rendimiento de nanomateriales 2D ultrafinos en solución a bajo costo, ya que el proceso es bastante simple [13]. Sin embargo, tiene ciertas desventajas el rendimiento de las hojas de una sola capa que se obtienen por este método es todavía bastante bajo y los tamaños laterales de las hojas obtenidas son relativamente pequeños. Además, los disolventes orgánicos que se emplean son tóxicos y dañinos, a su vez los polímeros/tensioactivos utilizados en el proceso de exfoliación no son deseables para algunas aplicaciones adicionales. Por ende, las condiciones experimentales tienen que ser las apropiadas para que se pueda lograr una exfoliación de alto rendimiento y, así estas nanohojas sean de una sola capa con grandes tamaños laterales [12, 13].

2.2.3. Exfoliación e intercalación de iones

El método de exfoliación e intercalación de iones es otro método top-down, en el cual prácticamente se basa en la intercalación de iones catiónicos con pequeño radio iónico en el espaciado entre capas de cristales de varias capas para debilitar la interacción de van de Waals entre las capas [13]. Los compuestos intercalados obtenidos se exfolian en nanohojas de una o pocas capas bajo sonicación [12]. Por lo general los intercaladores más utilizados son compuestos organometálicos, como el butil-litio y la naftalenida metálica (metal= Li⁺, Na⁺, K⁺) [12].

En un proceso regular cuando los cristales de TMD (oxihaluros de metales de transición) simplemente se sumergen o refluyen en la solución intercaladora, (p. ej., butil-litio), los cationes pueden intercalarse en el espaciado entre capas de TMD para formar compuestos intercalados con iones. Entonces, las nanohojas de una o pocas capas bien dispersas se pueden obtener fácilmente mediante sonicación de los compuestos intercalados con iones en agua o etanol [12].

El método de exfoliación e intercalación de iones se ha utilizado para preparar varias nanohojas de varios nanomateriales 2D, a partir de sus cristales de varias capas, se ha elaborado grafeno, h-BN, muchos TMDs (MoS_2 , WS_2 , TiS_2 , TaS_2 , ZrS_2 , NbSe_2 , WSe_2 , Sb_2Se_3) [13]. La ventaja de este método es que se obtienen porcentajes altos de rendimiento. La desventaja es que el proceso de intercalación de Li o de compuestos organometálicos, necesita largos tiempos de reacción (p. ej., 3 días) y altas temperaturas (p. ej., $100\text{ }^\circ\text{C}$) [12]. Cabe mencionar que tanto los compuestos organometálicos y las láminas de Li se vuelven altamente explosivos cuando se exponen al oxígeno y al agua, haciendo un poco más peligroso la preparación de nanomateriales 2D ultrafinos por este método.

2.2.4. Crecimiento por deposición química de vapor

El método de crecimiento por deposición química de vapor (CVD), es un método bottom-up típico que se utiliza para la preparar nanomateriales 2D ultrafinos en sustratos. Por lo general, en un proceso típico el sustrato se expone a precursores reactivos a altas temperaturas y alto vacío, en el que los precursores reaccionan y/o

se descomponen en la superficie del sustrato para formar escamas 2D ultrafinas o películas ultrafinas de gran superficie [12, 13]. Es de mencionar que este método nos permite producir nanomateriales 2D ultrafinos con alta calidad de cristal, alta pureza, pocos defectos, tamaño escalable, grosor ajustable y excelentes propiedades electrónicas [13]. Una de sus ventajas, es que la técnica CVD tiene el más alto nivel de control entre todos los otros métodos sintéticos para nanomateriales 2D ultrafinos. En el 2006, Somani y sus colegas fueron los primeros en demostrar que puede haber crecimiento de grafeno, a partir de la pirolisis de alcanfor en un sustrato de Ni por la técnica CVD [12].

Uno de los problemas con este método es que la alta temperatura y el alto vacío se usan por lo general en el proceso de crecimiento de CVD. Además, en este método es necesario un sustrato específico para soportar los nanomateriales 2D ultrafinos crecidos, lo que requiere un proceso de transferencia para mover los nanomateriales 2D obtenidos a los sustratos deseados para estudios y aplicaciones adicionales [13]. No cabe duda de que aún hay desafíos que enfrentar para aplicar este método. Uno de los principales desafíos a resolver es cómo lograr el crecimiento de nanomateriales 2D ultrafinos en sustratos arbitrarios para evitar el complicado proceso de transferencia que se usa actualmente; y por último, es el cómo cultivar nanomateriales 2D ultrafinos de alta calidad a baja temperatura, lo que haría que el método CVD sea simple y más eficiente [12, 13]. Es importante mencionar que este método se ha utilizado con éxito para preparar muchos

nanomateriales 2D ultrafinos, incluidos grafeno TMDs (MoS_2 , WS_2 , MoSe_2 , WSe_2 , ReS_2 , GaS_2 , etc.), h-BN y óxidos metálicos.

2.2.5. Síntesis de química húmeda

Las síntesis de química húmeda es otro método de síntesis bottom-up que se ha usado ampliamente para la producción de nanomateriales 2D ultrafinos. Los métodos químicos húmedos se utilizan para sintetizar materiales objetivo de ciertos precursores a través de reacciones químicas en solución, en las cuales los tensioactivos se usan normalmente para controlar el tamaño, la forma y la morfología, así como para estabilizar los materiales sintetizados [13]. En las síntesis de química húmeda hay diferentes métodos de síntesis, los cuales han sido ampliamente utilizados para la elaboración de nanomateriales 2D, los cuales son, síntesis con plantilla en 2D, síntesis hidro/solvotérmica, autoensamblaje de nanocristales y síntesis coloidal blanda, el método de inyección en caliente, la síntesis mediada por interfaz y la síntesis en superficie [12, 13].

Los métodos químicos húmedos son efectivos para la síntesis de numerosos nanomateriales 2D ultrafinos, como el grafeno, h-BN, g- C_3N_4 , TMDs (MoS_2 , WS_2 , TiS_2 , TaS_2 , y ZrS_2), metales, óxidos metálicos, calcogenuros metálicos, LDHs, MOFs, COFs y polímeros [12].

La ventaja de la síntesis de química húmeda es que, gracias a su poderosa capacidad de control, se ha considerado como una clase de métodos convenientes y reproducibles [12, 13], lo que permite tener una producción en masa y con

rendimientos altos de nanomateriales ultrafinos 2D a un costo relativamente bajo, lo que hace a este método aplicable para la producción industrial. Además, el control de tamaño y forma de nanomateriales 2D ultrafinos es más fácil de lograr en las síntesis de química húmeda en comparación con otros métodos [13]. Las síntesis de química húmeda particularmente se utilizan para la elaboración de nanomateriales 2D estructurados sin capas, ya que estos no se pueden preparar mediante los métodos top-down.

La desventaja de este método es que resulta difícil obtener nanohojas de una sola capa para la mayoría de los nanomateriales sintetizados por estos métodos de síntesis, ya que la síntesis se ve afectada fácilmente por los parámetros de reacción, incluida la temperatura de reacción, el tiempo de reacción, la concentración de precursores y los solventes [12, 13].

2.2.6. Exfoliación líquida asistida por oxidación

Por lo general, este método de síntesis se utiliza más que nada para la exfoliación de grafito, en el cual se obtienen precursores del grafeno, como lo es el óxido de grafeno. La idea principal de este método es utilizar agentes oxidantes fuertes para oxidar el grafito para formar óxido de grafito [12]. Lo que sucede es que el cristal de grafito de varias capas se oxida primero mediante agentes oxidantes fuertes, por ejemplo, una mezcla de permanganato de potasio y ácido sulfúrico concentrado, para formar el óxido de grafito mencionado [13]. La oxidación del grafito puede generar abundantes grupos funcionales los cuales contienen oxígeno (p.ej., grupos

carbonilos, carboxilos, epóxidos e hidroxilos) en la superficie de cada capa de grafeno, lo que puede expandir notablemente la separación entre capas del cristal de grafito de varias capas y, por lo tanto, debilitar significativamente la interacción de Van der Waals entre capas adyacentes [12]. Después de la oxidación, el óxido de grafito expandido se exfolia en láminas de óxido de grafeno (GO) de una sola capa bajo sonicación. Este método permite la preparación de nanohojas de GO de una sola capa con alto rendimiento y gran cantidad en la fase de solución. Una de las desventajas es el uso de oxidantes fuertes en este proceso, lo que hace que este método no sea muy seguro en comparación con otros métodos, por ejemplo, el método de exfoliación líquida asistida por sonicación.

El GO obtenido se puede reducir fácilmente al remover la mayor cantidad de grupos funcionales de la superficie para obtener óxido de grafeno reducido (rGO). La reducción de las hojas de GO se puede alcanzar de diferentes formas, ya sea por reducción química, térmica, fotoquímica, electroquímica, radiación gamma, etc. Cabe mencionar que después de la reducción todavía hay presencia de grupos funcionales en la superficie del rGO [12].

Por lo tanto, el GO como el rGO se consideran precursores del grafeno, aunque el rGO en ciertas literaturas se le considera como grafeno. Algo importante que es de recalcar es que el GO y rGO tienen diferentes propiedades físicas, químicas y electrónicas en comparación con el grafeno puro o el grafeno que se obtiene por el método CVD[12] [13]. Por ejemplo, el grafeno es altamente conductivo mientras que

el GO es un material aislante. Inclusive después de la reducción la conductividad eléctrica del rGO es menor que el grafeno puro, que se obtiene por exfoliación mecánica o CVD. Otra diferencia es que el GO es anfifílico y se pueda dispersar bien en agua, mientras que el grafeno es altamente hidrofóbico. Es debido a las diferencias de propiedades electrónicas, químicas y de superficie de las láminas de GO y rGO lo que los convierten en una clase única de materiales que son diferentes del grafeno puro, especialmente químicamente. Gracias a los grupos funcionales que presenta el GO en la superficie permiten modificarlos fácilmente con moléculas orgánicas o poliméricas mediante enlaces covalentes, lo que los hace candidatos ideales para una mayor funcionalización química covalente o para la construcción de compuestos funcionales (compositos) [13].

2.3. Aplicaciones de nanomateriales 2D ultrafinos

Las propiedades tanto físicas, electrónicas, químicas y ópticas de los nanomateriales 2D ultrafinos, surgen de sus características estructurales únicas, y ofrecen un gran potencial para numerosas aplicaciones. Hay una gran cantidad de materiales 2D ultrafinos que tienen diferentes propiedades versátiles lo que nos permite seleccionar materiales específicos para la aplicación deseada [13]. Se han explorado nanomateriales 2D ultrafinos para diversas aplicaciones como en la electrónica, optoelectrónica, sensores, catálisis, separación de gases, almacenamiento y conversión de energía, remediación de agua y biomedicina.

2.3.1. Electrónica

En la actualidad, hay una gran expectativa para los nanomateriales 2D ultrafinos para aplicaciones electrónicas, y esto es debido a la observación de la movilidad portadora ultra alta que presenta el grafeno cuando se utiliza como material de canal en transistores de emisión de campo (FETs, por sus siglas en inglés *field emission transistors*) [13]. Sin embargo, la falta de banda prohibida hace que el grafeno sea inadecuado para integrarse en dispositivos FET de alto rendimiento y baja potencia debido a las pequeñas relaciones de encendido/apagado resultante y las altas corrientes de apagado. Pero afortunadamente hay nanomateriales 2D los cuales son semiconductores, por ejemplo, los FETs 2D basados en TMD, los cuales se ha comprobado que pueden exhibir relaciones altas de encendido/apagado, oscilaciones bajas por debajo del umbral y una alta movilidad portadora. También recientemente se ha demostrado que los FETs con BP de pocas capas son buenos.

Como se mencionó antes, los nanomateriales 2D ultrafinos tienen una excelente flexibilidad mecánica y junto con otras propiedades como, una alta movilidad de portadores de carga y una adecuada banda prohibida entre la banda de valencia y la banda de conducción, los hace muy favorables para la construcción de aparatos electrónicos de alto rendimiento, bajo consumo de energía y altamente flexibles [13]. Es importante señalar, que estas propiedades pueden estar presentes en algunos nanomateriales 2D ultrafinos, por ejemplo; MoS₂, WS₂, WSe₂, ZrS₂, BP, etc.[13].

Además de poder fabricar FETs y aparatos electrónicos flexibles, también se pueden fabricar otro tipo de aparatos electrónicos con los nanomateriales 2D ultrafinos [13]. Por ejemplo, ha sido demostrado que el grafeno puede funcionar como un material electrodo para la electrónica futura y se espera que tengan características que incluyen portabilidad, alta flexibilidad y transparencia, debido a su excelente conductividad, flexibilidad mecánica y transparencia óptica.

Los electrodos de grafeno han sido integrados a varios dispositivos, por ejemplo, las celdas solares, los diodos orgánicos emisores de luz (OLED) y los dispositivos de memoria no volátiles.

2.3.2. Catálisis

Debido a sus áreas de superficie específicas ultra altas, algunos de los nanomateriales 2D ultrafinos, han demostrado un excelente rendimiento en catálisis, y especialmente en la electrocatálisis. Por ejemplo, los TMD's 2D ultrafinos (p.ej., MoS_2 y WS_2), se ha encontrado que son altamente activos para la reacción de evolución de hidrógeno electrocatalítico [13]. A su vez las láminas de grafeno dopado (grafeno dopado en N), han demostrado ser prometedoras como electrocatalizadores libres de metales altamente eficientes para la reacción de reducción de oxígeno. También, aunque el grafeno en sí mismo es casi inerte para la electrocatálisis, el grafeno dopado con hetero átomos (N, S, P y/o B) exhibe una excelente actividad hacia la reacción de evolución electrocatalítica del oxígeno [12,

13]. Como también las nanohojas LDH se han utilizado como catalizadores altamente activos para la reacción de evolución electrocatalítica del oxígeno.

Aparte de la electrocatálisis los nanomateriales 2D ultrafinos también pueden servir para otras reacciones catalíticas. Las nanohojas ultrafinas de metales nobles han demostrado excelentes actividades catalíticas para reacciones orgánicas. Un ejemplo de éstas, es el uso de nanohojas de una sola capa de Rh, presentan un excelente rendimiento catalítico para las reacciones de hidrogenación catalítica e hidroformilación debido a la exposición del 100% de los átomos Rh, que están presentes en la superficie de las nanohojas de Rh [13]. Por último, las nanohojas de óxido metálico ultrafino (p.ej., CeO_2 y SnO_2) pueden usarse como catalizadores altamente activos para la oxidación catalítica de CO.

2.3.3. Almacenamiento de energía

Se ha buscado sobre la elaboración de materiales confiables para el almacenamiento de energía, debido a la creciente demanda de energía en el mundo. Por lo general las baterías de litio (LIB's, por sus siglas en inglés *lithium-ion batteries*) son uno de los dispositivos de almacenamiento de energía más importantes en la actual sociedad para dispositivos electrónicos portátiles, laptops, celulares, vehículos electrónicos [13]. La posible aplicación de nanomateriales 2D ultrafinos en LIB's también se ha explorado ampliamente en la última década y, esto es debido a sus altas relaciones de superficie/volumen, cortos caminos de difusión y buena conductividad; cabe mencionar que algunos nanomateriales 2D ultrafinos

tienen el potencial de ser electrodos para las LIB's. A diferencia de los cristales de varias capas 3D, los nanomateriales 2D ultrafinos normalmente muestran una mayor capacidad específica de almacenamiento de litio, ya que tienen un área superficial específica ultradelgada más alta y, por lo tanto, se pueden acomodar más iones Li^+ durante el proceso de intercalación de iones Li^+ . Un claro ejemplo son las hojas de grafeno, las cuales presentan capacidades específicas mucho más altas en comparación con el grafito cuando se usan como electrodos en LIB's [13]. Sin embargo, una de las desventajas de los nanomateriales 2D ultrafinos es su agregación durante el proceso de fabricación del electrodo, lo que disminuye significativamente la estabilidad de su ciclo. Una forma efectiva de resolver este problema es hibridar el nanomaterial con otro tipo de nanomaterial para formar nanoestructuras híbridas jerárquicas. Cuando se hace la hibridación la agregación de nanomateriales 2D ultrafinos se pueden evitar en cierta medida y se puede lograr un mejor rendimiento de ciclo de los materiales del electrodo [12]. Por último, los nanomateriales 2D ultrafinos, especialmente el grafeno, pueden ser prometedores rellenos conductores en materiales de electrodos para mejorar significativamente su conductividad debido a sus características estructurales únicas y excelente conductividad.

Pero no solamente los nanomateriales 2D ultrafinos se pueden utilizar para la elaboración de electrodos, sino que también se pueden usar para la elaboración de supercondensadores. Los supercondensadores son otro tipo importante de dispositivo de almacenamiento de energía, que recibió un creciente interés por la

investigación en los últimos años, debido a su alta densidad de potencia, una velocidad de carga-descarga ultrarrápida y un largo ciclo de vida útil [12, 13]. Existen dos tipos de supercondensadores: el condensador eléctrico de doble capa y el pseudocondensador. El condensador de doble capa se basa en el almacenamiento electrostático de energía eléctrica dentro de condensadores electroquímicos de doble capa. Algo que se tiene que tomar en cuenta es que el área superficial específica, la conductividad intrínseca y la estabilidad química son tres factores críticos de un material para aplicaciones eléctricas de condensadores de doble capa. Los materiales a base de carbono, como el carbono activado tienen un área de superficie alta, es por esa propiedad que se usan comúnmente como electrodos para lograr la separación de carga nanoscópica en la interfase electrolítica del electrodo, logrando así un rendimiento de velocidad superior. En cambio, el pseudocondensador se basa en reacciones redox reversibles, intercalación o electrosorción que ocurren en materiales de electrodos, que comúnmente están compuestos de óxidos o hidróxidos metálicos [13]. Para que un nanomaterial 2D ultrafino pueda emplearse en aplicaciones de supercondensadores, el nanomaterial 2D debe de presentar una superficie específica ultra alta, excelente conductividad intrínseca y buena resistencia a la oxidación, algunos nanomateriales 2D ultrafinos, como el grafeno, MXenes y TMD's, presentan dichas propiedades lo que los hace excelentes candidatos para aplicaciones de supercondensadores [12, 13].

2.4. Ejemplos de nanomateriales 2D ultrafinos

2.4.1. Nitruro de boro hexagonal

Este nanomaterial 2D ultrafino consiste en un número igual de átomos de boro y nitrógeno dispuestos en una estructura hexagonal. Dentro de cada capa, los átomos de boro y nitrógeno están unidos por enlaces covalentes, mientras que estas capas se apilan juntas por la fuerza de Van der Waals para formar el cristal en varias capas. Se compara mucho con la estructura del grafito, ya que el nitruro de boro hexagonal (h-BN, por sus siglas en inglés *hexagonal Boron Nitride*) de varias capas exhibe constantes de red (distancia entre los átomos= 2.504 Å, y distancias entre capas (3.30-3.33 Å) similares a las del grafito (**Figura 2a,b**), es por eso por lo que se le conoce como “grafeno blanco” [12].

2.4.2. Nitruro de carbono grafítico ($g-C_3N_4$)

Es un análogo del grafito con una estructura en capas que se juntan por la fuerza de Van der Waals. La estructura de $g-C_3N_4$ es como un marco de grafito N-sustituido formado a través de la hibridación sp^2 de átomos de carbono y nitrógeno [12]. Hay dos modelos estructurales de $g-C_3N_4$, el primero consiste en s-triazina construida por las unidades de s-triazina condensadas con una matriz periódica de vacantes de un solo carbono (**Figura 2c**), y la segunda consiste en las subunidades tri-s-triazina condensada, la cuales están conectadas a través de los grupos amino terciarios planos con vacantes periódicas más grandes en la red (**Figura 2d**) [12].

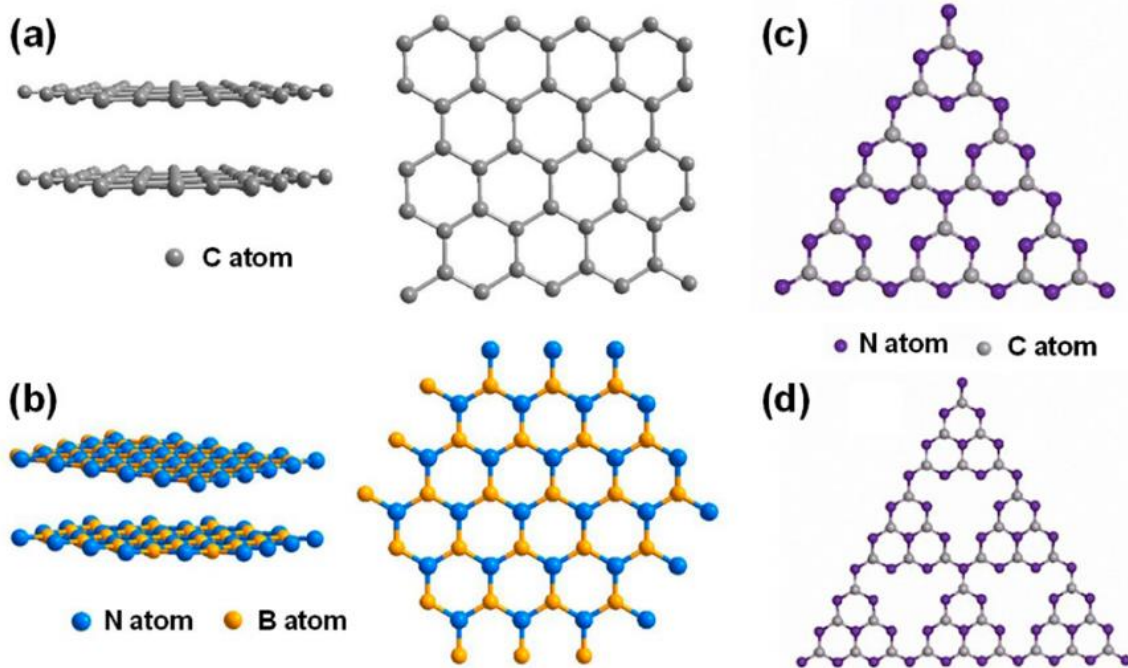


Figura 2. Estructuras de (a) grafeno, y (b) h-BN. Modelos de (c) s-triazina, y (d) tri-s-triazina g-C₃N₄ [12].

