

	<b>Universidad de la República - CSIC</b>	
	<b>Formulario de Informe final del Programa de Apoyo a la Investigación Estudiantil Edición 2014</b>	

<b>DATOS DEL PROYECTO</b>	
Título del Proyecto:	Preparación y caracterización de grafeno para electrodos de supercondensadores
Número ID del proyecto:	181
Área de conocimiento:	Ciencia de Materiales, Electroquímica
Facultad o Servicio:	Facultad de Química
Nombre completo de los-as Integrantes del equipo:	Martín Bragança Suárez Santiago Pérez Brovia Mauricio Vique
Correo electrónico del/de la estudiante referente:	bragancamartin@gmail.com
Nombre completo del/de la docente orientador-a:	Andrés Cuña Suárez
Correo electrónico del/de la docente orientador-a:	acuna@fq.edu.uy

## 1) **Objetivo general**

Preparar grafenos empleando diferentes métodos. Caracterizarlos desde el punto de vista de sus propiedades fisicoquímicas, y estudiar su comportamiento electroquímico como electrodos de supercondensadores.

### Objetivo específico 1:

Preparar grafeno por exfoliación mecánica de grafito, en mezcla agua/acetona, por tratamiento de dicha solución en ultrasonido durante 4 horas.

### Objetivo específico 2:

Preparar grafeno mediante exfoliación química de grafito, a través de la síntesis de óxido de grafeno y posterior reducción con ácido ascórbico en medio acuoso y orgánico.

### Objetivo específico 3:

Caracterizar los grafenos obtenidos mediante análisis textural, análisis elemental, microscopía electrónica de transmisión (TEM), difracción de rayos X (DRX), espectroscopía infrarroja con transformada de Fourier (FTIR) y análisis termogravimétrico (TG).

### Objetivo específico 4:

Caracterizar los grafenos obtenidos como material activo de electrodos de supercondensadores.

## 2) Principales actividades desarrolladas en el marco del proyecto

### I. Planificación y revisión bibliográfica

En el período comprendido entre marzo y abril de 2015, se realizó una revisión bibliográfica del estado del arte en la preparación de grafeno. A partir de esta revisión, y teniendo en cuenta la disponibilidad de equipamientos y materiales en la Cátedra de Fisicoquímica y en la Facultad de Química, se definieron los procedimientos experimentales en forma detallada para cumplir con los objetivos específicos 1 y 2 del proyecto.

### II. Compra de materiales

Según los procedimientos establecidos en la planificación, se procedió al encargo de los reactivos químicos y otros insumos necesarios para llevar a cabo las diferentes experiencias.

### III. Preparación de grafeno por dos métodos diferentes

Previo a los dos métodos de preparación de grafeno se realizó un tratamiento térmico al grafito prístino con el fin de favorecer la exfoliación llevada a cabo posteriormente. Luego se procedió con la preparación de grafeno de la siguiente forma:

- La primera vía de obtención de grafeno fue por exfoliación de grafito en un medio acuoso. Para ello se realizó una suspensión del grafito tratado térmicamente en acetona/agua a la cual se le realizó un baño de ultrasonido. Posteriormente, mediante centrifugado y secado se obtuvo el material de grafeno.
- La segunda vía por la cual se buscó obtener grafeno fue por exfoliación química. Este procedimiento consistió en oxidar grafito por un método de Hummers modificado y posteriormente reducirlo con ácido ascórbico.

### IV. Caracterización de los materiales obtenidos

Con el fin de confirmar la obtención de grafeno, y evaluar la calidad de estos, los materiales obtenidos fueron caracterizados mediante espectroscopia Raman, microscopía electrónica de barrido (SEM), microscopía electrónica de transmisión de alta resolución (HRTEM).

### V. Caracterización del material como electrodo de supercondensador

Finalmente se realizaron voltametrías cíclicas y curvas galvanostáticas de carga-descarga en una celda de tres electrodos utilizando electrolito ácido, en la cual el electrodo de trabajo estaba conformado por el mejor grafeno obtenido. Con estas mediciones obtuvimos valores de la capacidad eléctrica específica del material.

