



El Saber de mis Hijos
hará mi Grandeza

UNIVERSIDAD DE SONORA
División de Ciencias Exactas y Naturales
Departamento de Física

**Obtención de grafeno a partir de grafito mineral y su
caracterización mediante espectroscopia Raman**

Tesis

Que para obtener el Título de:

Licenciado en Física

Presenta:

Jesús Roldán González Martínez

Director:

Dr. Rogelio Gámez Corrales

Hermsillo, Sonora

Diciembre, 2013

Universidad de Sonora

Repositorio Institucional UNISON



"El saber de mis hijos
hará mi grandeza"



Excepto si se señala otra cosa, la licencia del ítem se describe como openAccess

Con todo mi cariño y mi amor para las personas que hicieron todo en la vida para que yo
pudiera lograr mis sueños.

Papá y Mamá

Agradecimientos

A mi director de tesis el Dr. Rogelio Gámez Corrales y mi co-directora Ana Bertha López Oyama, por la orientación y ayuda para la realización de este trabajo de tesis, por su apoyo que me permitió aprender mucho más que lo estudiado en este proyecto de tesis.

A todos mis profesores en la licenciatura que me enseñaron la profesión y brindaron consejos cuando los necesitaba.

A mis tíos Fermín y Hortensia por haberme apoyado con su cariño y consejos durante estos años.

A mis amigos Profe, Bobby, Carlos, Clark, Nadia, Bianca, Yuliana, Carrillo, Richi, Julia por compartir conmigo momentos inolvidables. Su apoyo incondicional y todo su cariño.

A toda mi familia por siempre darme Su apoyo incondicional y todo su cariño.

TABLA DE CONTENIDOS

CAPITULO	Página
CONTENIDO	
LISTA DE FIGURAS.....	<i>ii</i>
LISTA DE TABLAS.....	<i>iii</i>
CAPÍTULO 1	
INTRODUCCIÓN.....	2
CAPÍTULO 2	
Marco Teórico.....	7
2.1 Carbono.....	7
2.1.1 Hibridaciones.....	8
2.2 Estructura de los materiales grafíticos.....	10
2.3 Grafito.....	13
2.4 Grafeno.....	15
2.4.1 Propiedades y aplicaciones del grafeno.....	16
2.4.2 Metodos de obtención.....	18
2.5 Espectroscopia Raman.....	20
2.5.1 Dispersión Raman.....	22
2.5.2 Espectroscopia Raman del grafito.....	24
2.5.2.1 Banda G.....	25
2.5.2.2 Banda D.....	26
2.5.2.3 Banda 2D.....	28
CAPÍTULO 3	
Desarrollo Experimental.....	29
3.1 Materiales.....	29
3.2 Metodología.....	30
3.3 Obtención de los espectros de Raman.....	31
CAPÍTULO 4	
Resultados y Discusiones.....	33
4.1 Resultados.....	33
4.2 Análisis.....	37
CAPÍTULO 5	
Conclusiones.....	44
BIBLIOGRAFÍA.....	45

LISTA DE FIGURAS

FIGURA	Página
2.1 Estructura atómica del átomo de carbono en su estado base.....	8
2.2 Hibridaciones del átomo de carbono.....	10
2.3 Formas de apilamiento de las capas de grafito.....	12
2.4 Grafito natural y estructura laminar del grafito.....	14
2.5 Grafeno monocapa.....	15
2.6 Representación de los niveles energéticos y vibracionales.....	24
2.7 Espectro Raman del grafito natural.....	25
2.8 Proceso de formación de la banda G.....	26
2.9 Proceso de formación de la banda D.....	27
2.10 Proceso de formación de la banda 2D.....	28
3.1 Área de localización de las minas de donde se obtuvieron las muestras del grafito....	30
3.2 Muestra de grafito tomada de la mina de San José de Moradillas.....	30
3.3 Espectroscopio microRaman.....	31
4.1 Comparación del espectro Raman a) Grafito, b) Grafeno.....	34
4.2 Espectro Raman de la mina Tuquisón.....	35
4.3 Espectro Raman de la mina Mr. Kellogs.....	36
4.4 Espectro Raman de la mina San José de Moradillas.....	36
4.5 Espectro Raman de la mina El porvenir.....	37
4.6 Espectro Raman del grafito primer y segundo orden.....	38
4.7 Espectro Raman del grafeno primer y segundo orden.....	39
4.8 Espectros microRaman de Deconvolucion de las bandas de la mina Tuquisón.....	40
4.9 Fotos tomadas con el microscopio óptico a las muestras de las distintas minas.....	43

LISTA DE TABLAS

TABLA	Página
2.4.1 Métodos de síntesis de grafenos.....	19
4.1 Valor de intensidades y posición Raman de las bandas G y2D.....	41

CAPITULO 1

INTRODUCCIÓN

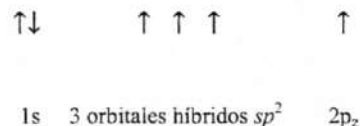
El carbono es el elemento más abundante en la corteza terrestre, forma parte de organismos vivos e inanimados debido a que presenta una gran facilidad para unirse a otros átomos, de su misma especie o bien otros elementos diferentes a él, debido a la configuración electrónica que presenta. Un átomo de carbono libre cuenta con 6 electrones, distribuidos como sigue: $1s^2 2s^2 2p^2$, lo anterior, es lo que se conoce como configuración electrónica del carbono. Donde los números representan el nivel energético y las letras los subniveles así como los electrones que corresponden a cada uno de ellos (representados como superíndices) siendo los electrones de valencia, ósea, aquellos que se encuentran en el último nivel energético y que se encuentran disponibles para formar enlaces con otros átomos. Para formar enlaces covalentes, uno de los electrones presentes en el subnivel s es promovido al subnivel $2p$, dando como resultado la formación de orbitales híbridos.

Forma parte de los organismos vivos, como el esqueleto carbonado de proteínas, carbohidratos, fosfolípidos, vitaminas, entre otros; además, en términos de materia inorgánica, el carbono es un elemento de suma importancia ya que forma estructuras diversas, entre las cuales se encuentra el diamante, el grafito, los nanotubos de carbono y el grafeno. Estos últimos, se forman debido a que el carbono tiene la facilidad de unirse a

elementos de su misma especie química formando lo que se conoce como estructuras alotrópicas del carbono, lo cual significa que presentan distinta estructura pero con los átomos enlazados de distinta manera, lo cual resulta en propiedades distintas.

La estructura del grafito está formada por capas planas de átomos de carbono, los cuales presentan una hibridación de tipo sp^2 , formando redes hexagonales, donde cada átomo de carbono se localiza en el centro de un triángulo equilátero y que a su vez se encuentra unido a otros tres átomos de carbono. Estos enlaces son C-C de tipo sigma (σ) entre un orbital sp^2 del carbono vecino a una distancia de 0.142 nm.

En el grafito, uno de los electrones del subnivel p se traslapa con dos electrones del subnivel $2s$ para dar lugar a la formación de tres orbitales sp^2 en un ángulo de 120° . El orbital sp^2 forma un enlace sigma muy fuerte entre los átomos de carbono, mientras que el orbital p o también llamado orbital pi , forma enlaces de tipo covalente. El traslape de los orbitales pi entre los átomos adyacentes en un plano provee la red de electrones enlazados los cuales le confieren al grafito su alta conductividad eléctrica. Debido a que los átomos de carbono que forman parte de la red hexagonal presentan una hibridación de tipo sp^2 , significa que cada uno de ellos tiene un orbital p sin hibridizar [1, 2], el cual está disponible para recibir un electrón desapareado, quedando la configuración electrónica de un carbono sp^2 , como sigue:



El orbital p , es perpendicular al plano hexagonal y se superpone lateralmente con los 3 orbitales $2p$ de los átomos de los carbonos vecinos. Cuando las redes hexagonales se apilan una sobre otra, los enlaces que las unen son débiles con una distancia entre capas de 0.35 nm. Debido a esta particularidad, el grafito es un material exfoliable, lo cual significa que al separar las láminas apiladas, se pueda escribir; al frotar sobre el papel estas capas se van desprendiendo plasmando la imagen que vamos dibujando.

El grafito está formado por capas de carbono, conocidas como grafeno, unidas covalentemente y a su vez estas capas unidas mediante fuerzas de van der Waals como resultado de un orbital π deslocalizado.

La exfoliación del grafito es un proceso en el cual, el grafito se expande, resultando en un material con una baja densidad, el cual puede ser utilizado en extinguidores de fuego, electrodos, aislante térmico. El grafito es un material que es buen conductor eléctrico y térmico, lo cual le permite ser utilizado en electrodos electro-químicos; como resultado de su anisotropía, las capas que forman al grafito se pueden deslizar una con respecto a la otra, lo cual le confiere la propiedad de lubricante. Además puede ser utilizado en reacciones químicas como intercalador de compuestos (en las capas de grafeno) lo cual puede ser utilizado como un potenciador de las propiedades de conducción eléctrica [3].

En este trabajo mostramos la importancia de obtener materiales nanométricos a partir de grafito amorfo, ya que este es campo continuo que a últimas fechas ha atraído gran atención en el campo de la investigación científica. Los estudios más recientes se han enfocado en el estudio de estructuras de carbono, su síntesis y preparación. El desarrollo de caracterizaciones cada vez más sensibles y la introducción de técnicas computacionales más

poderosas han permitido avanzar en el estudio de estos nuevos materiales [2]. El interés de estudio de nanoestructuras basadas en el carbono se debe a las excepcionales propiedades que presenta gracias a sus propiedades de estructura electrónica, caracterizada por un sistema pi-electrón extendido [1].

Aunque el grafito y los materiales relacionados a él han sido ampliamente a lo largo de la historia, para diversas aplicaciones, en las últimas décadas se han descubierto nuevos materiales basados en el carbono, como son los nanotubos, fullerenos y grafeno [1].

El grafeno está constituido por una capa de átomos de carbono y actualmente es considerado el más interesante de los nanomateriales. Ha sido sujeto de estudio de la comunidad científica desde su descubrimiento hace menos de una década.

Descubrimiento que le mereció el Premio Nobel en Física en el año 2010 a Andre Geim y Kostya Novoselov en la Universidad de Manchester. El grafeno constituye una combinación de propiedades excepcionales lo cual lo hace un punto de inicio para las nuevas tecnologías en un amplio rango de campos de acción. Este material es una distribución en dos dimensiones constituida de átomos de carbono ordenados en una red hexagonal. El estudio del grafeno se remonta hacia el año 1859. Sin embargo, no fue sino hasta el año 2004, cuando mediante una técnica simple y efectiva permitió que se lograra llegar a la producción de capas aisladas de grafeno. El método de la “Cinta Scotch” o también conocido como “clivado micromecánico” se convirtió en la manera simple y efectiva de obtener el material y continuar con ello en la investigación basada en grafeno.

