



DOI: [https://doi.org/10.37811/cl\\_rcm.v7i1.5179](https://doi.org/10.37811/cl_rcm.v7i1.5179)

## Elaboración de un nanocompósito óxido de grafeno reducido – hule de silicona grado industrial y su caracterización de la dispersión en la matriz

**José Alfredo Soriano Ortiz**

[josealfredosorianoortiz@gmail.com](mailto:josealfredosorianoortiz@gmail.com)  
<https://orcid.org/0000-0002-1359-0041>

**José Manuel Mata Padilla**

[jose.mata@ciga.edu.mx](mailto:jose.mata@ciga.edu.mx)  
<https://orcid.org/0000-0002-0216-6667>

**Hugo Martínez Gutiérrez**

[humartinez@ipn.mx](mailto:humartinez@ipn.mx)  
<https://orcid.org/0000-0001-5161-5134>

**Gabriela Rueda Morales**

[garuedamo@gmail.com](mailto:garuedamo@gmail.com)  
<https://orcid.org/0000-0003-1684-8041>

**Gerardo Ortega Cervantez**

[gortegacervantez@gmail.com](mailto:gortegacervantez@gmail.com)  
<https://orcid.org/0000-0003-3014-477X>

Centro de Investigación en Química Aplicada (CIQA)  
Saltillo – Coahuila

Correspondencia: [maría.urias@uas.edu.mx](mailto:maría.urias@uas.edu.mx)

Artículo recibido 25 enero 2023 Aceptado para publicación: 25 febrero 2023

Conflictos de Interés: Ninguna que declarar

Todo el contenido de **Ciencia Latina Revista Científica Multidisciplinar**, publicados en este sitio están disponibles bajo

Licencia [Creative Commons](https://creativecommons.org/licenses/by/4.0/) 

Cómo citar: Soriano Ortiz, J. A., Mata Padilla, J. M., Martínez Gutiérrez, H., Rueda Morales, G., & Ortega Cervantez, G. (2023). Elaboración de un nanocompósito óxido de grafeno reducido – hule de silicona grado industrial y su caracterización de la dispersión en la matriz. *Ciencia Latina Revista Científica Multidisciplinar*, 7(1), 9853-9863. [https://doi.org/10.37811/cl\\_rcm.v7i1.5179](https://doi.org/10.37811/cl_rcm.v7i1.5179)

## RESUMEN

Se preparó un nanocompósito por medio del método de polimerización in situ. Las materias primas para la elaboración de este nanocompósito fueron un hule de silicona cargado con diatomeas y óxido de grafeno reducido, ambos de grado industrial. Mediante microscopia electrónica de barrido (SEM) se analizó la morfología de la superficie del compuesto observándose conjuntos de láminas de óxido de grafeno reducido (OGR) en la superficie del hule de silicona (HS). Con el propósito de estudiar la dispersión del OGR se realizaron estudios mediante microscopía electrónica de alta resolución (STEM) y microscopía óptica por luz transmitida, estos métodos fueron útiles para poder discriminar las áreas donde existe HS, pero no para poder distinguir entre las áreas donde existe OGR y diatomeas. Los resultados obtenidos por STEM son útiles para el estudio de fenómenos a nivel micro y nano escala en sistemas de nanocompuestos. El análisis realizado por microscopia óptica por luz transmitida puede ser útil para poder explicar fenómenos de formación de caminos de conductividad térmica. Este compuesto tiene aplicaciones potenciales para ser usado como disipador de calor en la industria de la arquitectura y electrónica. Los materiales usados son de grado industrial y esto disminuye el tiempo requerido para realizar pruebas previas para aplicaciones industriales.