### 3) Cronograma de ejecución del proyecto

El cronograma establecido en el proyecto se cumplió casi en su totalidad. Se realizaron experiencias de obtención de grafeno mediante los diferentes procedimientos especificados en los objetivos del proyecto. Posteriormente, los materiales grafénicos obtenidos mediante exfoliación mecánica fueron caracterizados adecuadamente según lo previamente detallado. El principal inconveniente durante la ejecución del proyecto ha sido la compra de algunos reactivos que no se encontraban en plaza, por lo que se debió contactar a los proveedores y aguardar su importación, con el inconveniente extra de que algunos productos requirieron importación de carácter especial. Este atraso afectó especialmente a la preparación de grafeno mediante la exfoliación química de grafito. Esto determinó que se realizaran pocas experiencias las cuales no dieron como resultado un grafeno de una calidad mínima como para que ameritara una profundización en la caracterización de los materiales obtenidos por esta vía. Por ello, no fueron realizadas las caracterizaciones mediante DRX, FTIR y TG las cuales estaban previstas para este tipo de muestra.

A raíz de estos inconvenientes se optó por hacer realizar otras experiencias no planificadas en mediante la vía de exfoliación mecánica de grafito y se priorizó la caracterización mediante espectroscopía Raman, TEM y SEM.

Por último, para evaluar los materiales obtenidos en cuanto a su comportamiento como electrodo de supercondensadores, se prepararon electrodos con el mejor grafeno obtenido y se realizaron algunos ensayos electroquímicos. Sin embargo, no alcanzó el tiempo para poder caracterizar el material en forma adecuada. En especial, no fue posible determinar valores definitivos y confiables de la capacidad eléctrica específica del material.

#### 4) Resultados Obtenidos

El resultado de mayor importancia para el proyecto fue la obtención de grafeno por el método de exfoliación mecánica de grafito por ultrasonido. Mediante la espectroscopia Raman se pudo determinar cuál de las muestras fue la mejor, observándose en esta la presencia de grafenos monocapa, bicapa y multicapa con un bajo porcentaje de defectos. Posteriormente se realizaron microscopias SEM y TEM donde se observó la heterogeneidad de la muestra y las características de algunas láminas multicapa de grafeno.

Con estos resultados a la vista y considerando las distintas variables utilizadas, se pudo determinar y concluir en un procedimiento experimental mejorado para la preparación de grafeno por medio de exfoliación de grafito en una fase líquida.

Sin embargo, para el segundo método de preparación de grafeno el cual consistió en la exfoliación química de grafito - es decir oxidación y reducción del mismo que trae como consecuencia la separación de sus capas y la obtención de grafeno - no se obtuvieron los resultados esperados. Interpretando los espectros Raman del material obtenido por este camino descartamos la presencia de grafeno en dicho material. Probablemente no se obtuvo un resultado satisfactorio debido a errores cometidos en el procedimiento experimental, el cual resultó ser de notoria complejidad para el equipo.

Por último, se realizaron algunas caracterizaciones electroquímicas (ciclovoltimetría y curvas de carga y descarga) al grafeno obtenido por la primera de las dos vías de preparación. La finalidad de estas caracterizaciones fueron la de obtener valores de capacidad eléctrica específica a diferentes corrientes, para el mejor grafeno obtenido. Esto no se pudo concretar en forma adecuada por lo que no se pudo obtener valores confiables, debido a los motivos que se comentaran en el ítem 6 de este informe.

## 5) **Difusión del trabajo realizado**

Los resultados parciales del proyecto fueron presentados en el *4° Encuentro Nacional de Química (ENAQUI4)*, llevado a cabo los días 4, 5 y 6 de noviembre de 2015 en el Complejo Torre de las Comunicaciones, Montevideo, Uruguay.

Para la presentación de los resultados obtenidos hasta ese momento, se desarrolló e imprimió un póster, el cual fue presentado por los integrantes del proyecto en el primer día de dicho evento.

## 6) **Dificultades en el desarrollo del proyecto**

El principal inconveniente durante la ejecución del proyecto ha sido la compra de algunos reactivos que no se encontraban en plaza, por lo que se debió contactar a los proveedores y aguardar su importación, con el inconveniente extra de que algunos productos requirieron importación de carácter especial. Esto afectó especialmente a la síntesis de grafeno mediante la vía de exfoliación química ya que faltó tiempo para realizar las experiencias suficientes para obtener un grafeno adecuado mediante esta vía.

Además, este tipo de preparación conlleva una larga y dificultosa manipulación (involucra ácidos, agentes oxidantes fuertes, temperatura controlada, etc.). Por tanto, sólo se pudieron realizar dos ensayos de preparación por esta vía. En la segunda instancia de producción, se logró obtener un material final, pero tal como se constató en la caracterización Raman del mismo, el resultado obtenido no fue el esperado.