Este material es promisorio para aplicaciones electrónicas en materiales compuestos, atributos que le han permitido convertirse en uno de los materiales que han atraído la

atención de científicos alrededor del mundo. Este material es el primero con una estructura 2D nunca antes conocido; es el más delgado; el más resistente; eléctrica y térmicamente conductor; es muy elástico e impermeable a cualquier molécula.

CAPITULO 2

MARCO TEÓRICO

2.1 Carbono

El carbono es el elemento químico con número atómico 6 y está representado en la tabla periódica con la letra C. En la figura 2.1, se encuentra representado esquemáticamente, se puede observar el número de electrones y su distribución en los niveles energéticos. Es uno de los elementos más abundantes en la tierra como en el universo [4] y gracias a sus propiedades puede formar enlaces con otros átomos de carbono o con otros elementos químicos, razón por la cual este elemento es considerado uno de los más importantes en el desarrollo de la vida debido a que forma parte del esqueleto de biomoléculas, por ejemplo, proteínas, carbohidratos, ácidos nucleicos entre otros [5].

Sin embargo, la importancia del carbono como esqueleto de estructuras no se restringe a las moléculas orgánicas, sino que también lo podemos encontrar formando parte de estructuras inorgánicas, como el grafito o el carbón mineral. Estos últimos son estructuras que, desde su descubrimiento, han sido sujetas a estudios y análisis y la incorporación de nuevas técnicas y metodologías para poder estudiarlas.

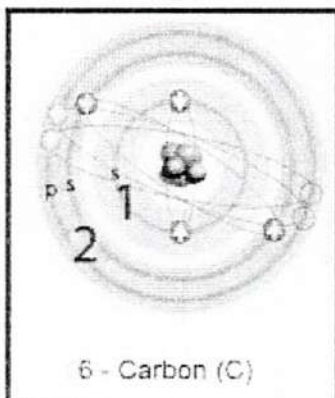


Figura 2.1.- Estructura atómica del átomo de carbono en su estado base.

2.1.1. Hibridaciones

Una de las características del carbono es que presenta una gran facilidad para formar enlaces químicos, con elementos de su misma naturaleza o diferente. Lo anterior se debe a que presenta una configuración electrónica como sigue: $1s^2 2s^2 2p^2$ cuando el átomo de carbono está en su estado basal. En teoría, solo dos electrones que se encuentran en el nivel $2p$ pueden formar enlaces, por lo que el carbono sería divalente. Pero debido a que la diferencia de energía entre los orbitales $2s$ y $2p$ es muy pequeña, son posibles distintos tipos de hibridación cuando se producen interacciones con otros átomos. El proceso de hibridación resulta cuando uno de los electrones del orbital $2s$ resulta promocionado al orbital $2p$, de tal manera que el átomo de carbono se encuentra en un estado excitado previo a la hibridación. Finalmente, se produce una mezcla de orbitales puros en un estado excitado formando orbitales híbridos equivalentes. Los tipos de hibridación posibles

dependen de la cantidad de orbitales que intervengan en el proceso de mezcla, en los que los orbitales híbridos poseen orientaciones espaciales bien definidas, dando lugar a fuertes enlaces covalentes [6].

En la hibridación sp^3 , se forman cuatro orbitales híbridos orientados en el espacio formando un tetraedro, con un ángulo de 109.5° , lo cual hace que la repulsión sea minimizada. Esta última, es la hibridación de la estructura del diamante el cual es un polimorfo metaestable de carbono a temperatura ambiente y presión atmosférica, entre sus propiedades se encuentran su alta dureza, la muy baja conductividad eléctrica y su alta conductividad térmica.

A la segunda hibridación se le conoce como sp^2 , y están involucrados tres orbitales híbridos, los tres electrones se encuentran formando un plano a un ángulo de 120° entre sí, este es el origen de la estructura en forma de panal de abeja característica de los materiales grafiticos. El electrón p deslocalizado que se mantiene sin hibridar ocupa un orbital perpendicular al plano formado por los orbitales híbridos y se halla disponible para la formación de un enlace con otros átomos. Esta hibridación da lugar a la forma alotrópica más estable del carbono, el grafito [7], que es utilizado para la producción de lápices y también como electrodo en los procesos de electrolisis, debido a la característica de ser inerte que este material presenta.

Por otra parte, en la hibridación sp se forman dos orbitales híbridos con un ángulo de 180° entre ellos, dando como resultado moléculas lineales, formando los hidrocarburos.

Con todo lo anterior, en la figura 2.2 se pueden observar los distintos tipos de hibridaciones que presenta el carbono así como los ángulos que forman.

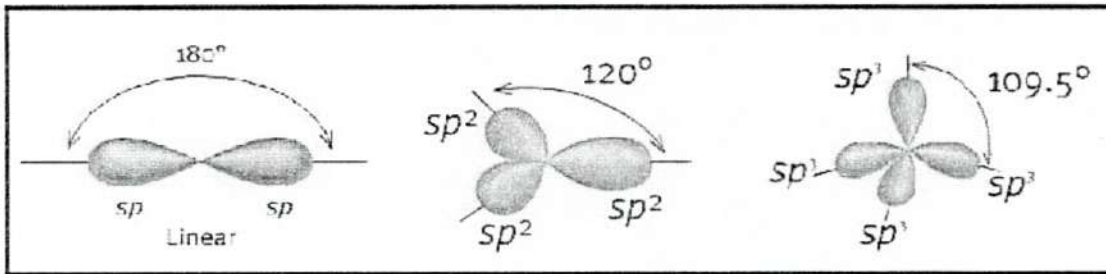


Figura 2.2.-Hibridaciones del átomo de carbono.

2.2 Estructura de los materiales grafíticos.

Como se ha mencionado anteriormente, en la hibridación sp^2 se halla el origen de los materiales grafíticos. Cuando se produce esta hibridación, cada átomo se une a otros tres mediante enlaces covalentes. Estos enlaces forman una red hexagonal plana de átomos de carbono, con distancias entre vecinos aproximadamente de 1.42 \AA . el orbital p no hibridado se superpone con sus tres átomos no vecinos formándose una banda de orbitales ocupados π conocida como *banda de valencia*, así como una banda de orbitales vacía conocida como π^* , denominada *banda de conducción*.

Las propiedades eléctricas de estos materiales están determinadas en su mayoría por los electrones π deslocalizados, los cuales poseen una gran movilidad en las direcciones paralelas al plano, las interacciones en esta dirección son muy débiles. A esta red hexagonal de átomos de carbono se le llama grafeno, la cual es la base de los materiales grafíticos, se le conoce como grafeno. Mediante el apilamiento de dos capas se obtiene el grafeno bicapa a una separación entre capas de 3.4 \AA . Las características del grafeno bicapa son diferentes,

debido a la interacción de las bandas π y π^* . En el apilamiento de dos capas la mayoría de las veces no coinciden en las mismas posiciones, es decir una de las capas se encuentra desplazada o rotada con respecto a la otra, de tal manera que bajo el centro de cada uno de los hexágonos del grafeno superior se encuentra un átomo de carbono del inferior, y lo mismo sería para una tercera capa de grafeno, existen tres maneras distintas en que se pueden acomodar:

Apilamiento AAA. Este ordenamiento se caracteriza debido a que los hexágonos de átomos de carbono de la capa superior de grafeno coinciden con los átomos de la capa intermedia e inferior. Dando por consecuencia que las propiedades del grafito sean similares a las de una monocapa de átomos de carbono [8].

Apilamiento de Bernal. Es uno de los apilamientos más comunes o estándares que presenta el grafito, este apilamiento es comúnmente conocido como apilamiento de Bernal, o ABAB, en donde $a = b = 2.456 \text{ \AA}$ y $c = 6.74 \text{ \AA}$. Presenta una red de Bravais hexagonal. En esta geometría, las capas de grafeno se encuentran desplazadas, por lo que cada segundo átomo de carbono de la monocapa de átomos se encuentra encima del o en el centro del hexágono de la otra capa [3, 8]. Como se observa en la figura 2.3.

Apilamiento de ABC. Este arreglo cristalino se caracteriza por que los átomos de carbono que conforman a los hexágonos de las monocapas se encuentran desplazados respecto a las dos capas superiores inmediatas, formando una estructura romboédrica[8]. Como se observa en la figura 2.3.

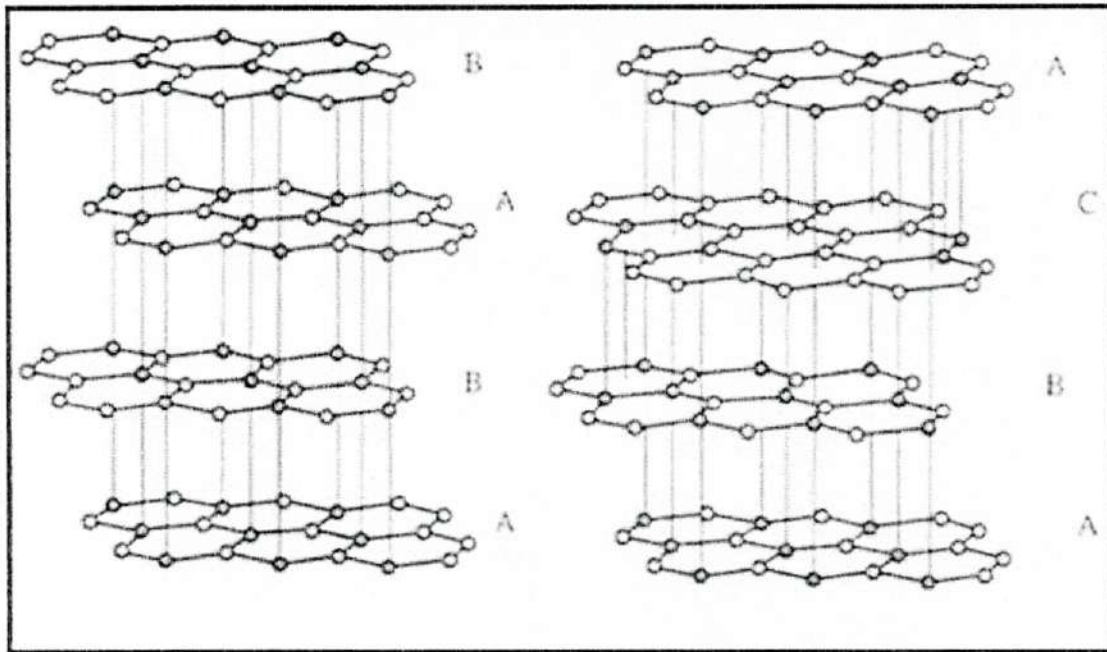


Figura 2.3.- Formas de apilamiento de las capas de grafito.

Las propiedades de las estructuras cristalinas dependen en gran medida al número de capas, por lo cual se pueden distinguir tres distintos tipos de materiales bidimensionales con diferentes propiedades: 1) grafeno monocapa; 2) grafeno bicapa y 3) grafeno multicapa. En el grafeno monocapa, la estructura electrónica presenta bandas lineales y ausencia de un gap entre banda de valencia y conducción; en el grafeno bicapa, las bandas son lineales y puede existir la apertura del gap mediante la aplicación de un campo eléctrico externo. A partir de diez capas apiladas de grafeno empezamos hablar de grafito, es decir una estructura cristalina tridimensional compuesto por un apilamiento ordenado de planos de grafenos con una distancia interplanar de 3.42 \AA .

