

Fabricación de sensores de grafeno para mediciones de esfuerzo / fuerza en unidades mecatrónicas / robóticas

Jorge Mario Peña-Consuegra¹, Jairo Useche², Marcelo R. Pagnola³, Rodrigo Algoberro⁴, Jorge Bauer^{4,5}

¹Universidad Simón Bolívar, Facultad de Ciencias Básicas y Biomédicas, Carrera 59 59 92, Barranquilla, Colombia

²Universidad Tecnológica de Bolívar, Vía Turbaco km 1, Cartagena, Colombia

³Universidad de Buenos Aires, Instituto de tecnologías y Ciencias de la Ingeniería "Hilario Fernández Long" (INTECIN) (UBA-CONICET), Av. Paseo Colón 850, Ciudad Autónoma de Buenos Aires, Argentina

⁴Universidad Tecnológica Nacional, Facultad Regional Buenos Aires, Departamento de Ingeniería Industrial, Medrano 951 (C1179AAQ), Ciudad Autónoma de Buenos Aires, Argentina

⁵AuM-IFT, Technische Universitaet Wien, 1040 Viena, Austria

jpena1@unisimonbolivar.edu.co

Recibido el 13 de febrero de 2021, aprobado el 10 de marzo de 2021

RESUMEN

El presente trabajo muestra las diferentes técnicas de producción empleadas para la obtención de nanoplacas de grafeno con pocas capas, así como la síntesis de polisilicona reticulada, ambas necesarias para la fabricación del sensor nanocompuesto de matriz blanda a base de polisilicona y grafeno. Se determinó que con la técnica de exfoliación en fase líquida en N-metil-pirrolidona podemos obtener grafeno con las características deseadas como lo indican las pruebas XDR, SEM y TEM; sólo se debe ajustar el tiempo de sonicación para lograr las dimensiones deseadas. Y posteriormente, fabricar el sensor.

PALABRAS CLAVE: GRAFENO - SENSOR - NANOCOMPUESTO - ROBÓTICA - POLISILICONA

ABSTRACT

The present work shows the different production techniques used to obtain graphene nanoplates with few layers, as well as the synthesis of cross-linked polysilicone, both necessary for the manufacture of the soft matrix nanocomposite sensor based on polysilicon and graphene. It was determined that with the liquid phase exfoliation technique in N-methyl-pyrrolidone we can obtain graphene with the desired characteristics since the XDR, SEM, and TEM tests indicate it; only the sonicated time should be adjusted to achieve the desired dimensions. And after that step, to manufacture the sensor.

KEYWORDS: GRAPHENE - SENSOR - NANOCOMPOSITE - ROBOTI - POLYSILICONE

Introducción

El desarrollo tecnológico es cada día más transdisciplinario, por ello para generar nuevos y valiosos resultados es aceptado en la colectividad científica la idea de trabajo en red, proponiendo así que "El todo es mucho más que la suma de las partes" (Heisenberg, 2013). Un ejemplo en ese sentido es la disciplina mecatrónica-robótica que revoluciona hoy en día no solo las formas de producir sino también fuertemente las formas de vivir. En nuevos desarrollos en mecatrónica-robótica se requiere de más y mejores sensores, que integrados a distintos componentes son un tema clave. Hoy la idea de automatización JIDOKA o "Automatización con toque humano" (Romero, *et al.*, 2019), implica la perfección y miniaturización de los componentes básicos, que son: los sensores, los actuadores, las estructuras mecánicas; y también la capacidad del soporte electrónico (*hardware*), y la lógica de control (*software*).

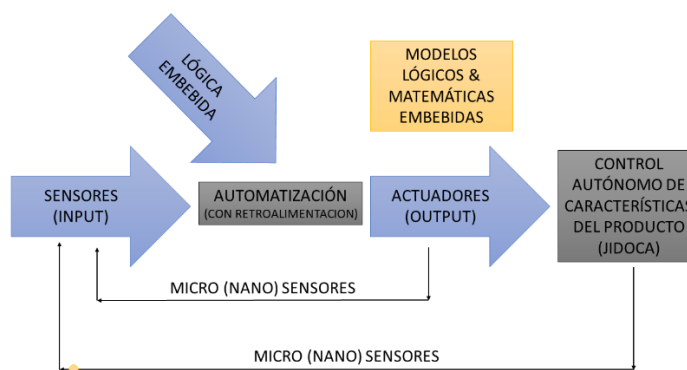


Fig. 1. Automatización y Autonomización (JIDOKA)