**Palabras clave:** *hule de silicona; óxido de grafeno reducido; nanocompósito; polimerización in situ.*

## Preparation of a reduced graphene oxide nanocomposite - industrial grade silicone rubber and its characterization of the dispersion in the matrix

### ABSTRACT

A nanocomposite was prepared by the in situ polymerization method. The raw materials for the elaboration of this nanocomposite were a silicone rubber loaded with diatoms and reduced graphene oxide, both of industrial grade. Using scanning electron microscopy (SEM), the morphology of the surface of the compound was analyzed by observing sets of sheets of reduced graphene oxide (OGR) on the surface of silicone rubber (HS). With the purpose of studying the dispersion of the OGR, studies were carried out by using high-resolution electron microscopy (STEM) and optical microscopy by transmission light, these methods were useful to discriminate the areas where HS exists, but not to be able to distinguish between the areas where OGR and diatoms exist. The results obtained by STEM are useful for the study of phenomena at the micro and nano scale in nanocomposite systems. The analysis carried out by optical microscopy by transmitted light can be useful in order to explain phenomena of formation of thermal conductivity paths. This compound has potential applications such as a heat sink in the architecture and electronics industry. The materials used are industrial grade, and this decreases the time required to perform pre-tests for industrial applications.

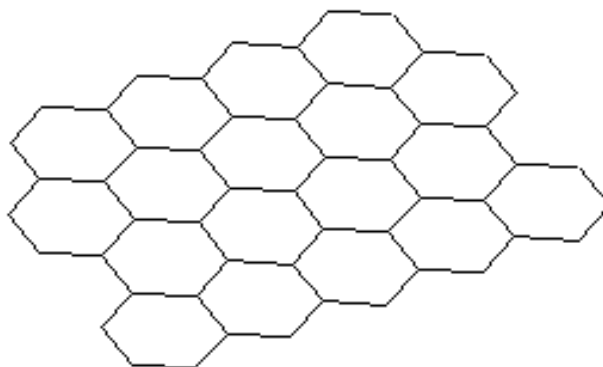
**Keywords:** *silicon rubber; reduced graphene oxide; nanocomposite; in situ polymerization.*

## INTRODUCCIÓN

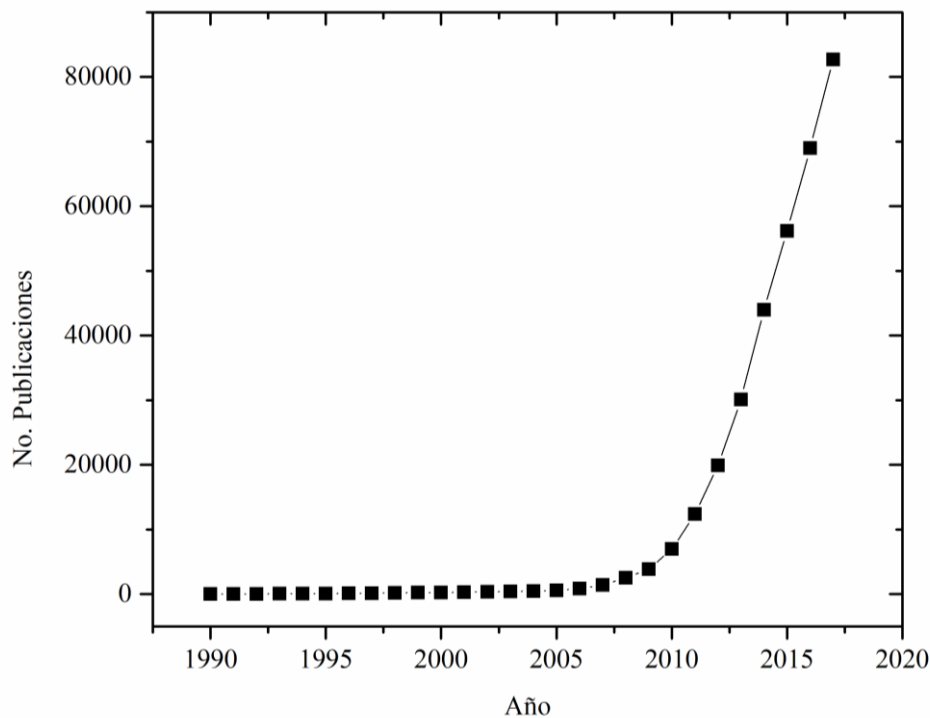
En la actualidad ha existido un incremento en el número de materiales compuestos que utilizan grafeno debido a que se obtienen mejores propiedades comparados con el material base. El grafeno es un semimetal y no tiene band gap, consiste en una o hasta 10 capas de grafito (ISO, 2015), los átomos están unidos por enlaces covalentes puros en forma de panal de abejas, estas laminas tienen un átomo de espesor (Thangavel et al., 2012; Tsukamoto & Ogino, 2009; Wong & Akinwande, 2011). Es posible obtener grafeno separando las láminas directamente del grafito (exfoliación), también se puede sintetizar mediante métodos químicos de deposición convencionales (Alazmi et al., 2016; Dimiev, 2016; Eigler & Hirsch, 2014). Estas láminas son extremadamente fuertes, pero pueden ser dobladas fácilmente. Este material se caracteriza por ser buen conductor del calor y de la electricidad (Wang et al., 2015; Wolf, 2014; Xue & Sun, 2016). Las propiedades del grafeno han hecho que este sea considerado como el material del futuro. Novoselov y Geim en 2010 obtuvieron láminas de grafeno partiendo del grafito por exfoliación mecánica, como resultado de este descubrimiento estos investigadores obtuvieron el premio Nobel en el mismo año.