2.4.3. Dicalcogenuros de metales de transición

Los dicalcogenuros de metales de transición (TMD's por sus siglas en inglés *Transition Metal Dichalcogenides*) son compuestos en capas con la fórmula química general de MX₂, donde M es un elemento de metal de transición y X representa un calcógeno (p. ej., S, Se, Te) [12]. Al igual que con el grafito, los TMD's tienen una estructura en capas, en la cual las monocapas TMD se apilan juntas a través de la fuerza de Van der Waals. Cada monocapa TMD consta de tres capas atómicas, en las que una capa de metal de transición se intercala entre dos capas de calcógeno. Los TMD's tienen una característica única, que consiste en poder formar diferentes

tipos de estructura cuando se encuentra en capas, es decir presenta polimorfismo (**Figura 3**).

Por ejemplo, el MoS₂ cristaliza con cuatro estructuras cristalinas diferentes, es decir, 2H, 1T, 1T' y 3R, (**Figura 3**) dependiendo de los diferentes modelos de coordinación entre los átomos de Mo y S y/o el orden de apilamiento entre las capas. La estructura 1H se usa para describir la estructura de una sola capa de las otras estructuras. La estructura 2H es la dominante porque es termodinámicamente más estable en la naturaleza [12].

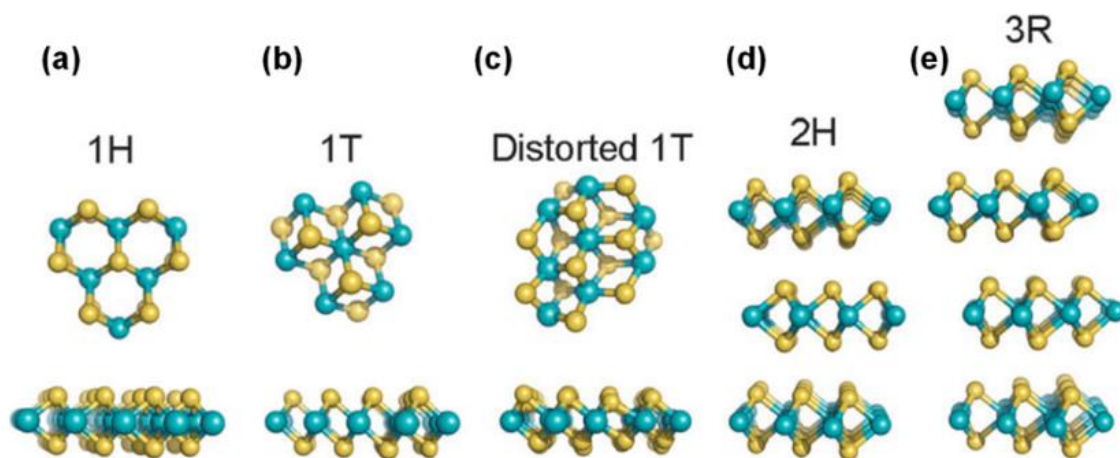


Figura 3. Estructuras cristalinas de MoS₂ con diferentes polimorfismos [12].

2.4.4. Fósforo negro

El fósforo negro (BP, por sus siglas en inglés, *black phosphorus*) se cristaliza en una estructura de cristal ortorrómbica en capas, la cual tiene una distancia entre capas adyacentes de 5.4 Å y, las capas individuales se apilan juntas a través de la fuerza de Van der Waals (**Figura 4a**) [12].

Una monocapa de BP es compuesta por una estructura de panal un poco arrugada, en la que un átomo de P se une con los otros tres (**Figura 4b**). Entre los cuatro átomos de P, tres de ellos están ubicados en el mismo plano, mientras que el cuarto está ubicado en el plano adyacente paralelo (**Figura 4c**) [12].

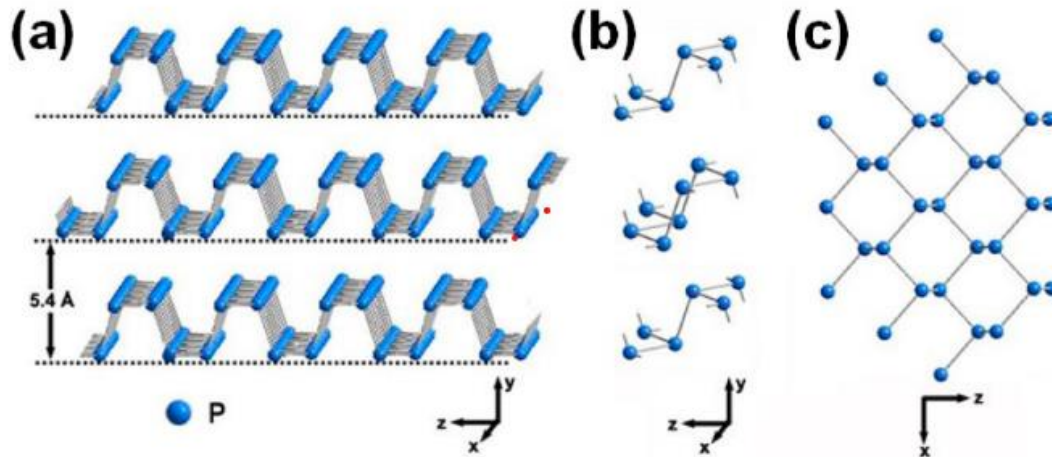


Figura 4. Estructuras cristalinas (a-c) de BP [12].

2.4.5. MXenes

Estos materiales 2D ultrafinos son una clase de carburos y/o nitruros de metal de transición en capas 2D, los cuales son producidos por ataque selectivo de las fases MAX sin procesar que tienen una fórmula general $M_{n+1}AX_n$ ($n= 1, 2, \text{ o } 3$), donde M es el metal de transición (p. ej., Ti, V, Cr, Nb, etc.), A es otro elemento del grupo IIIA o IVA (por ejemplo, Al, Si, Sn, In, etc.), y X representa carbono y/o nitrógeno. Las fases MAX presentan una estructura hexagonal en capas con simetría $P6_3/mmc$, en la cual las capas M están casi juntas hexagonalmente juntas y los átomos X llenan los sitios octaédricos (**Figura 5**). El elemento A está unido metálicamente al

elemento M y se intercala en las capas $M_{n+1}X_n$. La capa A se puede grabar selectivamente a partir de las fases MAX usando soluciones fuertes [12].

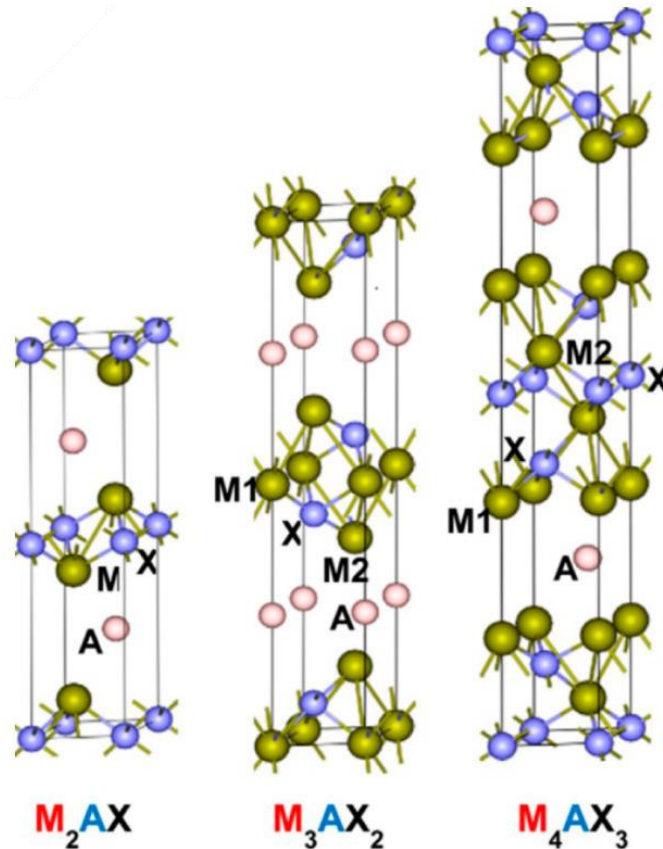


Figura 5. Estructura cristalina de las fases MAX [12].

2.4.6. Metal-organic frameworks (MOF's)

Los metal-organic frameworks (MOF's), son un tipo de compuestos porosos cristalinos en los que los iones metálicos o grupos se unen mediante la coordinación de ligandos orgánicos para formar cristales. Dependiendo de los diferentes modos de coordinación entre ligandos y centros metálicos, los MOF's pueden formar varios tipos de estructuras cristalinas en diferentes grupos espaciales. Incluso teniendo el

mismo ligando y centro de metal, los MOF's pueden cristalizarse en diferentes estructuras sobre la base de diferentes modos de coordinación. Cabe mencionar que los MOF's no solo pueden cristalizarse en estructuras 3D, sino también en capas. No existe una fórmula general para los cristales MOF's [12]. El Zn-TCPP (TCPP= tetrakis (4-carboxifenilo)) presenta un ejemplo de la estructura cristalina que puede tener un MOF's (ver **Figura 6**).

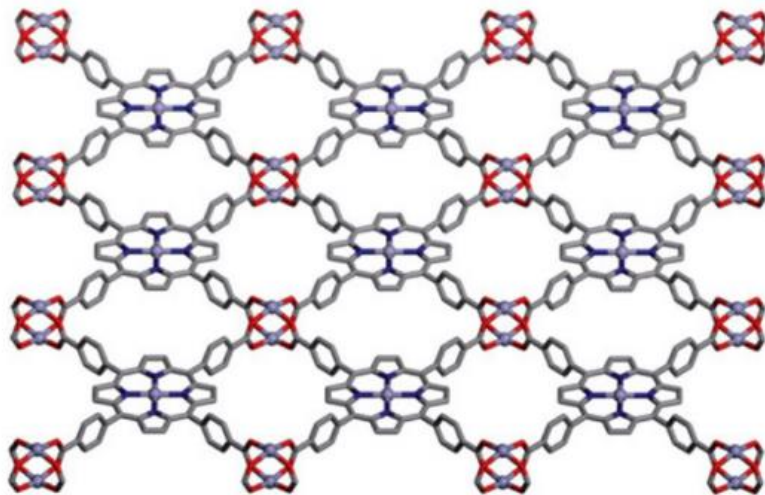


Figura 6. Estructura cristalina de MOF Zn-TCPP [12].

Por último, este nanomaterial 2D ultrafino es de principal importancia para este estudio, fue a partir de este nanomaterial 2D que haya nanomateriales de dos dimensiones. Fue elaborado en el 2004 por Novoselov, Geim y colegas. Presenta todas las características de un nanomaterial 2D ultrafino, y es el que inicio esta nueva rama en la ciencia de nanomateriales, este nanomaterial es el grafeno.

2.5. Grafeno

El grafeno es un alótropo de carbono con hibridación sp^2 . La estructura del grafeno es de dos dimensiones, ya que puede tener una superficie de hasta varios centímetros cuadrados, mientras que el espesor de la hoja es de un átomo de carbón [4, 5]. El arreglo de esta estructura es el de una monocapa de átomos de carbono que forman un hexágono, tipo panal de abeja, estos carbonos tienen una hibridación, ya mencionada antes, de sp^2 .

La distancia entre los átomos de carbono es aproximadamente de 1.42 Å o 0.142 nanómetros. Su grosor es de alrededor 0.34 nm, su celda unitaria contiene dos átomos de carbono y tiene un área de 0.052 nm². Por lo que su densidad es calculada como 0.77mg/m² [14]. Esto quiere decir que un metro cuadrado de grafeno pesaría unos 0.77mg. Dicho metro cuadrado de grafeno podría soportar el peso de un gato de 4 kg y ser más ligero que el peso de uno de sus bigotes. Aparte es transparente, flexible, impermeable, no contamina, y es más duro que el diamante, 200 veces más fuerte que el acero y más flexible que la fibra de carbono [1]. Además, es superconductor: 100 veces más rápido que el silicio usado en los chips y en las baterías de hoy en día [4, 5].

2.5.1. *Propiedades del grafeno*

Las propiedades del grafeno son muy amplias, ya que este material es muy prometedor para varios usos. Por ejemplo;

Es uno de los materiales más pequeños del planeta y más fuerte en la medición del módulo de Young, el cual tiene una resistencia de rotura 200 veces mayor que el acero. El grafeno tiene un fenómeno el cual se llama partículas de carga sin masa. En donde las partículas se comportan como partículas relativistas las cuales tienen como nombre fermiones de Dirac. Los electrones en el grafeno tienen una velocidad de 10^6 ms^{-1} la cual se denomina velocidad de Fermi [15].

Tiene extraordinarias propiedades electrónicas y capacidad de transportar electrones [5]. El grafeno tiene propiedades de conductor y semiconductor. “La resistividad de la lámina de grafeno es de 10^{-6} ohm cm . que es menor que la resistividad de la plata y es la resistividad más baja de sustancias conocidas a temperatura ambiente” [5]. Cerca de la temperatura ambiente, la conductividad térmica del grafeno se encuentra entre $(4.84 \pm 0.44) \times 10^3$ a $(5.30 \pm 0.48) \times 10^3 \text{ W m}^{-1} \text{ K}^{-1}$, que es 100 veces mayor que la conductividad del grafito [16] [15, 17].

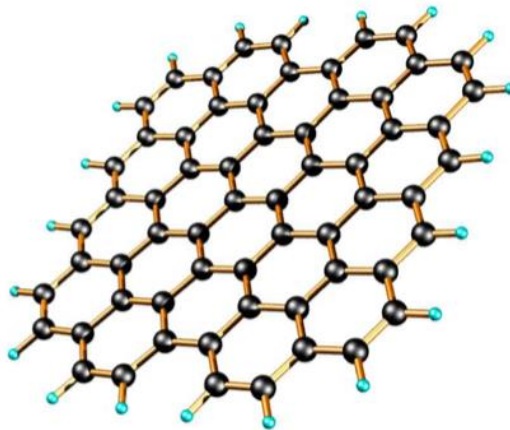


Figura 7. Estructura molecular del grafeno [16].

2.5.2. Aplicaciones del grafeno

Estas propiedades electroquímicas hace que tenga una amplia variedad de aplicaciones, haciendo que se pueda utilizar en diferentes materiales, y sea un buen candidato para materiales electrónicos [14, 17, 18]. Por ejemplo:

- Se podría emplear en la fabricación de ultracondensadores, los cuales pueden ser elaborados mediante compositos de grafeno, estos serían capaces de almacenar una cantidad de energía renovable, procedente de la energía solar, eólica y undimotriz, mucho mayor que la que permiten las tecnologías actuales.
- El grafeno tiene una conductividad eléctrica alta, como también una alta transparencia óptica lo cual hace que sea un material muy bueno para la elaboración de electrodos conductores transparentes los cuales pueden ser aplicados en pantallas táctiles, pantallas de cristal líquido, LED orgánico y células fotovoltaicas orgánicas. Se ve que su capacidad para producir luz mejora los diodos emisores de luz o Light Emitting Diodes en inglés (LED's).
- El grafeno puede llegar a remplazar los semiconductores de silicón. Se espera que este material se pueda emplear en transistores y microchips, los cuales tendrían un tamaño muy pequeño, pero con una alta velocidad de operación.
- Debido a sus varias aplicaciones el grafeno es un material que a pesar de ya tener varios años de su descubrimiento, se planea que en algún futuro se utilice como hoy en día se utiliza el plástico [14, 17, 18].

2.6. Alótropos del grafeno

2.6.1. Fullerenos

El grafeno tiene varios alótropos, como por ejemplo podrían ser los “fullerenos”, el cual tiene un análogo, que son los nanotubos de carbono (CNT's). Por mucho tiempo se creyó que en la naturaleza sólo se podría encontrar carbono puro en dos formas alotrópicas, las cuales son grafito y diamante. Sin embargo, los “fullerenos” se descubrieron y sintetizaron en 1985 [19] por los químicos americanos Robert Curl y Richard E. Smalley, junto al británico Harry Kroto, quienes incidieron un láser de rayos x sobre una lámina de grafito y obtuvieron formaciones que tenían estructuras esféricas compuestas de carbono. Como por ejemplo, los fullerenos como son las “buckyballs” de C_{60} , C_{70} , la C_{48} o C_{34} como algunos ejemplos a mencionar, también está la C_{20} , la cual es la más pequeña [20]. En cada una de estas, el número hace referencia a la cantidad de átomos de carbono que tiene la buckyball. Algo muy importante de los fullerenos es que son estructuras cero dimensionales (0D) con un diámetro de 1.0 nanómetros, y tienen una forma como balón de football soccer (**Figura 8**).

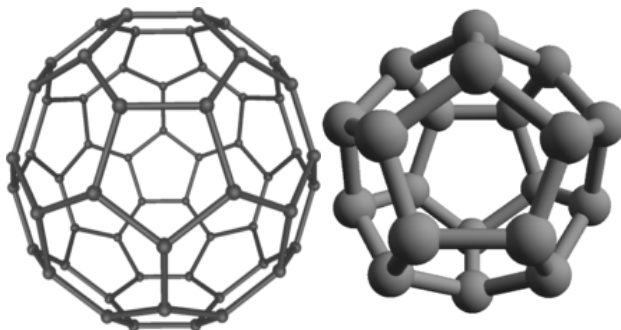


Figura 8. Estructura de fullereno C_{60} y fullereno C_{20} [20].

2.6.2. Nanotubos de carbono

Otro tipo de fullereno, como ya se mencionó anteriormente, son los nanotubos de carbono (CNT's) el cual ya se encontraba en la naturaleza, ya que se generan cierta cantidad de estos nanotubos en las hogueras debido a la combustión. Pero su descubrimiento fue hasta 1991 por el japonés Sumio Iijima mientras estudiaba los depósitos de carbono resultantes de la vaporización del grafito mediante descarga en arco eléctrico [21]. Los CNT's son materiales de una dimensión, ya que los CNT's tienen una longitud mayor a la de 100 nanómetros. Este tipo de nanomaterial tiene excelentes propiedades tanto mecánicas, como eléctricas [22].

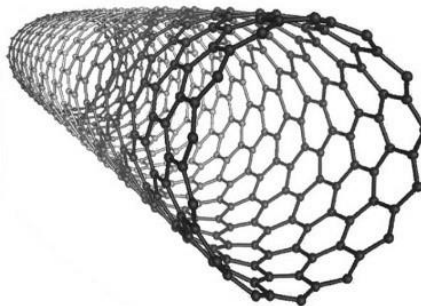


Figura 9. Estructura de nanotubo de carbono [22].

2.6.3. Carbino

Otro alótropo del carbono que se ha desarrollado es el carbino [23]. Este alótropo consiste simplemente en una cadena de átomos de carbono unidos por enlaces triples alternados con enlaces simples, o de igual forma con enlaces dobles consecutivos [23]. Los propios investigadores afirman que el carbino es dos veces más fuerte que el grafeno y nanotubos de carbono, que hasta ahora eran los

materiales más fuertes. El problema de este material es que es muy inestable. Recientemente, se pudo formar un carbino que podía encadenar 44 átomos de carbono. Pero en 2016 Lei Shi *et al.* [24] consiguieron encadenar 6.400 átomos de carbono. Para lograr esto se utilizaron dos nanotubos de carbono, los cuales estaban uno dentro de otro, lo cual ayuda a confinar los electrones del carbino y hacerlo así más estable [24, 25].

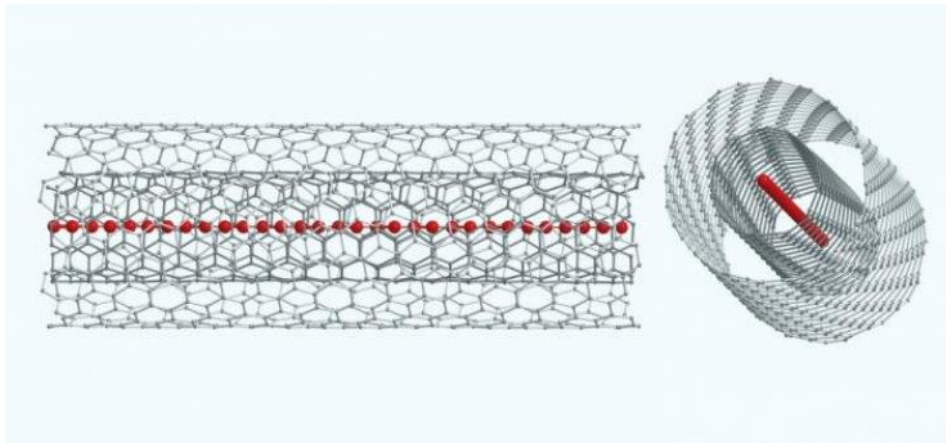


Figura 10. Estructura del carbino. El carbino está representado de color rojo el cual se vuelve más estable por los nanotubos de carbono, que están representados en color gris [25].

2.6.4. Grafino

También se encuentra el alótropo “grafino”, estudiado desde hace mucho tiempo [26]. El grafino es muy parecido al grafeno, ya que también es un material bi-dimensional. La única diferencia es que, en el grafino hay enlaces dobles como triples entre los átomos de carbono-carbono, y por ende tiene un arreglo periódico menos ordenado que el grafeno [27]. Este material presenta muy buenas propiedades, ya que se espera que este pueda conducir los electrones en una sola

dirección. Lamentablemente, esta propiedad no se ha podido comprobar experimentalmente y todavía falta estudiar este nuevo tipo de alótropo del carbono.

