



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DEL ESTADO DE HIDALGO

INSTITUTO DE CIENCIAS BÁSICAS E INGENIERÍA

LICENCIATURA EN INGENIERÍA EN ELECTRÓNICA

Tesis

**FABRICACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE TINTA CONDUCTORA A BASE DE
AgNSs Y rGO PARA APLICACIONES ELECTRÓNICAS**

Para obtener el grado de
Ingeniero en Electrónica

PRESENTA

Marvin Gamaliel Argueta Mejia

Directora:
Dra. Karina Alemán Ayala

Codirector:
M. en C. Jorge Angel Badillo Hernández

Pachuca de Soto, Hgo., México 4 de junio de 2026



Marvin Gamaliel Argueta Mejia

**FABRICACIÓN Y
CARACTERIZACIÓN DE
TINTA CONDUCTORA A
BASE DE AgNSs Y rGO
PARA APLICACIONES
ELECTRÓNICAS**



Universidad Autónoma del Estado de Hidalgo

Instituto de Ciencias Básicas e Ingeniería

School of Engineering and Basic Sciences

Dirección

Office of the Director

Mineral de la Reforma, Hgo., a 4 de junio de 2026

Número de control: ICBI-D/1058/2026

Asunto: Autorización de impresión.

MTRA. OJUKY DEL ROCÍO ISLAS MALDONADO DIRECTORA DE ADMINISTRACIÓN ESCOLAR DE LA UAEH

Con Título Quinto, Capítulo II, Capítulo V, Artículo 51 Fracción IX del Estatuto General de nuestra Institución, por este medio, le comunico que el Jurado asignado al egresado de la Licenciatura en Ingeniería en Electrónica **Marvin Gamaliel Argueta Mejia**, quien presenta el trabajo de titulación **"FABRICACIÓN Y CARACTERIZACIÓN DE TINTA CONDUCTORA A BASE DE AgNSs Y rGO PARA APLICACIONES ELECTRÓNICAS"**, ha decidido, después de revisar fundamento en lo dispuesto en el Título Tercero, Capítulo I, Artículo 18 Fracción IV; dicho trabajo en la reunión de sinodales, **autorizar la impresión del mismo**, una vez realizadas las correcciones acordadas.

A continuación, firman de conformidad los integrantes del Jurado:

Presidente: Dra. Rosa Angeles Vázquez García

Secretario: Dr. Esteban Rueda Soriano

Vocal: Dra. Karina Alemán Ayala

Suplente: M.C. Jorge Ángel Badillo Hernández

Sin otro particular por el momento, reciba un cordial saludo.

Atentamente
"Amor, Orden y Progreso"

Dr. Gabriel Vergara Rodríguez
Director del ICBI



GVR/MMM

"Amor, Orden y Progreso"



Ciudad del Conocimiento, Carretera Pachuca-Tulancingo
Km. 4.5 Colonia Carboneras, Mineral de la Reforma, Hidalgo,
México. C.P 42184
Teléfono: 52 (771) 71 720 00 Ext. 40001
direccion_icbi@uaeh.edu.mx, vergara@uaeh.edu.mx

uaeh.edu.mx

Dedicatoria

Deseo expresar mi más sincero agradecimiento a todas aquellas personas que, con su apoyo, orientación y colaboración, hicieron posible el desarrollo y la culminación de esta tesis.

A mis padres, por enseñarme con su ejemplo el valor del esfuerzo, la honestidad y la perseverancia. Su amor incondicional me ha sostenido en cada paso, y este logro es tanto suyo como mío. Gracias por acompañarme en este largo camino, por darme la fuerza cuando las cosas parecían imposibles y por creer en mí cuando más lo necesitaba. Cada palabra de aliento, cada gesto de cariño y cada sacrificio suyo están reflejados en estas páginas.

A mi hermana, por ser mi apoyo constante y por las risas que aliviaron los días de cansancio, las cuales resultaron fundamentales para alcanzar este logro académico.

Esta tesis es más que un resultado académico: es un reflejo de todo lo que me han enseñado, del amor que me han dado y del esfuerzo compartido como familia. De igual manera, agradezco a mis compañeros de aula por esta trayectoria, por los recuerdos y momentos vividos dentro y fuera del salón.

Agradecimientos

Este trabajo de tesis está dedicado, en primer lugar, al Laboratorio de Fabricación y Caracterización de Semiconductores, que no solo me brindó los recursos materiales y el espacio físico necesarios para desarrollar esta investigación, sino también un entorno de aprendizaje, colaboración y crecimiento. Cada experiencia dentro del laboratorio representó una oportunidad para fortalecer mis conocimientos, adquirir nuevas habilidades y comprender la importancia del trabajo científico riguroso y comprometido.

Al maestro Jorge Ángel Badillo Hernández, le extiendo mi gratitud más profunda. Su acompañamiento académico, su disposición para compartir su experiencia y su confianza en mi trabajo fueron pilares fundamentales para la culminación de este proyecto. Gracias por cada consejo, por las observaciones constructivas que guiaron el rumbo de esta tesis y por demostrar siempre un compromiso genuino con mi formación profesional.

A la doctora Karina Alemán Ayala, le debo un agradecimiento especial por su apoyo, su guía constante y su calidad humana. Su visión, paciencia y orientación fueron esenciales para superar los desafíos que surgieron en el camino. Su confianza en mis capacidades fue un motor importante que me motivó

Notación

- **KClO₄**: Perclorato de potasio
- **HNO₃**: Ácido nítrico
- **H₂O**: Agua
- **Ag**: Plata
- **Au**: Oro
- **Cu**: Cobre
- **mL**: Mililitros
- **ppm**: Partes por millón (Unidad de concentración)
- **1:1**: Proporción de la formulación de la tinta
- **Top-down**: Método de síntesis de arriba hacia abajo
- **Bottom-up**: Método de síntesis de abajo hacia arriba
- **EG**: Etilenglicol (abreviatura usada como solvente)
- **rGO**: Óxido de grafeno reducido
- **Ag:rGO**: Sistema híbrido plata óxido de grafeno reducido
- **Curado**: Proceso térmico o químico posterior a la deposición
- **Red percolativa**: Concepto físico asociado al transporte eléctrico
- **Movilidad electrónica**: Propiedad electrónica del material
- **KMnO₄**: Permanganato de potasio
- **H₂O₂**: Peróxido de hidrógeno
- **Ag⁺**: Ion plata

- **Ag⁰**: Plata metálica
- **CO₂**: Dióxido de carbono
- **sp²**: Hibridación del carbono
- **2θ**: Ángulo de difracción en DRX
- **(002), (111), (200), (220), (311)**: Planos cristalográficos
- **°C**: Grados Celsius
- **mg**: Miligramos
- **g**: Gramos
- **V**: Volts
- **e⁻**: Electrón
- **pH**: Potencial de hidrógeno

Resumen

En el presente trabajo se desarrolló una tinta híbrida compuesta por óxido de grafeno reducido (rGO) y nanoláminas de plata (AgNSs). La síntesis inició con la obtención de óxido de grafeno (GO) mediante el método de Hummers modificado, seguido de una reducción térmica a 350 °C. Este tratamiento permitió restaurar parcialmente la red de carbono conjugado y aumentar su conductividad eléctrica, conservando una adecuada capacidad de dispersión en solución. De forma paralela, las nanoláminas de plata se sintetizaron a través de una ruta verde, empleando ácido ascórbico como agente reductor. Posteriormente, la tinta híbrida se formuló dispersando ambos nanomateriales en un sistema de disolventes compuesto por etanol y etilenglicol (en proporción 1:1), para finalmente ser depositada sobre sustratos de tereftalato de polietileno (PET).

El desempeño de las películas depositadas responde directamente a la sinergia estructural y eléctrica entre sus componentes. Si bien las tintas basadas exclusivamente en plata poseen una alta conductividad inherente, la incorporación del rGO mejora significativamente esta propiedad. En este sistema híbrido, las láminas de rGO actúan como interconexiones físicas que unen las nanoláminas de plata dispersas, optimizando la red de percolación. Esta arquitectura facilita un transporte de carga continuo y eficiente a través de la matriz. Como resultado de esta interacción, sumada a la estabilidad coloidal del sistema, la tinta obtenida demostró una sobresaliente conductividad eléctrica y una excelente compatibilidad con el PET.

La selección de la mezcla de disolventes facilitó la aplicación de la tinta mediante técnicas de deposición directa, lo cual demuestra su viabilidad para procesos de fabricación en electrónica flexible. En conjunto, las características de esta formulación híbrida permiten optimizar el uso de materiales conductores, ofreciendo una alternativa eficiente para la fabricación de dispositivos electrónicos más ligeros y accesibles.