El grafeno es un alótropo de carbono (C), es decir el carbono se presenta en distintas estructuras moleculares y el grafeno es una de ellas; otros ejemplos de alótopos del carbono son el grafito y el diamante (Eigler & Hirsch, 2014). La estructura molecular del grafeno se puede apreciar en la siguiente Figura 1:

**Figura 1. Estructura del grafeno Fuente: Elaboración propia**



Este material puede considerarse que está en boga en el mundo científico ya que ha existido un aumento en su interés, esto puede verse reflejado en el número de publicaciones en los últimos años (Galder Kortaberria, 2017). Esto se puede apreciar en la Figura 2.

**Figura 2.** *Número de publicaciones sobre por año*

Fuente: Elaboración propia, con base a datos reportados de Scopus (2018)

La presente investigación tiene como objetivo caracterizar el nano compuesto de silicona-OGR mediante técnicas de microscopía óptica y STEM con el objetivo de poder conocer la dispersión del OGR en el hule de silicona comercial, ya que el conocer la disposición del OGR en la matriz de un polímero es de gran interés en estos sistemas debido a que determina las propiedades finales del material compuesto (Burger et al., 2016; Chen et al., 2016; Jin et al., 2017). Para conocer la dispersión del OGR por STEM es necesario tener muestras de espesores que permitan el paso de los electrones (Díaz & Pascual, 2011; Reyes Gasga, 2020), para ello se hace uso de un ultra micro tomo modo crio, si bien es cierto que esta técnica de obtención de muestras es usada para poder obtener muestras biológicas, también resulta ser una alternativa atractiva para poder conseguir muestras en el área de materiales ya que se trata de un método sencillo para obtener de muestras y en este caso permitió conseguir ejemplares con espesores de hasta 80 nm.

## **MATERIALES Y MÉTODOS**

Para la elaboración del nanocompuesto se usaron óxido de grafeno reducido y hule de silicón, el método para la elaboración del nanocompuesto fue “polimerización in situ”. El óxido de grafeno reducido fue adquirido de la empresa Energy Graphene y el HS a la empresa AllChem, ambos de grado industrial. La dispersión de las hojuelas de OGR se