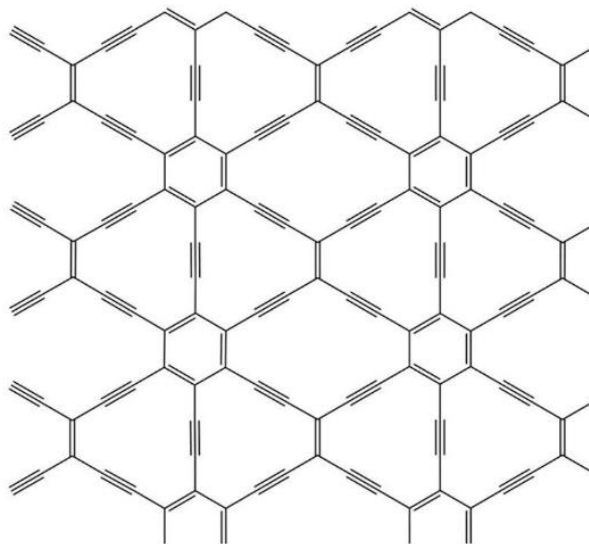


Figura 11. Estructura molecular del grafeno [27].

2.6.5. Óxido de grafeno

Últimamente una manera para poder producir grafeno en grandes cantidades es a través de la reducción de los derivados de grafito; como el óxido de grafeno (GO). El GO está compuesto por carbono, hidrógeno y oxígeno. Su estructura consiste en una sola hoja o lámina de grafeno la cual contiene grupos funcionales tanto en el plano basal, como en los bordes [5, 28]. Esto quiere decir que el GO es una monocapa oxigenada de grafeno, con carbonos de hibridaciones planas (sp^2), pero con alto contenido de enlaces sueltos, grupos del oxígeno (carbonilos y carboxilos), incluso carbono tetraédrico (sp^3) [29].

La estructura atómica del GO se ha debatido durante varios años y aún no ha sido del todo bien determinada. Una aproximación a lo más cercano de una hoja de óxido de grafeno es presentada en el trabajo de Compton *et al.* [28]. En dicho trabajo de investigación, se menciona que una hoja de óxido de grafeno fue sometida a un estudio de RMN de C^{13} en el cual se determinó que la mayoría de los grupos funcionales del oxígeno que han sido identificados y se encuentra en el plano de la hoja de óxido de grafeno, son grupos de hidroxilo y epóxidos. Mientras que en los bordes los grupos funcionales de oxígeno que más comúnmente han sido identificados son ácidos carboxílicos, carbonilos, fenoles, lactonas y quinonas [28] (ver **Figura 12**).

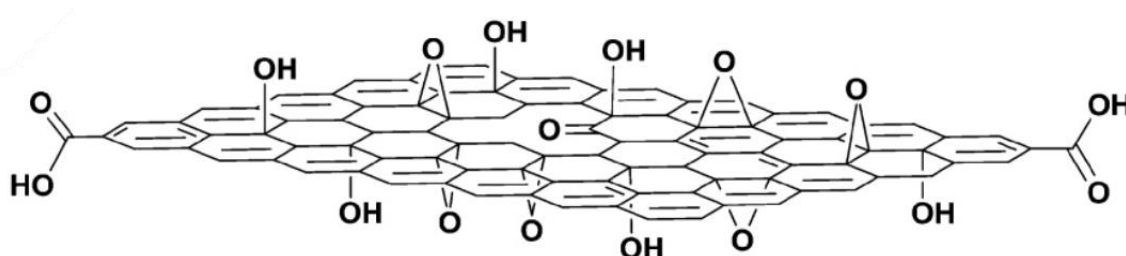


Figura 12. Estructura de óxido de grafeno con grupos funcionales [28].

Las propiedades del GO varían dependiendo de la cantidad de grupos funcionales que se encuentren en la hoja. Estos grupos funcionales hacen que el GO tenga un color marrón y pueda ser dispersable en agua y del mismo modo, gracias a estos grupos funcionales el GO puede interactuar con una amplia gama de materiales orgánicos e inorgánicos, de manera covalente, no covalente e incluso iónica [29].

El inconveniente con estos grupos funcionales, es que hacen que las hojas de GO tengan menos propiedades electrónicas, mecánicas y electroquímicas, haciendo a

las hojas de GO un material con características más de un semiconductor o aislante, dependiendo del grado de oxidación de este mismo [30]. Esto imposibilita el uso directo del GO en materiales y dispositivos eléctricamente activos.

El GO es un excelente precursor para formar hojas de grafeno, ya que al reducirlo genera óxido de grafeno reducido (rGO) el cual tiene una estructura semejante a la del grafeno y en este sentido puede sustituir a los materiales que se basan en dicho material [30]. Una de las grandes ventajas es que se puede sintetizar el GO a grandes cantidades, ya que la producción puede ser a partir del mismo grafito, el cual comercialmente es muy barato y esto puede ser un beneficio para su producción a nivel industrial. Por lo general la producción del GO se hace a partir de reaccionar pedazos de grafito con ácidos fuertes.

2.6.6. Óxido de grafeno reducido

Al obtener la oxidación del grafito después se puede proceder a una exfoliación. Lo que se quiere decir con “exfoliación” es que el GO se reduce, dando lugar al óxido de grafeno reducido (rGO). La función de la reducción es quitar los grupos funcionales de oxígeno de la hoja de GO y pueda tener propiedades similares a una hoja de grafeno. Al reducir el grafeno se pueden eliminar, parcial o completamente los grupos funcionales, convirtiendo los carbonos sp^3 con grupos oxigenados, en carbonos sp^2 , restaurando la aromaticidad del plano basal que tendría una hoja de grafeno [28, 31].

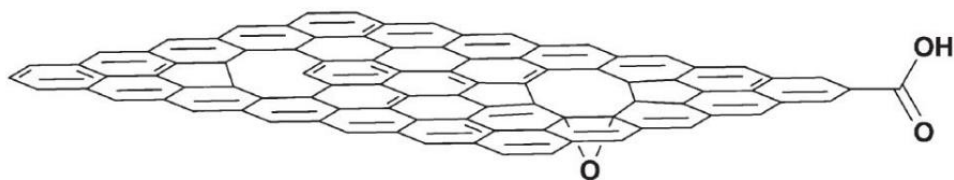


Figura 13. Estructura de óxido de grafeno reducido (rGO) parcialmente sin grupos funcionales [28].

Una ventaja es que el GO es muy reactivo y puede reducirse fácilmente. Se pueden llegar a quitar esos grupos funcionales en las hojas de GO con ácidos como; hidracina [32], el borohidruro de sodio, y el ácido ascórbico [33, 34]. También se puede llegar a una reducción sometiendo al GO a un tratamiento térmico [35] en diversas atmósferas inertes o reductoras, inducido por láser [36] y también sometiendo a una hoja de GO a diferentes dosis de radiación gamma [8]. Gracias a todos estos métodos se puede obtener un óxido de grafeno reducido, el cual recupera su carácter sp^2 y tiene propiedades tanto térmicas, mecánicas y eléctricas similares a las de una hoja de grafeno, es por eso que el rGO es una opción muy prometedora para aplicaciones tecnológicas [31].

El método más común de todos para lograr una reducción, es por reducción química, el cual uno de los métodos implica el uso de hidracina [32]. Sin embargo, hay un inconveniente al usar hidracina, ya que su uso a gran escala es considerablemente peligroso, ya que es muy tóxica y altamente explosiva [34]. Es por eso que se ocupan otras alternativas en la reducción química, como son el uso

de borohidruro de sodio o ácido ascórbico [33, 34], los cuales resultan menos peligrosos para la salud.

En años recientes se ha reportado una manera más eficiente y segura, la cual es el uso de irradiación gamma para la reducción de óxido de grafeno. Shamellia Sharin *et al.* [8] reportó que la técnica de irradiación que induce a la reducción puede usarse para obtener óxido de grafeno reducido a partir de óxido de grafeno, sin el uso de productos químicos peligrosos, altas presiones y temperaturas [8]. La reducción consistió en dispersar 0.1 g de óxido de grafeno en 50 ml de agua desionizada en un ultrasonicador durante 60 minutos. Después se adicionaron por separado varios tipos de alcoholes como, metanol, etanol e isopropanol, en la mezcla que contenía agua desionizada y óxido de grafeno (la relación en volumen de agua desionizada a alcoholes fue de 1:1). Las mezclas de óxido de grafeno, agua desionizada y alcoholes se irradiaron con una fuente de cobalto-60 a temperatura ambiente usando un irradiador GammaCell 220 Excel a una tasa de dosis de 4.20kGy/h [8]. Las mezclas se sometieron a radiación gamma de 5, 15, 20 y 35 kGy, con 0 kGy como control. El tiempo requerido para irradiar cada muestra se determinó con la siguiente ecuación;

$$Tiempo = \frac{Dosis}{Dosis\ Rate\ (tasa\ de\ dosis)}$$

La mezcla irradiada se secó luego durante 24 horas a 60 ° C. Se determinó La reducción del óxido de grafeno a grafeno mediante la eliminación de los átomos de

oxígeno que estaban unidos a la capa delgada de átomos de carbono. Después de hacer los análisis de FTIR, UV-Vis, FESEM y EDX, se confirmó la composición química formada de la hoja de GO después de la irradiación. Se observó que hubo una pérdida de grupos funcionales en la hoja de óxido de grafeno y se obtuvo óxido de grafeno reducido (rGO) [8].

2.7. Nanocomposito

Se le considera nanocompuesto o nanocomposito a las estructuras sólidas donde una de las fases tiene una, dos o tres dimensiones de menos de 100 nanómetros, esto quiere decir que tienen distancias de repetición a nano escala entre las diferentes fases que componen el material [37]. Por lo general, estos materiales consisten en un sólido inorgánico que contiene un componente orgánico o viceversa o pueden consistir en dos o más fases inorgánicas/orgánicas en alguna forma combinatoria con la restricción de que al menos una de las fases o características esté en el tamaño nanométrico. Es importante tomar en cuenta que los nanocompuestos pueden demostrar diferentes propiedades mecánicas, eléctricas, ópticas, electroquímicas, catalíticas y estructurales que las que tienen los materiales que lo componen de manera individual. El comportamiento multifuncional para cualquier propiedad específica del nanocomposito es a menudo más que la suma de los componentes individuales [37].

Cabe mencionar que hay diferentes tipos de nanocompositos, por ejemplo, nanocompositos de medios porosos, coloides, geles y copolímeros. En este

apartado se mencionan los diferentes nanocompositos a base de grafeno ya que son de principal interés para este estudio [38].

2.7.1. Nanocompositos de grafeno/ carbono

Se pueden elaborar diferentes tipos de nanocompositos de grafeno/carbono mezclando carbonos nanoestructurados con grafeno a través de métodos químicos y físicos, por lo tanto, la combinación de las propiedades del material puede conducir a una mayor accesibilidad electrolito-electrodo y una mayor conductividad eléctrica del electrodo [38]. Uno de los problemas con el grafeno de una sola capa, es que las láminas tienden a formar aglomerados y pueden apilarse para formar grafito, esto puede evitarse incorporando otros materiales de carbono (nanotubos de carbono, esferas de carbono porosas, esferas de carbón activado, etc.) para fabricar diferentes nanocompositos de grafeno/carbono. Por ejemplo, el autoensamblaje de nanotubos de carbono multiwalled (MWCNT's) y láminas de grafeno modificado con polietilenimina (PEI) conduce a la formación de películas de carbono nanocompuestas híbridas interconectadas con nanoporos bien definidos. Otro nanocomposito a base de grafeno/carbono es la intercalación de los nanotubos de carbono (CNT's) entre las hojas de rGO, este nanocomposito demostró capacidad de ciclo y rendimiento de velocidad mejorado, y esto es debido a que los CNT's 1D podrían separar físicamente las hojas de grafeno 2D, preservando su área de superficie alta y creando nuevos poros. Los compositos de CNT's-grafeno se han sintetizado por CVD y han mostrado un buen desempeño como supercondensadores [38].

2.7.2. Nanocompositos de polímeros conductores de grafeno

Las estructuras híbridas de grafeno y polímeros conductores de electricidad como la polianilina (PANI), polipirrol (PPy), poli (tiofeno) (PTh), poli (hexiltiofeno) (PHTH) y poli (3,4-etilendioxitiofeno) (PEDOT) son a menudo empleados para incrementar significativamente el rendimiento de los electrodos basados en grafeno para supercondensadores. Los polímeros conductores presentan propiedades bastante prometedoras, pues exhiben alta capacidad de almacenamiento de energía, buena conductividad eléctrica, son de bajo costo y estabilidad ambiental. Sin embargo, los polímeros conductores tienen inherentemente una baja estabilidad mecánica y se rompe con el estrés mecánico durante el ciclo [38].

El composito de grafeno/polianilina han sido sintetizados por polimerización de anilina por oxidación in situ en presencia de grafeno funcionalizado y se ha demostrado que pueden funcionar como potenciales electrodos de supercondensadores. De igual forma este tipo de composito muestran un rendimiento electroquímico claramente mejorado.

2.7.3. Nanocomposito de grafeno / óxidos metálicos de transición

Los óxidos metálicos de transición han sido ampliamente utilizados como materiales de electrodo para supercondensadores (p. ej., MnO_2 , Mn_3O_4 , RuO_2 , Co_3O_4 , Fe_3O_4 , SnO_2) [38]. Sin embargo, los electrodos basados en óxido de metal puro tienen un rendimiento de energía relativamente bajo y una ciclabilidad pobre debido a sus conductividades eléctricas relativamente bajas y a su aglomeración grave, lo que

lleva a reacciones incompletas durante los procesos redox electroquímicos. Para superar estos obstáculos y lograr mejores propiedades electroquímicas, se han estudiado muchos nanocompositos de óxido de metal de transición con carbono, para su aplicación en electrodos. Los nanocompositos a base de carbono pueden aprovechar al máximo la capacitancia de doble capa y la pseudocapacitancia, lo que aumenta la densidad de energía y prolonga la vida útil del ciclo [38]. La opción para esto sería diseñar y desarrollar películas híbridas basadas en nanocompuestos de grafeno y óxido de metal.

2.8. Técnicas de caracterización

2.8.1. Microscopia electrónica de barrido SEM

La microscopia electrónica de barrido (SEM, por sus siglas en inglés *scanning electron microscopy*) es un instrumento que sirve para examinar y analizar características microestructurales de materiales sólidos, ya que proporciona composición elemental, información morfológica y topográfica de la superficie de estos. En sí, la técnica consiste en un haz de electrones que incide sobre la superficie de la muestra lo cual provoca una serie de electrones secundarios y/o retrodispersados [39]. Este haz de electrones se concentra en una sonda, la sonda escanea sobre la superficie por medio de un patrón. Se puede obtener una imagen gracias a los electrones que se emiten, que son los electrones secundarios, o que se reflejan, electrones retrodispersados, de la superficie del material bajo investigación. Estos electrones son recolectados punto por punto en un detector

para obtener una imagen de la superficie del material. El término de “barrido” es debido a que el haz incidente de electrones es barrido sobre la superficie de la muestra (**Figura 14**) [40].

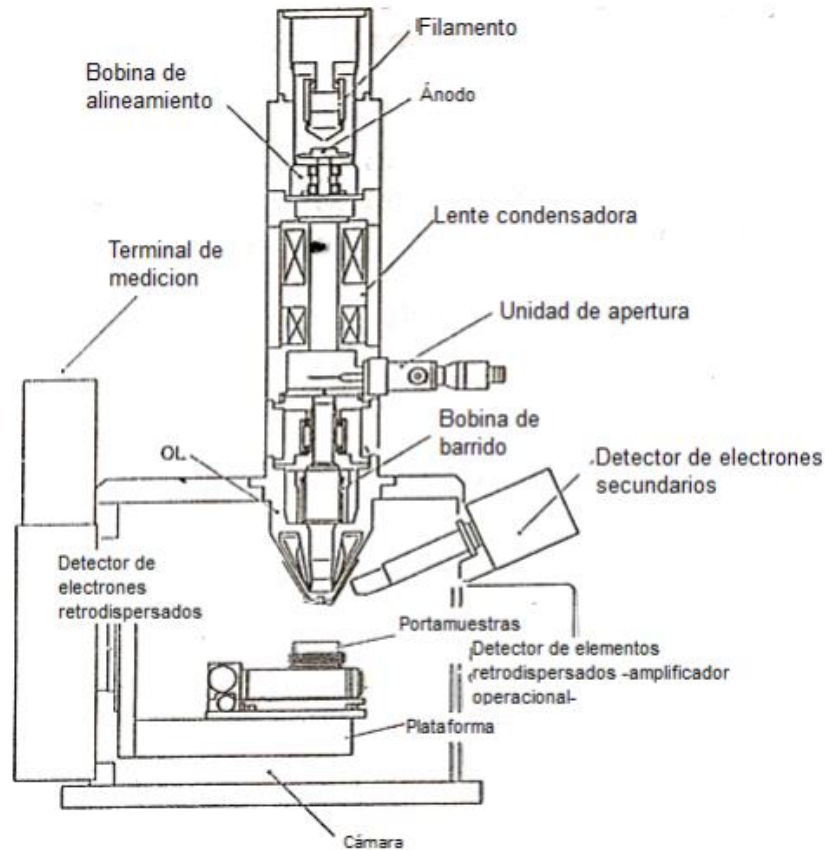


Figura 14. Esquema de un microscopio electrónico de barrido con la indicación de sus componentes [40].

2.8.2. Difracción de Rayos X

La difracción de rayos X es una técnica de las más utilizadas para la identificación de especies cristalinas y determinación de estructuras. La producción de rayos X, se basa en el hecho de que cuando una partícula de masa pequeña y con gran energía cinética choca con un material, una pequeña parte de dicha energía se invierte en la producción de rayos X. Las partículas que son más utilizadas para esto

son los electrones, y el dispositivo más utilizado es el tubo de rayos X. El espectro de rayos X que es emitido por los tubos, está constituido por radiaciones de diferentes longitudes de onda las cuales se extienden de forma continua en un amplio intervalo espectral, y superpuestas a éstas aparecen máximos de intensidad que corresponden a las líneas características de los rayos X de los elementos que forman el ánodo [41].

La técnica de difracción de rayos X consiste en hacer incidir un haz de rayos X sobre la sólida muestra que se va a analizar. Al producirse la dispersión dan lugar a interferencias entre los rayos dispersados ya que las distancias entre los centros de dispersión son del mismo orden de magnitud que la longitud de onda de la radiación. Lo que se obtiene al final es la difracción, la cual da lugar a un patrón de intensidades que puede interpretarse según la ubicación de los átomos en el cristal de acuerdo con la Ley de Bragg [41].

En esta ley se postula que cuando un haz de rayos X incide sobre la superficie de un cristal formando un ángulo θ , una porción del haz es dispersada por la capa del átomo de la superficie, la porción que no es dispersada del haz penetra en la segunda capa de átomos, donde nuevamente una fracción es dispersada, este fenómeno ocurre con todas las capas hasta la zona más profunda [42]. La representación gráfica de la Ley de Bragg se muestra en la **Figura 15**.

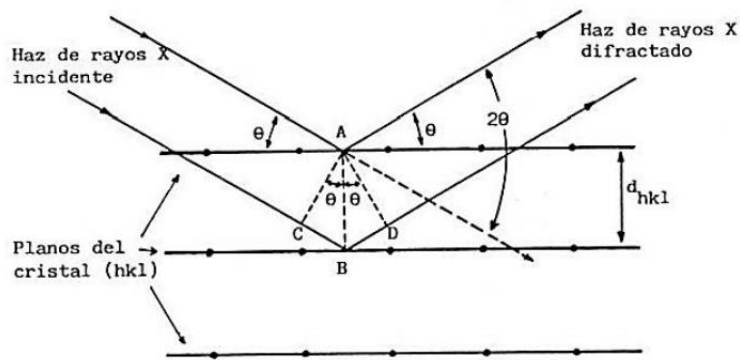


Figura 15. Representación gráfica de la Ley de Bragg [42].

Los rayos X de longitud de onda λ cuando inciden sobre dos planos de átomos paralelos de índices de Miller (hkl) generan ondas difractadas en un ángulo θ . Dichas ondas difractadas producirán una intensidad máxima si ambos llegan a la fase del detector. La diferencia entre las trayectorias de los rayos X, es decir, la diferencia de longitudes de onda es igual a un número entero. Por ende, en la longitud de onda de los rayos X empleados ($n \lambda$), n representará a un número entero. También, de la **Figura 15** podemos observar que la diferencia del recorrido de las dos ondas es de $2 \cdot d \cdot \sin \theta$, donde d es la distancia entre los dos planos de la familia con los índices de Miller [41]. Las condiciones para que tenga lugar una interferencia constructiva, se escriben en la ecuación conocida como la ecuación de Bragg, representada en este trabajo como ecuación (1).

$$n \lambda = 2d \sin \theta \quad (1)$$

El método más general para la difracción de rayos X es el método de polvo cristalino, las aplicaciones de este método son muy variadas, por ejemplo, sirve para la

identificación de sustancias cristalinas, así como el análisis cuantitativo de éstas, el estudio de soluciones sólidas metálicas, estudio de texturas, determinación del tamaño de los cristalitas, determinación de coeficientes de dilatación térmica, estudios de compuestos y reacciones a alta y baja temperatura, entre otros.

2.8.3. Espectroscopia de Infrarrojo por transformada de Fourier (FTIR)

El análisis por espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR, por sus siglas en inglés), es una técnica que se fundamenta en la absorción de radiación infrarroja de frecuencias características que excitan los modos vibracionales de las moléculas. Este fenómeno permite identificar los grupos presentes en diferentes tipos de muestras orgánicas e inorgánicas en estado sólido, líquido o semilíquido (aceites) [43].

Existen modos vibracionales que inducen oscilaciones que pueden entrar en resonancia con un haz de IR. Esto produce un intercambio de energía entre el haz y las moléculas constituyentes. Existe un comportamiento característico para un enlace con un tipo atómico, un entorno químico y una concentración de enlaces determinadas. Se puede decir entonces, que en un espectro infrarrojo se pueden manifestar bandas asociadas a prácticamente todos los compuestos moleculares[29, 43]. Cada una de estas bandas correspondería a un movimiento de vibración de uno de los enlaces dentro de la molécula. Se sostiene entonces que el conjunto constituye la huella dactilar del compuesto [44].