Abstract

In this study, a hybrid ink composed of reduced graphene oxide (rGO) and silver nanosheets was developed (AgNSs). The synthesis began with the preparation of graphene oxide (GO) using the modified Hummers method, followed by thermal reduction at 350 °C. This treatment allowed for the partial restoration of the conjugated carbon network and an increase in its electrical conductivity, while maintaining adequate dispersibility in solution. Concurrently, the silver nanosheets were synthesized via a green route, using ascorbic acid as the reducing agent. Subsequently, the hybrid ink was formulated by dispersing both nanomaterials in a solvent system composed of ethanol and ethylene glycol (in a 1:1 ratio), to be finally deposited onto polyethylene terephthalate (PET) substrates.

The performance of the deposited films is directly attributable to the structural and electrical synergy between their components. While inks based exclusively on silver possess high inherent conductivity, the incorporation of rGO significantly enhances this property. In this hybrid system, the rGO sheets act as physical interconnections that link the dispersed silver nanosheets, optimizing the percolation network. This architecture facilitates continuous and efficient charge transport through the matrix. As a result of this interaction, coupled with the systems colloidal stability, the resulting ink demonstrated outstanding electrical conductivity and excellent compatibility with PET.

The choice of solvent blend facilitated ink application using direct deposition techniques, demonstrating its suitability for flexible electronics manufacturing processes. Overall, the characteristics of this hybrid formulation allow for the optimized use of conductive materials, offering an efficient alternative for the manufacture of lighter and more affordable electronic devices.

Acrónimos

- **GO:** Óxido de grafeno
- **rGO:** Óxido de grafeno reducido
- **PET:** Polietileno tereftalato
- **RFID:** Radio Frequency Identification (Identificación por radiofrecuencia)
- **PVP:** Polivinilpirrolidona
- **IoT:** Internet of Things (Internet de las cosas)
- **CVD:** Chemical Vapor Deposition (Deposición química de vapor)
- **AgNPs:** Nanopartículas de plata
- **AgNSs:** Nanoláminas de plata
- **RX:** Rayos X
- **DRX:** Difracción de Rayos X
- **AA:** Ácido ascórbico
- **LSPR:** Resonancia plasmónica superficial localizada
- **RPM:** Revoluciones Por Minuto.

Glosario

- Adherencia: Capacidad de una película o recubrimiento para permanecer unido al sustrato sin desprenderse bajo condiciones mecánicas o térmicas.
- Ácido ascórbico: Compuesto orgánico utilizado como agente reductor en la síntesis de nanopartículas metálicas mediante métodos de química verde.
- Aglutinante: Componente polimérico no conductor que proporciona cohesión interna a la tinta conductora, mejora la adhesión al sustrato y contribuye a la estabilidad mecánica de la película depositada.
- Aromaticidad: Propiedad química asociada a la estabilidad y deslocalización electrónica en sistemas cíclicos conjugados, relevante en la estructura electrónica del grafeno.
- Ciclo térmico: Proceso experimental que implica el calentamiento y posterior enfriamiento controlado de una muestra para evaluar cambios en sus propiedades físicas o eléctricas.
- Coeficiente de determinación (R^2): Parámetro estadístico que indica el grado de ajuste de un modelo de regresión a los datos experimentales. Toma valores entre 0 y 1, donde valores cercanos a 1 representan una alta correlación entre las variables analizadas.
- Conductividad eléctrica: Capacidad de un material para permitir el flujo de carga eléctrica bajo la aplicación de un campo eléctrico.
- Curado: Tratamiento térmico o químico aplicado después de la deposición de una tinta para mejorar su adherencia, estabilidad mecánica y propiedades eléctricas.
- Difracción de rayos X: Técnica de caracterización utilizada para analizar la estructura cristalina de materiales mediante la interacción de los rayos X con los planos atómicos del sólido.
- Electrónica flexible: Área de la electrónica enfocada en el desarrollo de dispositivos capaces de doblarse, estirarse o adaptarse a superficies curvas sin perder funcionalidad.

- **Electrónica impresa:** Rama de la electrónica que emplea técnicas de impresión para fabricar dispositivos electrónicos sobre distintos sustratos, permitiendo estructuras flexibles, ligeras y de bajo costo.
- **Estabilidad coloidal:** Capacidad de una suspensión para mantener partículas dispersas sin sedimentación o aglomeración durante un periodo prolongado.
- **Estabilidad térmica:** Capacidad de un material para mantener sus propiedades físicas y eléctricas cuando es sometido a variaciones de temperatura.
- **Exfoliación:** Proceso mediante el cual se separan capas individuales de un material laminar, como el grafito, para obtener láminas delgadas de grafeno u óxido de grafeno.
- **Grafeno:** Material bidimensional formado por una sola capa de átomos de carbono dispuestos en una red hexagonal, caracterizado por su alta conductividad eléctrica, resistencia mecánica y flexibilidad.
- **Grafito:** Es una forma natural del elemento químico carbono. Es un material sólido, de color negro o gris oscuro, que se caracteriza por ser suave, opaco y buen conductor de la electricidad.
- **Histéresis térmica:** Diferencia en el comportamiento de una propiedad física (como la resistencia eléctrica) durante los procesos de calentamiento y enfriamiento.
- **Humectación:** Capacidad de un líquido para extenderse y adherirse sobre una superficie sólida, factor clave en la deposición uniforme de tintas.
- **Método bottom-up:** Estrategia de síntesis basada en la construcción de materiales a partir de átomos o moléculas individuales mediante procesos de ensamblaje controlado.
- **Método de Hummers modificado:** Procedimiento químico utilizado para la obtención de óxido de grafeno mediante la oxidación controlada del grafito con agentes oxidantes fuertes.
- **Método top-down:** Estrategia de síntesis que consiste en descomponer materiales a granel en estructuras de menor tamaño mediante procesos físicos o químicos.

- Miscibilidad: Capacidad de dos o más sustancias para mezclarse completamente y formar una solución homogénea.
- Movilidad electrónica: Medida de la facilidad con la que los portadores de carga se desplazan a través de un material bajo la acción de un campo eléctrico.
- Nanopartícula: Partícula con al menos una dimensión en el rango nanométrico (1–100 nm), cuyas propiedades físicas y químicas difieren de las del material a escala macroscópica.
- Nanopartículas de plata: Partículas de plata a escala nanométrica que presentan alta conductividad eléctrica y son utilizadas en aplicaciones electrónicas, sensores y tintas conductoras.
- Nanoláminas de plata: Son estructuras bidimensionales de plata de tamaño nanoscópico, con un espesor extremadamente delgado (generalmente a escala nanométrica, de 1 a 100 μm) y una superficie plana y extendida.
- Óxido de grafeno (GO): Es un material bidimensional obtenido a partir de la oxidación y exfoliación del grafito. Está constituido principalmente por carbono y oxígeno, con grupos funcionales oxigenados en su superficie y bordes, lo que le confiere carácter hidrofílico y facilita su dispersión en agua.
- Percolación eléctrica: Fenómeno físico mediante el cual se establece una trayectoria continua de material conductor que permite el paso de corriente eléctrica a través de un compuesto.
- PET: Tereftalato de polietileno. Polímero termoplástico transparente, ligero y resistente, ampliamente utilizado como sustrato en electrónica flexible.
- Plano cristalográfico: Conjunto de planos imaginarios que describen la disposición periódica de los átomos dentro de una estructura cristalina.
- Química verde: Enfoque de la química orientado al diseño de procesos y productos que reducen o eliminan el uso de sustancias peligrosas y el impacto ambiental.
- Red percolativa: Estructura formada por partículas conductoras interconectadas que permite el transporte eficiente de carga eléctrica a través de un material compuesto.

- Reducción del óxido de grafeno (rGO): Proceso físico o químico mediante el cual se eliminan parcial o totalmente los grupos oxigenados del óxido de grafeno, restaurando en cierta medida su red grafénica y mejorando sus propiedades eléctricas.
- Regresión lineal: Método estadístico utilizado para modelar la relación entre una variable dependiente y una variable independiente mediante una ecuación lineal.
- Reología: Rama de la física que estudia el flujo y la deformación de los materiales, particularmente relevante para la formulación y aplicación de tintas conductoras.
- Resistencia eléctrica: Oposición que presenta un material al paso de corriente eléctrica, medida en ohmios (Ω).
- Sinterización: Proceso térmico mediante el cual partículas sólidas se unen sin llegar a fundirse completamente, mejorando la conductividad y la integridad estructural del material.
- Sinterización térmica: Tratamiento térmico aplicado a materiales particulados para mejorar el contacto entre partículas y aumentar la conductividad eléctrica sin fusión completa.
- Solvente: Sustancia líquida encargada de disolver o dispersar los componentes de la tinta, ajustando propiedades como la viscosidad, tensión superficial y tiempo de secado.
- Sustrato: Superficie sobre la cual se deposita una tinta o material funcional para la fabricación de dispositivos electrónicos.
- Tinta: Líquido coloreado utilizado para escribir, dibujar o imprimir mediante un instrumento o sistema apropiado.
- Tinta conductora: Mezcla de materiales conductores dispersos en una matriz polimérica o solvente, utilizada para la impresión de circuitos eléctricos, especialmente en aplicaciones de electrónica impresa y flexible.