2.3. Grafito

En el año de 1564, se descubrió la primera mina de grafito natural, desconocido hasta ese momento, desde entonces se inició la explotación del mineral, debido a que presentaba un color gris parecido al del plomo y al igual que este dejaba marcas cuando se pasaba por una superficie, se le denominó plumbagina, en el año 1789, Abraham Gottlob Werner le dio el nombre de grafito el cual proviene del griego “γραφειν”, que significa “*dibujar o escribir*”, razón por la cual durante siglos ha sido utilizado en lápices. En el año 1855 fue identificado como una de las formas alotrópicas del carbono.

El grafito natural es un material suave, de color gris a negro, su peso específico es de 2.23 (unidades), tiene una dureza de 1-2, cristaliza en el sistema hexagonal, es estable y químicamente inerte a temperatura normal, es inodoro, no tóxico, también es resistente al calor y es excelente conductor de calor y electricidad. Se encuentra en la naturaleza en pequeños cristales hexagonales en forma de agregados compactados, escamosos, terrosos y esféricos (Figura 2.4 (a)). Se encuentra formado por capas de anillos bencénicos en tres dimensiones, que interactúan por enlaces covalentes, mientras que la interacción entre capa y capa, es de tipo van der Waals, la cual es extremadamente débil, siendo esta propiedad (de los enlaces), la responsable de que pueda escribirse con un lápiz.

Debido a la estructura laminar del grafito y, a que entre las láminas de grafenos que forman el grafito, existe una débil interacción, posee un alto grado de anisotropía, por lo que algunas de sus propiedades varían considerablemente dependiendo del plano en el que estas son medidas.

El grafito natural contiene numerosas impurezas e imperfecciones, debido a esto aunque es muy abundante no es de alta calidad, para ciertas aplicaciones en donde se necesitaba un grafito de mayor cristalinidad, fue necesaria la producción de grafito sintético, el cual fue preparado por primera vez a principios del siglo XX, este es un material constituido por carbón grafítico, lo que contribuyó notablemente a ampliar el campo de aplicaciones del grafito ya que es empleado como lubricante, electrodos de baterías y para fabricación de aceros.

Entre las propiedades metálicas se tiene que el grafito es: térmico y buen conductor de electricidad [9]; las propiedades no metálicas lo caracterizan como un material; inerte, con alta resistencia térmica y lubricante [10]. La combinación de lubricante y alta estabilidad térmica permite al grafito ser utilizado en una amplia gama de aplicaciones, como refractario, baterías y celdas de energía. Estas propiedades lo convierten en un excelente material para aplicaciones a altas temperaturas.

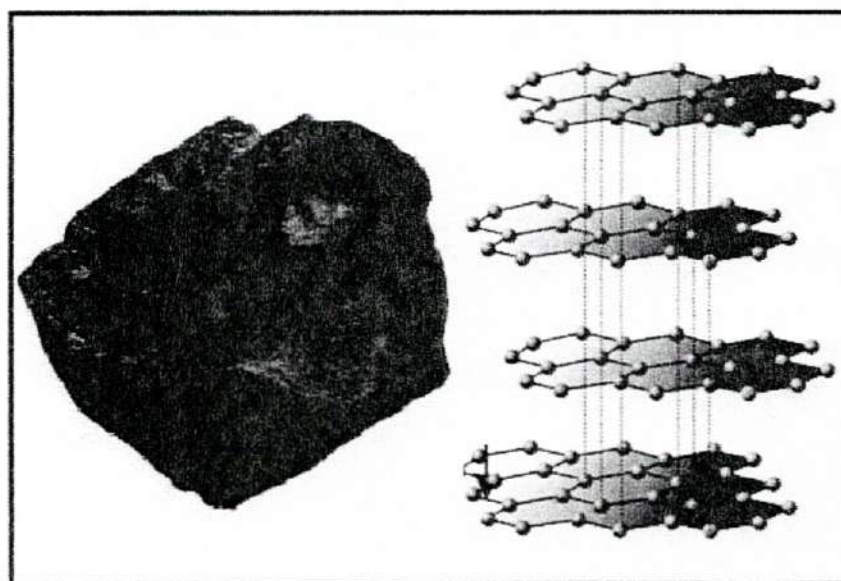


Figura 2.4.- Grafito natural y Estructura laminar del grafito

2.4. Grafeno

Con los recientes descubrimientos de nanomateriales como los fullerenos [11], nanotubos de carbón y recientemente del estudio del grafeno, se ha logrado retomar un nuevo brillo en la investigación científica del grafito. El grafeno es una lámina plana de átomos de carbono unidos mediante enlaces covalentes sp^2 (Figura 2.5), si se apilan varias de estas laminas se forma la estructura del grafito, con el grafeno también se pueden construir otras formas alotrópicas del carbono que son los nanotubos y los fullerenos.

El término grafeno se ha utilizado en las últimas décadas como una teoría para el estudio de diversos materiales grafiticos, permitiendo explicar algunas de las propiedades de estos materiales, pero no se pensaba que se pudiera obtener aisladamente. Sin embargo, en el año 2004, se obtuvo e identificó una lámina de grafeno por un grupo de científicos del Instituto de Materia Condensada de la Universidad de Mánchester, Inglaterra, encabezado por A. K. Geim y K. S. Novoselov. Ellos emplearon el método de exfoliación micromecánica, para obtener grafeno de una pieza de grafito sintético de alta cristalinidad. Por este descubrimiento les fue otorgado el Premio Nobel de Física en el año 2010.

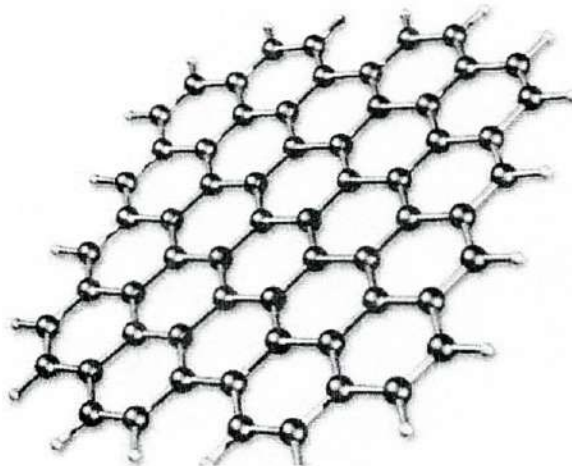


Figura 2.5,- Grafeno monocapa.

2.4.1 Propiedades y aplicaciones del grafeno

Caracterizar un material, es definir sus propiedades con respecto a parámetros físico-químicos, de éstos la dimensionalidad, la conductividad eléctrica, la cualidad microscópica, la continuidad macroscópica, la resistividad y la estabilidad termodinámica son algunos de los más representativos, por tanto, para caracterizar el grafeno es necesario, precisamente, someterlo a un análisis riguroso determinando el grado en que estos parámetros se manifiestan.

Debido a sus propiedades, se considera al grafeno como un material excepcional tanto desde el punto de vista de la investigación en la física fundamental, como desde el punto de vista de sus aplicaciones prácticas. El grafeno es un caso especial de semimetal: posee un gap cero como los metales, con la peculiaridad de que la densidad de estados de fermi es nula, como lo son los semiconductores [11, 12]. Por eso se le considera al grafeno como un conductor de banda prohibida nula. Además, su estructura de electrónica de bandas, presenta una dispersión lineal respecto al momento para bajas energías, semejante a la proporcionada la ecuación de Dirac para fermiones de masa nula. Esto convierte al grafeno monocapa en un sistema bidimensional de fermiones de Dirac para fermiones de masa nula, algo de una importancia crucial a la hora de comprender sus inusuales propiedades electrónicas, como el efecto Hall cuántico anómalo.

Los electrones, en su movimiento a través del potencial periódico de la red cristalina del grafeno, pierden su masa efectiva como consecuencia de la simetría hexagonal del cristal. De esta manera, los portadores de carga en el grafeno son cuasipartículas que se mueven a una velocidad constante 10^6 m/s, y cuyo comportamiento está regido por la ecuación relativista de Dirac y no por la ecuación de Schrödinger.

Los electrones del grafeno poseen una gran movilidad intrínseca y se encuentran en una concentración muy elevada (10^{12}cm^{-2}) esto implica que la resistividad a temperatura ambiente es de tan solo $10^{-8}\ \Omega\cdot\text{m}$, valor que es menor al de la plata, material con menor resistividad conocido. La movilidad tan elevada que presentan los electrones del grafeno, supera la de los actuales transistores de silicio. Debido a estas propiedades electrónicas, se está trabajando en la implementación de grafeno en transistores de efecto de campo con una velocidad de campo muy elevada, así como transistores en los que el flujo de electrones es muy pequeño y es controlado.

Sus propiedades ópticas también hacen creer que el grafeno tendrá futuro en un gran número de aplicaciones ya que su transmitancia óptica es muy elevada (alrededor del 97%) e independiente de la longitud de onda, sin embargo esto impide la observación visual [13] directa mediante microscopia óptica de láminas de grafeno, por lo que para su identificación se necesita uso de un efecto de interferencia cuando se encuentran soportadas sobre sustratos Si/SiO₂ del grosor adecuado. Sin embargo gracias a esta propiedad y a su excelente conductividad eléctrica potencializan al grafeno como un candidato ideal para la fabricación de electrodos conductores transparentes, empleados por ejemplo en pantallas táctiles [14] y de cristal líquido [15], células fotovoltaicas orgánicas[15], entre otras.

El grafeno presenta además una gran transparencia a los haces de electrones, debido a su insignificante sección eficaz de dispersión electrónica. Esto lo convierte en soportes ideales en TEM, dado que resultan prácticamente transparentes para esta técnica. De esta manera resulta posible observar átomos individuales absorbidos.

2.4.2. Métodos de obtención.

Al igual que otros materiales, como los nanotubos o los fullerenos de carbono, el aprovechamiento del grafeno en situaciones prácticas ha sido escaso por las dificultades de su obtención así como su procesamiento en gran escala. Como se mencionó con anterioridad, la exfoliación de grafito permite obtener grafeno, mediante una técnica llamada “exfoliación micro mecánica”. Este método de síntesis de grafeno, es de los más importantes debido a que fue el primer método que se aplicó para obtener un sistema bidimensional, y gracias a esa síntesis ha sido posible concebir esta nueva física, que se suscita con este descubrimiento.

El método de exfoliación micro mecánico o también conocido como el método de la cinta Scotch, consiste en utilizar un trozo de cinta de celofán y aplicando presión sobre un trozo de grafito pirolítico de alta orientación (HOPG), para permitir que algunas de las capas de grafito se adhieren a la superficie con pegamento de la cinta y estas a su vez son transferidas sobre un sustrato de óxido de silicio (SiO_2) para ser observado utilizando un microscopio óptico. Con este sencillo procedimiento es posible obtener grafeno monocapa y de un buen tamaño aproximadamente (0.2 mm) y con una muy buena calidad estructural así como electrónica.