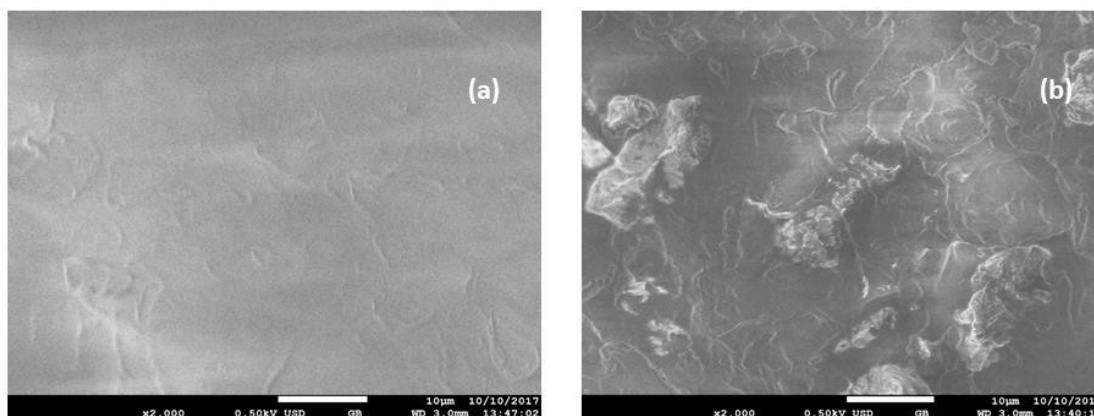
realizó en THF, con una punta de ultrasonido utilizando una potencia de 750W a una frecuencia de 20 kHz, en un tiempo de 15 min, utilizando un baño de hielo para evitar algún daño en las hojuelas de OGR. Posteriormente se añade el monómero y se deja un periodo de 15 min, de igual forma se hace uso de un baño de hielo. Después de la incorporación del monómero, se añade el catalizador, para comenzar la “polimerización in situ”. Como último paso se incorpora el OGR al monómero mediante agitación magnética por un periodo de 20 min. Se variaron concentraciones de OGR en concentraciones de 0%, 0.3% y 0.8%.

## RESULTADOS

### ANÁLISIS DE LA MORFOLÓGICO DEL HS Y NANOCOMPÓSITO POR SEM.

Se obtuvieron micrografías de la silicona y el compuesto de silicona-OGR. Las concentraciones de los ejemplares caracterizados fueron de 0.0, 0.3 y 0.8% con OGR, obteniéndose las siguientes micrografías para el hule silicona y una muestra con 0.8% de OGR que se pueden observar en la Figura 3 (a) y Figura 3 (b) respectivamente. En estas micrografías se puede apreciar que el polímero no presenta una superficie más accidentada con respecto a la imagen obtenidas del polímero. Ma et al. obtuvo resultados similares en micrografías de nanocompuestos de OGR un polímero (Ma et al., 2013).

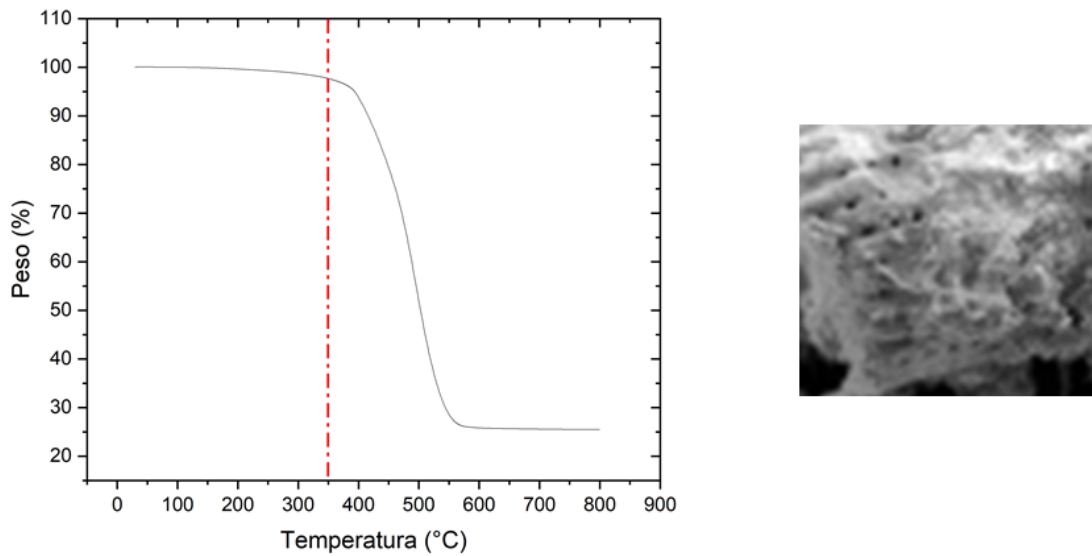
**Figura 3.** Imágenes SEM del HS (a) y nancompósito de OGR-HS con 0.8% OGR (b)