Índice general

Dedicatoria	V
Agradecimientos	VII
Notación	IX
Resumen	XI
Abstract	XIII
Acrónimos	XV
Glosario	XVII
Indice general	XXI
Índice de figuras	XXIII
1. Introducción	1
1.1. Estado del arte	2
1.2. Planteamiento del problema	5
1.3. Justificación	6
1.4. Solución propuesta	6
1.5. Objetivos	7
1.5.1. Objetivo general	7
1.5.2. Objetivos particulares	7
1.6. Hipótesis	7
1.7. Contribuciones de la tesis	8
1.8. Organización de la tesis	9
2. Marco Teórico	11
2.1. Introducción	11
2.2. Tinta Conductora: Propiedades y Aplicaciones	12
2.3. Materiales utilizados en las tintas conductoras	13
2.3.1. Metales	13
2.3.2. Materiales de carbono	14
2.3.3. Aglutinantes	15

2.3.4. Solventes	15
2.4. Aplicaciones de las tintas conductoras	17
2.5. Producción de Grafeno para Tintas Conductoras	17
2.5.1. Síntesis y obtención del grafeno	17
2.5.2. Métodos Top-Down	18
2.5.3. Métodos Bottom-Up	18
2.6. Reducción de Óxido de Grafeno para Tintas Conductoras	19
2.7. Desafíos y Futuro de las Tintas Conductoras de Grafeno	20
3. Materiales y métodos	23
3.1. Introducción	23
3.2. Materiales	24
3.3. Equipos e instrumentos	25
3.4. Procedimiento experimental	25
3.4.1. Síntesis del óxido de grafeno (GO)	25
3.4.2. Síntesis de nanoláminas de plata (AgNSs)	27
3.4.3. Reducción térmica del óxido de grafeno ($\text{GO} \rightarrow \text{rGO}$)	28
4. Resultados experimentales	31
4.1. Caracterización del rGO mediante difracción de rayos X	31
4.2. Caracterización de AgNSs mediante difracción de rayos X	33
4.3. Caracterización morfológica por micrografía óptica digital de las AgNSs	34
4.4. Formulación de la tinta conductora de Politec - rGO	36
4.5. Formulación de tinta conductora Ag-rGO-PVP	39
4.6. Formulación de tintas Ag-rGO-EG	42
4.6.1. Medición de resistencia eléctrica superficial de las tintas	43
4.6.2. Comportamiento eléctrico en función de la temperatura de las tintas	46
4.6.3. Análisis de regresión lineal de las tintas	47
4.6.4. Análisis estructural mediante difracción de rayos X de la tinta 1	49
Conclusiones	51
Referencias	53

Índice de figuras

2.1. Partículas metálicas presentes en la formulación de una tinta conductora. .	14
2.2. Imágen representativa de los materiales carbonosos.	14
2.3. Imagen representativa del aglutinante utilizado en la elaboración de la tinta conductora.	15
2.4. Imagen representativa de los solventes utilizado en la elaboración de la tinta conductora.	16
2.5. Algunas aplicaciones relacionadas con la tinta conductora.	17
2.6. Estructura del óxido de grafeno antes y después de ser reducido.	19
2.7. Representación gráfica de algunos retos para el desarrollo de tintas conductoras.	20
3.1. Representación gráfica de los pasos empleados.	27
3.2. Representación gráfica de obtención de plata en base al método de ácido ascórbico.	28
3.3. Representación gráfica del proceso de oxidación del GO para obtener rGO. .	29
4.1. Análisis por difracción de rayos X, de color rojo se observa el óxido de grafeno y de color negro el grafito.	32
4.2. Análisis por difracción de rayos X resultante del óxido de grafeno reducido. .	32
4.3. Patrones de difracción de rayos X de las muestras AgLab y AgCom, donde se observan los planos característicos (111), (200), (220), (311) y (222), correspondientes a la fase cúbica de la plata.	33
4.4. Micrografía óptica de nanoláminas de plata (escala: 100 μm).	34
4.5. Nanoláminas de plata con residuos de ácido ascórbico (escala: 100 μm). . .	35
4.6. Pesaje de rGO para agregarlo a la pintura comercial Politec.	36
4.7. a) Pesaje de la pintura comercial y b) Medición de acetona.	37
4.8. a) Combinación de pintura y rGO y b) Producto final.	37
4.9. Resultado de la primera muestra de tinta Politec/rGO proporción 250/3. .	38
4.10. Resultado de la segunda muestra Politec/rGO proporción 1/1.	38

4.11. Encendido de un diodo LED con la segunda tinta muestra.	39
4.12. Tinta de nanoláminas de plata, del lado izquierdo con PVP en proporción 60/120/20/1 y del lado derecho sin PVP en proporción 3/6/1 antes del proceso de mezclado.	40
4.13. Tinta de nanoláminas de plata, del lado izquierdo con PVP y del lado derecho sin PVP, durante el proceso de secado sobre sustrato PET.	41
4.14. Tinta de nanoláminas de plata, del lado izquierdo con PVP y del lado derecho sin PVP, después del proceso de mezclado, depositado y secado sobre sustrato PET.	42
4.15. Muestra de tinta, del lado izquierdo antes del proceso y del lado derecho después del proceso de secado.	43
4.16. Ejemplo de la medición de resistencia de las tintas.	44
4.17. Gráfica de la tinta 1 con una R^2 cercana a 1.	47
4.18. Gráficas correspondientes a (a) la Tinta 2 (Ag:rGO-10) y (b) la Tinta 3 (Ag:rGO-15), las cuales presentan un valor de R^2 alejado de 1.	48
4.19. Patrón de difracción de rayos X de la tinta 1.	49

Capítulo 1

Introducción

En las últimas décadas, la electrónica ha experimentado un importante avance hacia el desarrollo de dispositivos flexibles, portátiles y de bajo costo. Este cambio ha impulsado la búsqueda de nuevos materiales y métodos de fabricación que permitan sustituir las técnicas tradicionales, como la litografía o la deposición al vacío, por alternativas más económicas, sostenibles y adaptables a diferentes sustratos. En este contexto, las tintas conductoras han adquirido un papel fundamental al posibilitar la fabricación de circuitos y la deposición de trazos eléctricos de manera directa sobre superficies flexibles o curvas. Esta tecnología representa una alternativa innovadora que permite sustituir las convencionales pistas de cobre, facilitando su implementación en sustratos poliméricos como el PET, así como en textiles o papel, áreas clave para el desarrollo de sensores y dispositivos conformables ("wearables").

La formulación de estas tintas conductoras se basa en la incorporación de materiales capaces de transportar carga eléctrica, tales como nanopartículas metálicas (plata, cobre u oro) y estructuras derivadas del carbono. La elección de dichos componentes depende de factores críticos como la conductividad eléctrica, la estabilidad química, la adherencia y el costo de producción. Particularmente, los materiales basados en carbono, como el óxido de grafeno reducido (rGO), destacan por su flexibilidad mecánica y compatibilidad con procesos a bajas temperaturas. Sin embargo, el desarrollo de una tinta no solo implica la selección del material activo, sino también la optimización del sistema de disolventes y las condiciones de deposición. Es indispensable lograr un equilibrio entre las propiedades reológicas y eléctricas para garantizar la estabilidad de la dispersión, una buena adherencia al sustrato y, en última instancia, un óptimo desempeño del recubrimiento final.

Para la elaboración de la tinta propuesta en este trabajo, el proceso inició con la preparación de grafito para su posterior oxidación. Esta etapa consistió en un tratamiento químico que permitió la incorporación de grupos funcionales oxigenados como epóxidos, hidroxilos, carbonilos y carboxilos en la estructura del material. Tras la reacción, la mezcla fue sometida a procesos de purificación y lavado, finalizando con el secado para obtener el óxido de grafeno (GO). El resultado de este procedimiento es un material hidrofílico con una excelente capacidad de dispersión en agua, cuyo procesamiento resulta sumamente favorable para la fabricación de materiales compuestos y dispositivos electrónicos.