La integración de componentes tales como "sensores de esfuerzos" en muchos puntos de la estructura mecánica y "sensores de fuerza-contacto" en ubicaciones clave para generar efectos similares al tacto humano requiere sensores altamente desarrollados y sensibles. Históricamente y hasta hace muy poco, en el esquema clásico un sistema mecatrónico se calcula para un estado de carga específico (límite), y se le aplica coeficientes de seguridad que sobredimensionan la estructura. Los desarrollos basados en este paradigma, no solo implican mayores costos de material, sino que principalmente ocasionan un problema, porque aumentan la masa de los componentes mecánicos sometidos a aceleraciones y desaceleraciones permanentes durante una operación de todo un conjunto mecatrónico. Es decir, se genera un consumo adicional de energía durante una operación dada. Por ello, cambiar de paradigma, controlando dinámicamente el sistema mecatrónico en muchos puntos haciendo que las piezas trabajen a su máximo esfuerzo (sin sobredimensionamiento) con los actuadores involucrados en el movimiento (Durakbasa, *et al.*, 2016), es ahora posible sí se dispone de múltiples sensores miniaturizados de bajo costo (Bauer, *et al.*, 2015) integrados al sistema. Por ello, el desarrollo del presente trabajo se enfoca en resolver ésta problemática: construir y aplicar sensores de bajo costo con mayor sensibilidad que los electrónicos tradicionales (Boland, *et al.*, 2014; Hébert *et al.*, 2020). El desarrollo en el campo de la mecatrónica

permitiría entonces, como objetivo secundario, la generación de estructuras de micro sensores que permitan capturar información análoga al tacto humano, por ejemplo. Que es otro de los grandes aportes que se busca para el desarrollo de prótesis o piezas para humanoides con funciones específicas en la industria u otras áreas.

Materiales y equipos

Los materiales y reactivos utilizados para el proceso de producción de grafeno fueron, grafito sintético (malla -20 + 100, 99.9% base metálica, ALFA AESAR), alcohol anhidro absoluto 99% RA (Anedra Research G SA), Sodium Dodecyl sulfate - SDS (Cytiva), N-metil-2-pirrolidona (CARLO ERBA). Además, para la síntesis de las muestras de polisilicona reticulada (PSR) y el nanocompuesto, fueron necesarios, aceite de silicona de 350 cst (Dow Corning), ácido bórico (Anedra Research G SA), cloruro férrico anhidro (FeCl_3), dióxido de silicio coloidal (Aerosil) y cloroformo pro - análisis (Laboratorios Cicarelli). Un sonicador de baja potencia (ARCANO), un agitador magnético con calentador (AREC), una balanza analítica (ACCULAB) y una centrífuga VT3216 (CAVOUR), se utilizaron para la preparación de grafeno, la PSR y el nanocompuesto, además un molino de bolas planetario (PM100 RETSCH®).

Técnicas de producción de grafeno

En esta sección, se enumeran las técnicas de producción de grafeno que hemos utilizado para nuestra investigación.

Exfoliación de grafito a través de un enfoque de molienda de bolas

Mediante este método (Jeon, *et al.*, 2012). Se obtiene material a partir de grafito sintético de 99,9% de pureza. Para ello se utilizó hielo seco en un molino planetario de bolas con los siguientes parámetros: velocidad 500 rpm; tiempo de molienda (1, 6 y 24 horas). La presión interna acumulada en la cámara de molienda se eliminó muy lentamente, al abrir la tapa del recipiente al final del proceso. Se produjo un efecto de chisporroteo en la cámara debido a la hidratación de carboxilatos en ácidos carboxílicos por la humedad de la atmosfera reinante en el aire (Figura 2). Luego, después del proceso de molienda terminado, las muestras se extrajeron cuidadosamente de la cámara. Todas presentaron comportamiento magnético debido al desgaste que sufren las bolas metálicas dentro de la cámara de molienda. Dicho desgaste varió entre el 1,5% y el 3% del peso de las bolas utilizadas, aumentando su porcentaje con el tiempo de molienda. Por ello, cada una de las muestras fue transferida a un matraz Erlenmeyer y lavada con ácido clorhídrico al 15% para disolver y eliminar las impurezas de hierro.