Por último, el montaje de nuestras muestras en el dispositivo para realizar las medidas electroquímicas presentó una dificultad imprevista, la cual no se pudo solucionar en el escaso tiempo que finalmente se dispuso para estas caracterizaciones electroquímicas.

## 7) **Sugerencias/Comentarios para futuras ediciones del Programa**

Se sugiere una dinamización del programa; una reducción en los tiempos de evaluación para la aceptación e inicio del programa, y de la duración del mismo. En esta línea, se plantea la sugerencia de la realización de llamados semestrales para proyectos de menor porte, pero que se posibilite la continuidad de la investigación habilitando una segunda participación para el equipo de trabajo.

## 8) Resumen publicable:

### Preparación y caracterización de grafeno para electrodos de supercondensadores

**Servicio:** Facultad de Química

**Integrantes:** Martín Bragança, Santiago Pérez y Mauricio Vique

**Docente Orientador:** Andrés Cuña Suárez

Desde su primera síntesis en 2004, el grafeno ha despertado gran interés en la comunidad científica debido a su elevada conductividad eléctrica y sus excelentes propiedades mecánicas. Sus aplicaciones varían desde la electrónica hasta la medicina, pasando por la generación fotovoltaica y el almacenamiento de energía, entre otras.

El presente trabajo se centró específicamente en la preparación de grafeno para su uso como electrodo de supercondensadores (dispositivo alternativo a las baterías para el almacenamiento de energía eléctrica). Se preparó y caracterizó grafeno mediante dos métodos diferentes, exfoliación mecánica de grafito con ultrasonido y exfoliación química de grafito mediante el uso de agentes intercaladores.

Los materiales fueron preparados en la Cátedra de Fisicoquímica de la Facultad de Química y luego fueron caracterizados mediante microscopía electrónica de barrido (Facultad de Ciencias), microscopía electrónica de transmisión de alta resolución (Centro Universitario Regional Este, sede Rocha) y mediante espectroscopía Raman (Polo tecnológico de Pando). Los resultados de estas caracterizaciones confirmaron la obtención de grafeno de alta calidad por el método de exfoliación mecánica de grafito. Las experiencias realizadas para la preparación de grafeno mediante la exfoliación química de grafito no dieron buenos resultados. Aunque se realizaron algunos ensayos electroquímicos tendientes a evaluar el mejor grafeno obtenido como electrodo de supercondensadores, en esta ocasión no se consiguió completar adecuadamente esta caracterización. Trabajos futuros se focalizarán en la concreción de esta actividad.

9) En la siguiente tabla ingrese la información solicitada en relación a los **equipos y la bibliografía adquiridos con fondos del PAIE**. Recuerde que debe entregar todos los ítems adquiridos en los dos rubros antes mencionados, para que éstos formen parte del acervo de su institución y puedan ser utilizados por equipos financiados en posteriores ediciones de este programa.

EQUIPOS	
cantidad	ítem - descripción

Comentario: No se adquirieron equipos o material bibliográfico. La financiación otorgada por la CSIC ha sido utilizada en su totalidad para la compra de productos químicos e insumos de laboratorio.

.....  
FIRMA DEL ESTUDIANTE RESPONSABLE

**Comentarios del docente orientador:**

El desempeño del equipo de estudiantes ha sido excelente. Los estudiantes se dedicaron al proyecto con mucho interés, desempeñando cada una de las actividades en forma entusiasta y demostrando idoneidad para el aprendizaje de las técnicas involucradas en la preparación y caracterización de los materiales. Así mismo, han demostrado una sólida formación académica según el nivel alcanzado en sus respectivas carreras, y excelentes aptitudes para la investigación.

Los resultados concretos alcanzados por los estudiantes han sido muy buenos, especialmente en la preparación de grafeno mediante la vía de exfoliación mecánica de grafito. Esto ha quedado claramente evidenciado en los resultados de las diferentes caracterizaciones

realizadas. La coherencia y calidad de los resultados obtenidos, ameritaron su presentación, en forma de poster, en el 4<sup>to</sup> Encuentro Nacional de Química (ENAQUI4). Además de estos resultados concretos, cabe destacar la importancia de la formación de los estudiantes, a través del contacto directo que estos tuvieron con la realización de técnicas indispensables para la caracterización de materiales, destacándose la realización de espectroscopía Raman, microscopía electrónica de transmisión de alta resolución (HRTEM), microscopía electrónica de barrido (SEM) y técnicas electroquímicas de cronopotenciometría y potenciometría cíclica.



Andrés Cuña

.....  
FIRMA DEL DOCENTE ORIENTADOR