Posteriormente, el óxido de grafeno fue sometido a un proceso de reducción térmica para remover los grupos oxigenados presentes en su estructura y restaurar parcialmente las propiedades eléctricas y mecánicas de la red de carbono conjugado. Para ello, el GO recibió un calentamiento controlado a una temperatura de 350 °C, lo que propició el desprendimiento del oxígeno en forma de gases. Tras la etapa de enfriamiento, el material resultante, conocido como óxido de grafeno reducido (rGO), fue recolectado y almacenado para su integración en el sistema de disolventes junto con las nanoláminas de plata.

Con base en lo anterior, el presente trabajo tiene como objetivo desarrollar y caracterizar una tinta conductora híbrida para aplicaciones electrónicas, empleando materiales de bajo costo y técnicas de deposición accesibles. Se busca obtener una formulación que presente una alta estabilidad coloidal, sobresaliente conductividad y excelente adherencia sobre sustratos flexibles. Asimismo, la caracterización exhaustiva de sus propiedades eléctricas y morfológicas permitirá determinar su viabilidad y potencial impacto práctico en el avance de la electrónica impresa y flexible.

1.1. Estado del arte

En los últimos años, la tinta conductiva ha ganado popularidad en el mundo de la electrónica impresa y la fabricación de dispositivos flexibles. La tinta conductiva supone un avance fundamental para el desarrollo de procesos en electrónica moderna [2] [7].

La tinta conductiva suele ser una pintura que contiene partículas de plata o carbono. Estas partículas son las encargadas de darle a esta tinta o pintura la propiedad de conducir

corriente eléctrica. Estas tintas podrían llegar a sustituir las pistas de cobre en los circuitos, así como ser usadas en la generación de energía, acumuladores eléctricos, recubrimientos anticorrosión, construcción de celdas solares, fabricación de aparatos ópticos y sensores barométricos. Dependiendo de su aplicación, se escoge el tipo de sustrato; existen sustratos de vidrio, metálicos, plásticos, naturales como seda y algodón, entre otros. [1][22].

Uno de los principales retos descritos en la literatura para la investigación de materiales es llevar la producción de grafeno a escala industrial en la fabricación de tintas conductoras, ya que los métodos de obtención suelen limitarse a entornos de laboratorio [30]. Los antecedentes de estos procesos químicos se remontan al siglo XIX; en 1859, el químico británico Brodie sintetizó por primera vez lo que denominó "óxido de grafito" tratando este material con clorato de potasio (KClO_4) y ácido nítrico fumante (HNO_3) [40].

En la actualidad, el estado del arte clasifica los métodos de obtención de grafeno en dos grandes categorías: top-down (de arriba hacia abajo) y bottom-up (de abajo hacia arriba) [20]. En este trabajo se utilizó el método Top-down (de arriba hacia abajo), debido a que diversos autores destacan la viabilidad del enfoque top-down, un método sustractivo que consiste en romper la superestructura de un material a granel mediante medios químicos para confinarlo en partículas de tamaño nanométrico [39].

De acuerdo con las investigaciones reportadas, el primer paso de esta ruta de síntesis química radica en tratar el grafito con agentes oxidantes fuertes. Esto provoca la oxidación química de sus bordes y de su superficie, lo que genera una estructura con un mayor espacio interlaminar conocida como óxido de grafeno (GO) [20]. Este método de sinterización se implementará para la fabricación de la tinta conductora.

Una vez obtenido el material oxidado, los protocolos estándar proceden a su exfoliación utilizando fuerzas de cavitación en un medio acuoso. Mediante un proceso de sonicación (ya sea en baño o con punta de ultrasonido), la solución compuesta por H_2O y óxido de grafeno se somete a ondas acústicas para separar las capas individualmente. Gracias a la hidrofiliidad que presenta el GO, estas capas logran mantenerse en suspensión estable [20], siendo este uno de los métodos más implementados en la literatura para sentar las bases de las tintas conductoras.

Posteriormente, los estudios señalan que es necesario llevar a cabo la reducción del óxido de grafeno. Este paso es fundamental para obtener un producto exfoliado análogo al grafeno, ya que permite eliminar parcial o completamente los grupos oxigenados. Al remover estos grupos, la hibridación de los átomos de carbono en el plano basal se convierte de sp^3 a sp^2 , restaurando parcialmente la aromaticidad del sistema. Como resultado, se ha demostrado que el óxido de grafeno reducido (rGO) adquiere propiedades mecánicas, térmicas y eléctricas muy similares a las del grafeno puro, consolidándose como un compuesto altamente prometedor para aplicaciones tecnológicas [40].

En este sentido, diversas investigaciones han explorado el desarrollo de tintas conductoras híbridas que combinan plata (Ag) con este óxido de grafeno reducido (rGO) para optimizar sus propiedades eléctricas y de impresión [38]. Trabajos enfocados en la electrónica flexible han demostrado que la formulación de compósitos de nanopartículas de plata ancladas a láminas de rGO (Ag:rGO) para la inyección de tinta no solo incrementa drásticamente la conductividad final, sino que también mejora la dispersión de las partículas, solucionando problemas críticos como la obstrucción de los cabezales de impresión [33]. Por otro lado, estudios orientados a la sustentabilidad han propuesto métodos de síntesis química en un solo paso (one-pot) para producir tintas híbridas de rGO y nanopartículas de plata en solventes acuosos, las cuales se han impreso con éxito para fabricar electrodos de alta conductividad en sensores de humedad flexibles [26] [38]. Asimismo, se han desarrollado tintas compuestas de Ag y derivados de grafito específicamente formuladas para su aplicación en textiles electrónicos inteligentes (e-textiles), lo que permite reducir la concentración de metales preciosos y disminuir los costos de fabricación frente a las tintas comerciales de plata pura sin sacrificar el rendimiento eléctrico [14]. Estos antecedentes confirman que la hibridación de Ag y rGO representa una estrategia altamente eficaz y validada en la literatura reciente para potenciar el desempeño de las tintas conductoras.

1.2. Planteamiento del problema

En los últimos años, la electrónica impresa ha experimentado un notable crecimiento gracias a su capacidad para producir dispositivos ligeros, flexibles y de bajo costo. Este avance ha impulsado la creación de nuevas aplicaciones en áreas como sensores, antenas, circuitos flexibles y dispositivos portátiles, lo que ha generado una creciente demanda de materiales conductores que sean eficientes y sostenibles [21]. Hasta ahora, las tintas conductoras empleadas en este campo han estado compuestas principalmente por metales como la plata, el oro y el cobre. No obstante, estos materiales presentan desventajas significativas, como vulnerabilidad y disponibilidad limitada, lo que dificulta su implementación en aplicaciones a gran escala debido a su alto costo [37].

Ante este escenario, la tinta híbrida de rGO se ha posicionado como una opción innovadora debido a sus sobresalientes propiedades eléctricas. Este material bidimensional, formado por una sola capa de átomos de carbono organizados en una estructura hexagonal, exhibe una conductividad eléctrica, alta estabilidad térmica, además de ser ligero y flexible. Estas características lo convierten en un material idóneo para el desarrollo de tintas conductoras destinadas a aplicaciones electrónicas.

Sin embargo, el uso de tintas conductoras basadas en grafito conlleva diversos retos técnicos y científicos. Entre ellos, se destacan la necesidad de lograr una dispersión uniforme del óxido de grafeno reducido en un medio líquido sin que se agrupen, mejorar su adhesión a distintos sustratos y optimizar su conductividad.

Pese al enorme potencial del grafeno en la electrónica impresa, aún existen brechas en el conocimiento sobre la formulación más eficiente de tintas conductoras basadas en este material. Aspectos como la elección del solvente, la concentración de grafito, el uso de dispersantes y el proceso de sinterización pueden impactar significativamente el comportamiento eléctrico y mecánico de la tinta.

Ante esta problemática, la presente investigación se propone desarrollar y caracterizar una tinta conductora híbrida formulada con óxido de grafeno reducido y nanoláminas de plata, analizando su composición, estabilidad y rendimiento eléctrico. Para ello, se estudiarán diversas formulaciones y estrategias de aplicación, con el objetivo de optimizar sus propiedades para su implementación en dispositivos electrónicos. De este modo, se espera contribuir al avance de la electrónica impresa mediante el desarrollo de materiales innovadores, ofreciendo una alternativa viable y sostenible a las tintas conductoras tradicionales basadas en metales.