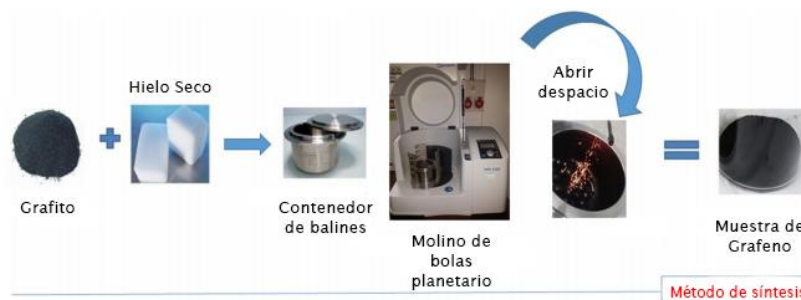


Fig. 2. Método de síntesis

Fuente: Pagnola, *et al.*, 2021

Finalmente, las muestras se filtraron, lavaron con agua destilada y se secaron a 60 °C para ser almacenadas para su caracterización posterior.

Exfoliación de grafito en fase líquida

Desde 2008 se comenzó a estudiar la posibilidad de exfoliar plaquetas delgadas de grafeno directamente del grafito, mediante sonicado en diferentes tipos de disolventes orgánicos (Hernández, *et al.*, 2008; Blake *et al.*, 2008). En este trabajo se reportan los resultados.

Exfoliación de grafito en fase acuosa asistida por surfactante

Esta técnica consiste en realizar una exfoliación de grafito asistida por surfactante en fase acuosa (Del Río Pérez, 2018) (agua + 15% Wt etanol + 2.6 Mm SDS) por sonicación a baja potencia durante 6 h, la solución obtenida debe verterse en un ensayo tubo, tratando solo de pasar las partículas en suspensión y se centrifuga a 1500 rpm durante 30 min, para verificar la efectividad del método para obtener el sobrenadante después del centrifugado.

Exfoliación de grafito en disolvente N-metil-pirrolidona:

Siguiendo la metodología reportada por O'Driscoll y su equipo (O'Driscoll, *et al.*, 2018) para la preparación de grafeno mediante exfoliación líquida, se obtiene una concentración de 100 mg/ml de grafito en NMP (N-metil-2-pirrolidona) se utiliza para preparar 5 g de grafito y se sonica a baja potencia durante 6 h, cambiando el agua del baño cada 1,5 h para bajar la temperatura. Posteriormente, se extrae el contenido de sobrenadante (aprox. 90%) de la solución obtenida y se centrifuga a 1500 rpm durante 90 min para eliminar las partículas más pesadas. Las partículas suspendidas después de la centrifugación se filtran al vacío con una membrana de filtro de nailon de 0,45 µm de diámetro de poro, obteniendo finas películas de grafeno, cambiándolas si es necesario. Como siguiente paso, las membranas con grafeno se parten para verterlas en cloroformo y se procede mediante sonicado la extracción del grafeno de los filtros. En este caso, se sonicaron durante 13,5 h a baja potencia. Se realizó un segundo sonicado al grafito remanente, utilizando la misma concentración

que la primera, para intentar obtener una mayor concentración de grafeno con el mismo tiempo de sonicado (Khan, *et al.*, 2011).

Síntesis de polisilicona reticulada (PSR)

Se utilizaron diferentes metodologías para la fabricación del PSR, obteniendo diferentes síntesis, la mayoría de las cuales se cristalizaron a lo largo del tiempo y otras presentaron características diferentes a las esperadas, como alta adherencia y fluidez. Dos de las muestras conservaron características similares a Silly Putty[®], al menos a nivel cualitativo. Ambas muestras se sintetizaron utilizando valores porcentuales en peso respecto al aceite de silicona (Tabla 1); para la muestra 1, se utilizó como referencia el valor medio de Aerosil, 50% en peso de FeCl₃, y el valor medio del porcentaje en volumen de etanol. Se mezclaron el aceite de silicona y el ácido bórico, agitando constantemente hasta homogeneizar la muestra, se adicionó el FeCl₃ y el etanol, mezclando por 5 min, finalmente, el Aerosil se adicionó a la mezcla y se agitó constantemente durante 5 minutos. La solución se coloca en un baño de aceite de silicona de 350 a 200 ° C durante 45 min, realizando agitación permanente con un agitador magnético. La muestra 2 se preparó con el porcentaje en peso de Aerosil y FeCl₃ correspondiente al valor máximo del rango mostrado en la tabla 1 y el valor porcentual máximo en el volumen de etanol; En este caso, el aceite de silicona y el ácido bórico se mezclan hasta homogeneizar, separadamente se mezclan el Aerosil, FeCl₃, y etanol, con agitación permanente para luego unir las dos mezclas hasta que sean homogéneas, la solución resultante se coloca en un baño de aceite de silicona de 350 a 200 ° C durante 35 minutos, agitando permanentemente con un agitador magnético.