Actualmente existen en la literatura científica, diversas técnicas de síntesis para la obtención de grafeno (ver tabla 2.4.1). La primera técnica experimental para obtención de grafeno siendo utilizada por primera vez por R.P. Wallace en 1947 [24]. Donde determina, por medio de espectroscopia Raman la producción de materiales de 1, 2 y 3 capas de grafenos. Posteriormente, los laureados con el premio nobel de física en el año 2010, Geim y Novoselov [16], llevan a cabo un estudio de un sistema de 2 dimensiones (2D), es decir,

una hoja de átomos de carbono en estructura hexagonal y con un espesor de un solo átomo. A partir de esos primeros estudios llevados a cabo por Geim y Novoselov, se han desarrollado diversas técnicas experimentales de síntesis de grafenos. En gran parte debido a su relevancia en el ámbito de investigación fundamental, así como también en la mirada de una vasta gama de posibilidades en diversas aplicaciones en variadas áreas de la ciencia y desarrollo tecnológico. Algunas de los métodos de síntesis que aparecen, en la actualidad, en revistas científicas, se presentan de manera resumida en la tabla siguiente:

Tabla 2.4.1: Métodos de síntesis de grafenos

Protocolo de síntesis	Producción
Micromécanico	Baja
Desdoblamiento de nanotubos de carbono	Moderada
Exfoliación Química del Grafito	Moderada
Síntesis solvotérmica	Moderada
Síntesis Organica	Alta
Exfoliación del Grafito en Fase Líquida	Alta
Deposición Química de vapor (CVD)	Alta
Deposición Química de SiC	Alta
Reducción Química de Óxido de Grafeno	Alta
Microondas, Laser, Plasma, Sonoquímicas, Hidrotérmicas y Fototérmicas	Moderada
Método Electroquímico	Alta

2.5. Espectroscopia Raman

La espectroscopia Raman, se basa en el fenómeno conocido como el efecto Raman que fue descrito por el físico indio Chandrasekhara Venkata Raman en el año 1928, gracias a esta aportación para la física le fue otorgado el premio nobel de física en el año 1930. El efecto Raman es un fenómeno de dispersión de la luz inelástico que hace posible el estudio de rotaciones y vibraciones moleculares en los átomos, este efecto se describe más adelante [17].

La espectroscopia Raman está basa en la dispersión inelástica, o dispersión Raman, de la luz monocromática de una fuente, esta fuente por lo general es un láser en el rango visible, infrarrojo cercano, o ultravioleta cercano. La luz del láser interactúa con fonones u otras excitaciones en el sistema, por lo que la energía de los fotones láser al interactuar con la muestra se desplaza hacia arriba o hacia abajo [18].

Al medir en un espectroscopio Raman, la muestra se ilumina con un rayo láser, la luz del punto iluminado se recoge con una lente y se envía a través de un monocromador, las longitudes de onda cercanas a la línea láser, las cuales son debidas a la dispersión elástica de Rayleigh, son filtradas, mientras que el resto de la luz recogida se dispersa en un detector. Anteriormente los espectrómetros Raman utilizaban rejillas de difracción holográfica y múltiples etapas de dispersión para lograr un alto grado de rechazo láser, también, los detectores de elección para las configuraciones de dispersión Raman eran los fotomultiplicadores, lo que daba lugar a largos tiempos de adquisición. Sin embargo, la instrumentación moderna en casi todo el mundo emplea filtros de muesca o borde para rechazar el láser, así como espectrógrafos y detectores CCD.

La espectroscopia Raman nos da información de cómo es la interacción entre los electrones y fonones en la muestra. Es una técnica no destructiva, es decir, que la muestra que es medida no es destruida o modificada al hacer las mediciones; el análisis de la muestra solo es con una profundidad de unos cuantos nanómetros, debido a esto se le considera una técnica de caracterización superficial.

La espectrometría Raman es una herramienta utilizada en física de la materia condensada para el estudio de los modos vibracionales, rotacionales y otros de baja frecuencia en un sistema, también la espectroscopia Raman se utiliza comúnmente en química, ya que gracias al estudio vibracional se obtiene información muy específica de los enlaces químicos de las moléculas, por lo tanto, provee de una huella dactilar de la molécula que puede ser identificada, por ejemplo en el caso particular de moléculas orgánicas, estas presentan la región de huella digital en el rango de 500-2000 cm^{-1} . Otra forma de uso de esta técnica es el estudio de cambios en las uniones químicas, por ejemplo cuando un sustrato se añade a una enzima.

En física del estado sólido, la espectrometría Raman espontánea se utiliza para, entre otras cosas, caracterizar los materiales, medir la temperatura, y encontrar la orientación cristalográfica de una muestra. Al igual que ocurre con moléculas individuales, un material sólido tiene modos de fonón característicos que pueden ayudar a identificarlo. Además, la espectrometría Raman se puede utilizar para observar otras excitaciones de baja frecuencia en los sólidos, como plasmones, magnones, y excitaciones de brecha en superconductores [18].

2.5.1 Dispersión Raman

El efecto Raman o la dispersión Raman, surge a partir de la interacción de un haz de luz incidente con los electrones de una molécula iluminada de la muestra. En la dispersión Raman la energía del haz de luz incidente no es suficiente para excitar a la molécula y enviarla a un nivel electrónico de mayor energía, debido a esto, el resultado de la dispersión Raman es cambiar el estado vibracional en el que se encuentra la molécula y enviarla a uno de mayor o menor energía vibracional.

Al hacer incidir un haz de luz de frecuencia ν_0 sobre la muestra, la mayor parte de la luz dispersada presenta la misma frecuencia que la luz incidente, pero una pequeña parte de esta luz presenta un cambio de frecuencia, este cambio de frecuencia es el resultado de la interacción de la luz con la materia. La luz dispersada que mantiene la misma frecuencia ν_0 que la del haz incidente se conoce como dispersión Rayleigh, esta no aporta ninguna información sobre la composición de la muestra analizada. La luz dispersada que presenta frecuencias distintas a la del haz incidente es la que proporciona información sobre la composición molecular de la muestra y es la que se conoce como dispersión Raman.

Las variaciones de frecuencia observadas en el fenómeno de dispersión Raman, son equivalentes a variaciones de energía, debido a que todos los iones y átomos enlazados en la molécula, están sometidos a constantes movimientos vibracionales y rotacionales. A cada uno de los movimientos vibracionales y rotacionales le corresponderá un valor determinado de la energía molecular ya que estos movimientos se realizan a frecuencias bien determinadas en función de la masa y del comportamiento dinámico de las partículas.

Cuando se hace incidir luz con una energía $h\nu_0$ a la muestra y esta es mucho mayor a la diferencia de energía entre dos niveles vibracionales o rotacionales de la molécula, choca con ella y la mayor parte de la luz la atraviesa, pero una pequeña parte es dispersada (del orden de 1 fotón dispersado por cada 10^{11} incidentes). Esta dispersión se interpreta como que el fotón incidente lleva a la molécula a un nivel de energía vibracional o rotacional superior no permitido momentáneamente, y rápidamente lo abandona para pasar a uno de los niveles de energía permitido, al pasar a este nivel emite un fotón, la frecuencia del fotón liberado dependerá de la diferencia de energía entre el estado en el que se encontraba la molécula y el nuevo estado energético.

Cuando el resultado de la interacción fotón-molécula es un fotón dispersado a la misma frecuencia que el fotón incidente se dice que el choque es elástico y la molécula vuelve al mismo nivel energético, este tipo de interacción da lugar a la dispersión Rayleigh.

Cuando el resultado de la interacción es un fotón dispersado a una frecuencia distinta a la del haz incidente se dice que el choque es inelástico y pueden darse los siguientes casos:

1. Si el fotón dispersado tiene una frecuencia menor a la del incidente se produce una transferencia de energía del fotón a la molécula que hace que al pasar de un estado de energía no permitido vuelva a un estado de energía mayor al que tenía inicialmente, en este caso el fotón es dispersado con una frecuencia $\nu_0 - \nu_r$, en este caso la dispersión es llamada dispersión Raman Stokes.
2. Si el fotón dispersado tiene una frecuencia mayor a la del incidente se produce una transferencia de energía de la molécula al fotón, esto es que la molécula

inicialmente se encontraba en un estado vibracional mayor de energía al de su estado fundamental y después del choque pasa a su estado de energía fundamental, en este caso el fotón dispersado tiene una frecuencia de $\nu_0 + \nu_r$, en este caso se llevó a cabo una dispersión Raman anti-Stokes.

A temperatura ambiente según la ley de distribución de Maxwell-Boltzman, el 99 % se encuentra en el estado vibracional de menor energía, por lo tanto, la probabilidad de que ocurra la dispersión Raman Stokes es mucho mayor que la de dispersión de Raman anti-Stokes, debido a esto la dispersión Raman Stokes es 100 veces mayor a la dispersión Raman anti-Stokes.

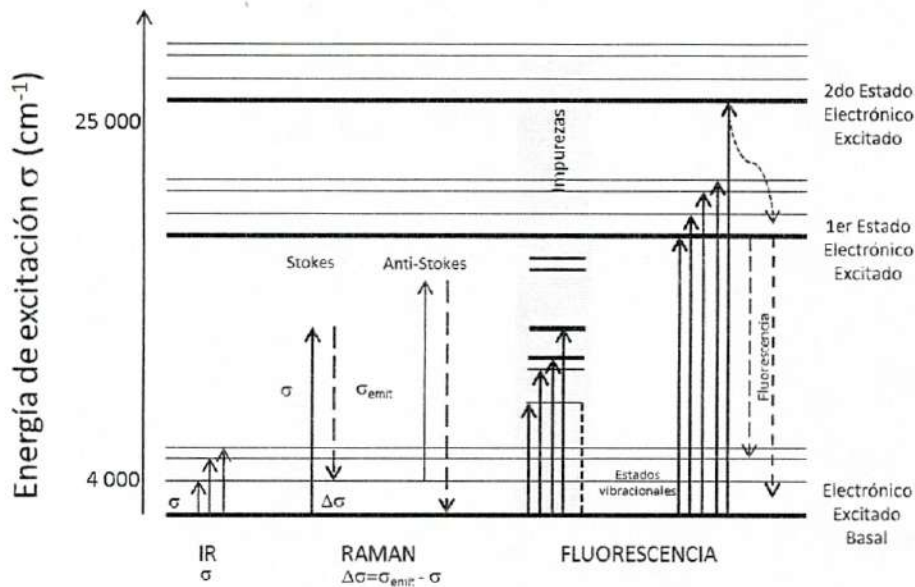


Figura 2.5.- Representación de los niveles energéticos y vibracionales para (a) dispersión Rayleigh, (b) dispersión Raman Stokes y Anti-Stokes

2.5.2 Espectroscopia Raman del grafito.

El espectro Raman del grafito está caracterizado por distintas bandas que aparecen y varían de intensidad debido al grado de cristalinidad en el que se encuentra la muestra estudiada, estas bandas también dependen del láser incidente. El espectro Raman del grafito se divide en dos regiones: la primera es llamada región de primer orden y corresponde a un rango de frecuencia localizado entre 100 cm^{-1} a 1800 cm^{-1} en donde se encuentra algunas bandas de gran importancia. La región de segundo orden corresponde a frecuencias localizadas entre 2000 a 4000 cm^{-1} y en ella también aparecen bandas de importancia [19]. Ambas regiones serán descritas a detalle en los capítulos siguientes..