1.3. Justificación

El crecimiento de la electrónica impresa y la electrónica flexible ha incrementado la demanda de materiales conductores eficientes, de bajo costo y sostenibles, capaces de adaptarse a sustratos deformables sin perder funcionalidad. Aunque las tintas basadas en metales como la plata, el oro y el cobre ofrecen alta conductividad, su elevado costo y disponibilidad limitan su aplicación a gran escala.

En este contexto, el óxido de grafeno reducido (rGO) surge como una alternativa prometedora debido a sus propiedades eléctricas, mecánicas y térmicas, así como a su flexibilidad, lo que lo hace adecuado para dispositivos electrónicos flexibles. No obstante, su implementación enfrenta desafíos relacionados con su dispersión, adhesión y optimización de la conductividad, lo que evidencia la necesidad de profundizar en su estudio.

Por ello, esta investigación se justifica en el desarrollo y caracterización de una tinta conductora híbrida basada en rGO, con el propósito de optimizar su desempeño y contribuir al avance de materiales para electrónica impresa y flexible.

1.4. Solución propuesta

La solución propuesta es definida de manera correspondiente a los puntos del planteamiento del problema, de la manera siguiente:

- **Obtención y Reducción de Óxido de Grafeno (GO):** Se sintetizará óxido de grafeno (GO) mediante métodos establecidos y posteriormente se aplicará un proceso de reducción térmica con el fin de obtener óxido de grafeno reducido (rGO).
- **Selección del Solvente:** Se evaluarán distintos solventes (agua, etanol) para asegurar la adecuada dispersión de las láminas de grafeno y evitar la aglomeración.
- **Medición de Resistencia Eléctrica Superficial:** Se emplearán técnicas de las cuatro puntas para evaluar la resistencia eléctrica de las películas obtenidas.

1.5. Objetivos

1.5.1. Objetivo general

Desarrollar y caracterizar una tinta conductora híbrida compuesta por nanoláminas de plata y óxido de grafeno reducido (rGO) para su aplicación en electrónica flexible, mediante la evaluación de su desempeño eléctrico sobre sustratos de tereftalato de polietileno (PET).

1.5.2. Objetivos particulares

- Sintetizar y caracterizar los precursores de la tinta híbrida, obteniendo óxido de grafeno reducido (rGO) mediante el método de Hummers modificado seguido de una reducción térmica a 350 °C, y sintetizar nanoláminas de plata mediante una ruta verde con ácido ascórbico, incluyendo el análisis morfológico de estas últimas.
- Optimizar la formulación de la tinta híbrida mediante la dispersión homogénea del rGO y las nanoláminas de plata en un sistema de disolventes compuesto por etanol y etilenglicol (1:1), garantizando una adecuada estabilidad coloidal.
- Aplicar la formulación híbrida sobre sustratos de tereftalato de polietileno (PET) mediante técnicas de deposición directa, con el propósito de obtener recubrimientos continuos que permitan su posterior evaluación funcional.
- Determinar el desempeño eléctrico de los recubrimientos depositados mediante la medición de su resistencia y conductividad, evaluando el impacto de la incorporación del rGO en la optimización de la red de percolación y en el transporte de carga del sistema.

1.6. Hipótesis

La formulación de una tinta híbrida a base de nanoláminas de plata y óxido de grafeno reducido (rGO) permitirá obtener recubrimientos altamente conductores sobre sustratos de PET, debido a que el rGO actuará como interconexión física entre las nanoláminas, optimizando la red de percolación y facilitando el transporte eficiente de carga eléctrica.

1.7. Contribuciones de la tesis

Las contribuciones principales de este trabajo de investigación son las siguientes:

- Se desarrolló una formulación híbrida de tinta conductora a base de óxido de grafeno reducido (rGO) y nanoláminas de plata, optimizando la relación Ag:rGO para maximizar la conductividad eléctrica y la adherencia sobre sustratos de PET.
- Se implementó un método de síntesis verde tipo top-down para obtener óxido de grafeno reducido.
- Se diseñó un procedimiento experimental reproducible para medir resistencia eléctrica, validado mediante pruebas con multímetro digital.
- Se compararon los resultados obtenidos con tintas comerciales de plata, mostrando una mejor conductividad con el rGO.

1.8. Organización de la tesis

La organización de los capítulos de esta tesis se basa en lo siguiente:

- **Capítulo 1.-** Se presenta una introducción sobre el estado del arte de tintas conductoras, así como el planteamiento del problema y sus posibles soluciones. Por último, se plantean los objetivos particulares y generales de este trabajo de investigación.
- **Capítulo 2.-** En este Capítulo se presenta un marco teórico con información sobre tintas comerciales y la tinta, así como propiedades y aplicaciones de la misma.
- **Capítulo 3.-** En este capítulo se describen los materiales utilizados y la metodología experimental empleada para la formulación de las tintas basadas en rGO y AgNSs. Se detallan los procedimientos de síntesis, preparación de las muestras.
- **Capítulo 4.-** Se presentan los resultados experimentales obtenidos a partir de la caracterización de las tintas formuladas. Se analizan los resultados del comportamiento eléctrico en función de la temperatura, el análisis estadístico mediante regresión lineal y la caracterización estructural por difracción de rayos X, con el propósito de comparar las formulaciones y determinar la más adecuada para aplicaciones de conducción eléctrica.
- **Conclusiones.-** En este apartado se exponen las conclusiones generales derivadas del análisis de los resultados experimentales. Asimismo, se presentan recomendaciones y propuestas de trabajo futuro orientadas a la optimización de la formulación y la ampliación de sus posibles aplicaciones en el campo de la electrónica flexible.

Capítulo 2

Marco Teórico

2.1. Introducción

En los últimos años, la tinta conductiva ha ganado popularidad en el mundo de la electrónica impresa y la fabricación de dispositivos flexibles. La tinta conductiva supone un avance fundamental para el desarrollo de procesos en la electrónica moderna [2] [7]. Esta tecnología ofrece una alternativa viable para sustituir los tradicionales cables de cobre en circuitos electrónicos, permitiendo la fabricación de dispositivos más ligeros y flexibles.

Estas tintas conductoras suelen estar compuestas por partículas de metales como la plata, el oro y el cobre, o materiales de carbono como el grafito o el grafeno. Estos materiales ofrecen una alta conductividad eléctrica que permite su uso en diversas aplicaciones, como la impresión de circuitos flexibles, sensores portátiles, celdas solares y recubrimientos anticorrosivos [1] [22].

Sin embargo, el alto costo y la vulnerabilidad de los metales, así como la complejidad de la producción de grafeno a gran escala, plantean desafíos significativos para su implementación en aplicaciones comerciales. Por esta razón, el grafeno ha surgido como una alternativa prometedora debido a sus propiedades únicas y su capacidad para mejorar la eficiencia y sostenibilidad de las tintas conductoras.

2.2. Tinta Conductora: Propiedades y Aplicaciones

Las tintas conductoras se utilizan para aplicaciones electrónicas y ópticas debido a su capacidad para conducir electricidad. Estas tintas pueden formularse utilizando diversos materiales conductores, entre ellos partículas de plata, oro, cobre, carbono y grafeno [31].

Las tintas conductoras representan una categoría clave dentro de la electrónica impresa y flexible, permitiendo la deposición de trazos eléctricos sobre sustratos rígidos o flexibles por medio de tecnologías como impresión por inyección de tinta, serigrafía, recubrimiento por cuchilla o aerosol [28]. Estas formulaciones están compuestas típicamente por tres fases: una fase conductora (partículas metálicas o materiales de carbono), un aglutinante polimérico que confiere adhesión y cohesión, y un sistema de solventes que ajusta la viscosidad y tensión superficial para permitir la deposición controlada [13].

La fase conductora es el componente central que define la propiedad eléctrica final de la película depositada [28]. Entre los materiales conductores más empleados destacan los metales, como la plata (Ag), el oro (Au) y el cobre (Cu). Las tintas a base de nanopartículas de plata son de gran uso comercial gracias a su elevada conductividad eléctrica y buena estabilidad frente a la oxidación [31]. Sin embargo, su coste elevado y algunas limitaciones como la migración iónica restringen su empleo en aplicaciones de bajo coste extensivo. Por otro lado, el cobre presenta una conductividad similar a la plata, pero se ve afectado por la oxidación superficial, lo que obliga a estrategias de recubrimiento o sinterización en atmósfera controlada [28]. Además de los metales, los materiales carbonosos como el grafito y especialmente el grafeno han ganado protagonismo gracias a su alta movilidad electrónica, excelente conductividad térmica y notable resistencia mecánica [10]. En particular, los sistemas híbridos que combinan grafeno o derivados con nanopartículas metálicas permiten reducir la cantidad de metal mientras mantienen una conductividad elevada, optimizando el coste [19].