Tabla 1. Composición de la PSR

Componente	Cantidad
Aceite de silicona 350	100 g
Ácido bórico	40 g
Dióxido de silicio coloidal	5 – 10 g
Cloruro férrico III	0,1 – 0,5 g
Etanol	5 – 7 ml

Resultados y discusión

Las muestras lavadas y sin lavar del grafeno sintetizado mediante molienda mecánica se estudiaron utilizando un difractómetro de rayos X. Los resultados obtenidos en las muestras sin lavar (Figura 3-a) determinan picos cristalinos característicos del producto de Fe de la cámara y las perlas ($2\theta \approx 45^\circ$), además de los picos característicos de grafito. Estos últimos picos se ensanchan mostrando su estructura amorfa y se desplazan hacia la izquierda, una vez realizados los lavados en todas las muestras (Figura 3-b), desapareciendo los picos de hierro.

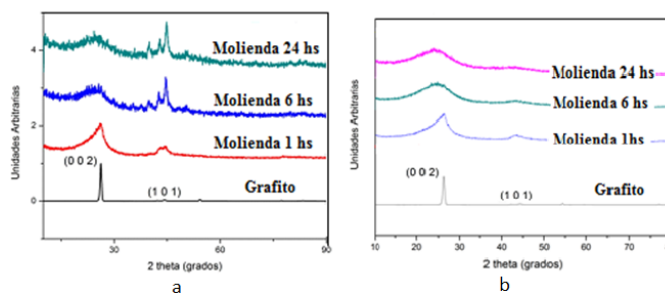


Fig. 3. Difractogramas de grafito (99,9%) con diferentes tiempos de molienda: (a) sin lavar, (b) lavadas

Por otro lado, el grado de exfoliación del grafeno obtenido mediante exfoliación en fase líquida en NMP, también se estudia por difracción de rayos X; se puede verificar que el grafito presenta un pico característico en el patrón DRX ($2\theta \approx 26,5^\circ$) asignado al plano (0, 0, 2) (Krishnamoorthy, *et al.*, 2013). El grafeno producido muestra casi el mismo pico de difracción del grafito ($2\theta \approx 26,61^\circ$) (Figura 4) que puede interpretarse como que el grafeno aún conserva la estructura de los átomos de carbono. También se observa que el pico es muy intenso y estrecho (Figura 4), esto se debe a la aparición de placas exfoliadas de menor espesor cuando el grafito se transformó en grafeno (Ma, *et al.*, 2010).

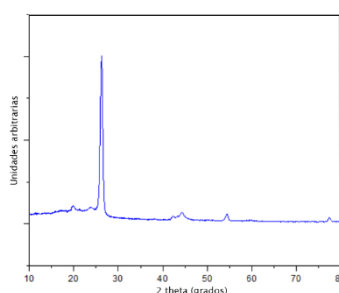


Fig. 4. Difractograma de microplacas de grafeno obtenidas por exfoliación de grafito en fase líquida en NMP y redispersado en cloroformo

Utilizando la ley de Bragg (1) calculamos el espaciado entre hojas de grafeno, a partir de las muestras lavadas, entendiendo que los picos amorfos que se muestran en la Figura 3-b son el producto del apilamiento entre hojas y las muestras obtenidas por exfoliación en fase líquida en NMP (Figura 4), donde la separación entre las láminas viene dada por:

$$D = \frac{n}{2 \text{ Seno}(\theta)} \quad (1)$$

Donde:

D = distancia interlaminar,
 n = número entero y
 θ = ángulo de incidencia

Una vez se ha obtenido la distancia interlaminar, se puede calcular el tamaño de empaquetamiento del grafeno usando la ecuación de Debye Scherrer (2):

$$d = \frac{k}{\beta \text{ Cos}(\theta)} \quad (2)$$

Donde:

d = tamaño de apilamiento,
 k = factor dimensional que depende de la forma de las partículas,
 λ = longitud de onda,
 β = ancho del pico a la altura media y
 θ = ángulo de Bragg máximo correspondiente

Finalmente, para obtener el número de láminas empaquetadas n , dividimos el tamaño de apilamiento d (nm) por el espaciado entre láminas D (nm). Los valores obtenidos se muestran en la Tabla 2.