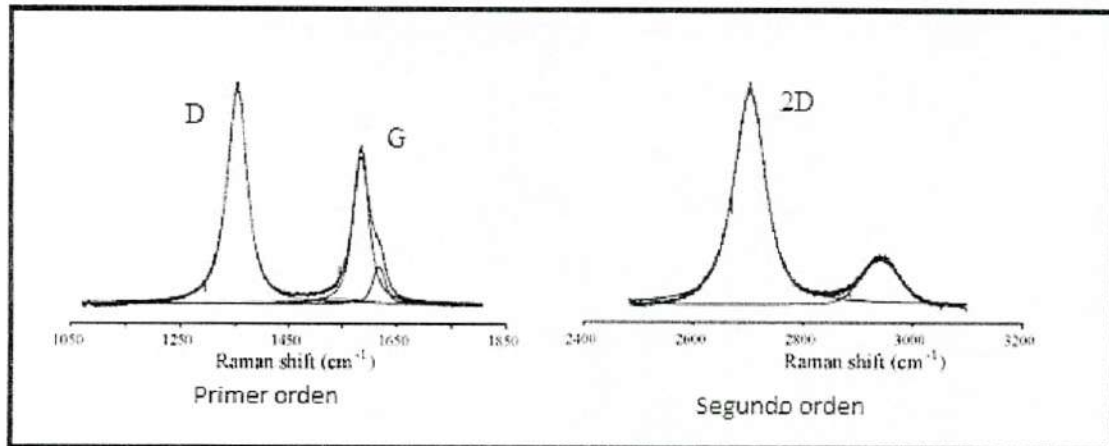


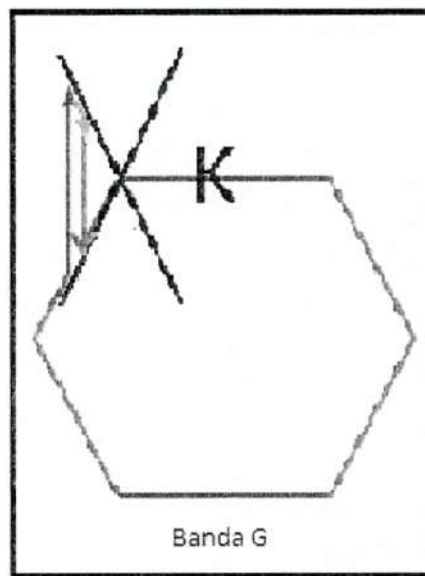
Figura 2.6.- Espectro Raman del grafito natural

2.5.1 Banda G

Esta banda aparece en la región de primer orden a una frecuencia de 1580 cm^{-1} esta banda es característica de todos los materiales grafiticos gracias a ello lleva el nombre de “banda G” esta banda nos dice el grado de cristalinidad que tienen las muestras mientras más intensa y

delgada sea la muestra es más cristalina. El proceso de formación de esta banda es el siguiente:

- 1) Creación de un par electrón-hueco.
- 2) Dispersión inelástica de un fonón de centro de zona (emisión de un fonón).
- 3) Recombinación de par electrón-hueco.



2.8 Proceso de formación de la banda G

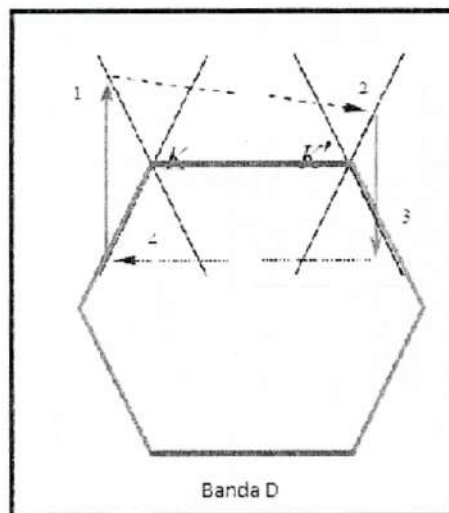
2.5.2 Banda D

Esta banda aparece en la región de primer orden del espectro del grafito a 1350cm^{-1} , es una banda a la que se le atribuyen los defectos del material como lo son la pérdida de simetría, el tamaño finito de los materiales o impurezas que halla en la muestra. En el caso del grafito altamente cristalino esta banda no aparece o su intensidad es muy baja.

Además de la banda que se encuentra en 1350 cm^{-1} aparecen otras dos bandas en 1500 cm^{-1} y 1620 cm^{-1} llamadas banda D3 y banda D2, respectivamente. Son bandas atribuidas a defectos en el material. La banda D2 aparece como un hombro de la banda G, la banda D3 aparece muy ancha en materiales mal ordenados y se atribuye a los defectos fuera del plano aromático.

La banda D o banda D1 se origina en el efecto de doble resonancia y es de la siguiente forma:

- 1) Creación de un par electrón-hueco.
- 2) Dispersión inelástica con un fotón.
- 3) Dispersión elástica con un defecto.
- 4) Recombinación electrón- hueco.

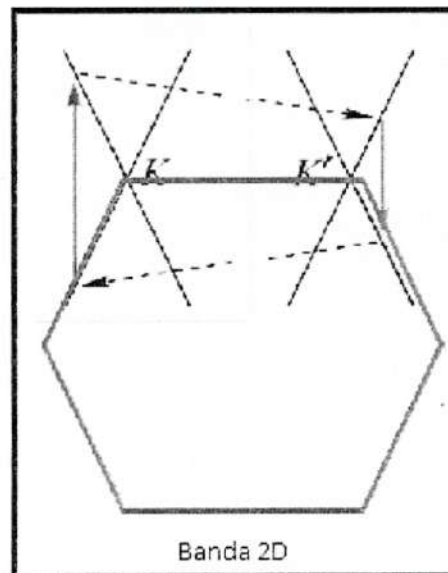


2.9 Proceso de formación de la banda D

2.5.3 Banda 2D

Esta banda aparece en el segundo orden a 2700cm^{-1} esta banda se considera como un sobre tono de la banda D1, a esta banda le aparece un “hombro” de menor tamaño dirigido hacia desplazamientos menores de onda, que corresponden a un material carbonoso altamente cristalino. Cuando se presenta esta banda de gran intensidad con este “hombro” y existe ausencia de la banda D se puede considerar que el material no contiene defectos y es altamente cristalino. Esta banda se presenta con un defecto de doble resonancia y se lleva a cabo de la sig. forma:

- 1) Creación de un par electrón- hueco
- 2) Dispersión inelástica con un fotón de borde de zona q
- 3) Dispersión inelástica con un fotón de borde de zona $-q$
- 4) Recombinación electrón-hueco



2.10 Proceso de formación de la banda 2D

CAPITULO 3

DESARROLLO EXPERIMENTAL

En este capítulo se describirán los materiales y metodología empelada en este trabajo de tesis.

3.1.- Materiales

Las muestras utilizadas en este trabajo fueron tomadas de algunas minas de grafito ubicadas en la región central-este del estado de Sonora, a unos 72 Km de la ciudad de Hermosillo, en región en la cual existe un distrito minero.

Las minas el porvenir, Mr. Kellogs, Tuquisón San José de Moradillas localizadas en la región, sirvieron como fuente de materia prima. La figura 3.1 muestra la localización geográfica de las minas antes mencionadas [20]

Las muestras fueron utilizadas sin un proceso de purificación posterior. Para elegir las muestras, se separaron a mano de los demás materiales,. Se utilizó la técnica de exfoliación micro mecánica para la obtención de los grafenos multicapa y con ello empezar las mediciones. En la figura 3.2, se puede observar el grafito natural utilizado.

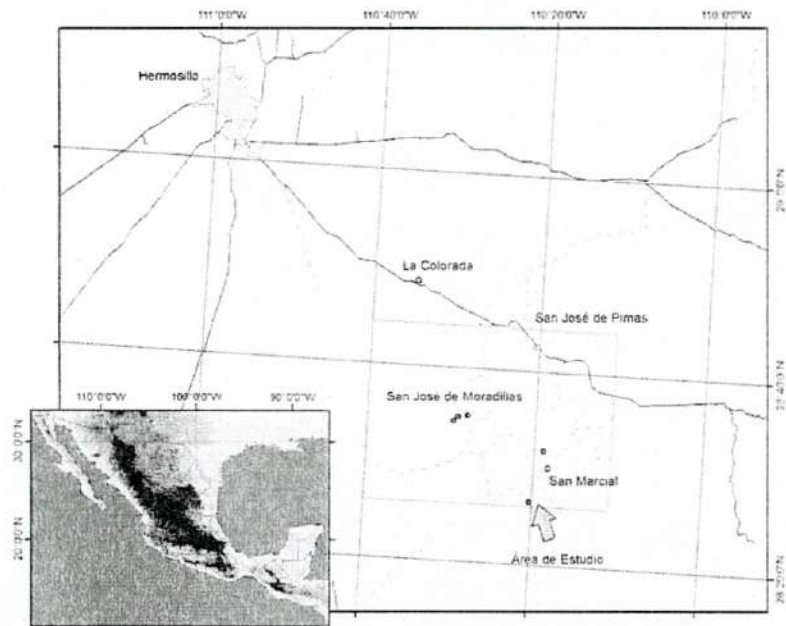


Figura 3.1.- Área de localización de las minas de donde se obtuvieron las muestras de grafito

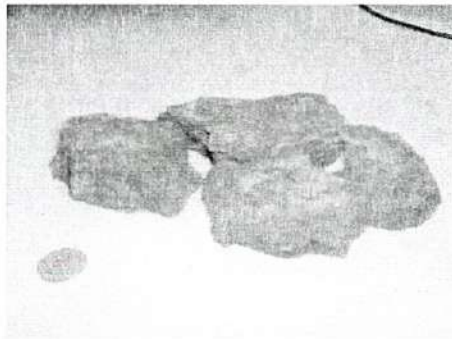


Figura 3.2.- Muestra de grafito tomada de la mina de San José de Moradillas

3.2. Metodología

Para la obtención de los espectros Raman se utilizó un Espectrómetro MicroRaman Horiba Jobin Yvon (Figura 3.7), con una fuente de excitación láser y un detector de 1024 píxeles

con un CCD de alta sensibilidad, montados en un microscopio Olympus BX41TF con resolución espacial $<1\mu\text{m}$. El instrumento analítico se encuentra montado en el laboratorio de espectroscopia microRAMAN del Departamento de Física, DCEN, de la Universidad de Sonora.