### TGA Y SEM DEL HULE DE SILICONA

Se realizó un análisis termogravimétrico al HS, donde se puede apreciar en la Figura 4 la caída de peso en alrededor de 350 ° C. Se calentó el HS hasta 350 ° C y posteriormente se analizó la muestra por SEM y se evidenció la presencia de diatomeas (Böke et al., 2008; Kammer et al., 2010; Kröger & Poulsen, 2008; Todd et al., 2014; Vasani et al., 2015), mismas que se pueden apreciar en la Figura 4.

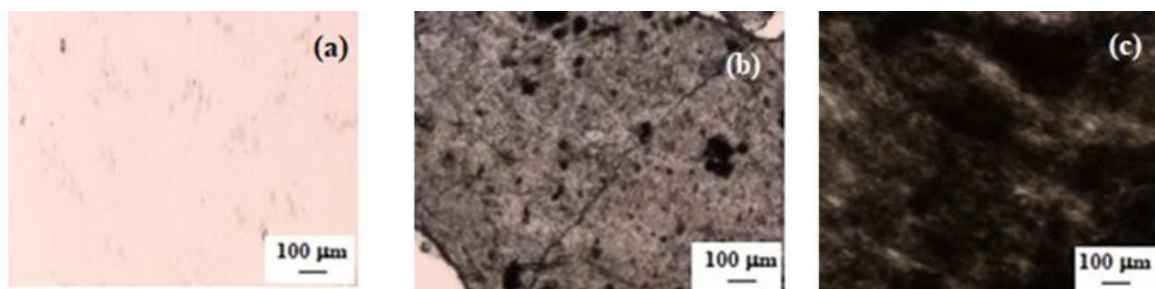
**Figura 4.** TGA y SEM de la muestra calcina de HS



#### DETERMINACIÓN DE LA DISPERSIÓN DEL OGR EN EL HS MEDIANTE MICROSCOPÍA ÓPTICA Y STEM

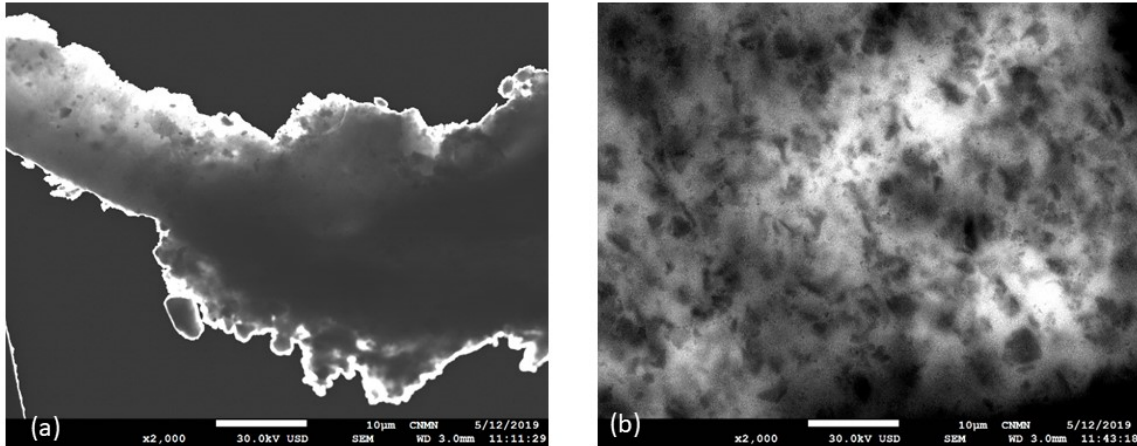
Las imágenes de la Figura 5 fueron adquiridas de muestras a cortadas a una temperatura de  $-160^{\circ}\text{C}$  mediante un ultra microtomo modo crio, obteniéndose espesores de 180 nm. Como se puede apreciar en la Figura 4 (a).