Tabla 2. Datos obtenidos por DRX.

Material	$2\theta_{\max}$	D (nm)	d (nm)	NI
Molienda 1h	26,25	0,34	4,80	14
Molienda 6h	24,82	0,36	2,29	7
Molienda 24h	23,78	0,37	2,22	6
NMP+CHCl ₃	26,61	0,115	0,31	3

Se observó que la molienda por más de 24 horas no disminuye el número de capas obtenidas, teniendo este método un límite de obtención para grafeno de 6 capas por molienda mecánica (Morales, *et al.*, 2019). Estos arreglos están en forma de nanoplacas de grafeno como se observa en la Figura 5-A. Los análisis de la Función de Distribución Radial $RDF(r)$ sobre estas muestras nos proporcionan un esquema de primeros vecinos en el corto alcance como el sugerido por la Simulación Molecular desarrollada por Pagnola (Pagnola, *et al.*, 2021) que se observa en la Figura 6 que explicaría la estructura de las nanoplacas de grafeno denominadas G24H.

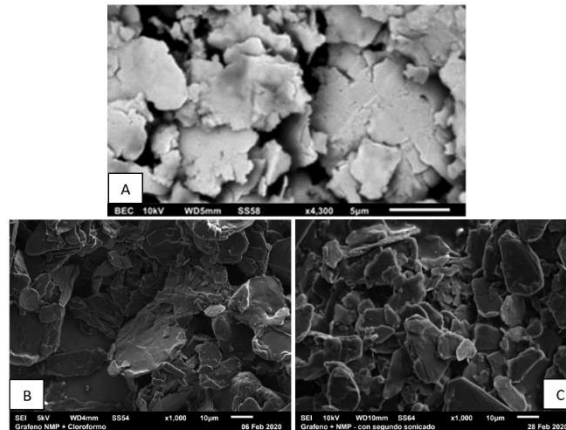
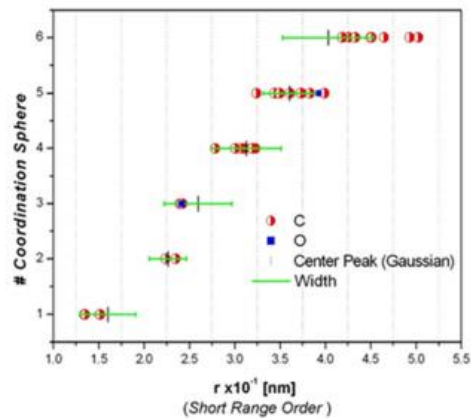
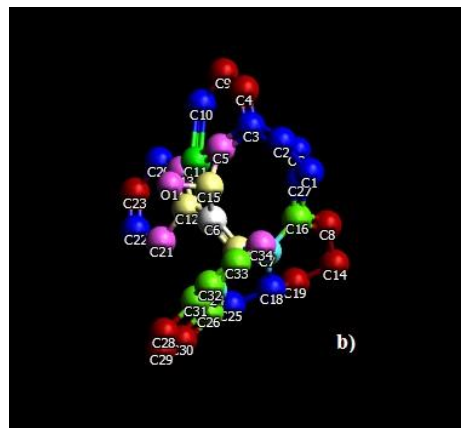


Fig. 5. Micrografía SEM de nanoplacas de grafeno obtenidas: A- con 24 horas de molienda mecánica, y exfoliación de grafeno en fase líquida en NMP, redispersado en cloroformo, B- primera sonicación, C- segunda sonicación



a)



b)

Fig. 6. a) Arreglo atómico y correlación con el ancho de banda para la muestra G24H. b) solución computacional para el arreglo de la muestra G24H (centro (blanco); # esferas de coordinación: 1°(amarillo); 2°(azul claro); 3°(rosado); 4°(verde); 5°(azul); 6°(marrón)

Fuente: Pagnola, *et al.*, 2021

En la Tabla 2 podemos ver que por este método fue posible obtener microplacas con menor número de láminas, cabe aclarar que este análisis es para el grafeno obtenido en la segunda sonicación del grafito en NMP

(Figura 5-C). También se destaca que incluso en este caso, si bien no se logró el tamaño "nano" deseado, se puede verificar que se logró reducir el tamaño promedio de las microplacas que se presentan con una primera sonicación (Figura 5-B).