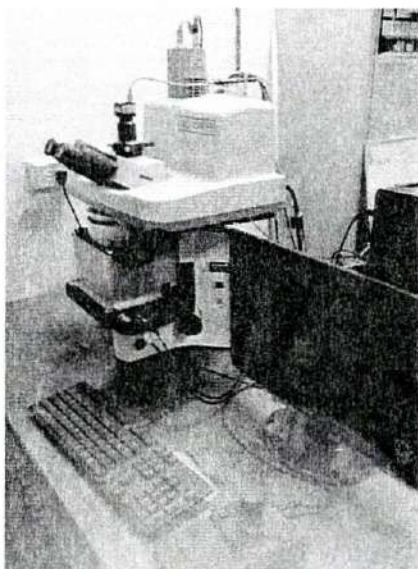


Figura 3.7.- Espectroscopio MicroRaman

3.3. Obtención de los espectros de Raman

La obtención de los espectros se llevó a cabo empleando un láser de Argón con rango de excitación de 532 nanómetros, con una resolución espectral de $1.8\text{ cm}^{-1}/\text{pixel}$. El control de incrementos de laser (filtro) fue de 100%, un agujero de 300 nanómetros y un split de 100 utilizando el objetivo de 40x. Los espectros fueron generados y analizados con el

software LabSpec 5 (con el cual opera el espectrómetro). Después los datos fueron exportados a archivos de texto; Se editaron las gráficas y se realizaron los ajustes necesarios utilizando el software Sigmaplot 11.0.

CAPÍTULO 4

RESULTADOS Y DISCUSIONES

4.1 Resultados

En este capítulo se presentan algunos de los resultados más ilustrativos del estudio experimental, que se desarrolló en este trabajo de tesis, sobre la obtención de grafenos a partir de grafito mineral, utilizando el método de microclivado que fue utilizado originalmente por Geim et al. [16]. Cabe señalar que los grafitos minerales que se utilizaron en este trabajo de tesis fueron recolectadas en la región central este del estado de Sonora [20, 21].

Los estudios experimentales mostrados en este capítulo fueron realizados utilizando las técnicas de microscopía óptica y de espectroscopia microRaman. Esta última nos muestra los modos normales de vibración de los átomos de carbono que se encuentran presentes en los materiales grafitosos, para identificar las bandas características del espectro Raman del grafeno. Los resultados presentados en este capítulo son de las muestras obtenidas de las minas: San José de Moradilla, Tuquisón, el Porvenir y Mr. Kellogs.

La técnica experimental de espectroscopia Raman se caracteriza por ser una técnica muy confiable y fácil de utilizar en el estudio de materiales y nanomateriales, así como ser no invasiva. En el caso particular del estudio y caracterización de materiales carbonosos, tales como grafeno, grafito, nanotubos y fullerenos, permitiendo identificar de una manera

rápida las diferentes alotropías, así como también la determinación de una manera rápida y no destructiva su característica estructural y electrónica [7].

Como podemos ver en la figura 4.1. La intensidad de la banda G es menor en el espectro del grafeno que en el espectro del grafito. La banda D en el espectro del grafeno que es la banda de defectos en la estructura desaparece casi por completo. La mayor diferencia entre los dos espectros es la banda 2D la cual es mucho más intensa en el espectro del grafeno que en el del grafito.

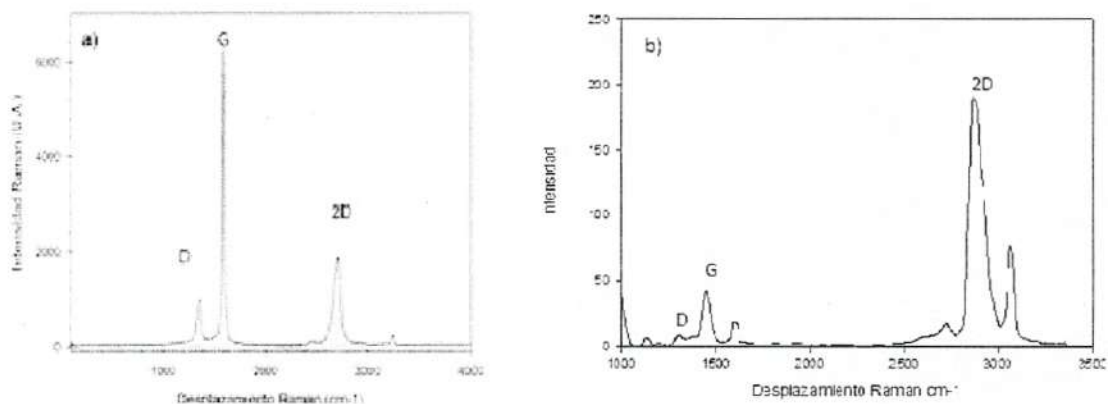


Figura 4.1. Comparación del espectro Raman a) Grafito [20, 21], b) Grafeno

Las muestras que se analizaran en este trabajo presentan un espectro Raman característico de grafenos multicapa y utilizando imágenes de microscopio óptico se complementa para análisis correspondiente.

En la figura 4.2 se presenta el espectro Raman de la Mina San José de moradillas en la cual se observa que en el espectro Raman la banda 2D es aproximadamente cuatro veces

más intensa que la banda G, en la imagen de microscopía se pueden observar regiones de distintos colores que nos muestran diferencia en la estructura del material.

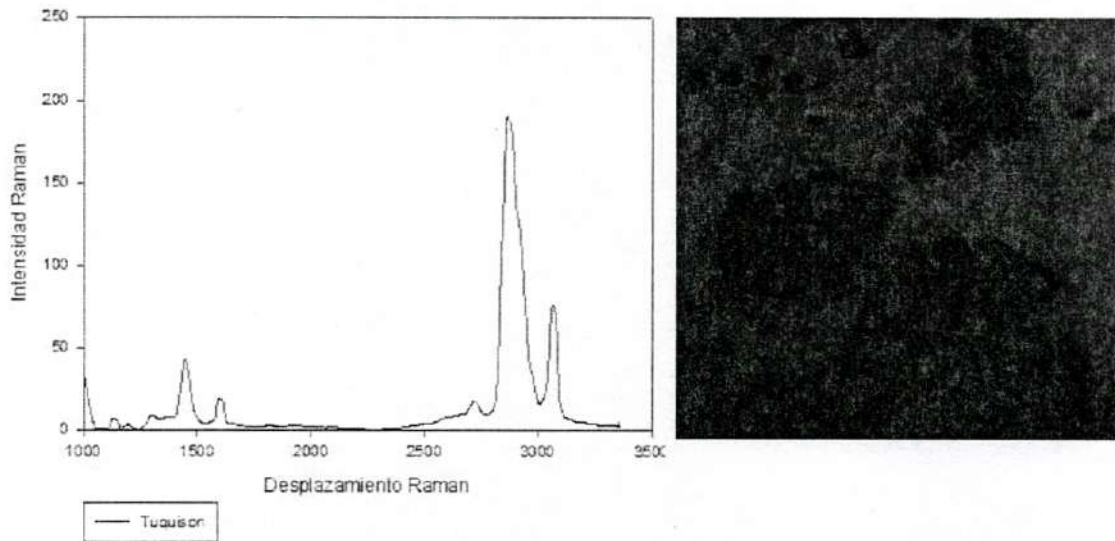


Figura 4.2. Espectro Raman de la mina Tuquison.

En las siguientes imágenes se muestran los espectros Raman y las imágenes de microscopio óptico de las muestras de las minas: Tuquison, Mr Kellogs y San José de moradillas, en las cuales se puede observar un comportamiento en el espectro Raman similar al descrito para la mina Tuquison, y en las fotografías se observan regiones de colores que tienden al azul las cuales se describirán más adelante.

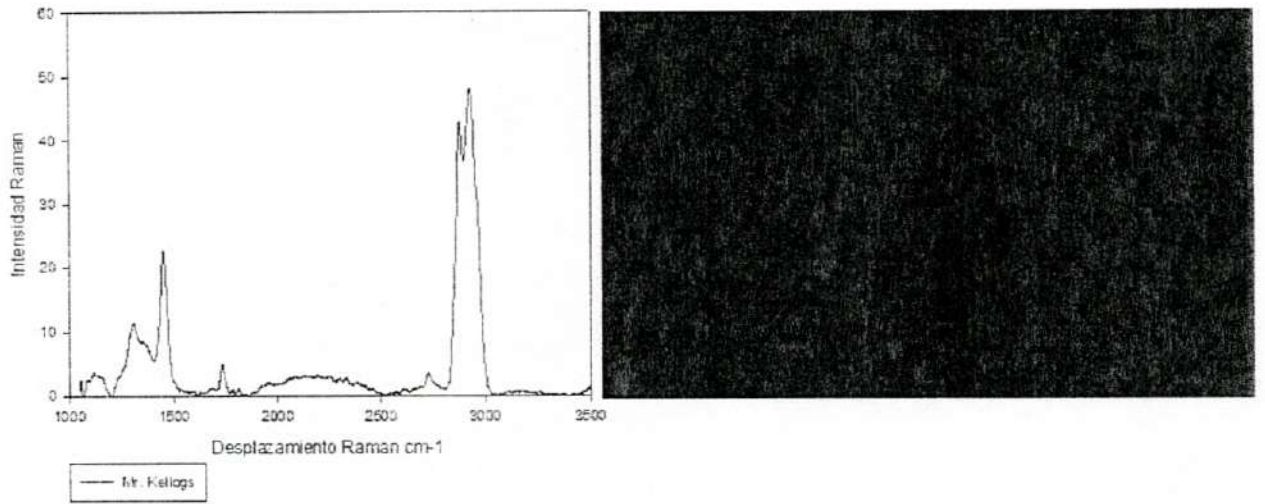


Figura 4.3 Espectro Raman de la mina Mr. Kellogs

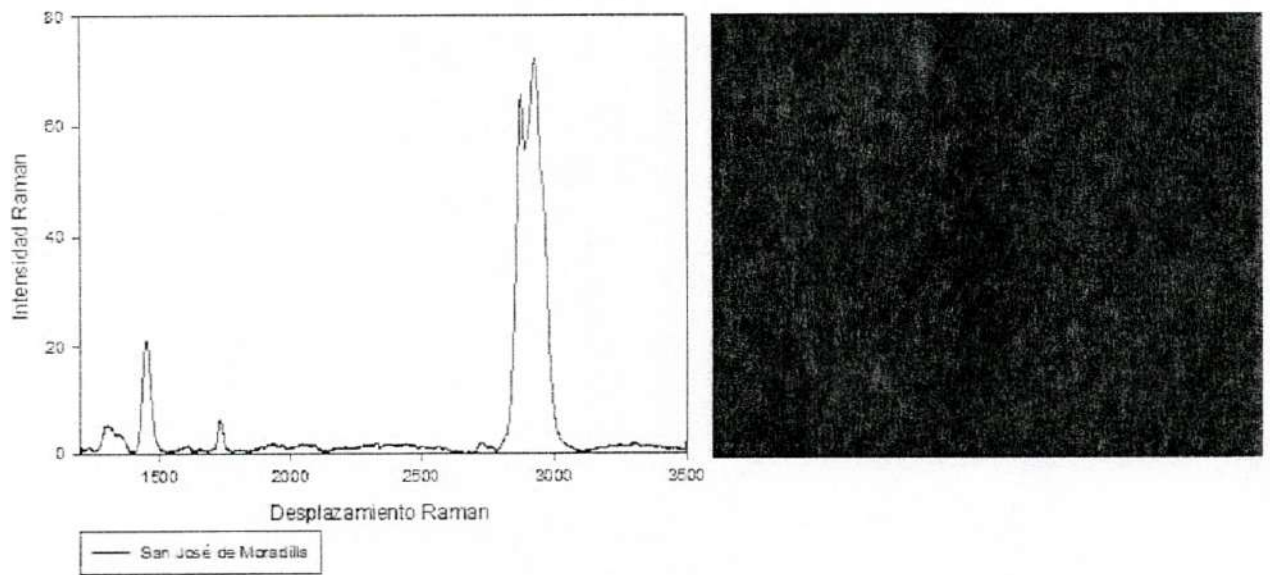


Figura 4.4. Espectro Raman de la mina San José de Moradillas.