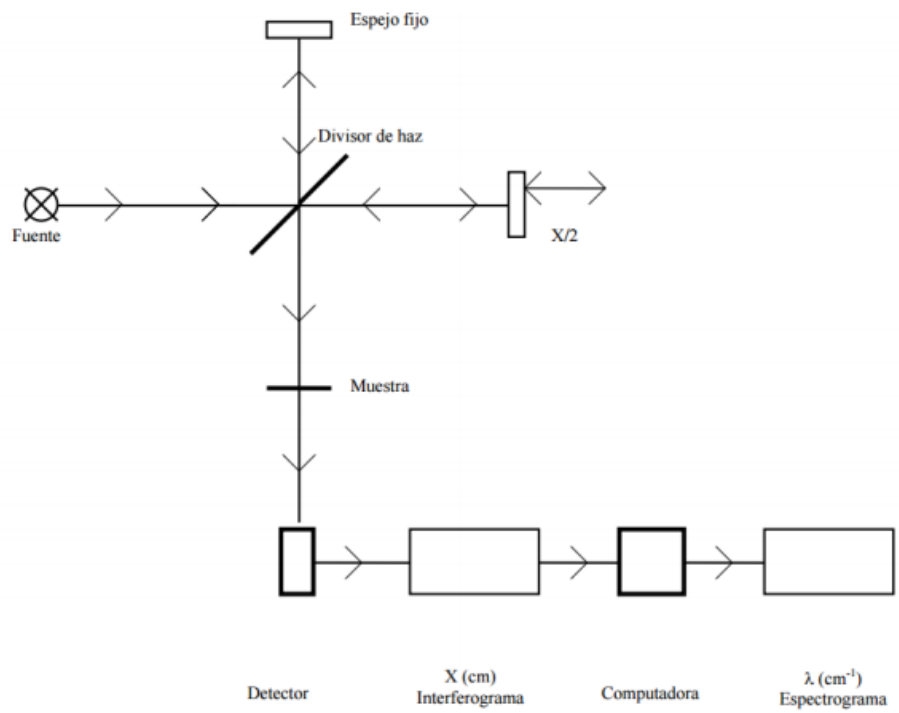


Figura 16. Representación de los elementos básicos de un detector de FTIR [44].

2.9. Análisis bibliométrico

El término bibliometría fue empleado por primera vez por el científico británico Allen Richard. Se le considera al análisis bibliométrico o a la bibliometría, como la ciencia que permite hacer un análisis cuantitativo de la producción científica, a través de la literatura, estudiando la naturaleza y el curso de una disciplina [45]. La bibliometría es una parte de lo que se conoce como cienciometría, la cual se encarga de medir y analizar la producción científica mediante la aplicación de métodos matemáticos y estadísticos para poder hacer un análisis del curso de la comunicación escrita o de la literatura de carácter científico, así como los autores que la producen. La

bibliometría se utiliza para evaluar áreas científicas, y resulta un método confiable y universal para medir la productividad de un sector. También pretende cuantificar la actividad científica por medio de métodos cuantitativos a las propiedades del discurso escrito y los comportamientos que este tiene, por eso la bibliometría se ayuda de leyes bibliométricas, las cuales se basan en el comportamiento estadístico regular que a lo largo del tiempo han demostrado los diferentes elementos que forman parte de la ciencia [46]. Dichos instrumentos que se ocupan para medir los aspectos de este fenómeno social son los indicadores bibliométricos, los cuales se consideran medidas que proporcionan información sobre los resultados de la actividad científica. A su vez, los indicadores bibliométricos proporcionan información sobre los resultados del proceso de investigador, su volumen, evolución, visibilidad y estructura [46, 47]. Con ello permite valorar la actividad científica y la influencia tanto del trabajo que es elaborado, así como el de las fuentes que lo elaboraron. Dicho esto, se pueden dividir en dos tipos de indicadores bibliométricos; Indicadores de actividad e Indicadores de impacto [46, 48].

2.9.1. Indicadores de actividad

Estos indicadores son los que permiten visualizar el estado real de la ciencia [46].

- Número y distribución de publicaciones: este tipo de indicador de actividad se encarga de medir el número total de publicaciones por instituciones y su distribución.

- Productividad: se encarga de medir el número de trabajos por autor, revista o institución.
- Dispersión de las publicaciones: es un análisis de las publicaciones sobre un tema o área entre las varias fuentes de información. Permite descubrir núcleos de autores o revistas.
- Colaboración en las publicaciones: es un análisis donde se determina la actividad y cooperación científica entre grupos de científicos o instituciones.
- Vida media de la citación: se encarga de analizar el número de años, transcurridos desde la publicación.
- Correlación entre autores: es un estudio de referencias que un trabajo hace a otro, y estudio de citas que éste recibe de aquel. La información que se obtienen es muy importante porque a partir de ellos se pueden obtener otros indicadores, como el índice de obsolescencia o envejecimiento, vida media y detección de colegios invisibles.

2.9.2. Indicadores de impacto.

Con los indicadores de impacto se pueden analizar los factores de impacto de autores, trabajos o revistas [46].

- Los documentos más citados: Los documentos alcanzan su máximo de citas entre 2 y 4 años después de ser publicados.
- Impacto que tienen las revistas: Este análisis se obtiene mediante los datos que publica periódicamente el Institute for Scientific Information (ISI) en el

Journal Citation Report (JCR). Estos datos estadísticos que se presentan son cuantificables y proveen una vía para evaluar las revistas más importantes a nivel mundial.

- European Journal Quality Factor: este análisis surge por el movimiento de las instituciones académicas europeas. Incluye más de 500 revistas biomédicas europeas y propone una nueva fórmula para el cálculo del FI.

Capítulo 3

Planteamiento del problema

3.1. Justificación

El grafeno en los últimos años ha tenido grandes aplicaciones, pero no se ha visto una gran producción de este ya que no se ha llegado a generar un método de producción masivo que produzca grafeno de alta calidad. Una de las maneras de poder producirlo a gran escala es mediante la síntesis y reducción del óxido de grafeno.

En años recientes se ha publicado información relevante al óxido de grafeno que nos indican sus características, métodos de síntesis, propiedades, y aplicaciones. Uno de los grandes retos en la síntesis del óxido de grafeno es su reducción, debido a que es un proceso costoso y peligroso, así como sus aplicaciones en almacenamiento de energía. En este sentido, es de vital importancia conocer nuevos métodos de reducción que sean menos costosos y peligrosos, como la reducción por irradiación gamma, que se han desarrollado al óxido de grafeno y, al mismo tiempo, conocer sus propiedades para determinar si se puede utilizar en aplicaciones en almacenamiento de energía.

La bibliometría es una herramienta adecuada que nos permitirá aplicar métodos matemáticos y estadísticos a la literatura científica y a los autores que la producen,

con el objetivo de estudiar, analizar y conocer la evolución de la actividad científica de un determinado tema. Por lo tanto, con la ayuda de la bibliometría se podrá investigar los avances en los métodos de producción en masa y reducción del óxido de grafeno, así como sus aplicaciones en almacenamiento de energía.

3.2. Hipótesis

Se podría obtener óxido de grafeno de una sola capa mediante un método de Hummers modificado el cual es más seguro en su proceso de la elaboración, por el uso de diferentes ácidos, en comparación al método de Hummers convencional. De igual manera, los últimos diez años de investigación en este tema nos podrían indicar si el óxido de grafeno reducido con irradiación gamma es el ideal para las aplicaciones en almacenamiento de energía.

3.3. Objetivo

3.3.1. General

Sintetizar, mediante el método de Hummers modificado, y analizar experimentalmente el óxido de grafeno, así como estudiar sistemáticamente con análisis bibliométrico su potencial para ser aplicado en almacenamiento de energía.

3.3.2. Específicos

Parte 1. Sintetizar y caracterizar óxido de grafeno mediante difracción de rayos X y espectroscopia de Infrarrojo por transformada de Fourier (FTIR).

Parte 2. Elaborar un análisis bibliométrico de los temas; *óxido de grafeno y su reducción por irradiación gamma* y *óxido de grafeno reducido y sus aplicaciones en almacenamiento de energía*.

Capítulo 4

Metodología

Parte 1. Síntesis de óxido de grafeno

4.1. Obtención de GO por exfoliación líquida asistida por oxidación

El mejor método y más utilizado para obtener óxido de grafeno (GO) es el método por exfoliación líquida asistida por oxidación, también conocido como método de Hummers modificado [7, 49, 50]. La idea principal de este método es utilizar agentes oxidantes fuertes para oxidar el cristal de grafito en varias capas (el grafito consiste en monocapas de grafeno, que presenta un fuerte enlace covalente dentro del plano, pero están débilmente apiladas, porque tienen interacciones de Van der Waals débiles entre los planos), para formar óxido de grafito [7, 50]. Lo que sucede es que el cristal de grafito de varias capas se oxida primero mediante los agentes oxidantes fuertes, por ejemplo, una mezcla de permanganato de potasio y ácido sulfúrico concentrado, para formar el óxido de grafito mencionado [7, 49, 50]. La oxidación del grafito puede generar abundantes grupos funcionales los cuales contienen oxígeno (p.ej., grupos carbonilos, carboxilos, epóxidos e hidroxilos) en la superficie de las capas de grafeno, lo que puede expandir notablemente la

separación entre capas del cristal de grafito de varias capas y, por lo tanto, debilitar significativamente la interacción de Van der Waals entre capas adyacentes [49, 51, 52]. Después de la oxidación el óxido de grafito expandido, se exfolia en láminas de óxido de grafeno (GO) de una sola capa bajo un tratamiento de sonicación de 30 minutos a 1 hora [51, 53–55].

En este trabajo, para la síntesis de óxido de grafeno, se utilizó la combinación de tres diferentes métodos de Hummers modificado [6, 56, 57]. Merece la pena mencionar que el óxido de grafeno resultante se pretendía utilizar en aplicaciones de almacenamiento de energía, pero debido a la situación de la pandemia covid-19, se hizo un estudio bibliométrico de este tema el cual se discute más adelante. Primero, se enfriaron 40ml de ácido sulfúrico (H_2SO_4) concentrado durante 20 minutos en un vaso precipitado. Después se pesó 1.0011 gramos de grafito. En el mismo vaso precipitado se agregó el grafito a los 40ml de ácido sulfúrico (H_2SO_4) concentrado, y posteriormente se agregaron 8ml de ácido fosfórico (H_3PO_4). Esta mezcla se deja agitando en un baño de hielo entre 15 a 20min [6, 57]. A continuación, se le agrega 5.0012 gramos de permanganato de potasio ($KMnO_4$) lentamente, al agregarse se deja en agitación mínimo 15 horas. El $KMnO_4$ es uno de los oxidantes más fuertes, especialmente en medios ácidos, es por eso por lo que se ocupa junto con el H_2SO_4 para poder oxidar al grafito, ya que con la ayuda de $KMnO_4$ se puede lograr una intercalación completa de grafito con H_2SO_4 concentrado, formando bisulfato de grafito, en el que en cada capa de grafeno se intercalan los iones bisulfato (HSO_4^-) [6, 58, 59]. Esta intercalación completa,

asegura la penetración efectiva de la solución, y del agente oxidante de KMnO_4 , en las capas de grafeno para la oxidación del grafito. El KMnO_4 se encarga de intercalarse entre las capas del grafito, como ion éster manganato (esto con el fin de poder separar las capas de grafeno que hay en el cristal de grafito en varias capas, esto se logra con rompimiento de las interacciones de Van der Waals que hay entre estas mismas) para poder formar dos dioles vecinales. Estos dioles con la presencia del segundo ácido (H_3PO_4), formaran una estructura de grupos fosfato cíclicos de cinco miembros entre el ácido fosfórico y los dos dioles vecinales formados en el plano basal de grafito, obteniendo así una estructura con menos defectos [60]. Esto significa que al agregar H_3PO_4 , se obtienen planos basales grafiticos más intactos, es decir, que el GO que se obtiene con el método de Hummers modificado posee una estructura más regular en comparación con la estructura que se obtiene con el método de Hummers convencional [56, 60]. Es por eso por lo que este GO pueda tener un mayor número de anillos aromáticos en su estructura. Por ende, se sugiere que el método mejorado, podría alterar menos el plano basal del grafito que el método de Hummers convencional. De igual forma, el uso de H_3PO_4 es debido a que, al adicionar este ácido aumenta el rendimiento de la reacción y no produce gases tóxicos como los gases que se producen utilizando el método de Hummers convencional (NO_2 , N_2O_4 , y ClO_2) [56]. También se reportó que al hacer la mezcla de $\text{H}_2\text{SO}_4/\text{H}_3\text{PO}_4$ se tuvo una mejor eficiencia en el proceso de oxidación [56]. La única desventaja del uso de este segundo ácido, es que se ha reportado que el GO que se produce esta más oxidado que el que se obtiene en el

método de Hummers convencional [56]. Lo que significa que tendría más grupos funcionales de oxígeno en el plano basal.

Posteriormente, se agregan 140ml de agua y peróxido de hidrógeno (H_2O_2) al 3%. En este caso el peróxido de hidrógeno se encontraba a 30%, por lo que se adicionaron 126ml de agua y 14ml de peróxido de hidrógeno para alcanzar el 3%. Se agrega lentamente ya que al agregar peróxido suelta gases y puede ser bastante exotérmico, al final se deja agitando durante 30 minutos en una parrilla de agitación. Se ocupa agua y H_2O_2 para reducir el permanganato residual a iones solubles de manganeso [6, 29, 57, 61]. Al finalizar los 30 minutos se agregan 46 ml de ácido clorhídrico (HCl) al 3% y se deja en agitación durante otros 30 minutos. El fin de utilizar HCl es para poder eliminar los iones metálicos que quedan remanentes en la solución [6, 29, 57, 61]. Se agrega 100ml de agua para reducir el pH (se quiere alcanzar el pH del agua desionizada, que es de 5.5 a 7) y agitar mínimo a 600 rpm. Después se hacen lavados en centrifugado y se deja reposar de 1 a 2 días. Por último, se hacen lavados para disminuir el pH y quitar los iones restantes del GO.

4.2. Caracterización y condiciones de preparación de muestras

4.2.1. Microscopia electrónica de barrido SEM

Para poder hacer el análisis de la muestra se tomó un poco de muestra de GO líquido, la cual se dispersó en acetona, después fue colocada en un pin de aluminio sobre una cinta de SiO_2 , posteriormente fueron analizadas en un FESEM SU5000 Hitachi con una intensidad de irradiación de 10 kV a diferentes magnificaciones,

para el análisis elemental de utilizó el equipo XFlash 61600 Bruker. El uso de esta técnica en el presente análisis nos permitirá determinar la morfología del GO, así como su composición, es decir, que porcentaje atómico de cada elemento se encuentra en la muestra de GO.

4.2.2. Difracción de Rayos X

En el análisis de difracción de rayos X, se caracterizaron los materiales de grafito y GO usando un difractómetro de polvos Bruker AXS D8 Advance con una fuente de Cu K α ($\lambda=0.154\text{nm}$), y un ángulo de incidencia (2θ) que varió entre 5° y 70° con una velocidad de exploración de $0.04^\circ/\text{s}$. Las distancias interplanares, es decir, las distancias entre las capas, del grafito y del GO fueron determinadas mediante la Ley de Bragg ecuación (1). (2)

$$n \lambda = 2d \sin \theta$$

$$d = \frac{n \lambda}{2 \sin \theta}$$

Despejando la distancia, “ d ”, ecuación (2), de la Ley de Bragg ecuación (1), dónde “ d ” es la distancia entre capas, θ es el ángulo de reflexión y n es un número entero, podremos obtener las distancias interplanares para ver si es que hay un aumento en la distancia entre capas de GO con respecto al grafito.

4.2.3. Espectroscopia de Infrarrojo por transformada de Fourier (FT-IR)

Para el análisis de infrarrojo FTIR, se tomó un poco de grafito y GO, los cuales fueron puestos en el espectrómetro infrarrojo de transformada de Fourier, NICOLET

6700, para poder determinar grupos funcionales en dichas muestras. Estos análisis se hicieron en el modo de transmitancia y reflectancia total atenuada (ATR), a un rango espectral de 525 a 4000cm⁻¹.

Parte 2. Bibliometría

4.3. Análisis bibliométrico de “óxido de grafeno y su reducción por irradiación gamma” y “óxido de grafeno reducido y sus aplicaciones en almacenamiento de energía”

Para analizar los datos objetivo de este trabajo, se realizó un análisis bibliométrico, el cual se utiliza desde 1969 desde que se documentó su uso por el científico británico Allen Richard, quien buscaba analizar estadísticamente la bibliografía, lo cual implica la identificación de patrones de variables mediante las palabras clave, palabras contenidas en los resúmenes que guardan los repositorios científicos, nombres de autores y las referencias de la bibliografía consultada [45, 62, 63].

Para la investigación de este trabajo, se hicieron dos análisis bibliométricos de los temas a tratar, “óxido de grafeno y su reducción por irradiación gamma” y “óxido de grafeno reducido y sus aplicaciones en almacenamiento de energía”. La búsqueda bibliográfica de dichos temas se realizó utilizando la base de datos científica Pubmed. Este proceso se realizó mediante el siguiente algoritmo de búsqueda: (*"graphene oxide"*) AND (*gamma*) AND (*reduction*) y (*"reduced graphene oxide"*)

AND (applications) AND (energy) AND (storage), vinculado a títulos de artículos, los resúmenes de estos y sus palabras claves. Por lo que para el algoritmo; ("*graphene oxide*") *AND (gamma) AND (reduction)*, se encontraron 21 documentos científicos que se han publicado durante estos últimos 10 años (2011- 2020) y para el algoritmo; ("*reduced graphene oxide*") *AND (applications) AND (energy) AND (storage)*, se encontraron 231 documentos científicos durante los últimos 10 años (2011-2020). Esta búsqueda y el análisis se realizó durante noviembre del 2020.

Una vez obtenida la base de datos desde la función de exportación de resultados que ofrece Pubmed en formato de este mismo (formato de base de datos que admite el software que se utilizó para el análisis), se procedió a realizar el análisis de la información base obtenida mediante el software de análisis de datos bibliométricos mediante representaciones gráficas: Biblioshiny [10] y VOSviewer [11].

Capítulo 5

Parte 1. Resultados y discusión

5.1. Caracterización de GO

5.1.1. Microscopia y análisis elemental de GO

La **Figura 17**, muestra la micrografía de barrido electrónico del óxido de grafeno. En esta micrografía se observa que la superficie es lisa, pero no del todo, ya que en algunas zonas hay pequeñas ondulaciones en la superficie, haciendo que este material sea reminiscente a una sábana, lo cual puede ser un indicativo de pocas capas y de que las hojas son amplias; y de acuerdo con la escala, la longitud del GO es mayor a los 10 μm .

Por otro lado, en la **Tabla 1** se muestra la composición elemental del óxido de grafeno. Como se puede observar se obtuvo un porcentaje de masa atómica de 56.53% de carbono y un 15.66% de oxígeno. El porcentaje de silicio no se toma en cuenta, ya que la muestra fue puesta en una oblea de silicio para poder sacar el análisis elemental.

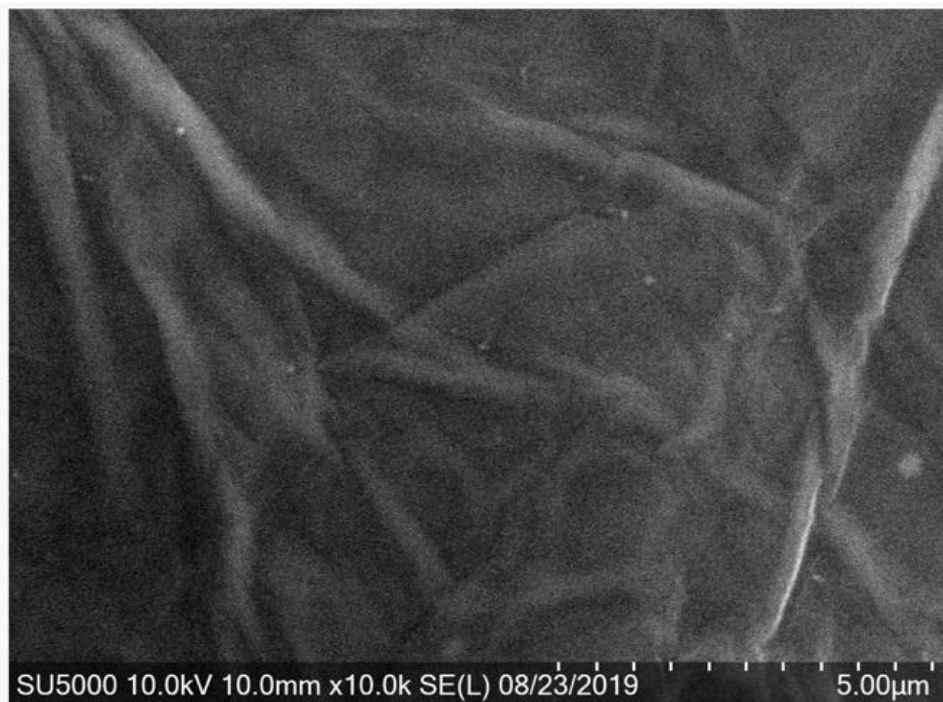


Figura 17. Micrografías de SEM de óxido de grafeno

Tabla 1. Tabla de composición elemental del óxido de grafeno.

Element	At. No.	Netto	Mass [%]	Mass Norm. [%]	Atom [%]	abs. error [%] (1 sigma)	rel. error [%] (1 sigma)
Carbon	6	20999	48.42	39.69	56.53	6.20	12.81
Silicon	14	155495	55.41	45.43	27.67	2.28	4.12
Oxygen	8	14822	17.87	14.65	15.66	2.40	13.43
Sodium	11	457	0.16	0.13	0.10	0.04	24.82
Potassium	19	169	0.13	0.10	0.05	0.04	29.05
		Sum	121.98	100.00	100.00		

5.1.2. Difracción de rayos x

Se hizo un análisis de difracción de rayos X a lo que fue una muestra de GO, con la síntesis de Hummers modificado y al grafito molido (Graphite). Los resultados obtenidos para el GO mostraron la señal característica de este en 2θ . Dicha señal característica, de GO, se debe de encontrar en un ángulo 2θ arriba de 10° . En este análisis el GO exhibe un pico en $2\theta=11.25^\circ$, el cual corresponde a la reflexión (001) característica de GO [56]. Los picos característicos se muestran en la **Figura 18**. Esto significa que la síntesis a partir de grafito molido con el método de Hummers modificado fue exitosa. Además, la señal característica del grafito se exhibe alrededor de $2\theta=26^\circ$, en este análisis el grafito presento una señal alrededor de $2\theta=26.65^\circ$, lo que representa a la reflexión de (002) característica de este mismo. Se pretende que la señal de $2\theta=26.65^\circ$ se recorre en $2\theta=11.25^\circ$ por los ácidos empleados al oxidarlos [29].