Como estudio complementario, se realizaron observaciones con un microscopio electrónico de transmisión (TEM-Phillips EM 301), aplicado como suspensión de etanol diluido sobre una rejilla de cobre de malla Formvar/carbono 300, de las muestras obtenidas por los diferentes métodos de síntesis; la Figura 7-a muestra una micrografía de grafeno obtenido por molienda mecánica de 24 h, en la que se observa una disposición multiplanar deformada de láminas delgadas bajo la aplicación de diferentes fuerzas débiles (Morales, *et al.*, 2019; Pagnola, *et al.*, 2020), por lo que cuando se utilizó para la fabricación del sensor, presentó inestabilidad, degradándose el nanocompuesto en cuestión de horas. La Figura 7-b es la micrografía de una muestra obtenida mediante el método de exfoliación de grafeno en fase acuosa asistida por surfactante, una concentración estable pero muy baja de nanoplacas de grafeno con pocas capas (Figura 7-c y d) suspendidas y partículas remanentes de surfactante (SDS), que al igual que la incompatibilidad del agua con el cloroformo, representan un problema para ser utilizado en la fabricación del nanocompuesto. La Figura 7-e es de una muestra obtenida por exfoliación de grafito en NMP, en la que podemos ver que se obtuvieron microplacas de grafeno con pocas láminas, con una concentración bastante aceptable, lo cual es muy prometedor para ser utilizado en fabricación del sensor, solo se debe ajustar el proceso de sonicación para obtener nanoplacas, que es el tamaño ideal para sintetizar el nanocompuesto (Boland, *et al.*, 2014; O' Driscoll, *et al.*, 2018).

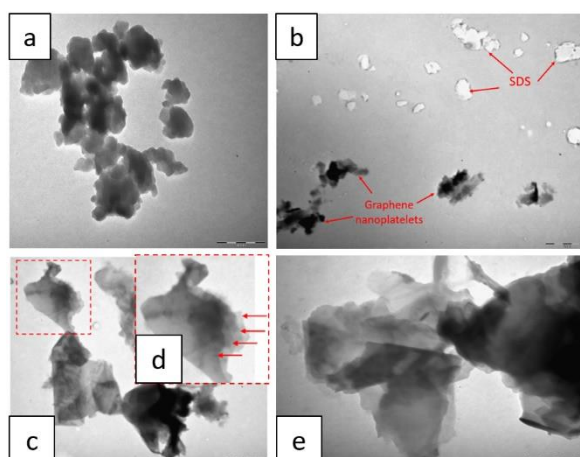


Fig. 7. Micrografía TEM de nanoplacas de grafeno obtenidas: a) con 24 horas de trituración mecánica, b) exfoliación de grafito en fase acuosa asistida por surfactante, d) es una ampliación del área encerrada en líneas de puntos de c), en la que al menos 4 bordes de capas de la nanoplaca se pueden distinguir, indicada con las flechas, e) exfoliación de grafito en fase líquida en NMP, pulgada de cloroformo redispersada, segunda sonicación

Desde que Boland y su equipo (Boland, *et al.*, 2014) desarrolló el primer sensor informado para un nanocompuesto de matriz blanda basado en polisilicona - grafeno y demostró comparativamente que el factor de galga

(500 vs 82 (Mansour, 2008)) superó con creces a sus predecesores de nanocompuestos, la aplicación de estos mostró un excelente desempeño en aplicaciones biomédicas. Entonces, la fabricación de este tipo de sensores ha presentado grandes avances en cuanto a su optimización en la metodología de fabricación (O'Driscoll, *et al.*, 2018). Ampliando así su campo de aplicación en ésta rama. Hébert y su equipo (Hébert, *et al.*, 2020) informó sobre el uso de un sensor de nanopresión para materiales blandos, con el que los medidores de sensores convencionales no mostraban una buena funcionalidad. De esta forma, se hace más eficiente la posibilidad de su aplicación en robótica blanda donde los sensores de deformación tradicionales tienen grandes limitaciones. En el mismo sentido, Peña-Consuegra y su equipo (Peña-Consuegra, *et al.*, 2020) están trabajando en la fabricación, caracterización y calibración de un sensor nanocompuesto de PSR y grafeno para aplicaciones en dispositivos robóticos y dinámica estructural bajo el siguiente principio de funcionamiento: los sensores electromecánicos responden a los esfuerzos externos aplicados a través de distintos mecanismos, siendo los más comunes los efectos geométricos; cuando el sensor es deformado por un esfuerzo externo, su longitud en dirección longitudinal aumenta mientras su ancho y por tanto su área transversal disminuye, obedeciendo su relación de Poisson. La resistencia del sensor está dada por $R = \rho \times l/A$ (Park, *et al.*, 2018), donde ρ es la resistividad eléctrica, l es la longitud y A es el área de sección transversal; por lo tanto, el sensor aumenta su resistencia cuando es estirado (Figura 8).