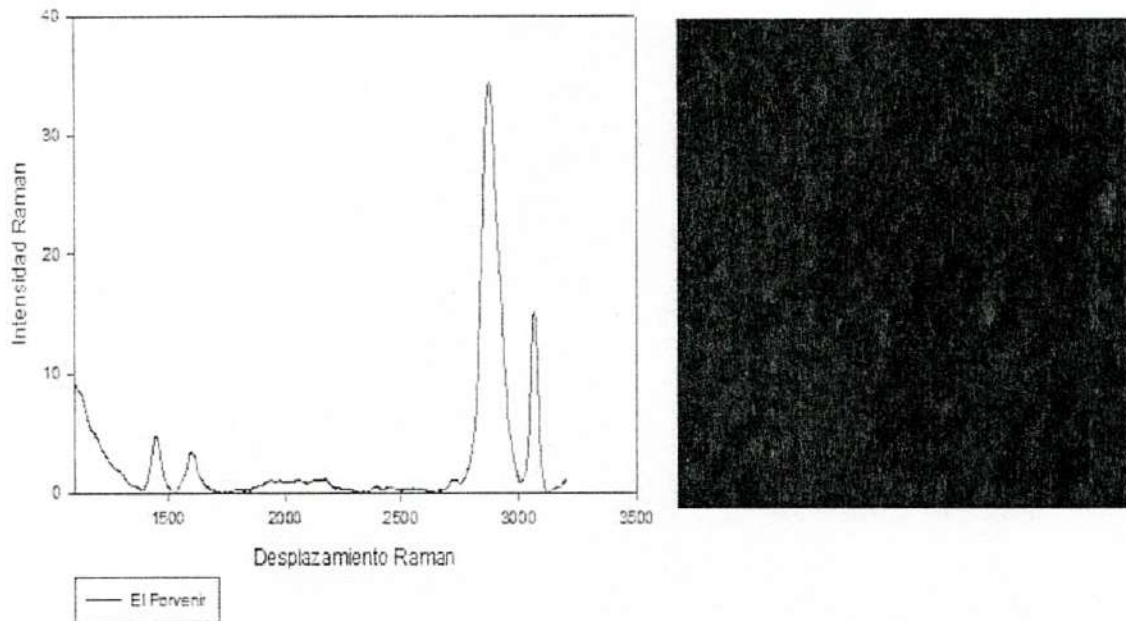


Figura 4.5. Espectro Raman de la mina El Porvenir.

4.2 Análisis

Las muestras de grafito que se utilizaron en este trabajo fueron anteriormente analizadas en las tesis “Evaluación de cristalinidad y grado de grafitización de los mantos de grafito central, utilizando espectroscopia microRaman” presentada por Juan Manuel Hernández Cazares y “Espectroscopia microRaman del grafito mineral presentada por Jesús Ramiro Aragón Guajardo [20, 21].

En estos trabajos anteriores se estudió el grado de cristalinidad del grafito mineral de algunas minas del estado Sonora, los resultados que se obtuvieron del grado de

cristalinidad de las minas fueron que la mina con mayor cristalinidad es la de San José de Moradillas y la mina El Cochi, le sigue en el grado de cristalinidad.

En la figura 4.6 se muestra el espectro Raman del grafito mineral de las minas dividido en primer y segundo orden, en donde se puede ver que en el primer orden las bandas característica son las bandas D y G, en el segundo orden se encuentra la banda 2D, aquí se observa la banda G es de mayor intensidad que la intensidad de la banda 2D.

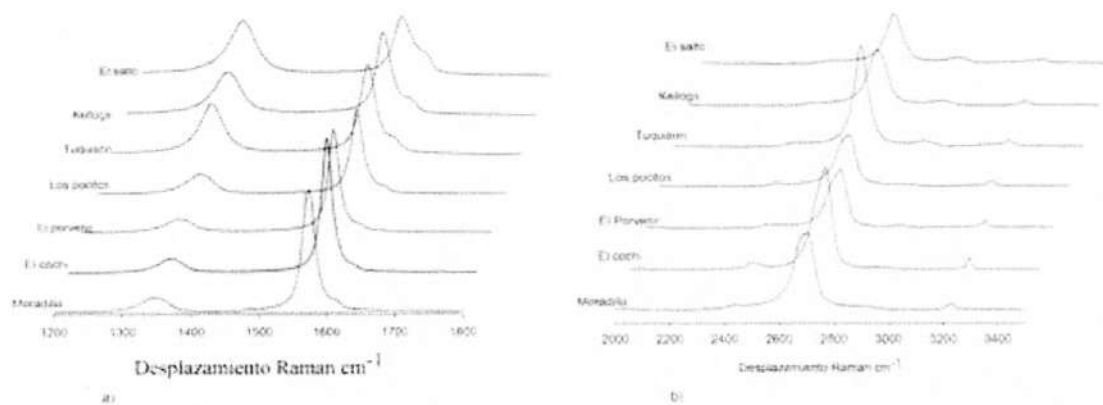


Figura 4.6 Espectro Raman del grafito primer y segundo orden

En este trabajo los espectros Raman del grafeno obtenido de las muestras de las minas: El porvenir, Mr. Kellogs, San José de Moradillas y Tuquisón, divididos de igual manera en primer y segundo orden, como se muestra en la figura 4.7.



Figura 4.7 Espectro Raman del grafeno primer y segundo orden

Podemos observar en la figura que en el segundo orden la banda 2D de la mina Tuquisón es la de mayor intensidad comparada con las bandas 2D de las minas Mr. Kellogs, San José de Moradillas y El porvenir respectivamente. En el primer orden la banda G de la mina Tuquisón es la más intensa. Se puede observar que a diferencia de la figura 4.6 en la figura 4.7 la intensidad de la banda 2D es mayor que la banda G (En el caso de la mina del Tuquisón la banda 2D es cuatro veces mayor que la banda G).

Para realizar los ajustes de las distintas bandas del espectro Raman de las muestras utilizadas en este trabajo se utilizó un ajuste del tipo gaussiano definido por la siguiente ecuación.

$$f(x) = a \cdot \exp\left(-0.5\left(\frac{x-x_0}{b}\right)^2\right)$$

Donde x_0 es el valor del vector de onda de la banda, b es la desviación estándar, a es amplitud o máxima intensidad. Con este ajuste permitió tener una mayor precisión en la

determinación de los valores de las bandas de espectroscopia Raman que se presentan en el espectro Raman de las muestras.

En la figura 4.3. Se muestra el ajuste tipo gaussiano hecho al espectro Raman de la mina Tuquisón. En donde las líneas amarillas son las líneas de deconvolución de la banda 2D y la línea roja es la suma de estas deconvoluciones, el ajuste de la banda G es la línea de color verde.

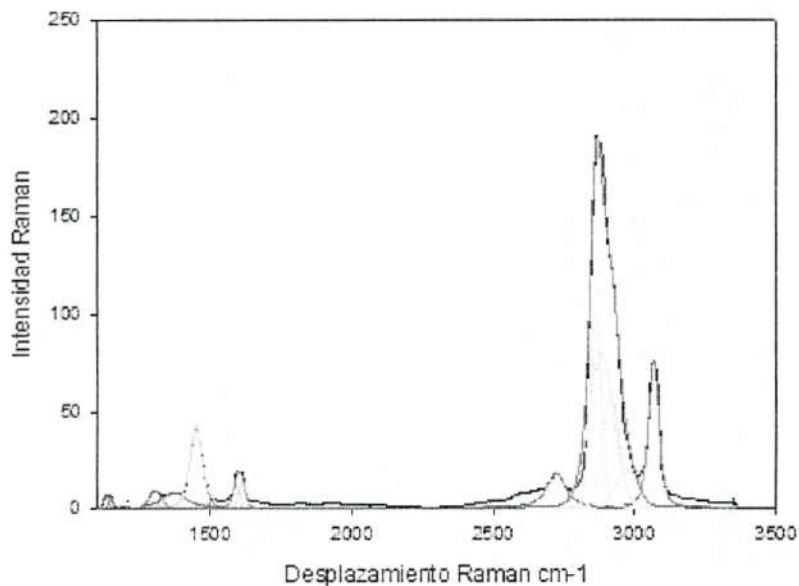


Figura 4.3. Espectros de micro Raman de Deconvolución de las bandas del espectro Raman de la banda Tuquisón.

En la tabla 4.1 se muestran los valores de las intensidades y posiciones Raman de la banda G y de la banda 2D del espectro Raman utilizadas en este trabajo.

Tabla 4.1.- Valores de las intensidades de las bandas G y 2D

Mina	Banda 2D		Banda G	
	Intensidad(a)	x0	Intensidad(a)	x0
San José de moradillas	87.77	2927	37	1448
San José de moradillas	63	2927	42	1447
San José de moradillas	228	2877	112	1444
El porvenir	18	2875	4.5	1448
El porvenir	34.3	2875	4.8	1444
Mr. Kellogs	47	2921	22.3	1443
Mr. Kellogs	44.5	2936	16	1451
Tuquisón	190	2862	42	1446
Tuquisón	132	2880	43	1443
Tuquisón	137	2875	57	1446

Los valores teóricos de la posición Raman de la Banda G y banda 2D son 1580cm^{-1} y 2700cm^{-1} . Con los valores de la tabla 4.1 podemos ver que en todas las mediciones existe un desfase de la banda G hacia la izquierda y en la banda 2D presenta un desfase hacia la derecha. Según la teoría con el desfase de la banda G se pueden calcular el número de capas utilizando la sig. Ecuación.

$$\omega_G = 1581.6 + 11/(1 + n^{1.6})$$

En donde ω_G es el desplazamiento de la máxima intensidad en la banda G y n es el número de capas de la muestra.