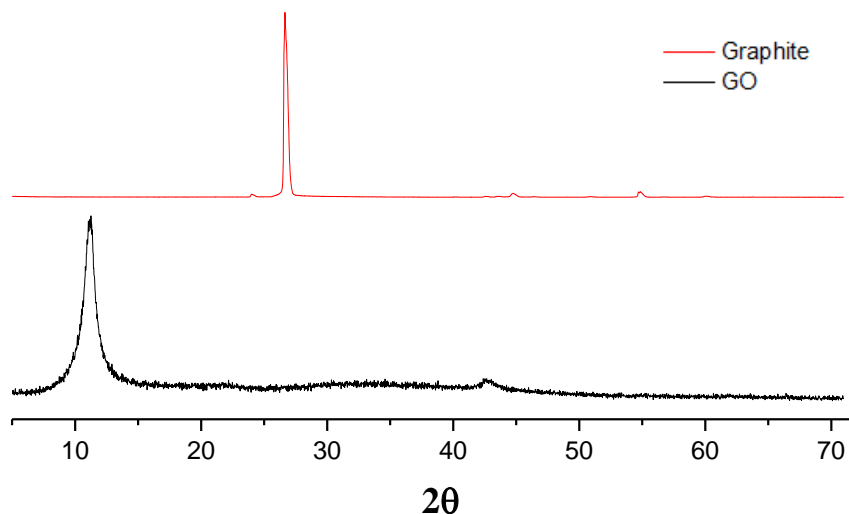


Figura 18. Espectro de difracción de rayos X de grafito (graphite) y óxido de grafeno (GO).

Para calcular la distancia interplanar, tanto del grafito como del óxido de grafeno, se utilizó la ecuación (2) mencionada en el capítulo anterior. Esto con el fin de poder observar si es que hay una ruptura entre las capas del grafito unidas por fuerzas de Van der Waals. Al hacer los cálculos primero se dividieron los ángulos 2θ entre 2, para poder obtener el ángulo θ que se ocupa en la ecuación (2). Por ende, para el grafito obtuvimos un ángulo $\theta=13.32$ y para el GO un ángulo $\theta=5.62$. Sustituyendo en la ecuación (2) estos valores y tomando n como 1, y λ igual a 0.154nm , obtenemos las distancias interplanares para el grafito;

$$d = \frac{n\lambda}{2\sin\theta} \quad (2)$$

$$d = \frac{0.154\text{nm}}{2\sin(13.32)} = 0.335\text{nm} \quad (2.1)$$

Y para las distancias de GO:

$$d = \frac{0.154\text{nm}}{2\sin(5.62)} = 0.787\text{nm} \quad (2.2)$$

Como se puede observar hay un aumento de la distancia entre capas de GO ($d=0.787\text{nm}$) en comparación con la del grafito ($d=0.335\text{nm}$). Este aumento en la distancia interplanar es debido a la presencia de grupos funcionales oxigenados que se intercalaron entre las capas del grafito, para la formación de óxido de grafeno [31, 64, 65].

5.1.3. Espectroscopia de Infrarrojo por transformada de Fourier (FTIR)

La **Figura 19** muestra los espectros de FTIR de las muestras de grafito molido y GO. Para analizar un espectro de FTIR de GO, el espectro puede dividirse arbitrariamente en tres regiones características: (a) banda de absorción intensa y muy amplia en la región $3600\text{--}2400\text{ cm}^{-1}$, la cual es asignada a la vibración de estiramiento del enlace O-H, (b) la otra región sería en el medio del espectro, donde las bandas de absorción más reconocibles se presentan en 1723 y 1619 cm^{-1} , (c) y por último en la región de $1051\text{--}1060\text{ cm}^{-1}$ donde aparecen un montón de señales superpuestas. En el espectro (ver **Figura 19**) se puede observar que el GO presenta una banda de absorción entre $3600\text{--}3300\text{ cm}^{-1}$, lo que corresponde a la vibración de estiramiento de un enlace de O-H correspondiente a los grupos hidroxilos y carboxilos presentes en el GO. En la región del medio presenta bandas de absorción entre $1610\text{--}1725\text{ cm}^{-1}$, lo que corresponde a las vibraciones de C=C ($\sim 1619\text{ cm}^{-1}$) y C=O ($1740\text{--}1720\text{ cm}^{-1}$). Las bandas de absorción arriba de 1000 cm^{-1} , corresponden a C-O-C ($\sim 1000\text{ cm}^{-1}$) y C-O (1230 cm^{-1}). Lo que indica de grafito molido si logró oxidarse por el método de Hummers modificado. El grafito se tomó como referencia para la oxidación y en el espectro no se muestra ninguna banda de absorción debido a que no presenta ningún grupo funcional.

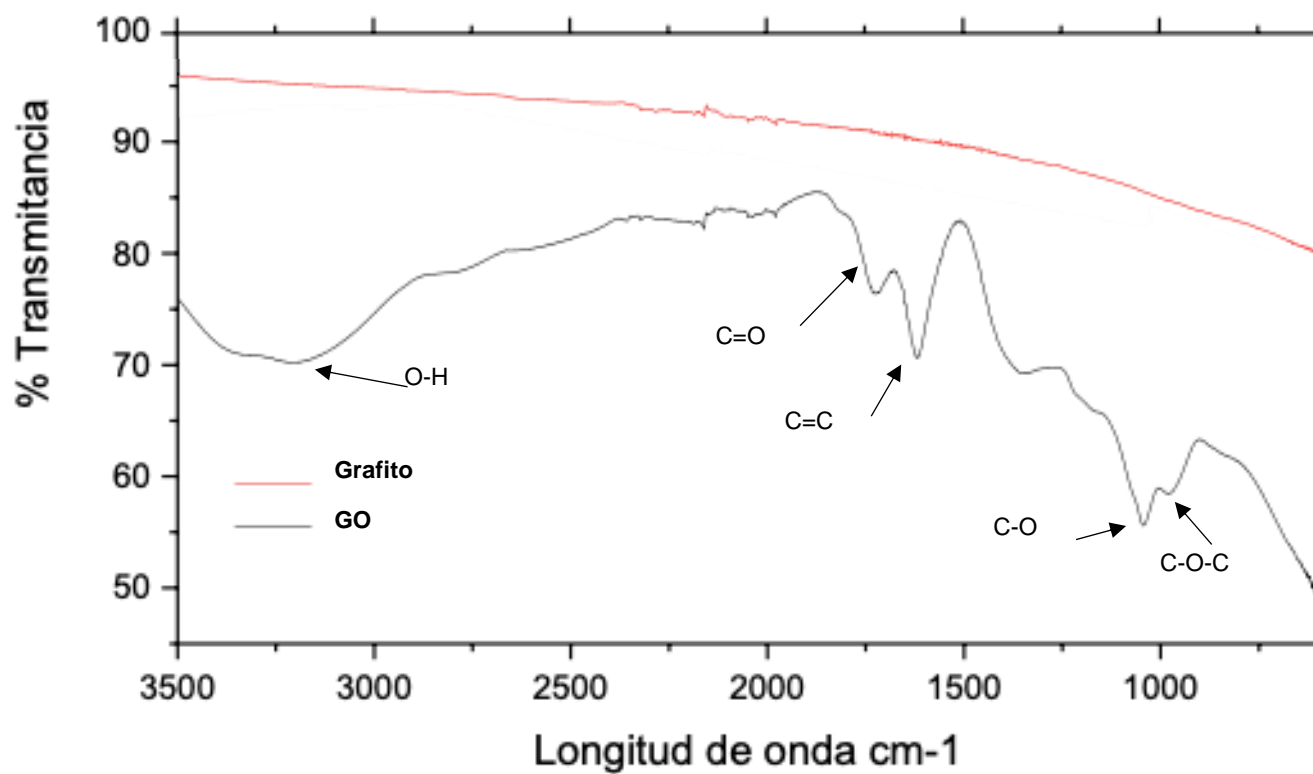


Figura 19. Espectro de FT-IR de grafito y óxido de grafeno (GO).

Parte 2. Bibliometría y discusión

5.2. Resultados de análisis bibliométrico de óxido de grafeno y su reducción por irradiación gamma.

De acuerdo con el planteamiento metodológico para analizar la bibliografía mediante los softwares de Biblioshiny [10] y VOSviewer [11], se procedió a ejecutar la base datos obtenida de la búsqueda descrita, a partir del repositorio de Pubmed, obteniéndose así los análisis mencionados en los objetivos de este trabajo. Para el análisis del tema “óxido de grafeno y su reducción por irradiación gamma”, se recabaron 21 documentos científicos publicados, de 16 revistas diferentes, y con un total de 133 autores.

5.2.1. Análisis de producción anual

Los documentos para dicho análisis fueron publicados por autores que firmaron con instituciones de afiliación provenientes de 20 diferentes ciudades. Como se mencionó anteriormente, en total se recabaron 21 documentos científicos con el algoritmo de búsqueda: ("*graphene oxide*") AND (*gamma*) AND (*reduction*). Los 21 documentos científicos son todos artículos. Pero de esos 21 artículos solo 7 de ellos son acerca de reducción de compositos que contienen GO. Eso quiere decir que estos artículos no tratan de una reducción de solamente GO a rGO como se pensaba, sino de una reducción por irradiación gamma de compositos con GO. Los otros 14 artículos tratan más que nada acerca del uso de GO en los compositos y de la reducción de estos junto con el GO, pero sin involucrar la reducción por

irradiación gamma. El análisis de producción anual fue durante el periodo del 2011 al presente año 2020. Los resultados revelaron que en el año 2020 se publicaron la mayor cantidad de documentos, ya que en dicho año se publicaron siete artículos con respecto al tema mencionado. En el año 2019 se publicaron cuatro artículos. Entre los años 2014 al 2018, la producción anual fue la misma, con 2 artículos publicados cada año. Mientras que en los años de 2011 y 2012, se tuvieron la menor cantidad de publicaciones, con un solo artículo publicado por año. La **Tabla 2** muestra las publicaciones en los últimos 10 años y la **Figura 20** muestra dicha información en un gráfico de dispersión de puntos.

Tabla 2. Producción anual de los últimos 10 años (2011-2020) del análisis de “óxido de grafeno y su reducción por irradiación gamma”.	
Año	Artículos
2011	1
2012	1
2014	2
2016	2
2017	2
2018	2
2019	4
2020	7

Annual Scientific Production

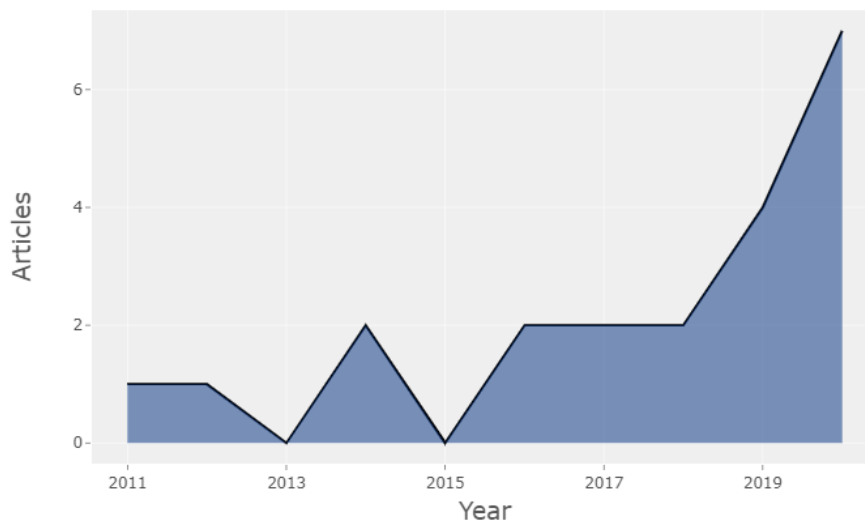


Figura 20. Gráfica de producción anual de los últimos 10 años (2011-2020)

5.2.2. Análisis de revistas más relevantes

En la **Tabla 3**, se muestran las 16 revistas que publicaron sobre el tema a analizar y a su vez la cantidad de publicaciones que ha tenido cada una de ellas. La **Figura 21**, muestra dicha información en un gráfico de barras. Como se puede observar en la **Tabla 3**, el *Journal of colloid and interface science* publicó tres artículos, del tema en cuestión. En cuanto a *ACS Omega*, *Biosensors & Bioelectronics* y *Nanomaterials (Basel switzerland)* publicaron solo dos artículos, por cada revista. Mientras que las doce revistas restantes, solo han publicado un artículo por cada una de ellas.

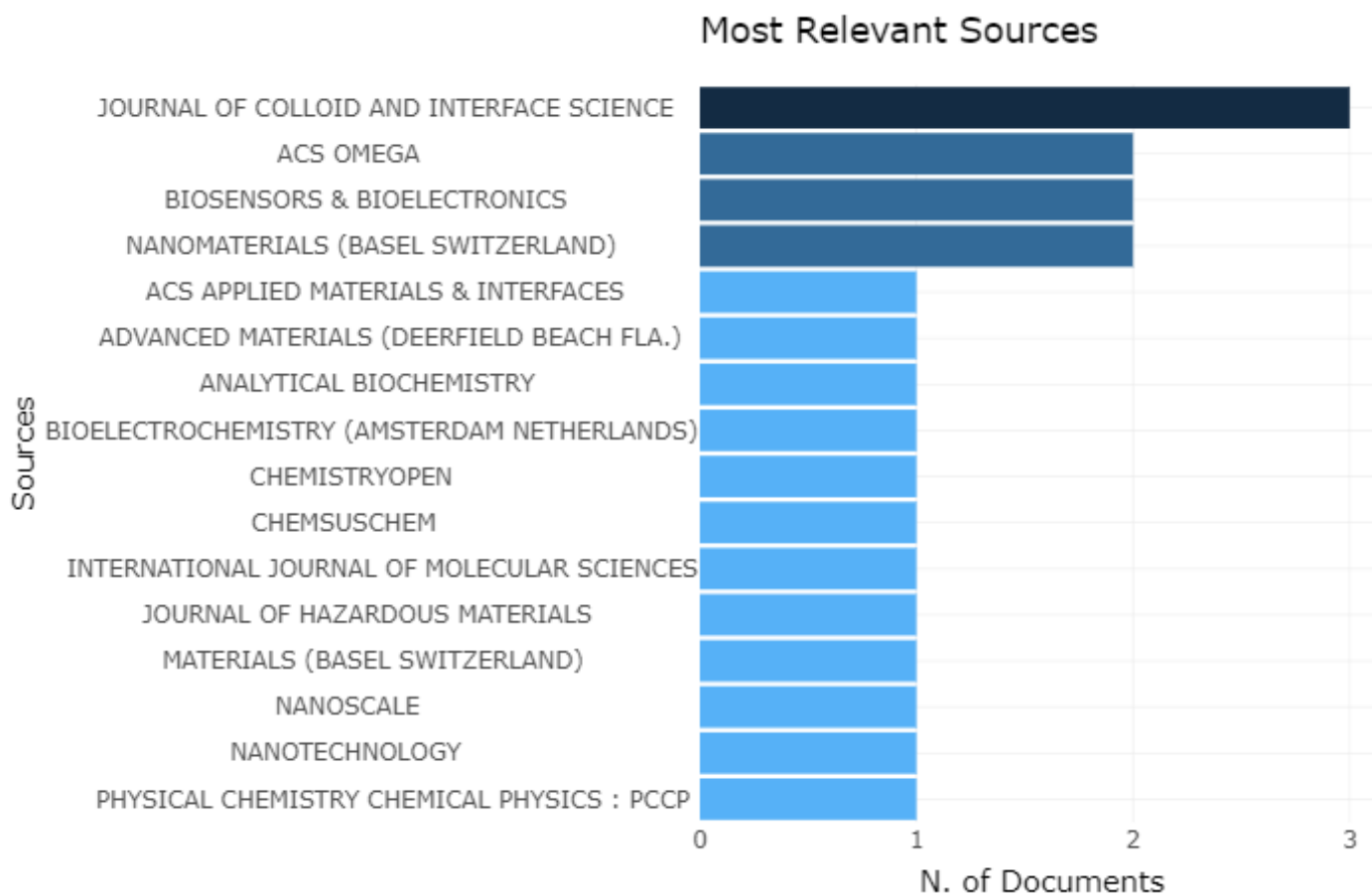


Figura 21. Revistas más relevantes con respectivas publicaciones.

Tabla 3. Revistas más relevantes con respectivas publicaciones.	
Revistas	Artículos
JOURNAL OF COLLOID AND INTERFACE SCIENCE	3
ACS OMEGA	2
BIOSENSORS & BIOELECTRONICS	2
NANOMATERIALS (BASEL SWITZERLAND)	2
ACS APPLIED MATERIALS & INTERFACES	1
ADVANCED MATERIALS (DEERFIELD BEACH FLA.)	1
ANALYTICAL BIOCHEMISTRY	1
BIOELECTROCHEMISTRY (AMSTERDAM NETHERLANDS)	1

CHEMISTRYOPEN	1
CHEMSUSCHEM	1
INTERNATIONAL JOURNAL OF MOLECULAR SCIENCES	1
JOURNAL OF HAZARDOUS MATERIALS	1
MATERIALS (BASEL SWITZERLAND)	1
NANOSCALE	1
NANOTECHNOLOGY	1
PHYSICAL CHEMISTRY CHEMICAL PHYSICS : PCCP	1

Continuación **Tabla 3**

5.2.3. Análisis de producción de revistas a través del tiempo

Para el análisis de producción de revistas a través del tiempo, se puede observar en la **Figura 22** el crecimiento de las 16 revistas en el mismo periodo de tiempo en el que se hizo el análisis de producción anual, el cual fue de 10 años (2011-2020). Las revistas con mayor producción de artículos en el 2020 fueron: *ACS Omega*, con 2 publicaciones, *Nanotechnology*, *Chemistryopen*, *Chemsuschem*, con un artículo publicado por cada una de las revistas. La revista *Journal of colloid and interface science* cuenta con una publicación en el año 2020 y dos publicaciones en el 2016, lo que indica que su mayor producción fue en ese año y, por último, la revista *Biosensors & Bioelectronics* cuenta con una publicación en el año 2020 y 2017, sobre el tema en cuestión.

En cuanto a las revistas con mayor producción en el año 2019, las revistas *International Journal of Molecular Sciences*, *ACS Applied Materials & Interfaces*, *Nanomaterials (Basel Switzerland)* y *Advanced Materials (Deerfield Beach, FLA)*,

publicaron un artículo respectivamente en dicho año. En el caso de las revistas *Nanomaterials (Basel Switzerland)* y *Materials (Basel Switzerland)* tuvieron una producción de un artículo en el 2018. *Journal of Hazardous Materials* y *Biosensors & Bioelectronics*, tuvieron, cada una, una publicación en el año 2017. Las dos publicaciones que hubo en el 2016 fueron de la revista *Journal of colloid and interface science*, mencionada anteriormente.

En los años 2015 como 2013, no hubo ninguna publicación de artículos sobre del tema en cuestión. Cabe recalcar que solo se analizaron los artículos publicados en la plataforma Pubmed, esto no quiere decir que no se haya publicado nada en dicho año, sino más bien, son las publicaciones con la que esta base datos cuenta. En el año 2014 hubo dos publicaciones que corresponden a dos revistas diferentes, las cuáles son, *Physical Chemistry Chemical Physics: PCCP* y *Analytical Biochemistry*. A su vez, la revista *Nanoscale*, tuvo su mayor producción con un artículo en el año 2012, al igual que la revista *Bioelectrochemistry (Ámsterdam Netherlands)* en el 2011.

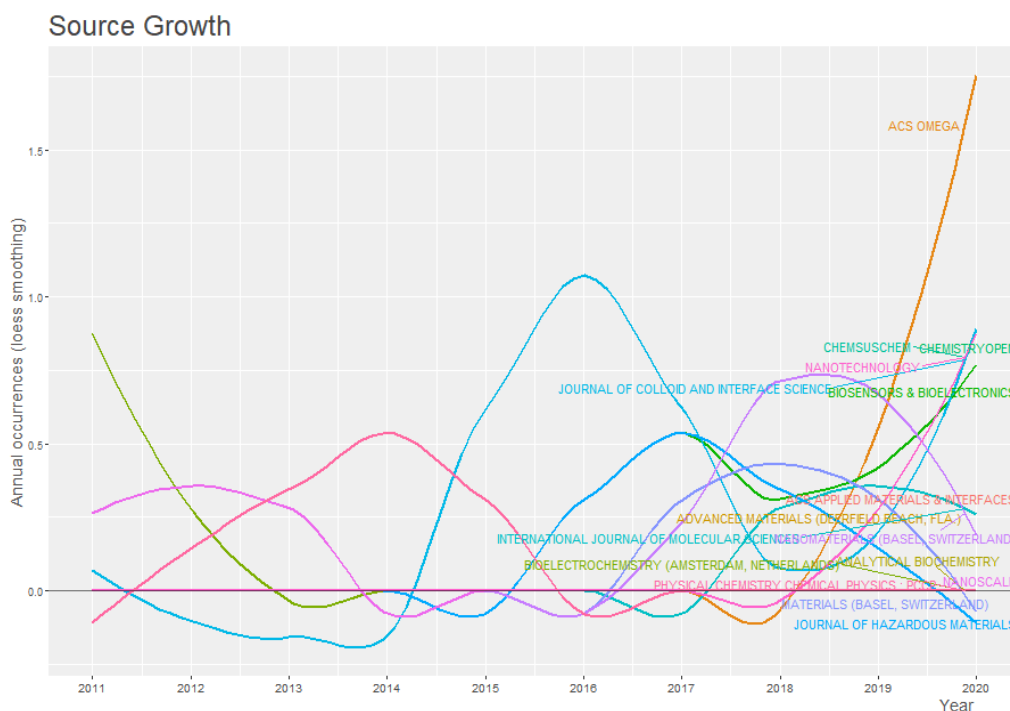


Figura 22. Gráfico de la producción de revistas a través del tiempo

5.2.4. Análisis de producción de los principales autores a lo largo del tiempo.

En la **Figura 23**, se muestra el gráfico del top ten de la producción de los principales autores a lo largo del tiempo. Como se puede observar en el gráfico, uno de los mayores autores con mayor producción es Senthil Kumar con 2 publicaciones en el año 2020, Li Y con 2 artículos publicados en el año 2019 y 2018, Wang Y publicando dos artículos en los años 2019 y 2017, Zhang X también cuenta con dos publicaciones en los años 2018 y 2016. En cuanto a Li Y, Balamurugan M, BHattacharya J, cuentan con la publicación de un artículo cada uno respectivamente, en el año 2020. Por último, Aujara KM, Andicsov-Eckstein A, y Bingol H, cuentan con una publicación en los años 2019, 2018 y 2014 respectivamente.