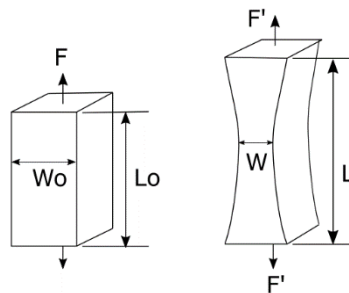


Fig. 8. Mecanismo variación de resistencia por cambio geométrico de un sensor de deformación

Fuente: Park, *et al.*, 2018

La tasa de cambio de la resistencia causada por la deformación mecánica es expresada en términos del "factor de galga" (F.G), que sirve como indicador para evaluar el desempeño del sensor. Hay que tener en cuenta que la resistividad es una propiedad intrínseca del material y puede ser afectada por la deformación geométrica, esto es el efecto piezoresistivo y se produce debido a los cambios de distancia de la red intersticial del material. Incluyendo dicho efecto, el F.G se puede expresar como (3) (Park, *et al.*, 2018):

$$F.G = 1 + 2\nu + \frac{\Delta\rho}{\rho} \quad (3)$$

Donde:

ν es la relación de Poisson y

$$\varepsilon = \Delta l / l$$

Nuestros sensores de deformación fabricados con nanomateriales poseen un mecanismo más complejo que los sensores clásicos, debido a la geometría zero-, uni- y bi-dimensional de los nanomateriales de relleno; un importante mecanismo es el efecto de la separación del relleno en la estructura de la red; la concentración de los nano-rellenos superan el umbral de percolación en la matriz polimérica, produciendo que la corriente fluya a través de los puntos de contacto, donde se superponen los nano-rellenos, por lo tanto al aplicar una carga externa, el número de éstos contactos disminuye por la separación de los mismos produciendo un cambio en la resistencia.

Si la concentración de los nano-rellenos es menor que el umbral de percolación en la matriz, el comportamiento del sensor es gobernado por el efecto túnel, el cual consiste en que a nanoescala, una delgada capa de la matriz polimérica se coloca entre los rellenos no conectados y la carga es transferida a través de dicha capa. La corriente resultante es llamada corriente de túnel y es expresada por (Boland, *et al.*, 2016; Park, *et al.*, 2018), como:

$$R_{tunnel} = \frac{h^2 d}{A e^2 \sqrt{2m\lambda}} e^{\left(\frac{4\pi d}{h} \sqrt{2m\lambda}\right)} \quad (4)$$

Donde:

h es la constante de Plank,
 d es la distancia entre conductores adyacentes,
 e y m son la carga del electrón y su masa respectivamente y
 λ es la altura de la barrera energética del polímero.

Se puede observar en la ecuación (4) que la corriente de túnel depende exponencialmente del tamaño de la brecha entre conductores adyacentes por lo que la resistencia responde sensiblemente a la deformación del material.

Conclusiones

En este trabajo se mostraron las técnicas utilizadas para la obtención de grafeno, así como la síntesis del PSR, ambos de fabricación propia, para obtener un nano material que se aplica en tareas de detección de tensión/fuerza en sensores y se describió el principio de funcionamiento de estos. Del desarrollo informado podemos sacar algunas conclusiones importantes:

- Debido a la amorfización que sufren las nanoplacas de grafeno en el método de molienda mecánica, no es posible obtener las propiedades requeridas para el sensor de nanocompuestos.
- El método de exfoliación del grafito en fase acuosa asistido por surfactante, nos da nanoplacas suspendidas, estables en el tiempo, pero a una concentración muy baja, mostrando ineficacia el proceso. Además, la incompatibilidad del agua con el cloroformo representa un inconveniente para la fabricación del nanocompuesto.
- El método de exfoliación en fase líquida en NMP se utilizará para producir grafeno para la fabricación del sensor, en base a la evidencia

obtenida por las pruebas DRX, SEM y TEM reportadas, que muestran que modulando el tiempo de sonicación cumplen con las características del grafeno utilizado en la fabricación de sensores anteriores exitosos, reportados en nuestras referencias citadas de sensores.