**Figura 5.** Imágenes obtenidas por microscopía óptica de luz transmitida del HS (a) y nanocomposito de OGR-HS al 3% (b) y 0.8 % (c)



En la Figura 6 se muestran imágenes obtenidas mediante la técnica de STEM, los espesores de esta muestra son de aproximadamente 140 nm y 80 nm, en estas imágenes los electrones pueden pasar a través de las muestras de espesores que permitan hacerlo. La temperatura de trabajo para la obtención de las muestras se realizó en el rango de entre  $-140^{\circ}\text{C}$  a  $-160^{\circ}\text{C}$ . La imagen mostrada corresponde a la 0.3% de concentración de OGR.

**Figura 6.** Cortes de 140 nm y 80 nm del nanocompósito con 0.3% OGR, realizados con el equipo LEICA CRIO EM FC7 en modo crio, observados mediante la técnica de STEM a 2000x (a), (b) y 2000x (c), las imágenes fueron obtenidas a 30 kV y áreas de trabajo de 4 mm



#### DISCUSIONES.

Mediante el método de polimerización in situ y la dispersión de las hojuelas de OGR mediante una punta de ultrasonido se logró dispersar el OGR en el HS, sin embargo, como se puede apreciar en los resultados obtenidos por SEM, microscopía óptica de luz reflejada y STEM, existe la formación de aglomerados, estos aglomerados pueden ser explicados debido a las fuerzas de atracción de Van der Waals que poseen las láminas de OGR. Conforme se disminuye el espesor de las muestras obtenidas es posible diferenciar las áreas donde existe la presencia de HS mediante STEM, pero no con certeza el OGR y las diatomeas.

#### CONCLUSIONES.

En el presente trabajo se obtuvo un nanocompósito de OGR - HS mediante el método de polimerización in situ. Las imágenes superficiales del HS y nanocompósito con 0.8 % de OGR obtenidas mediante SEM, permite observar que en la superficie del nanocompósito se forman aglomerados de OGR. Para las imágenes obtenidas por microscopía óptica por luz transmitida y STEM se logra diferenciar las áreas donde existe polímero, pero no se distinguen entre las áreas donde existe OGR y diatomeas. Para el caso de la técnica de STEM resulta importante tener especímenes con espesores menores a 100 nm. Las técnicas mediante las cuales se estudió la dispersión del OGR pueden ser satisfactorias si se combinan con otro tipo de análisis, ya que en este caso se trata de un material de grado industrial y el polímero se encuentra cargado con diatomeas.



## LISTAS DE REFERENCIAS

- Alazmi, A., Rasul, S., Patole, S. P., & Costa, P. M. J. P. (2016). Comparative study of synthesis and reduction methods for graphene oxide. *116*, 153-161.
- Böke, H., Çizer, Ö., İpekoğlu, B., Uğurlu, E., Şerifaki, K., Toprak, G. J. C., & Materials, B. (2008). Characteristics of lime produced from limestone containing diatoms. *22*(5), 866-874.
- Burger, N., Laachachi, A., Ferriol, M., Lutz, M., Toniazzo, V., & Ruch, D. (2016). Review of thermal conductivity in composites: Mechanisms, parameters and theory. *Progress in Polymer Science*, *61*(Supplement C), 1-28. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.progpolymsci.2016.05.001>
- Chen, H., Ginzburg, V. V., Yang, J., Yang, Y., Liu, W., Huang, Y., . . . Chen, B. (2016). Thermal conductivity of polymer-based composites: Fundamentals and applications. *Progress in Polymer Science*, *59*, 41-85. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.progpolymsci.2016.03.001>
- Díaz, I. & Pascual, L.(2011). Microscopía Electrónica de Materiales.
- Dimiev, A. M. (2016). *Graphene oxide: Fundamentals and applications*. John Wiley & Sons.
- Eigler, S., & Hirsch, A. (2014). Chemistry with Graphene and Graphene Oxide—Challenges for Synthetic Chemists. *Angewandte Chemie International Edition*, *53*(30), 7720-7738. <https://doi.org/10.1002/anie.201402780>
- Galder Kortaberria, A. T. (2017). *Block Copolymer Nanocomposites* (First ed.).
- ISO. (2015). Nanotechnologies. In *Vocabulary — Part 1: Core terms* (pp. 3).
- Jin, Y., Beaucage, G., Vogtt, K., Jiang, H., Kuppa, V., Kim, J., Narayanan, V. (2017). A pseudo-thermodynamic description of dispersion for nanocomposites. *Polymer*, *129*(Supplement C), 32-43. <https://doi.org/https://doi.org/10.1016/j.polymer.2017.09.040>
- Kammer, M., Hedrich, R., Ehrlich, H., Popp, J., Brunner, E., & Krafft, C. (2010). Spatially resolved determination of the structure and composition of diatom cell walls by Raman and FTIR imaging. *Analytical and Bioanalytical Chemistry*, *398*(1), 509-517. <https://doi.org/10.1007/s00216-010-3924-0>
- Kröger, N., & Poulsen, N. (2008). Diatoms - From cell wall biogenesis to nanotechnology. *Annual Review of Genetics*, *42*(1), 83-107. <https://doi.org/10.1146/annurev.genet.41.110306.130109>