Top-Authors' Production over the

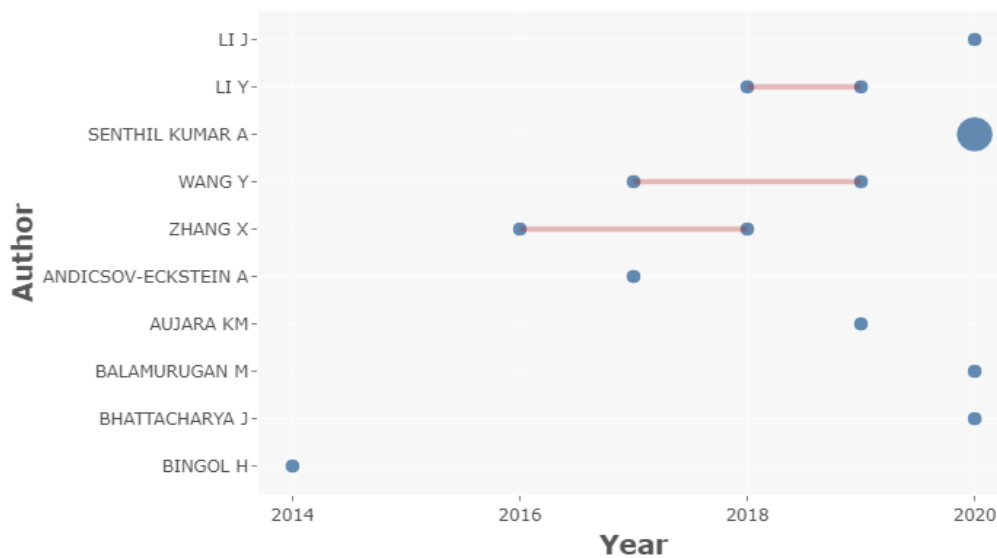


Figura 23. Gráfica de producción de los principales autores a lo largo del tiempo.

5.2.5. Análisis de palabras clave y su correlación.

Para el análisis de palabras clave y su correlación se utilizó el software VOSviewer. Dicho software se empleó para analizar la bibliografía mediante el método gráfico de relaciones semánticas de las palabras clave asociadas con el tema de; “óxido de grafeno y su reducción por irradiación gamma”. En la **Figura 24**, se puede observar el diagrama de las principales palabras clave asociadas con el tema ya mencionado. Se puede observar que se forman dos clusters representados en dos colores distintos, los cuales agrupan las diversas relaciones de los conceptos/palabras clave que más se utilizaron en la mayoría de los artículos. El tamaño de los nodos, sumado a lo central y periférico de estos, permiten apreciar los nexos de un concepto con otro.

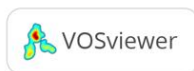
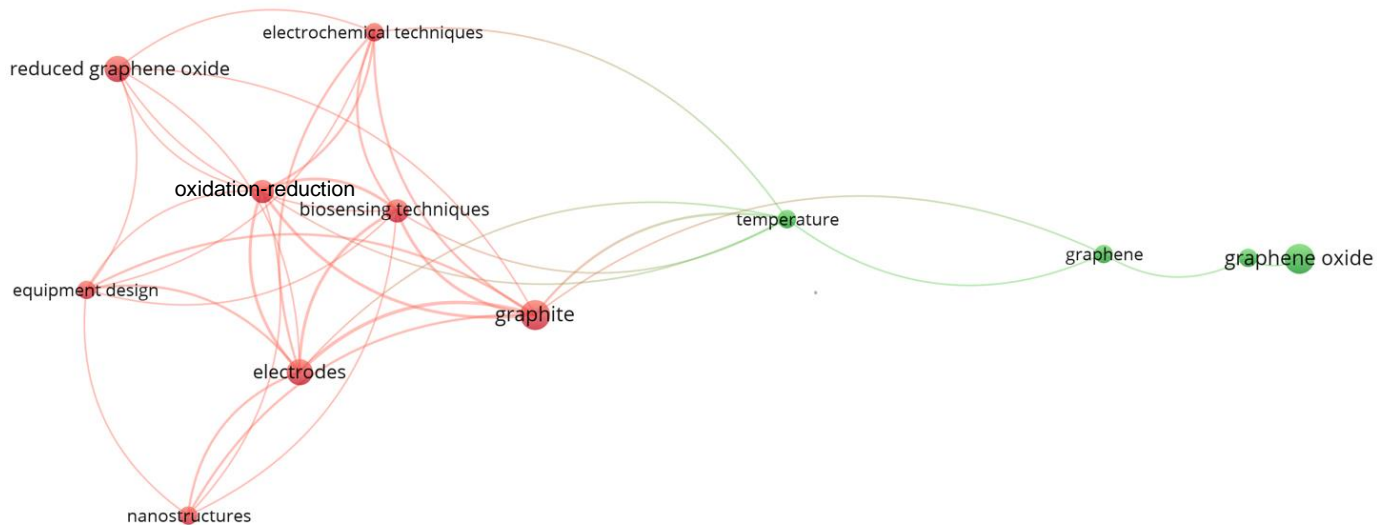


Figura 24. Diagrama de principales palabras clave vinculados a óxido de grafeno y su reducción por irradiación gamma.

Finalmente, la **Figura 25**, muestra la densidad de cada una de las palabras clave en cuanto a la aparición en los trabajos de investigación científica, los cuales están vinculados al tema “óxido de grafeno y su reducción por irradiación gamma”, dentro de la base de datos Pubmed. Como se puede observar, la palabra clave que más se presenta en los artículos de investigación es (“graphene oxide”), seguido de las palabras/términos (“graphite”) y (“reduced graphene oxide”) los cuales aparecen con términos relativamente menores, esto no significa que sean menos importantes, sino más bien que presentaron una menor aparición en los trabajos de investigación del tema en cuestión.

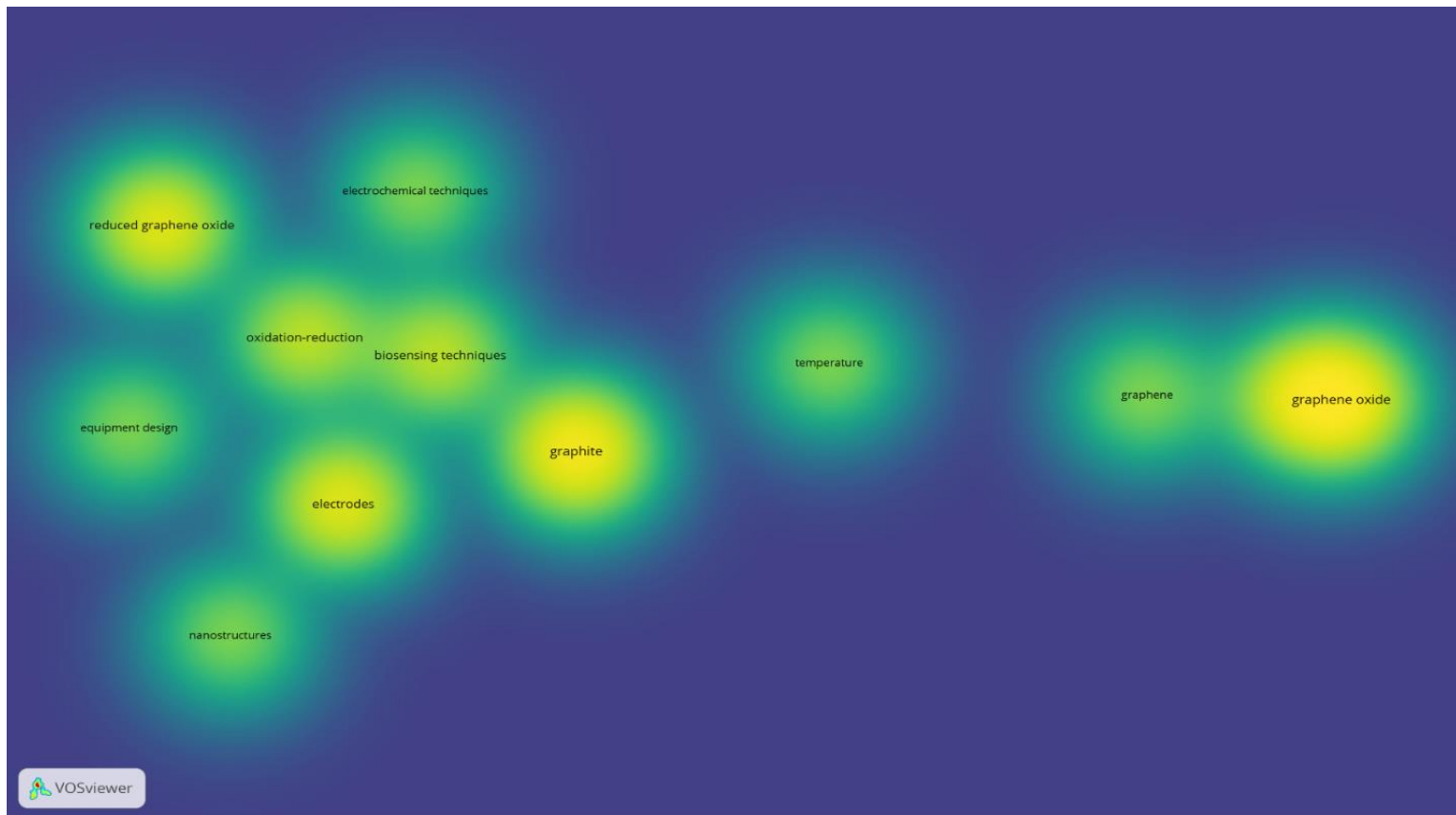


Figura 25. Diagrama que muestra la densidad de palabras clave con mayor aparición en trabajos de investigación científica

En este apartado, y gracias al análisis bibliométrico, se pudo hacer una revisión bibliográfica de los trabajos de investigación del tema en cuestión. Esta revisión bibliográfica, se dividió en el análisis de tres trabajos con relación al tema; “óxido de grafeno y su reducción por irradiación gamma”. En dichos análisis se pretendió abarcar trabajos del año 2012, 2018 y 2020, con los que se pretende abarcar tanto la información de años pasados y de años más recientes.

En la **Figura 24** se puede observar que hay diferentes palabras clave, las cuales gracias al mapa de densidad que se muestra en la **Figura 25**, podemos determinar cuáles son las que más aparecen en los trabajos de investigación del tema en

cuestión. Entre dichas palabras podemos encontrar: “electrochemical techniques”, “equipment design”, “graphene”, “electrodes”, y “biosensing techniques”. Es de mencionar que en uno de los clusters de la **Figura 25**, se puede observar la palabra “oxidation-reduction”, la cual esta correlacionada con la palabra “reduced graphene oxide”. Dichas palabras tocan los temas de principal interés que es la reducción del óxido de grafeno. Chen *W et al.* [66] reportaron un método para reducir el GO y preparar grafeno hidrogenado (HG), para después usarlo como material anódico en una batería de ion-litio. Este proceso se logró mediante una reducción e hidrogenación sincronizada de un solo paso del GO en una suspensión acuosa bajo irradiación de rayos gamma de ^{60}Co a temperatura ambiente con una dosis de 80 Gy. En este trabajo los autores notaron que el GO para ser altamente hidrogenado se tiene que dispersar homogéneamente en agua y que al mantenerlo durante 72h bajo la irradiación de rayos gamma, el GO puede ser atacado por las grandes cantidades de radicales de hidrógeno que están presentes en el agua, por lo que cuando el GO se reduce y después pasa a hidrogenarse en una reacción de un solo paso. También en dicho estudio reportan que el producto, o sea el HG, se podría utilizar como material anódico para las baterías de ion-litio.

De igual forma, el GO reducido por irradiación gamma puede ser empleado para otras cosas. Por ejemplo, Zhang *et al.* [67] demostraron un método para elaborar un nanocomposito de rGO con nanopartículas de níquel (rGO-Ni), mediante una reducción inducida en un solo paso por irradiación de rayos gamma de ^{60}Co a temperatura ambiente con dosis de 50 kGy y 200 kGy. La razón por la que se

elaboró este nanocomposito de rGO-Ni es debido a que puede ser utilizado como material para la absorción de ondas electromagnéticas, ya que al combinar las nanohojas de rGO junto con las nanopartículas de Ni, el nanocomposito posee una mejor adaptación de impedancias lo que permite absorber ondas electromagnéticas las cuales están presentes en la mayoría de los dispositivos electrónicos de la actualidad y que representan un riesgo para la salud.

Y por último, otro estudio demuestra la reducción de óxido de grafeno mediante irradiación gamma de ^{60}Co , pero en este caso para la preparación del nanocomposito con estructura porosa compuesta por rGO y nanopartículas de oro (GA/Au) se realizó en una solución de etanol/agua a temperatura ambiente [68]. En este trabajo durante el proceso de irradiación de rayos gamma, el óxido de grafeno (GO) y las nanopartículas de oro (Au^{3+}), se pueden reducir y autoensamblar de manera simultánea en una sola estructura porosa tridimensional (3D) similar a una estructura tipo panel. Los nanocompositos de GA/Au elaborados por dicho método, presentan excelente actividad catalítica debido a la catálisis sinérgica entre el rGO y las nanopartículas de Au. Por esta razón este nanocomposito de GA/Au se ocupa para la reducción catalítica de 4-nitrofenol(4-NP) a 4-aminofenol(4-AP).

5.3. Resultados de análisis bibliométrico de óxido de grafeno reducido y sus aplicaciones en almacenamiento de energía.

Para el análisis bibliométrico de “óxido de grafeno reducido y sus aplicaciones en almacenamiento de energía” se siguió el planteamiento metodológico mencionado, para poder, de igual manera, analizar la bibliografía mediante los softwares de Biblioshiny [10] y VOSviewer [11]. En primera instancia se procedió a ejecutar la base datos obtenida de la búsqueda descrita, a partir del repositorio de Pubmed, obteniéndose así los análisis mencionados en los objetivos de este trabajo. Para el análisis de este tema se recabaron 231 documentos científicos publicados, de 45 revistas diferentes, y con un total de 1113 autores.

5.3.1. Análisis de producción anual

Para este análisis se recabaron 231 documentos científicos los cuales son todos artículos. El análisis de producción anual fue durante el periodo del 2011 al presente año 2020. En el año 2020 se publicaron cuarenta y seis artículos, siendo este año el de mayor producción del tema mencionado. En el año 2019 se publicaron cuarenta y cuatro artículos publicados. En el año 2018 hubo cuarenta y un artículos publicados, seguido del 2017 con treinta y cinco, 2016 se publicaron veintiséis artículos, en el 2015 dieciséis y en el año 2014 siete artículos fueron publicados. En los años 2013 y 2012, se publicaron diez y cinco artículos respectivamente por año. Mientras que, en el año de 2011, se tuvo la menor cantidad de publicaciones, ya que solo cuenta con un solo artículo publicado. La **Tabla 4** muestra las

publicaciones en los últimos 10 años del análisis de “óxido de grafeno reducido y sus aplicaciones en almacenamiento de energía”, y la **Figura 26** muestra dicha información en un gráfico de dispersión de puntos.

Tabla 4. Producción anual de los últimos 10 años (2011-2020) del análisis de “óxido de grafeno reducido y sus aplicaciones en almacenamiento de energía”.

Año	Artículos
2011	1
2012	5
2013	10
2014	7
2015	16
2016	26
2017	35
2018	41
2019	44
2020	46

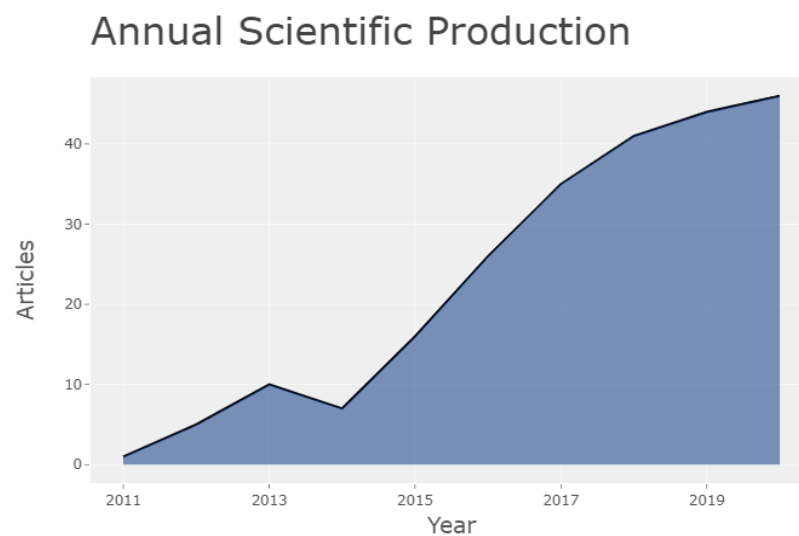


Figura 26. Gráfica de producción anual de los últimos 10 años (2011-2020).

5.3.2. Análisis de revistas más relevantes

A diferencia del análisis anterior, en este caso para el análisis de revistas más relevantes, solo se contaron el top ten revistas con mayor cantidad de artículos publicados de este tema. En la **Tabla 5**, se muestran el top ten de revistas que publicaron acerca del respectivo tema a analizar, y a su vez la cantidad de publicaciones que ha tenido cada una de ellas.

Como se puede observar en la **Tabla 5**, el *ACS Applied Materials & Interfaces* publicó cincuenta y ocho artículos, del tema en cuestión. En cuanto a *Journal of Colloid and Interface Science* (el cual tuvo la mayor cantidad de artículos del tema anterior) publicó veinte artículos. *ACS Nano* y *Nanoscale*, tuvieron la misma cantidad de artículos publicados, con dieciséis cada una de ellas, a estas le sigue *Scientific Reports* con trece publicaciones, *Small (Weinheim an der bergstrasse Germany)* con nueve artículos publicados. Mientras que *Advanced Materials (Deerfield beach FLA.)*, *Chemistry (Weinheim an der bergstrasse Germany)* y *Dalton Transactions (Cambridge England:2003)* publicaron siete artículos cada una respectivamente. Por último, *Chemsuschem* solo publicó seis artículos. La **Figura 27**, muestra esta información en un gráfico de barras.

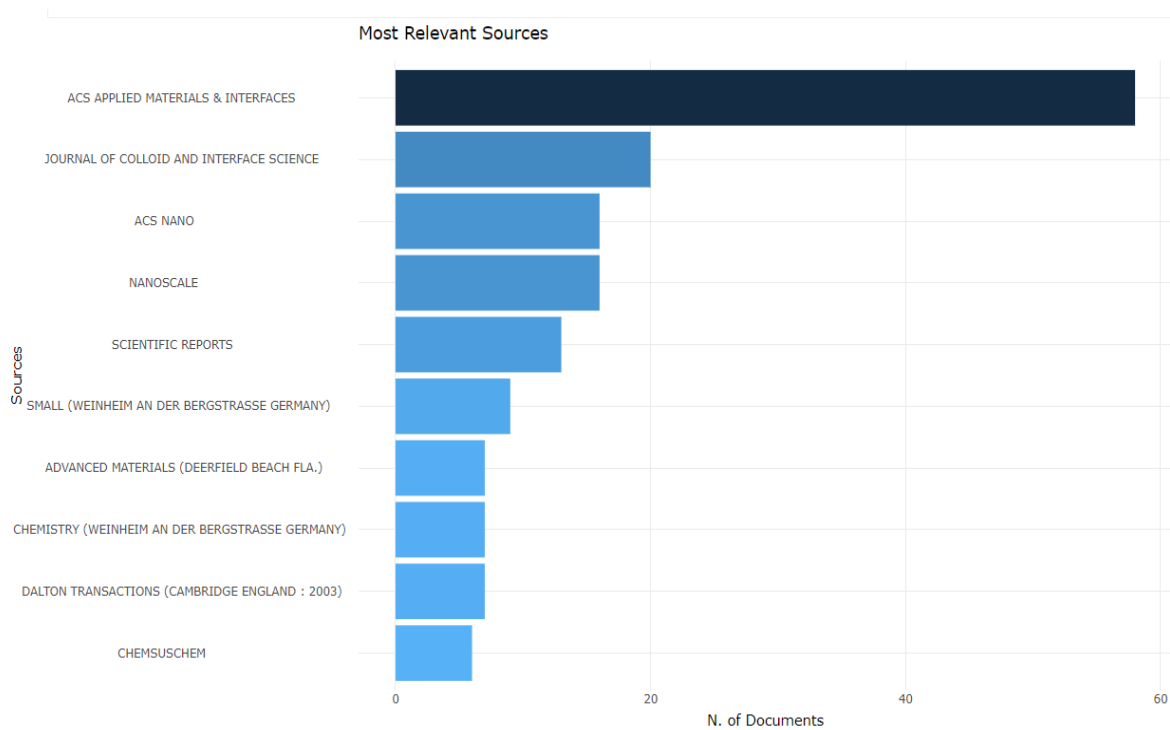


Figura 27. Gráfico de barras revistas más relevantes con respectivas publicaciones.