Las propiedades críticas que determinan el desempeño de una tinta conductora incluyen la conductividad eléctrica, la viscosidad de la formulación, la adhesión al sustrato y el proceso de secado o sinterización. La conductividad depende en gran medida de la formación de una red percolativa continua entre partículas conductoras, la proporción de aglutinante y las condiciones de curado utilizadas [28]. La adhesión al sustrato es esencial para garantizar la durabilidad mecánica, especialmente cuando el sustrato es flexible y

está sometido a tensiones repetitivas, por lo que los polímeros aglutinantes deben proporcionar buen anclaje, cohesión interna y resistencia al desgaste [31]. Durante el curado o sinterización, las partículas se reorganizan y acercan, formando contactos sólidos y reduciendo zonas vacías, lo que mejora la densidad y, por tanto, su conductividad final [28].

Las tintas conductoras encuentran aplicación en una variedad de campos. En el ámbito de la energía, se emplean para imprimir electrodos en dispositivos fotovoltaicos, permitiendo reducir costos y lograr diseños flexibles [31]. En sensores flexibles y dispositivos portátiles, estas tintas permiten fabricar elementos como sensores de presión, temperatura o biosensores integrados en ropa o dispositivos médicos [46]. Asimismo, las tintas conductoras se utilizan en circuitos impresos sobre sustratos plásticos, textil o papel, antenas de radiofrecuencia (RFID), recubrimientos anticorrosivos y dispositivos de almacenamiento de energía [11]. Esta versatilidad abre camino a la siguiente generación de dispositivos electrónicos ligeros, adaptables y sostenibles [28].

En definitiva, las tintas conductoras constituyen un puente entre la ciencia de materiales, la electrónica flexible y la manufactura avanzada. Su desarrollo está orientado hacia formulaciones híbridas que integren metales y materiales de carbono, optimizando la conductividad, flexibilidad, coste y sostenibilidad. En este contexto, la evolución continua de estos materiales impulsa el avance de la electrónica impresa hacia sistemas más ligeros, reciclables y energéticamente eficientes.

2.3. Materiales utilizados en las tintas conductoras

2.3.1. Metales

Las tintas conductoras a base de metales, principalmente plata y oro, son ampliamente utilizadas debido a su alta conductividad y estabilidad térmica. No obstante, su elevado costo y su susceptibilidad limitan su aplicación en procesos de fabricación masiva [16]. Las tintas de plata, por ejemplo, son comúnmente empleadas en la impresión de circuitos flexibles para aplicaciones como pantallas táctiles y antenas RFID [15].



Figura 2.1: Partículas metálicas presentes en la formulación de una tinta conductora.

2.3.2. Materiales de carbono

Los materiales de carbono, como el grafito, el grafeno y los nanotubos de carbono, ofrecen una alternativa viable a los metales, presentando una buena conductividad eléctrica. Además, estos materiales son ligeros, resistentes y menos susceptibles a la corrosión, lo que los convierte en una excelente opción para aplicaciones flexibles y portátiles [10].

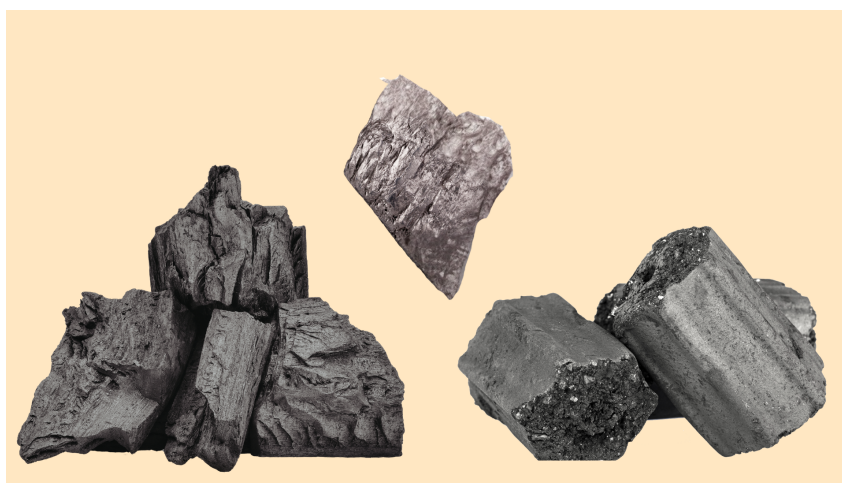


Figura 2.2: Imágen representativa de los materiales carbonosos.

2.3.3. Aglutinantes

Los aglutinantes (o binders) son polímeros (o resinas) no conductores que se incluyen en la tinta para mantener unidos los componentes: las partículas conductoras, los aditivos (surfactantes, dispersores) y el sustrato. Actúan como pegamento interno [28]. Su papel principal es mejorar la adhesión de la tinta al sustrato, aportar integridad mecánica (resistencia a la flexión), controlar la viscosidad y ayudar en la distribución homogénea de partículas [28][44].

El PVP (polivinilpirrolidona) es un polímero soluble en agua y otros solventes polares como etanol; es conocido por su carácter hidrofílico, estabilidad química, buena dispersabilidad de partículas y capacidad de formación de películas [43]. En esta investigación se seleccionó PVP (polivinilpirrolidona) como aglutinante en la formulación de tinta híbrida para estabilizar la dispersión de nanopartículas.

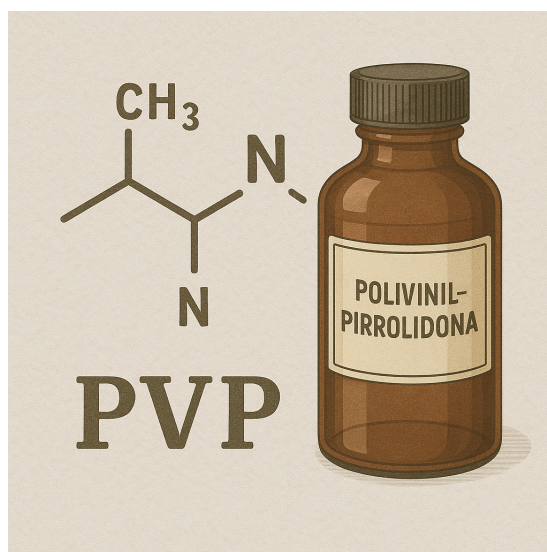


Figura 2.3: Imagen representativa del aglutinante utilizado en la elaboración de la tinta conductora.

2.3.4. Solventes

Los solventes son líquidos que ayudan a disolver los componentes orgánicos (especialmente los aglutinantes y dispersores) y a dispersar las partículas conductoras. Con su presencia, la tinta adquiere fluidez, permitiendo su aplicación mediante los métodos de impresión o deposición. Luego del proceso de impresión, el solvente debe evaporarse o

eliminarse (por secado o curado), dejando atrás la película funcional [28] [13].

- Etilenglicol: es un solvente polar con un punto de ebullición relativamente alto y buena miscibilidad con agua y otros solventes polares. Se utiliza con frecuencia como co-solvente para ajustar la velocidad de evaporación, la viscosidad y la compatibilidad de la formulación. En tintas conductoras, se emplea especialmente en sistemas con nanopartículas metálicas o compuestos carbonometal. Por ejemplo, en tintas de platino se ha utilizado etilenglicol (EG) como parte de la mezcla de solventes para estabilizar las nanopartículas y controlar la volatilidad del sistema [28].
- Etanol: es un solvente polar de bajo peso molecular con alta volatilidad (evapora relativamente rápido). Se utiliza ampliamente como solvente ligero en tintas acuosas para favorecer una rápida evaporación después de la aplicación. En diversos estudios sobre tintas conductoras basadas en grafeno o materiales de carbono, se emplean mezclas de agua y etanol para mejorar la dispersión de las partículas y el proceso de secado. Por ejemplo, se reporta el uso de etanol como solvente en formulaciones de tintas conductoras por ser una opción relativamente menos tóxica [31].



Figura 2.4: Imagen representativa de los solventes utilizado en la elaboración de la tinta conductora.

2.4. Aplicaciones de las tintas conductoras

Las tintas conductoras son utilizadas en una amplia gama de aplicaciones, entre las que destacan:

- **Celdas solares:** Se emplean en la impresión de electrodos en dispositivos fotovoltaicos para mejorar la eficiencia de conversión energética [35].
- **Sensores flexibles:** Se utilizan en la fabricación de sensores flexibles para monitoreo biomédico, detección ambiental y aplicaciones de Internet de las cosas (IoT) [47].
- **Circuitos impresos:** Permiten la fabricación de circuitos impresos flexibles que pueden integrarse en dispositivos portátiles [15].