- Ma, W.-S., Li, J., & Zhao, X.-S. (2013). Improving the thermal and mechanical properties of silicone polymer by incorporating functionalized graphene oxide [journal article]. *Journal of Materials Science*, 48(15), 5287-5294. <https://doi.org/10.1007/s10853-013-7320-y>
- Reyes Gasga, J. J. M. n. R. i. e. n. y. n. (2020). Breve reseña histórica de la microscopía electrónica en México y el mundo. *13*(25), 79-100.
- Thangavel, S., Elayaperumal, M., & Venugopal, G. (2012). Synthesis and properties of tungsten oxide and reduced graphene oxide nanocomposites. *Materials Express*, 2(4), 327-334.
- Todd, T., Zhen, Z., Tang, W., Chen, H., Wang, G., Chuang, Y., Xie, J. (2014). Iron oxide nanoparticle encapsulated diatoms for magnetic delivery of small molecules to tumors Electronic supplementary information (ESI) available: Details on experimental methods, SEM analysis of IONP-DTMs and DTMs after incubation in a body fluid mimic. See DOI: 10.1039/c3nr05623f. *6*(4), 273-276. <https://doi.org/10.1039/c3nr05623f>
- Tsukamoto, T., & Ogino, T. (2009). Morphology of graphene on step-controlled sapphire surfaces. *Applied Physics Express*, 2(7), 75502. <https://doi.org/10.1143/APEX.2.075502>
- Vasani, R. B., Losic, D., Cavallaro, A., & Voelcker, N. H. (2015). Fabrication of stimulus-responsive diatom biosilica microcapsules for antibiotic drug delivery Electronic supplementary information (ESI) available: SEM and AFM images of diatoms and detailed experimental procedures. See DOI: 10.1039/c5tb00648a. *3*(21), 4325-4329. <https://doi.org/10.1039/c5tb00648a>
- Wang, Y., Yu, J., Dai, W., Song, Y., Wang, D., Zeng, L., & Jiang, N. (2015). Enhanced thermal and electrical properties of epoxy composites reinforced with graphene nanoplatelets. *36*(3), 556-565. <https://doi.org/10.1002/pc.22972>
- Wolf, E. L. (2014). *Applications of Graphene*. Springer Verlag.
- Wong, H.-S. P., & Akinwande, D. (2011). *Carbon nanotube and graphene device physics*. Cambridge University Press.
- Xue, Q., & Sun, J. (2016). Electrical Conductivity and Percolation Behavior of Polymer Nanocomposites. In X. Huang & C. Zhi (Eds.), *Polymer Nanocomposites: Electrical*

*and Thermal Properties* (pp. 51-82). Springer International Publishing.  
[https://doi.org/10.1007/978-3-319-28238-1\\_3](https://doi.org/10.1007/978-3-319-28238-1_3)