Tabla 5. Revistas más relevantes con respectivas publicaciones.	
Revistas	Artículos
ACS APPLIED MATERIALS & INTERFACES	58
JOURNAL OF COLLOID AND INTERFACE SCIENCE	20
ACS NANO	16
NANOSCALE	16
SCIENTIFIC REPORTS	13
SMALL (WEINHEIM AN DER BERGSTRASSE GERMANY)	9
ADVANCED MATERIALS (DEERFIELD BEACH FLA.)	7
CHEMISTRY (WEINHEIM AN DER BERGSTRASSE GERMANY)	7
DALTON TRANSACTIONS (CAMBRIDGE ENGLAND: 2003)	7
CHEMSUSCHEM	6

5.3.3. Análisis de producción de revistas a través del tiempo

La **Figura 28** muestra la producción a través del tiempo del top ten de las revistas mencionadas en el análisis anterior. El análisis se hizo en el mismo periodo de tiempo en el que se hizo el análisis de producción anual, el cual fue de 10 años (2011-2020).

ACS Applied Materials & Interfaces empezó en el 2013 publicando cuatro artículos acerca del tema en cuestión. Tuvo su mayor producción en los años 2016 con diez artículos y 2018 con dieciséis artículos publicados. En el presente año 2020 esta revista solo ha publicado ocho artículos con respecto al tema. La revista *Journal of Colloid and Interface Science*, tuvo una gran producción entre los años del 2017 al presente año. Pero también en el 2015, publicó solo un artículo del tema en cuestión. Del 2017 al 2019 publicó cuatro artículos por año, mientras que en el presente año 2020 publicó siete artículos. A su vez, la revista *ACS Nano* tuvo una mayor producción en los años del 2012 al 2015, publicando un artículo en el año 2012 y dos artículos por año los años restantes. En el 2016 no publicó ningún artículo, en el 2017 publicó dos artículos, 2018 tres y los dos últimos años (2019-2020) produjo 2 cada año respectivamente. En cuestión de la revista *Nanoscale*, en el 2012 inicio su producción, publicando dos artículos con respecto al tema. Esta revista tuvo una mayor producción de artículos en los años del 2014 y 2019, publicando cuatro artículos por cada año respectivamente del tema en cuestión. En el año 2017 publicó tres artículos y los años del 2016, 2018 y 2020, solo tuvieron una publicación por año. Con respecto la revista *Scientific Reports*, su mayor

cantidad de artículos publicados fueron siete, en el año 2016. Su producción empezó en el 2014 con un artículo sobre el tema, al igual que en el 2015, pero después del 2017 su producción bajó considerablemente, ya que en dichos años solo publicó 3 artículos, después en los años 2018 y 2019 no publicó nada sobre el tema en cuestión, y en el presente año 2020 solo ha publicado un artículo. La revista *Small (Weinheim an der bergstrasse Germany)* su mayor producción fue en los años del 2018, 2019 y el presente año 2020, publicando dos, cuatro y tres artículos cada año respectivamente. *Advanced Materials (Deerfield beach FLA.)* solo produjo en el 2017 con cuatro artículos y en el presente año publicó tres artículos sobre el tema. *Chemistry (Weinheim an der bergstrasse Germany)*, tuvo una publicación en el 2011, pero no fue hasta el 2017 que tuvo su mayor producción de artículos, publicando tres ese mismo año. En el 2018 publicó solo dos artículos y en el 2019 solo publicó un artículo. *Dalton Transactions (Cambridge England:2003)* en el año 2015, 2017 y 2018, solo publicaron un artículo por año. En los años 2019 y 2020 produjo dos artículos, siendo estos los dos años de mayor producción. Por último, *Chemsuschem* produjo en el 2016 un artículo, en el 2017 y 2019 tuvo una producción de dos artículos por año respectivamente, y en el presente año 2020 solo ha publicado un artículo.

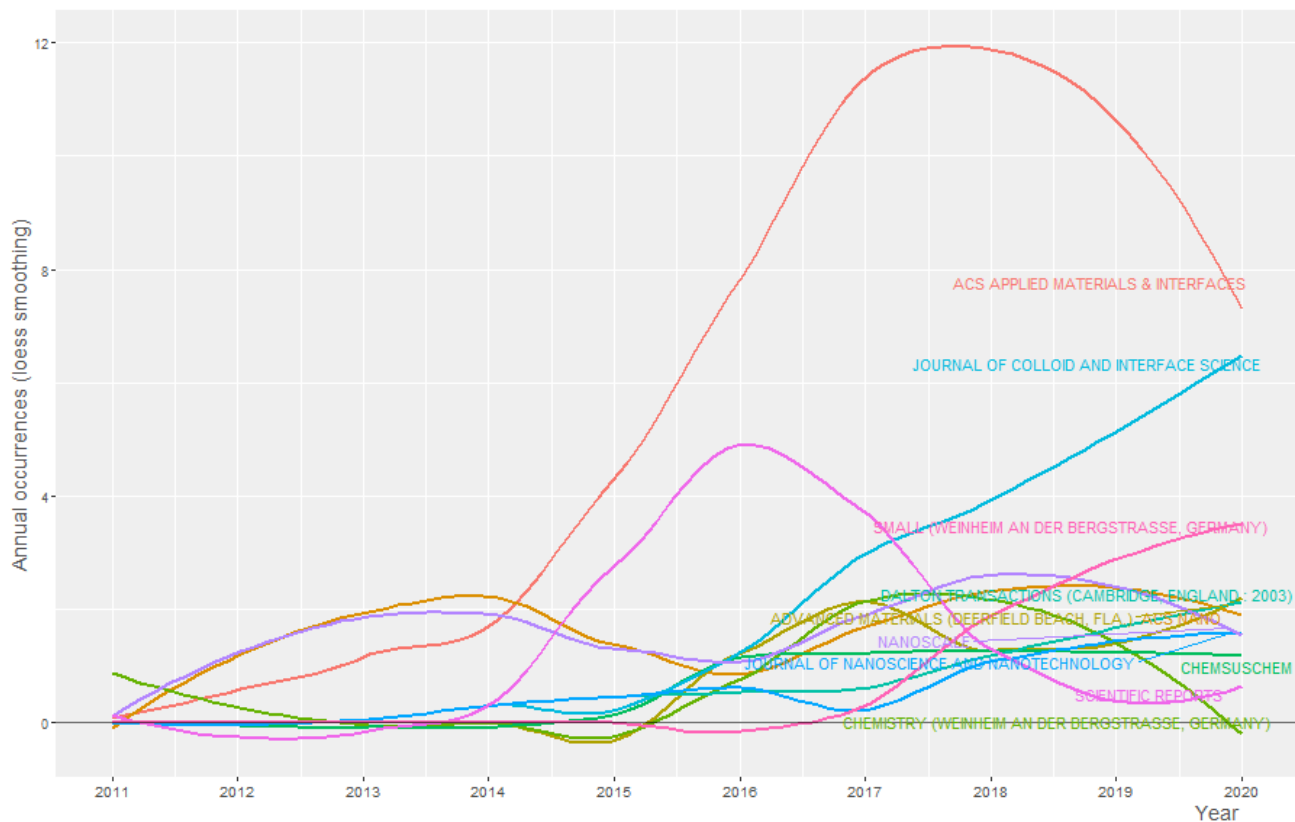


Figura 28. Gráfico de la producción de revistas a través del tiempo.

5.3.4. Análisis de producción de los principales autores a lo largo del tiempo.

Para el análisis de producción de los principales autores a lo largo del tiempo, se puede observar en el gráfico de la **Figura 29**, el top ten autores con mayor producción del tema en cuestión. El periodo de análisis de producción fue del año 2013 al presente año 2020. Dicho periodo se volvió a dividir en periodos de producción por autores, esto quiere decir que, si dos autores tuvieron una producción, por ejemplo, del año 2015 al 2017, sin importar la cantidad de publicaciones, se graficaron de manera continua.

Como se puede observar uno de los mayores autores con mayor producción es Zhang Y, el cual publicó un total de diecisiete artículos entre los años del 2016 al presente año 2020, siendo el 2020 el año con mayor producción con seis artículos del tema en cuestión. Seguido de Zhao Y, el segundo autor con más publicaciones, con trece artículos publicados en un periodo de siete años, siendo estos del 2014 al presente año 2020.

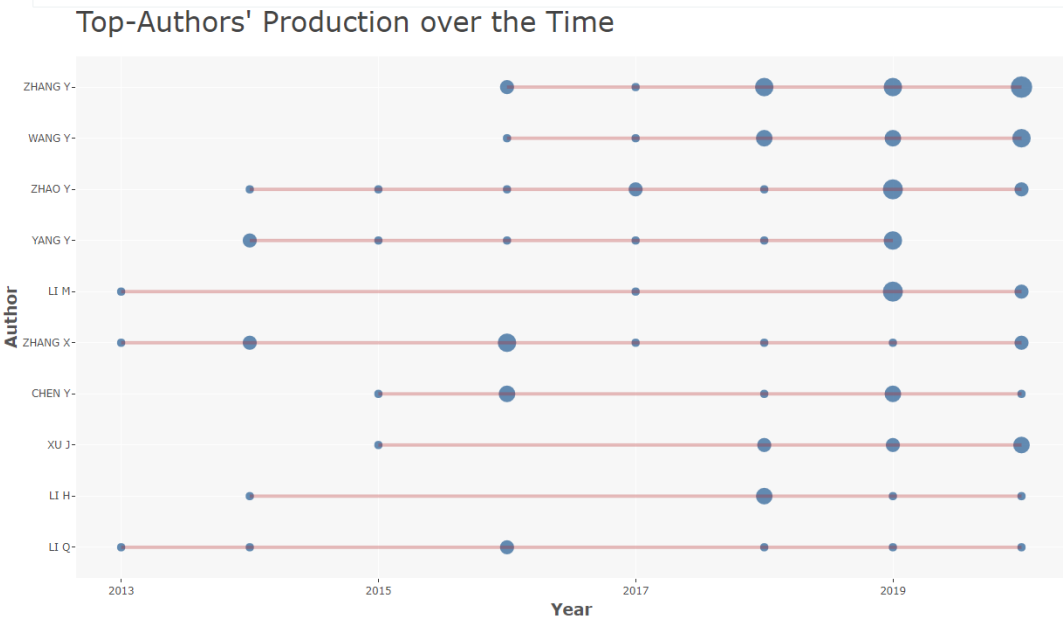


Figura 29. Gráfica de producción de los principales autores a lo largo del tiempo.

Wang Y publicó doce artículos en el mismo periodo que el autor Zhang Y, del 2016 al presente año 2020, siendo el presente año el de mayor producción con cuatro artículos publicados. Zhang X publicó un total de 12 artículos entre los años 2013 al 2020, siendo el 2015 el único año sin ningún artículo publicado y siendo el 2016 el año con mayor producción, publicando un total de cuatro artículos. Yang Y publicó

diez artículos entre los años 2014 al 2019, Li M publicó en el 2013, 201, 2019 y el presente año 2020 un total de nueve publicaciones siendo el 2019 el de mayor producción, con 5 artículos publicados. Chen Y tuvo un total de 9 publicaciones de igual forma, pero entre el 2015 al presente año 2020. Xu J, publicó entre los años del 2015 al presente 2020 ocho artículos, siendo el 2020 el de mayor producción con 3 artículos publicados. Li Q publicó siete artículos entre los años del 2013 al 2020, siendo el 2016 el de mayor producción con dos artículos publicados y uno en los demás años, en los años 2015 y 2017 no publicó ningún artículo. Y, por último, Li H publicó un total de seis artículos en cuatro años, siendo estos los años 2014, 2018, 2019 y 2020. De estos cuatro años en el 2018, fue el año de mayor producción para dicho autor, el cual publicó tres artículos en ese mismo año.

5.3.5. Análisis de palabras clave y su correlación

Para el análisis de palabras clave y su correlación se analizó la bibliografía mediante el método gráfico de relaciones semánticas de las palabras clave asociadas con el tema de; “óxido de grafeno reducido y sus aplicaciones en almacenamiento de energía”. En la **Figura 30** se puede observar el diagrama de las principales palabras clave asociadas con el tema ya mencionado. Se puede observar que se forman cinco clusters representados en cinco colores distintos, los cuales agrupan las diversas relaciones de los conceptos/palabras clave que más se utilizaron en la mayoría de los artículos. De igual forma el tamaño de los nodos, sumado a lo central y periférico de estos, permiten apreciar los nexos de un concepto con otro.

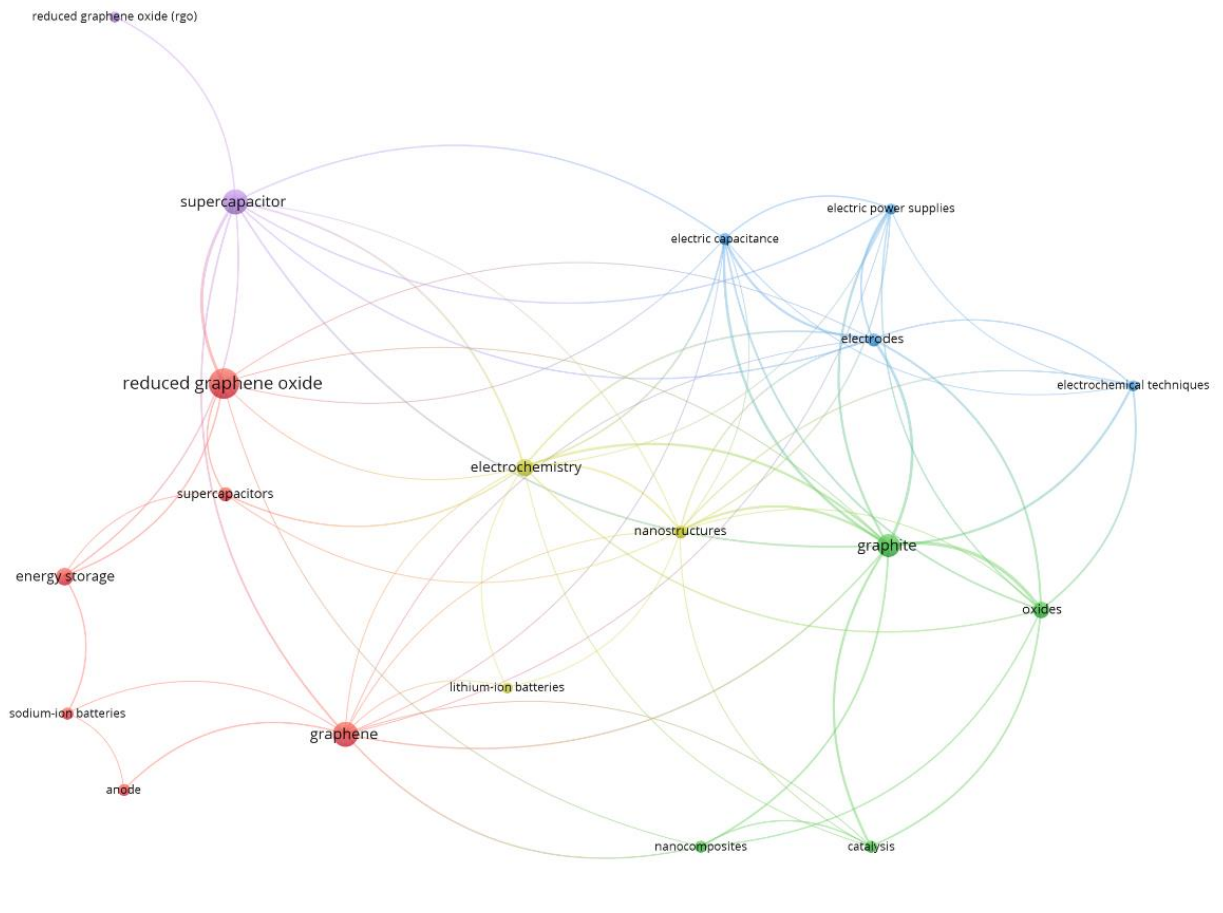


Figura 30.Diagrama de principales palabras clave vinculados a óxido de grafeno reducido y sus aplicaciones en almacenamiento de energía

La **Figura 31**, muestra la densidad de cada una de las palabras clave en cuanto a la aparición en los trabajos de investigación científica, vinculados al tema “óxido de grafeno reducido y sus aplicaciones en almacenamiento de energía”, dentro de la base de datos Pubmed. Como se puede observar al término principal de aparición fue (“reduced graphene oxide”) él cual se considera como mayoritariamente presente en dichos temas, seguido de los términos (“graphene”), (“supercapacitor”) y (“graphite”) los cuales aparecen con términos relativamente menores.

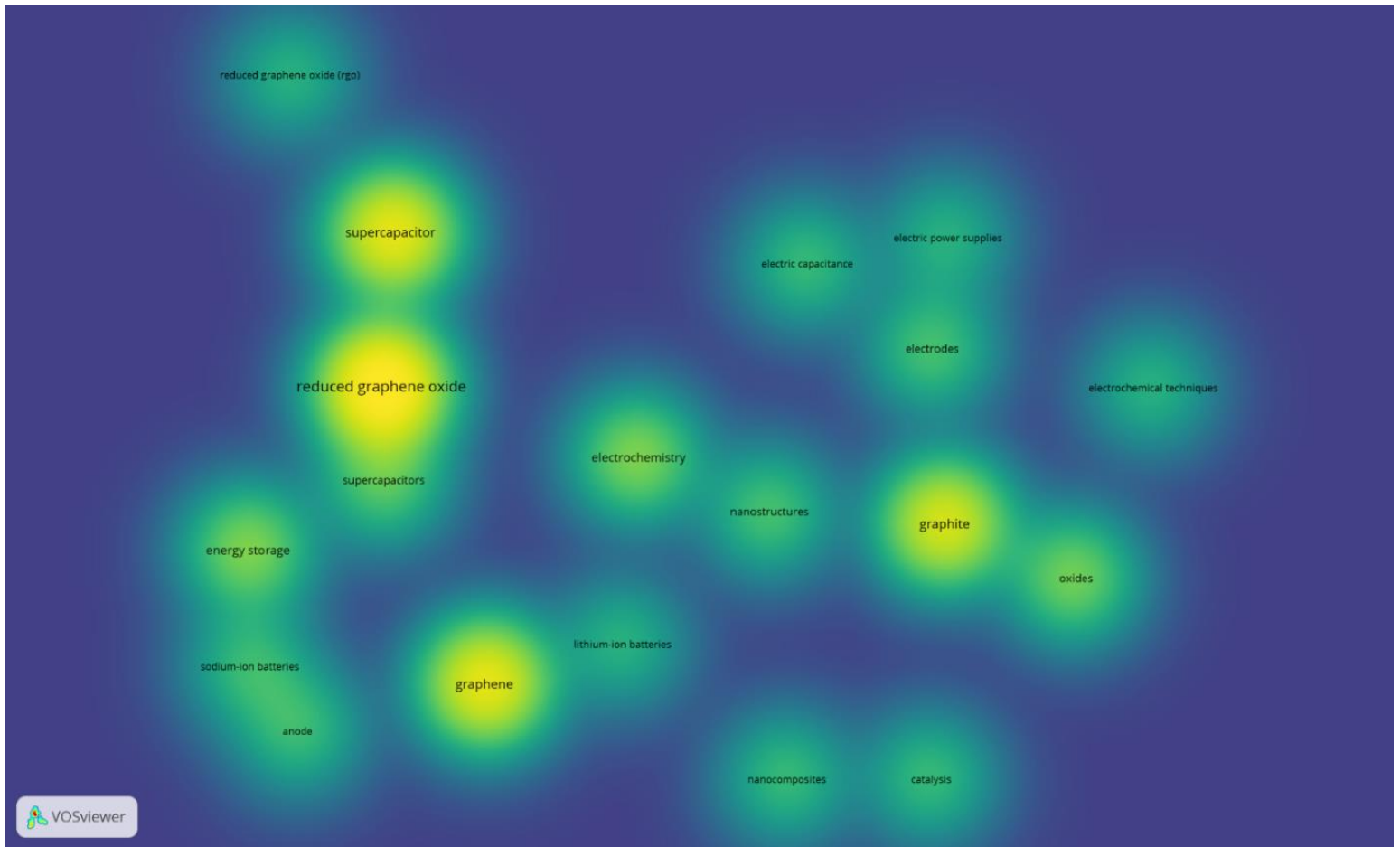


Figura 31.Diagrama que muestra la densidad de palabras clave con mayor aparición en trabajos de investigación científica

Por último, en este apartado se elaboró una revisión bibliográfica, con el fin de checar de los trabajos de investigación del tema en cuestión. Esta revisión bibliográfica, se dividió en el análisis de cuatro trabajos con relación al tema; “óxido de grafeno reducido y sus aplicaciones en almacenamiento de energía”. En dichos análisis se pretendió abarcar trabajos de los años; 2014, 2018 y 2020, con los que se pretende abarcar tanto la información de años pasados y de años más recientes.

Las **Figuras 30** y **31**, muestran la correlación y la densidad de las principales palabras clave. Una de las palabras clave más relevantes, que se presentan en estos diagramas, es “reduced graphene oxide”. Al ver la correlación de dicha palabra en el diagrama de la **Figura 30**, podemos observar claramente que esta correlaciona con otras palabras clave. En esta correlación aparecen palabras clave como: “energy storage”, “electrochemistry”, “sodium-ion batteries”, “lithium-ion batteries”, “graphene” y “supercapacitors”. Estas palabras clave son de importancia para este análisis, debido a que tocan los temas que se abordaron en los diferentes trabajos de investigación. Según Bo Z *et al.* [69] el rGO puede ser utilizado para la elaboración tanto de supercapacitores, como de sensores de gas electrónicos. En el trabajo de investigación se propone un método verde, sencillo y eficaz, para la obtención de rGO. Después para ver si este nanomaterial se podría utilizar en aplicaciones de almacenamiento de energía y detección, se elaboraron supercapacitores y sensores de gas electrónicos con el fin de observar si es que tenía una buena eficiencia en dichos apartados. Los autores de este trabajo después de hacer varios análisis llegaron a la conclusión que los materiales elaborados a base del rGO sintetizado, presentan un excelente rendimiento tanto en las aplicaciones de detección, como en almacenamiento de energía.