Para el análisis de nuestras no podemos utilizar esta ecuación debido a que los valores calculados no tanto con el espectro Raman como con las fotografías tomadas con el microscopio Raman. Esto se debe a que las muestras que utilizamos son de grafito natural y la ecuación funciona para grafito altamente cristalino.

Un método utilizado en este trabajo para poder determinar el número de capas de grafeno aproximado proviene de la teoría de Ferrari. La cual consiste en calcular una razón entre las intensidades de la banda 2D y la banda G, donde el número de capas está relacionado a esta razón, si esta resulta ser mayor a 2 se puede asegurar que se obtienen grafenos multicapa.

Para las minas de San José de Moradillas y Mr. Kellogs. el valor de esta razón en cada una de las mediciones realizadas es igual a dos, esto nos dice que se obtuvo grafeno multicapas. Para la mina del Tuquisón se obtuvieron valores de esta razón de 2, 3 y 4, esto nos quiere decir se obtuvieron un menor número de capas que en las de San José de Moradillas y Mr. Kellogs. En el caso de la mina del Porvenir se obtuvieron razones de 4 y 7, esto nos dice que se obtuvieron grafenos con un menor número de capas que las minas anteriores.

Otro método complementario al ya utilizado es utilizar el microscopio óptico, en donde se pueden observar regiones de distintos colores que corresponden a las distintas capas de grafeno. En la figura 4.8 se muestran fotos tomadas por el microscopio óptico a las distintas muestras de las minas de: El porvenir (A), Mr. Kellogs (B), San José de Moradilla (C), Tuquison (D). En estas imágenes se pueden observar de diferente color, que nos dice el número de capas de grafeno en las muestras.

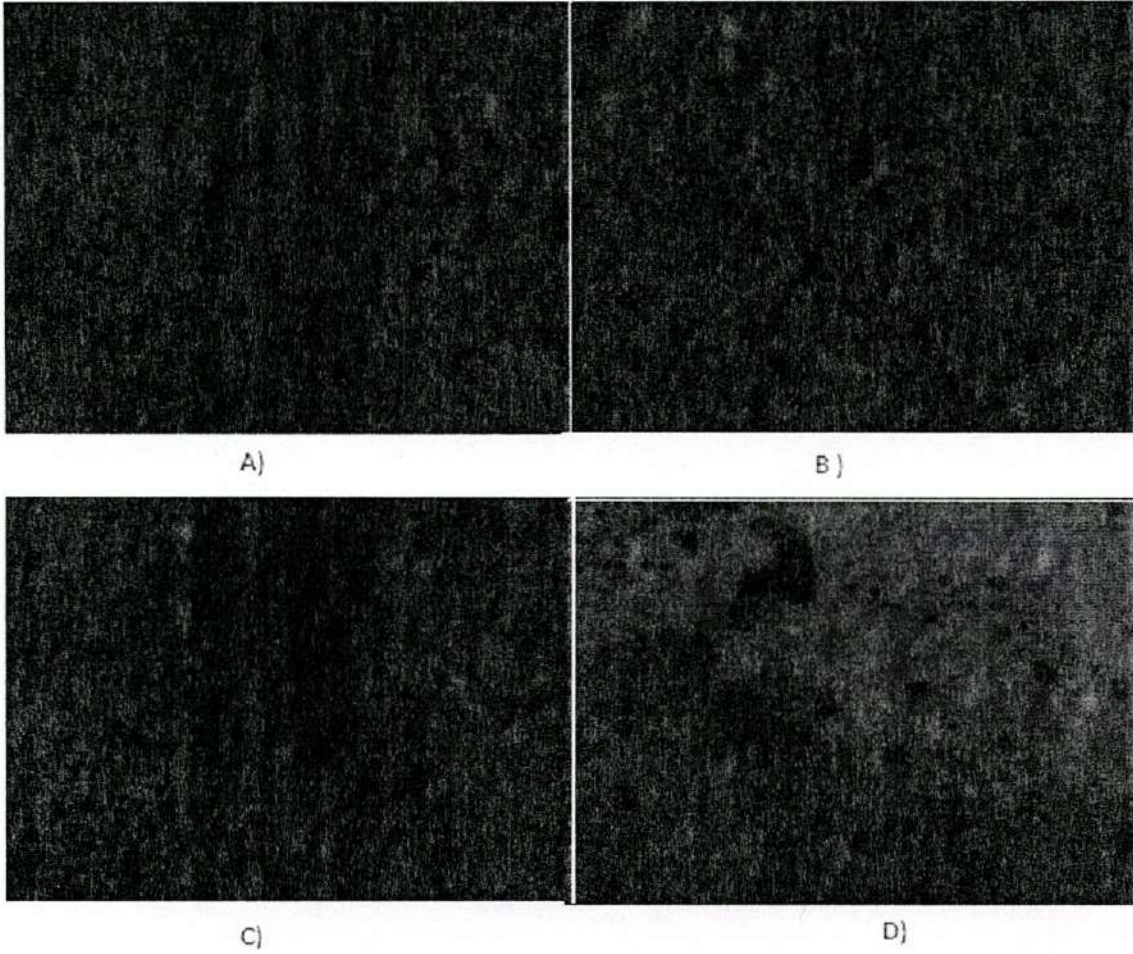


Figura 4.8. Fotos tomadas con el microscopio óptico a las muestras de las distintas minas.

CAPITULO 5

CONCLUSIONES

En este trabajo se analizaron muestras de grafeno multicapas obtenidas por el método de microclivado mecánico, aplicado a muestras de grafito mineral extraídas directamente de las minas del estado de Sonora. Estas muestras fueron analizadas en el espectrómetro microRaman el cual nos dio el espectro Raman característico de estas muestras.

Haciendo una comparación entre el espectro Raman del grafito mineral de las minas del estado de Sonora se observó que este grafito es un grafito que contiene un alto grado de cristalinidad [20, 21]. Con estas muestras se obtuvieron grafenos multicapa y sus correspondientes Raman.

Se observó que utilizando la teoría de Ferrari, que consiste en hacer una razón entre las intensidades de la banda 2D y banda G, que los grafenos multicapas obtenidos en este trabajo cuentan con un pequeño número de capas debido a que esta razón en las mediciones realizadas es mayor que 2.

Utilizando el microscopio óptico para hacer observación de las muestras se pudo observar que las muestras presentan un cambio de color en unas regiones, esto complementa el resultado obtenido por la teoría de Ferrari de que tenemos con pocas capas (menor a 10).

Haciendo una comparación entre los espectros Raman de los grafenos multicapas obtenidos podemos decir que el grafito mineral de las minas del estado de Sonora es un material que funciona para obtener grafenos multicapas, debido a que los resultados obtenidos en este trabajo cumplen con la Teoría para grafenos multicapa.

BIBLIOGRAFÍA

1. Yoshimura, S. and R.P.H. Chang, *Supercarbon Synthesis, Properties and Applications*, in *Supercarbon*, S.S.i.M. Science, Editor. 1998, Springer: New York. p. 253
2. Harris, P.J.F., *Carbon Nanotubes and Related Structures New Materials for the Twenty-first Century*. 2001, Cambridge: Cambridge University Press.
3. Chung, D.D.L., *Review Graphite*. Journal of Materials Science, 2002. **37**(8): p. 1475-1489.
4. Anders, E. and N. Grevesse, *Abundances of the elements: Meteoritic and solar*. Geochimica et Cosmochimica Acta, 1989. **53**(1): p. 197-214.
5. Frieden, E., *The chemical elements of life*. Sci Am. 1972 Jul;227(1):52-60., 1972. **227**(1): p. 52-60.
6. Pierson, H.O., *Handbook of Carbon, Graphite, Diamonds and Fullerenes Processing, Properties and Applications*, in *Handbook of Carbon, Graphite, Diamonds and Fullerenes*, H.O. Pierson, Editor. 1993, William Andrew Publishing: Oxford. p. iv.
7. Dresselhaus, M.S., G. Dresselhaus, and P.C. Eklund, *Science of Fullerenes and Carbon Nanotubes* in *Science of Fullerenes and Carbon Nanotubes*, M.S. Dresselhaus, G. Dresselhaus, and P.C. Eklund, Editors. 1996, Academic Press: San Diego. p. xvii-xviii.
8. Belandria, E., *Propiedades Vibracionales de Nanotubos de Carbono de Doble Pared Vacíos y Rellenos con Se, Te, Fe, HgTe, PbTe, CdSe y Pbl₂*, in *Postgrado en Física de la Materia Condensada*. 2008, Universidad de los Andes: Mérida, Venezuela.
9. Deprez, N. and D.S. McLachlan, *The analysis of the electrical conductivity of graphite conductivity of graphite powders during compaction*. Journal of Physics D: Applied Physics, 1988. **21**(1): p. 101.
10. Oohashi, K., T. Hirose, and T. Shimamoto, *Graphite as a lubricating agent in fault zones: An insight from low- to high-velocity friction experiments on a mixed graphite-quartz gouge*. Journal of Geophysical Research: Solid Earth, 2013. **118**(5): p. 2067-2084.
11. Wallace, P.R., *The Band Theory of Graphite*. Physical Review, 1947. **71**(9): p. 622-634.
12. Castro Neto, A.H., et al., *The electronic properties of graphene*. Reviews of Modern Physics, 2009. **81**(1): p. 109-162.
13. Nair, R.R., et al., *Fine Structure Constant Defines Visual Transparency of Graphene*. Science, 2008. **320**(5881): p. 1308.
14. Bae, S., et al., *Roll-to-roll production of 30-inch graphene films for transparent electrodes*. Nat Nano, 2010. **5**(8): p. 574-578.
15. Blake, P., et al., *Graphene-Based Liquid Crystal Device*. Nano Letters, 2008. **8**(6): p. 1704-1708.
16. Geim, A.K. and K.S. Novoselov, *The rise of graphene*. Nat Mater, 2007. **6**(3): p. 183-191.
17. Gnyba, M., et al., *Raman investigation of minor component reaction during polymer synthesis process*. 2003: p. 182-185.
18. Świsłocka, R., *Spectroscopic (FT-IR, FT-Raman, UV absorption, ¹H and ¹³C NMR) and theoretical (in B3LYP/6-311++G** level) studies on alkali metal salts of caffeic acid*. Spectrochimica Acta Part A: Molecular and Biomolecular Spectroscopy, 2013. **100**(0): p. 21-30.
19. Xing, T., et al., *Disorder in ball-milled graphite revealed by Raman spectroscopy*. Carbon, 2013. **57**(0): p. 515-519.

20. Aragón-Guajardo, J.R., *Espectroscopia microRaman de Segundo Orden de Grafito Mineral*, in *Departamento de Física*. 2013, Universidad de Sonora: Hermosillo.
21. Hernandez Cazares, J., *Evaluación de Cristalinidad y Grado de Grafización de los Mantos de Grafito en Sonora Central, utilizando Espectroscopia microRaman*, in *Geología*. 2012, Universidad de Sonora: Hermosillo, Sonora.