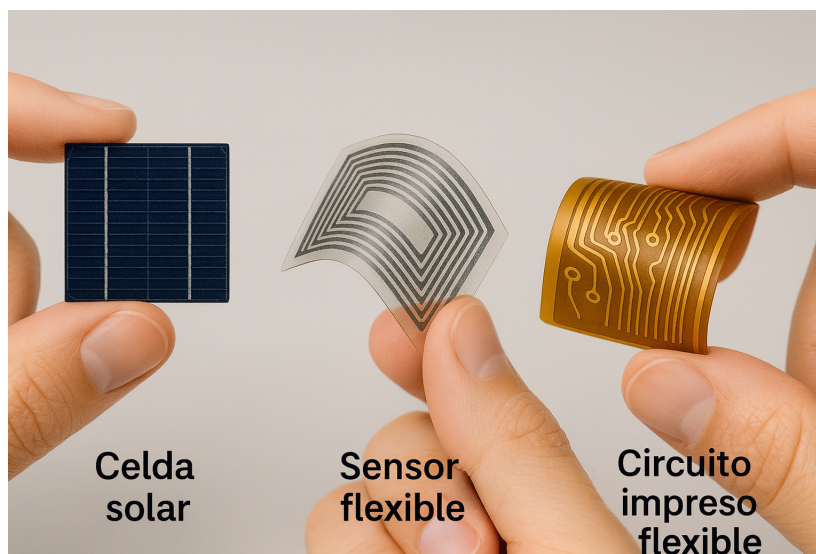


Figura 2.5: Algunas aplicaciones relacionadas con la tinta conductora.

2.5. Producción de Grafeno para Tintas Conductoras

2.5.1. Síntesis y obtención del grafeno

Uno de los principales desafíos en la producción de tintas conductoras a base de grafeno es la obtención de este material a escala industrial. Actualmente, los métodos de obtención de grafeno se dividen en dos enfoques principales: **métodos top-down** y **métodos bottom-up** [10].

2.5.2. Métodos Top-Down

El enfoque *top-down* (de arriba hacia abajo) consiste en fragmentar o separar la estructura masiva del grafito para obtener láminas de grafeno, empleando métodos mecánicos o químicos. Aunque este proceso facilita la producción a gran escala, la integridad estructural del material resultante puede verse comprometida. Entre las técnicas más utilizadas destacan:

- **Exfoliación mecánica:** Consiste en aislar las capas individuales de grafito mediante la aplicación de fuerzas mecánicas de corte o fricción. Aunque este método permite obtener grafeno de altísima pureza y calidad cristalina, su bajo rendimiento lo hace inviable para la producción industrial [23].
- **Oxidación química y exfoliación:** Este método inicia con la oxidación química del grafito masivo para incorporar grupos funcionales que faciliten la separación de sus capas, formando así el óxido de grafeno (GO). Posteriormente, este material se somete a un proceso de reducción para eliminar gran parte de los grupos oxigenados y restaurar su conductividad, obteniendo óxido de grafeno reducido (rGO). Esta ruta permite la producción a gran escala, aunque la calidad estructural del material es inferior a la obtenida por exfoliación mecánica debido a la generación de defectos en la red [34].

2.5.3. Métodos Bottom-Up

El enfoque *bottom-up* (de abajo hacia arriba) se basa en la síntesis o ensamblaje del grafeno a partir de átomos o moléculas precursoras de carbono, empleando procesos químicos o físicos estrictamente controlados. Este enfoque permite obtener grafeno con una calidad estructural superior, aunque sus principales limitaciones radican en la escalabilidad y los altos costos. Los métodos más representativos son:

- **Deposición química de vapor (CVD):** Implica la descomposición térmica de gases precursores de carbono sobre la superficie de sustratos metálicos catalíticos, como níquel o cobre, favoreciendo el crecimiento de películas continuas de grafeno de alta calidad [18].
- **Síntesis química:** Utiliza precursores orgánicos pequeños para construir láminas de grafeno mediante reacciones de acoplamiento controlado. Si bien representa un mé-

todo prometedor para obtener estructuras muy definidas, aún enfrenta importantes desafíos tecnológicos para su implementación a escala industrial [3].

2.6. Reducción de Óxido de Grafeno para Tintas Conductoras

La reducción del óxido de grafeno (GO) es una técnica utilizada para obtener grafeno exfoliado y análogo al grafeno puro. Este proceso consiste en la eliminación parcial de los grupos oxigenados presentes en la superficie del GO, lo que permite restaurar la estructura aromática del grafeno y mejorar sus propiedades mecánicas, térmicas y eléctricas [40].

El óxido de grafeno reducido (rGO) conserva muchas de las propiedades del grafeno puro, lo que lo convierte en un material atractivo para aplicaciones electrónicas. El proceso de reducción se puede llevar a cabo mediante varios métodos, entre los que se incluyen:

- **Reducción térmica:** Consiste en calentar el GO a altas temperaturas para eliminar los grupos oxigenados y restaurar la estructura del grafeno [12].
- **Reducción química:** Se utilizan agentes reductores como el ácido ascórbico o la hidrazina para eliminar los grupos oxigenados del GO [45].
- **Reducción electroquímica:** Implica la aplicación de un potencial eléctrico para inducir la reducción del GO en condiciones controladas [9].

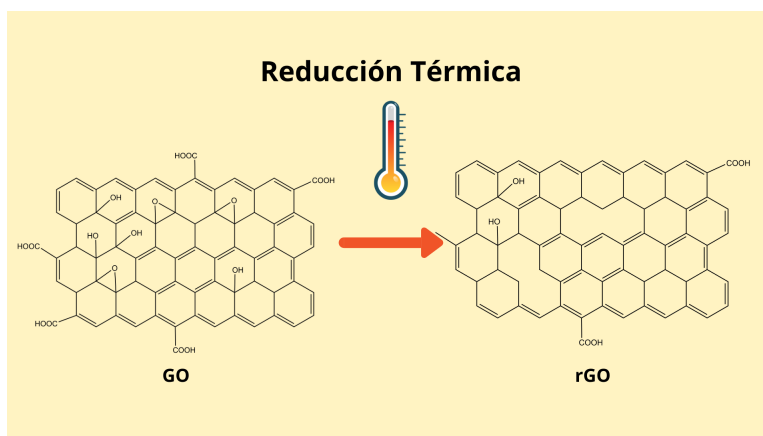


Figura 2.6: Estructura del óxido de grafeno antes y después de ser reducido.

2.7. Desafíos y Futuro de las Tintas Conductoras de Grafeno

A pesar del potencial del grafeno en la fabricación de tintas conductoras, persisten desafíos relacionados con la producción a gran escala, la estabilidad de la tinta y la adhesión a diferentes sustratos. La investigación actual se enfoca en optimizar los procesos de síntesis y formulación para mejorar la conductividad, la estabilidad y la procesabilidad de las tintas conductoras basadas en grafeno [3].

Estudios recientes han explorado el uso de dispersantes y surfactantes para mejorar la estabilidad de las suspensiones de grafeno, así como la incorporación de nanopartículas metálicas para aumentar la conductividad eléctrica de las tintas [47].



Figura 2.7: Representación gráfica de algunos retos para el desarrollo de tintas conductoras.

El grafeno y sus derivados como el óxido de grafeno (GO) y el óxido de grafeno reducido (rGO) se han consolidado como materiales de enorme interés para la electrónica impresa, debido a su excelente conductividad eléctrica, alta relación área-superficie, flexibilidad mecánica y estabilidad térmica [10].

Sin embargo, la formulación de una tinta de grafeno funcional requiere un control preciso de su reología, dispersión coloidal y adherencia al sustrato. En este sentido, la selección adecuada de solventes (como el etanol o el etilenglicol) y aglutinantes poliméricos (como

el polivinilpirrolidona, PVP) resulta fundamental para lograr una buena homogeneidad y estabilidad en suspensión [13]. Dichos componentes evitan la reaglomeración de las láminas de grafeno, mejoran la humectación del sustrato y permiten un secado uniforme tras la deposición de la película.

El presente marco teórico permitió comprender los fundamentos científicos y tecnológicos que sustentan el desarrollo de la tinta híbrida conductora, así como los materiales y procesos involucrados en su formulación. Se identificó que las tintas basadas en metales como la plata, el oro y el cobre ofrecen una elevada conductividad eléctrica, sin embargo, su costo y susceptibilidad limitan su aplicación en dispositivos flexibles de bajo costo. En este contexto, los materiales de carbono representan una alternativa prometedora por su alta movilidad electrónica.