También una de las palabras que podemos observar en la correlación es “sodium-ion batteries”. Lo que significa que hay trabajos de investigación que se enfocaron en este tema. Por ejemplo, Shuan Yuan *et al.* [70] usaron el rGO para formar un nanocomposito con un metal calcogenuro ($\text{Cu}_2\text{NiSnS}_4$), para formar un ánodo el

cual puede funcionar en una batería de iones de sodio. Después de hacer varios análisis, se pudo observar que este nanocomposito mejoraba el rendimiento electroquímico de dicha batería. Mientras que por su parte Hao Jia *et al.* [71] elaboraron un nanocomposito con rGO y estaño de antimonio (SnSb), el cual funciona como material anódico para las baterías de ion sodio. El SnSb es uno de los materiales de ánodo más prometedores para las baterías de iones de sodio de próxima generación, debido a su alta capacidad, alta abundancia, baja toxicidad y bajo costo. En este trabajo los autores también elaboraron varios análisis con los que se concluyó que gracias al uso del rGO este nanocomposito mejora el rendimiento electroquímico de las baterías de ion sodio.

Yong Hao *et al.* [72] también elaboraron un material con rGO que ser un buen candidato para utilizarse como ánodo en las baterías de iones de sodio. En este trabajo se preparó un papel carbonoso flexible, libre de aglutinantes y con estructura tridimensional, utilizando óxido de grafeno reducido y nanotubos de carbono (rGO/CNT). Este material es muy prometedor para las baterías flexibles de iones de sodio, debido a que el papel de rGO/CNT posee un almacenamiento de carga capacitivo, que contribuye al almacenamiento de iones de sodio y a una ciclabilidad estable. Debido a la implementación de rGO y CNT, se puede llegar a tener un buen rendimiento de dichas baterías, y esto es debido a que el papel flexible de rGO/CNT, presenta una estructura en capas tridimensional. Esta estructura brinda muchos beneficios, ya que al emplear rGO en el papel flexible, este funciona como una estructura conductora, la cual proporciona sitios activos para almacenar iones de

sodio, mientras que los CNT funcionan como espaciador para aumentar la distancia entre las capas de rGO, y así poder beneficiar la cinética de difusión de los iones, por lo que también gracias a esta estructura se obtiene un alto rendimiento en el almacenamiento de energía.

Conclusiones

De acuerdo con los resultados de microscopia electrónica de barrido, difracción de rayos X y espectroscopia de Infrarrojo por transformada de Fourier (FTIR), se pudo determinar que la oxidación del grafito mediante el método de Hummers modificado fue exitosa. En la Difracción de Rayos X la muestra presenta los patrones de difracción correspondientes al GO, que son consistentes con los presentados en la bibliografía. De igual forma al calcular la distancia entre capas con la Ley de Bragg, se puede determinar que el aumento en la distancia es debido a la presencia de grupos funcionales oxigenados entre las capas del grafito para la formación de GO. A su vez, esto se pudo comprobar gracias al análisis de espectroscopia de Infrarrojo por transformada de Fourier. Ya que en el espectro de dicha técnica se puede observar que el grafito presenta oxidación, esto debido a que se muestran las bandas correspondientes a los grupos hidroxilos, carboxilos, epoxi, carbonilos cetónicos, enlaces C-O y C-OH.

En cuanto al análisis bibliométrico, se pudo observar que la reducción por irradiación gamma, puede ser una gran alternativa para reducir el óxido de grafeno, ya que el proceso no necesita condiciones especiales y puede hacerse a temperatura ambiente. Además, demuestra ser un proceso de reducción amigable con el medio ambiente, sencillo, muy efectivo y mejor que otros métodos de reducción, debido a que, por ejemplo, no hay necesidad de usar agentes reductores, los cuales, por lo general, son tóxicos y/o explosivos y que aparte llegan a ser dañinos con el medio

ambiente. Esto nos indica que el proceso de reducción por irradiación gamma puede ser una alternativa para reducir el óxido de grafeno.

En cuanto a las aplicaciones en almacenamiento de energía del óxido de grafeno reducido. Se pudo observar que este nanomaterial puede ser empleado en supercapacitores, sensores e inclusive como ánodo en baterías de iones de sodio. Dando excelentes resultados en los tres apartados. En definitiva, una de las maneras para poder conseguir un nanomaterial similar al grafeno, es mediante la síntesis de óxido de grafeno reducido, el cual a pesar de no presentar una estructura totalmente como la del grafeno, se puede llegar a utilizar en dispositivos de almacenamiento de energía.

BIBLIOGRAFÍA.

1. García, M.A.: Grafeno: Biografía De Un Material, (2017)
2. Geim, A.K.: Graphene prehistory. *Phys. Scr.* 014003, (2012).
<https://doi.org/10.1088/0031-8949/2012/T146/014003>
3. Boehm, H.P., Setton, R., Stumpp, E.: Nomenclature and terminology of graphite intercalation compounds. *Carbon N. Y.* 24, 241–245 (1986).
[https://doi.org/10.1016/0008-6223\(86\)90126-0](https://doi.org/10.1016/0008-6223(86)90126-0)
4. Ortiz Balbuena, J., Tutor De Ureta, P., Rivera Ruiz, E., Mellor Pita, S.: Electric Field Effect in Atomically Thin Carbon Films. *Science (80-.)*. 306, 666–669 (2004). <https://doi.org/10.1016/j.medcli.2015.04.005>
5. Chen, D., Feng, H., Li, J.: Graphene oxide: Preparation, functionalization, and electrochemical applications. *Chem. Rev.* 112, 6027–6053 (2012).
<https://doi.org/10.1021/cr300115g>
6. Chen, J., Yao, B., Li, C., Shi, G.: An improved Hummers method for eco-friendly synthesis of graphene oxide. *Carbon N. Y.* 64, 225–229 (2013).
<https://doi.org/10.1016/j.carbon.2013.07.055>
7. Hummers, W.S., Offeman, R.E.: Preparation of Graphitic Oxide. *J. Am. Chem. Soc.* 80, 1339 (1958). <https://doi.org/10.1021/ja01539a017>
8. Sharin, S., Rahman, I.A., Ahmad, A.F., Mohd, H.M.K., Mohamed, F., Radiman,

- S., Yasir, M.S., Sarmani, S., Ayob, M.T.M., Bastamam, I.S.A.: Reduction of graphene oxide to graphene by using gamma irradiation. *Malaysian J. Anal. Sci.* 19, 1223–1228 (2015)
9. He, Y., Li, J., Li, L., Li, J.: Gamma-ray irradiation-induced reduction and self-assembly of graphene oxide into three-dimensional graphene aerogel. *Mater. Lett.* 177, 76–79 (2016). <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2016.04.187>
 10. Aria, M. & Cuccurullo, C. (2017). bibliometrix: An R-tool for comprehensive science mapping analysis, *Journal of Informetrics*, 11(4), pp 959-975, Elsevier, D. 10. 1016/j. joi. 2017. 08. 00.: Biblioshiny, (2017)
 11. Centre for Science and Technology Studies, L. U. (n.d.). VOSviewer. Retrieved October 20, 2018, <Http://www.vosviewer.com>, F.: VOSviewer.
 12. Tan, C., Cao, X., Wu, X.J., He, Q., Yang, J., Zhang, X., Chen, J., Zhao, W., Han, S., Nam, G.H., Sindoro, M., Zhang, H.: Recent Advances in Ultrathin Two-Dimensional Nanomaterials. *Chem. Rev.* 117, 6225–6331 (2017). <https://doi.org/10.1021/acs.chemrev.6b00558>
 13. Zhang, H.: Ultrathin Two-Dimensional Nanomaterials. *ACS Nano.* 9, 9451–9469 (2015). <https://doi.org/10.1021/acsnano.5b05040>
 14. Bhattarai, L.N.: Graphene: A Peculiar Allotrope Of Carbon. *Himal. Phys.* 3, 87–88 (2013). <https://doi.org/10.3126/hj.v3i0.7314>
 15. Geim, C.K., Novoselov, K.S.: The rise of graphene. *Nat. Mater.* 6, 183–191

(2007). <https://doi.org/10.1007/978-3-319-70329-9>

16. Estructura del Grafeno - Nuevas Tecnologías y Materiales, <https://nuevatecnologiasymateriales.com/algunas-de-las-principales-nano-particulas-y-sus-propiedades/estructura-del-grafeno/>
17. Li, D., Kaner, R.B.: Materials science: Graphene-based materials. *Science* (80-.). 320, 1170–1171 (2008). <https://doi.org/10.1126/science.1158180>
18. Ortega, I.: Posibilidad del grafeno en la arquitectura. 69 (2018)
19. H. W. Kroto, J. R. Heath, S. C. O'Brien, R.F.C.& R.E.S.: C60: Buckminsterfullerene. *Nature*. 318, Nature 162–163 (1985) (1985)
20. The five fullerenes investigated. a C 20 , b C 28 , c C 36 , | Download Scientific Diagram, https://www.researchgate.net/figure/The-five-fullerenes-investigated-a-C-20-b-C-28-c-C-36_fig1_276146482
21. Iijima, S.: Helical microtubules of graphitic carbon. *Nature*. 354, 56–58 (1991)
22. Aplicaciones de nanotubos de carbono – CienciAcierta, <http://www.cienciacierta.uadec.mx/2017/12/22/aplicaciones-de-nanotubos-de-carbono/>
23. Liu, M., Artyukhov, V.I., Lee, H., Xu, F., Yakobson, B.I.: Carbyne from first principles: Chain of c atoms, a nanorod or a nanorope. *ACS Nano*. 7, 10075–10082 (2013). <https://doi.org/10.1021/nn404177r>

24. Shi, L., Rohringer, P., Suenaga, K., Niimi, Y., Kotakoski, J., Meyer, J.C., Peterlik, H., Wanko, M., Cahangirov, S., Rubio, A., Lapin, Z.J., Novotny, L., Ayala, P., Pichler, T.: Confined linear carbon chains as a route to bulk carbyne. *Nat. Mater.* 15, 634–639 (2016). <https://doi.org/10.1038/nmat4617>
25. Confined linear carbon chains as a route to bulk carbene – CFM – Materials Physics Center, <https://cfm.ehu.es/es/highlights/confined-linear-carbon-chains-route-bulk-carbine/>
26. Graphyne Could Be Better Than Graphene | Science | AAAS, <https://www.sciencemag.org/news/2012/03/graphyne-could-be-better-graphene>
27. Malko, D., Neiss, C., Viñes, F., Görling, A.: Competition for graphene: Graphynes with direction-dependent dirac cones. *Phys. Rev. Lett.* 108, 1–4 (2012). <https://doi.org/10.1103/PhysRevLett.108.086804>
28. Compton, O.C., Nguyen, S.T.: Graphene oxide, highly reduced graphene oxide, and graphene: Versatile building blocks for carbon-based materials. *Small.* 6, 711–723 (2010). <https://doi.org/10.1002/sml.200901934>
29. Pankaj Kumar, N.D. and J.K.R.: *Synthesis and Characterization of Chemically Derived Graphene Oxide from Graphite*. Springer Singapore (2019)
30. Ishii, Y., Yang, D., Velamakanni, A., An, S.J., Stoller, M.: Synthesis and solid-state NMR structural characterization of ¹³C-labeled graphite oxide. *Science*

(80-.). 321, 1815–1818 (2008)

31. Vargas Astudillo, D.R.: Síntesis de óxido de grafeno reducido y aminado químicamente y su influencia en las propiedades eléctricas y mecánicas de nanocompuestos a base de caucho natural., (2016)
32. Tung, V.C., Allen, M.J., Yang, Y., Kaner, R.B.: High-throughput solution processing of large-scale graphene. *Nat. Nanotechnol.* 4, 25–29 (2009). <https://doi.org/10.1038/nnano.2008.329>
33. Ickecan, D., Zan, R., Nezir, S.: Vitamin C Is an Ideal Substitute for Hydrazine in the Reduction of Graphene Oxide Suspensions. *J. Phys. Conf. Ser.* 902, 6426–6432 (2017). <https://doi.org/10.1088/1742-6596/902/1/012027>
34. Castro-Beltrán, A., Sepúlveda-Guzmán, S., Cruz-Hernández, W.J.D. La, Cruz-Silva, R.: Obtención de grafeno mediante la reducción química del óxido de grafito. *XIV*, 34–42 (2011). <https://doi.org/10.1016/j.synthmet.2012.07.016>
35. Wang, X., Zhi, L., Mu, K.: Transparent, Conductive Graphene Electrodes for Dye-Sensitized Solar Cells. (2008)
36. Sokolov, D.A., Shepperd, K.R., Orlando, T.M.: Formation of graphene features from direct laser-induced reduction of graphite oxide. *J. Phys. Chem. Lett.* 1, 2633–2636 (2010). <https://doi.org/10.1021/jz100790y>
37. Ajayan, P.M., Schadler, L.S., Braun, P. V: *Nanocomposite Science and Technology.* (2003)

38. Ji, L., Meduri, P., Agubra, V., Xiao, X., Alcoutlabi, M.: Graphene-Based Nanocomposites for Energy Storage. *Adv. Energy Mater.* 6, 7–16 (2016). <https://doi.org/10.1002/aenm.201502159>
39. Acad, U., Acad, U., Qu, C.: Síntesis y caracterización de óxidos mixtos Ir-Sn-Sb-O para su aplicación como ánodo en electrolizadores de agua tipo PEM”. Univ. Autónoma Zacatecas “Francisco García Salinas.” (2015)
40. Reyes, I.E.A.R.: Caracterización estructural y cristalográfica del carbonato de Litio por microscopia electronica y difracción de rayos X. (2013)
41. Stobinski, L., Lesiak, B., Malolepszy, A., Mazurkiewicz, M., Mierzwa, B., Zemek, J., Jiricek, P., Bieloshapka, I.: Graphene oxide and reduced graphene oxide studied by the XRD, TEM and electron spectroscopy methods. *J. Electron Spectros. Relat. Phenomena.* 195, 145–154 (2014). <https://doi.org/10.1016/j.elspec.2014.07.003>
42. ALBELLA, J.M.; CINTAS, A.M.; MIRANDA, T.; SERRATOSA, J.M.: Introducción a la ciencia de materiales. C.S.I.C.,. (1993)
43. Wartewig, S., Schorn, C., Bigler, P.: IR and Raman Spectroscopy. (2003)
44. Diseño y preparación de un prototipo de detector de infrarrojos para cromatografía HPLC. 1–85
45. Escorcía, T.A.: El análisis bibliométrico como herramienta para el seguimiento de publicaciones científicas, tesis y trabajos de grado [tesis]. Pontificia

Universidad Javeriana. Director. 1–61 (2008)

46. Camps D: Limitaciones de los indicadores bibliométricos en la evaluación de la actividad científica biomédica. *Colomb. Med.* 39, 74–79 (2008)
47. Jiang, M., Qi, Y., Liu, H., Chen, Y.: The Role of Nanomaterials and Nanotechnologies in Wastewater Treatment: a Bibliometric Analysis. *Nanoscale Res. Lett.* 13, (2018). <https://doi.org/10.1186/s11671-018-2649-4>
48. Internacional, R.: Creatividad con Open Data, aproximación desde análisis bibliométrico. Caso: Inst. Nac. Estadística y Geogr. (2018)
49. Zhu, Y., Murali, S., Cai, W., Li, X., Suk, J.W., Potts, J.R., Ruoff, R.S.: Graphene and graphene oxide: Synthesis, properties, and applications. *Adv. Mater.* 22, 3906–3924 (2010). <https://doi.org/10.1002/adma.201001068>
50. Stankovich, S., Dikin, D.A., Piner, R.D., Kohlhaas, K.A., Kleinhammes, A., Jia, Y., Wu, Y., Nguyen, S.B.T., Ruoff, R.S.: Synthesis of graphene-based nanosheets via chemical reduction of exfoliated graphite oxide. *Carbon N. Y.* 45, 1558–1565 (2007). <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2007.02.034>
51. Dreyer, D.R., Park, S., Bielawski, C.W., Ruoff, R.S.: The chemistry of graphene oxide. *Chem. Soc. Rev.* 39, 228–240 (2010). <https://doi.org/10.1039/b917103g>
52. Allen, J.M., Vincent, T.C., Richard, K.B.: Honeycomb carbon: A Review of Graphene What is graphene? *Chem. Rev.* 110, 132–145 (2010)

53. Guoxiu, W., Juan, Y., Jinsoo, P., Xinglong, G., Bei, W., Hao, L., Jane, Y.: Facile synthesis and characterization of graphene nanosheets. *J. Phys. Chem. C.* 112, 8192–8195 (2008). <https://doi.org/10.1021/jp710931h>
54. Li, X., Wang, X., Zhang, L., Lee, S., Dai, H.: Chemically derived, ultrasmooth graphene nanoribbon semiconductors. *Science* (80-.). 319, 1229–1232 (2008). <https://doi.org/10.1126/science.1150878>
55. Becerril, H.A., Mao, J., Liu, Z., Stoltenberg, R.M., Bao, Z., Chen, Y.: Evaluation of solution-processed reduced graphene oxide films as transparent conductors. *ACS Nano.* 2, 463–470 (2008). <https://doi.org/10.1021/nn700375n>
56. Marcano, D.C., Kosynkin, D. V., Berlin, J.M., Sinitskii, A., Sun, Z., Slesarev, A., Alemany, L.B., Lu, W., Tour, J.M.: Improved synthesis of graphene oxide. *ACS Nano.* 4, 4806–4814 (2010). <https://doi.org/10.1021/nn1006368>
57. Wu, Z.S., Ren, W., Gao, L., Liu, B., Jiang, C., Cheng, H.M.: Synthesis of high-quality graphene with a pre-determined number of layers. *Carbon N. Y.* 47, 493–499 (2009). <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2008.10.031>
58. Dimiev, A.M., Tour, J.M.: Mechanism of graphene oxide formation. *ACS Nano.* 8, 3060–3068 (2014). <https://doi.org/10.1021/nn500606a>
59. Sorokina, N.E., Khaskov, M.A., Avdeev, V. V., Nikol'skaya, I. V.: Reaction of graphite with sulfuric acid in the presence of KMnO₄. *Russ. J. Gen. Chem.* 75,

- 162–168 (2005). <https://doi.org/10.1007/s11176-005-0191-4>
60. Higginbotham, A.L., Kosynkin, D. V, Sinitskii, A., Sun, Z., Tour, J.M.: Lower-Defect Graphene Oxide Nanotubes. *ACS Nano*. 4, 2059 (2010)
61. Ickecan, D., Zan, R., Nezir, S.: Eco-Friendly Synthesis and Characterization of Reduced Graphene Oxide. *J. Phys. Conf. Ser.* 902, (2017). <https://doi.org/10.1088/1742-6596/902/1/012027>
62. Liao, H., Tang, M., Luo, L., Li, C., Chiclana, F., Zeng, X.J.: A bibliometric analysis and visualization of medical big data research. *Sustain.* 10, 1–18 (2018). <https://doi.org/10.3390/su10010166>
63. Liang, T.P., Liu, Y.H.: Research Landscape of Business Intelligence and Big Data analytics: A bibliometrics study. *Expert Syst. Appl.* 111, 2–10 (2018). <https://doi.org/10.1016/j.eswa.2018.05.018>
64. Tyagi, C., Kulriya, P.K., Ojha, S., Avasthi, D.K., Tripathi, A.: Investigation of graphene oxide-hydrogen interaction using in-situ X-ray diffraction studies. *Int. J. Hydrogen Energy.* 43, 13339–13347 (2018). <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2018.05.078>
65. Botas, C., Álvarez, P., Blanco, C., Santamaría, R., Granda, M., Gutiérrez, M.D., Rodríguez-Reinoso, F., Menéndez, R.: Critical temperatures in the synthesis of graphene-like materials by thermal exfoliation-reduction of graphite oxide. *Carbon N. Y.* 52, 476–485 (2013).

<https://doi.org/10.1016/j.carbon.2012.09.059>

66. Chen, W., Zhu, Z., Li, S., Chen, C., Yan, L.: Efficient preparation of highly hydrogenated graphene and its application as a high-performance anode material for lithium ion batteries. *Nanoscale*. 4, 2124–2129 (2012). <https://doi.org/10.1039/c2nr00034b>
67. Zhang, Y., Ma, H.L., Cao, K., Wang, L., Zeng, X., Zhang, X., He, L., Liu, P., Wang, Z., Zhai, M.: Gamma irradiation-induced preparation of Graphene-Ni nanocomposites with efficient electromagneticwave absorption. *Materials (Basel)*. 11, (2018). <https://doi.org/10.3390/ma11112145>
68. Search, H., Journals, C., Contact, A., Iopscience, M., Address, I.P., Wang, A.M., Manuscript, T.A., Publishing, I.O.P., Manuscript, A., Manuscript, A., By-nc-nd, C.C., Manuscript, A.: The synthesis of 3D graphene/Au composites via γ -ray irradiation and their use for catalytic reduction of 4-nitrophenol. (2020)
69. Bo, Z., Shuai, X., Mao, S., Yang, H., Qian, J., Chen, J., Yan, J., Cen, K.: Green preparation of reduced graphene oxide for sensing and energy storage applications. *Sci. Rep.* 4, 1–8 (2014). <https://doi.org/10.1038/srep04684>
70. Yuan, S., Wang, S., Li, L., Zhu, Y.H., Zhang, X.B., Yan, J.M.: Integrating 3D Flower-Like Hierarchical $\text{Cu}_2\text{NiSnS}_4$ with Reduced Graphene Oxide as Advanced Anode Materials for Na-Ion Batteries. *ACS Appl. Mater. Interfaces*. 8, 9178–9184 (2016). <https://doi.org/10.1021/acsami.6b01725>

71. Jia, H., Dirican, M., Chen, C., Zhu, J., Zhu, P., Yan, C., Li, Y., Dong, X., Guo, J., Zhang, X.: Reduced Graphene Oxide-Incorporated SnSb@CNF Composites as Anodes for High-Performance Sodium-Ion Batteries. *ACS Appl. Mater. Interfaces.* 10, 9696–9703 (2018).
<https://doi.org/10.1021/acsami.7b18921>

72. Hao, Y., Wang, C.: Free-standing reduced graphene oxide/carbon nanotube paper for flexible sodium-ion battery applications. *Molecules.* 25, (2020).
<https://doi.org/10.3390/molecules25041014>