Agradecimientos

Este trabajo fue apoyado por la Facultad de Ciencias Básicas y Biomédicas de la Universidad Simón Bolívar, Universidad Tecnológica de Bolívar bajo el proyecto de investigación "Desarrollo de un sensor nanocompuesto de base polimérica para monitoreo de la salud y funcionalidad estructural" (ID: C2019P004), Facultad de Ingeniería de la Universidad de Buenos Aires, Argentina Consejo de Investigaciones Científicas y Tecnológicas (CONICET), y UBACyT 20020150100088BA.

Referencias

- BAUER, J.; KOPACEK, P.; KRÄUTER, L.; DORNA, I. (2015) IFAC-PapersOnLine, 48(24), 173.
- BLAKE, P.; BRIMICOMBE, P. D.; NAIR, R. R.; BOOTH, T. J.; JIANG, D.; SCHEDIN, F.; PONOMARENKO, L. A.; MOROZOV, S. V.; GLEESON, H. F.; HILL, E. W. (2008) Nano letters, 8(6), 1704.
- BOLAND, C. S.; KHAN, U.; BACKES, C.; O'NEILL, A.; MCCAULEY, J.; DUANE, S.; SHANKER, R.; LIU, Y.; JUREWICZ, I.; DALTON, A. B. (2014) ACS nano, 8(9), 8819.
- DEL RÍO PÉREZ, F. (2018) *Diseño, preparación y caracterización de composites con grafeno obtenido por exfoliación de grafito como fase dispersa*, Ph.D. dissertation, Universidad de Santiago de Compostela.
- DURAKBASA, N.; BAUER, J. M.; ALCOBERRO, R.; CAPUANO, E. (2016) IFAC-PapersOnLine, 49(29), 12.
- HÉBERT, M.; HUISSOON, J. P.; REN, C. L. (2020) Sens. and Actu. A: Phys. 305, 111917.
- HEISENBERG, W. (2013) *Der Teil und das Ganze: Gespr im Umk der Atom*. Piper Verlag.
- HERNANDEZ, Y.; NICOLOSI, V.; LOTYA, M.; BLIGHE, F. M.; SUN, Z.; DE, S.; MCGOVERN, I.; HOLLAND, B.; BYRNE, M.; GUN'KO Y. K. (2008) Nature nanotechnology, 3(9), 563.
- JEON, I. Y.; SHIN, Y. R.; SOHN, G. J.; CHOI, H. J.; BAE, S.Y.; MAHMOOD, J.; JUNG, S. M.; SEO, J. M.; KIM, M. J.; CHANG, D. W. (2012) Proceedings of the National Academy of Sciences, 109(15), 5588.
- KHAN, U.; PORWAL, H.; O'NEILL, A.; NAWAZ, K.; MAY, P.; COLEMAN, J. N. (2011) Langmuir, 27(15), 9077.
- KRISHNAMOORTHY, K.; VEERAPANDIAN, M.; YUN, K.; KIM, S. J. (2013) Carbon, 53, 38.
- MA, W. S.; ZHOU, J. W.; CHENG, S. X. (2010) Journal of Chemical Engineering of Chinese Universities, 4.
- MANSOUR, S. (2008) Express Polym. Lett., 2(12), 836.
- MORALES, F.; TANCREDI, P.; PAGNOLA, M.; SOCOLOVSKY, L. (IN PRESS) *Síntesis y caracterización de grafeno por molienda mecánica*.
- O'DRISCOLL, D. P.; VEGA-MAYORAL, V.; HARLEY, I.; BOLAND, C. S.; COLEMAN, J. N. (2018) 2D Materials, 5(3), 035042.

PAGNOLA, M.; MORALES, F.; TANCREDI, P.; SOCOLOVSKY, L. (2021) JOM, 1.
PARK, C.; LEE, S, K. (2018) ChemElectroChem 5(23), 3589.
PEÑA-CONSUEGRA, J.; USECHE. J.; PAGNOLA, (2020) IEEE, 1.
ROMERO, D; GAIARDELLI, P; POWELL, D.; WUEST, T.; THÜRER, M. (2019) IFAC-PapersOnLine, 52(13), 899.