Asimismo, se analizó el papel fundamental de los aglutinantes y solventes en la formulación de tintas conductoras. Se destacó la importancia del aglutinante y los solventes, que regulan la viscosidad, la evaporación y la homogeneidad de la tinta.

Finalmente, se concluye que la combinación de materiales híbridos como el óxido de grafeno reducido y las nanopartículas de plata puede mejorar de manera significativa las propiedades eléctricas y mecánicas de las tintas conductoras. Esta base teórica sustenta la metodología experimental presentada en el siguiente capítulo, orientada a la síntesis y caracterización de una tinta híbrida Ag:rGO con potencial aplicación en electrónica flexible.

Capítulo 3

Materiales y métodos

3.1. Introducción

El presente capítulo describe los materiales, equipos y procedimientos experimentales empleados para la formulación, caracterización y evaluación de la tinta conductora híbrida compuesta por óxido de grafeno reducido (rGO) y nanoláminas de plata. El propósito de esta sección es detallar las etapas de síntesis, preparación, deposición y análisis de la tinta, con el fin de garantizar la reproducibilidad y trazabilidad de los resultados obtenidos.

El desarrollo metodológico de esta investigación se estructuró en las siguientes cinco fases principales, ejecutadas de manera secuencial:

- Síntesis de óxido de grafeno (GO): Comprende la adecuación inicial del grafito y su posterior oxidación química sistemática mediante el método de Hummers modificado.
- Obtención de óxido de grafeno reducido (rGO): Consiste en el tratamiento de reducción térmica del GO a una temperatura de 350 °C, con el objetivo de restaurar parcialmente su red de carbono conjugado y su conductividad eléctrica.
- Síntesis de nanoláminas de plata: Realizada a través de una ruta de síntesis verde, empleando ácido ascórbico como agente reductor ecológico para la obtención del nanomaterial metálico con la morfología deseada.

- Formulación y deposición de la tinta conductora híbrida: Abarca la dispersión homogénea del rGO y las nanoláminas de plata en un sistema de disolventes optimizado, así como su aplicación mediante técnicas de deposición directa sobre sustratos flexibles de PET.
- Caracterización morfológica y eléctrica: Enfocada en el análisis morfológico de las nanoláminas de plata obtenidas y en la evaluación de la conductividad y resistencia eléctrica de los recubrimientos finales depositados.

3.2. Materiales

Para el desarrollo de estas fases, se seleccionaron diversos reactivos e insumos basados en sus propiedades químicas y su función técnica dentro de la mezcla. En la Tabla 3.1 se detallan los materiales y reactivos utilizados, especificando su rol como precursores, solventes o agentes estabilizantes.

Tabla 3.1: Materiales y reactivos utilizados en el desarrollo de la tinta conductora

Material	Descripción técnica / Función
Óxido de grafeno (GO)	Precursor para la obtención de rGO, sintetizado mediante el método de Hummers.
Óxido de grafeno reducido (rGO)	Fase conductora de base carbonosa obtenida mediante reducción térmica a 350 °C.
Nanoláminas de plata	Nanomaterial metálico de alta conductividad sintetizado mediante ruta verde con ácido ascórbico.
Agua destilada	Solvente utilizado en los procesos de síntesis, lavado y purificación.
Etanol	Co-solvente empleado para regular la volatilidad y viscosidad de la formulación final.
Etilenglicol (EG)	Co-solvente de alto punto de ebullición utilizado para mejorar la estabilidad coloidal.
Polivinilpirrolidona (PVP)	Agente tensoactivo y estabilizante para la dispersión de los nanomateriales.
Pintura comercial conductora	Material de referencia utilizado para el análisis comparativo de desempeño eléctrico.
Sustrato PET	Polímero flexible de tereftalato de polietileno utilizado como soporte de deposición.
Pintura Politec	Pintura acrílica comercial utilizada para aplicaciones decorativas y artísticas debido a su buena adherencia, flexibilidad y facilidad de aplicación.

3.3. Equipos e instrumentos

Para la síntesis y caracterización de la tinta conductora híbrida se emplearon los siguientes equipos e instrumentos de laboratorio:

- **Baño de ultrasonido (Modelo AS20500AT Ultrasonic Cleaner):** utilizado para la agitación y mezcla de las tintas.
- **Placa calefactora con control de temperatura y agitación (Modelo sp131325q):** empleada durante las etapas de mezcla y evaporación de solventes.
- **Horno de secado y reducción (Mufla Felisa FE 340):** necesario para el proceso de reducción térmica del óxido de grafeno a óxido de grafeno reducido (rGO).
- **Electrómetro digital de banco (Modelo 6517B):** utilizados para medir la temperatura.
- **Multímetro digital de banco (Modelo KEITHLER 2002):** utilizados para medir la resistividad eléctrica de las tintas finales.
- **Espátula:** utilizada para la aplicación uniforme de la tinta sobre los sustratos PET.
- **Balanza analítica (Modelo Pioneer Ohaus PA313):** empleada para la medición precisa de reactivos y materiales sólidos.
- **Mortero:** Empleado para reducir el tamaño de las partículas de plata.
- **Fuente de voltaje variable:** Utilizada para administrar un voltaje y comprobar la conductividad eléctrica de la tinta.

3.4. Procedimiento experimental

3.4.1. Síntesis del óxido de grafeno (GO)

La obtención del óxido de grafeno se realizó mediante una variante del método de Hummers modificado, ilustrado en la Figura 3.1, el cual consiste en la oxidación química controlada del grafito. El procedimiento se desarrolló de la siguiente manera:

1. Colocar 46 mL de H_2SO_4 en un vaso de precipitados de 500 mL dentro de un baño de hielo, manteniendo la temperatura entre 8 °C y 10 °C con agitación constante durante 5 minutos.
2. Añadir 2 g de grafito en polvo al vaso y agitar hasta obtener una dispersión homogénea.
3. Incorporar 1.0 g de NaNO_3 a la mezcla y continuar la agitación durante 5 minutos adicionales.
4. Trasladar el recipiente a una placa agitadora a temperatura ambiente (aprox. 25 °C).
5. Dosificar 6 g de KMnO en porciones, asegurando que la temperatura de la mezcla se mantenga estrictamente entre 30 °C y 33 °C.
6. Añadir lentamente 80 mL de agua desionizada una vez estabilizada la temperatura (durante este paso se observará la liberación de vapores de coloración púrpura).
7. Adicionar una solución al 14% de H_2O_2 (preparada previamente con 36 mL de H_2O_2 y 44 mL de agua desionizada), lo que producirá un cambio de coloración característico.
8. Dejar reposar la mezcla durante 20 minutos.
9. Incorporar una solución al 14% de HCl (preparada con 30 mL de HCl concentrado y 50 mL de agua).
10. Lavar el sólido obtenido seis veces con acetona y filtrarlo utilizando una membrana Whatman 40.
11. Secar el material en un horno a 60 °C durante 24 horas.



Figura 3.1: Representación gráfica de los pasos empleados.

3.4.2. Síntesis de nanoláminas de plata (AgNSs)

La síntesis de las nanoláminas de plata se realizó mediante una ruta de química verde utilizando ácido ascórbico ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_6$) como agente reductor. El proceso se fundamentó en la reducción química de los iones de plata (Ag^+) provenientes del nitrato de plata (AgNO_3) para su conversión a plata metálica (Ag^0). El mecanismo empleado consistió en la oxidación del ácido ascórbico para la liberación de electrones, facilitando la nucleación y el posterior crecimiento de las nanoláminas bajo condiciones controladas, donde el mismo ácido actuó como agente estabilizante para prevenir la agregación de las partículas. El procedimiento experimental consistió en los siguientes pasos (Figura 3.2):

- **Preparación y reacción:** Se mezclaron 20 mL de solución de nitrato de plata (0.1 mol/L) con 0.8 g de ácido ascórbico. La solución se mantuvo bajo agitación magnética constante a 500 rpm y una temperatura de $60 \pm 2^\circ\text{C}$ durante un periodo de 90 minutos.
- **Separación:** Al concluir el tiempo de reacción, el precipitado sólido se separó mediante centrifugación a 4500 rpm durante 20 minutos.

- **Lavado y purificación:** El material obtenido se sometió a ciclos de lavado con agua destilada hasta alcanzar un pH neutro, eliminando los reactivos remanentes de la síntesis.
- **Secado:** La muestra final se colocó en un horno a 60 ± 2 °C durante 6 horas para la obtención del polvo metálico seco.

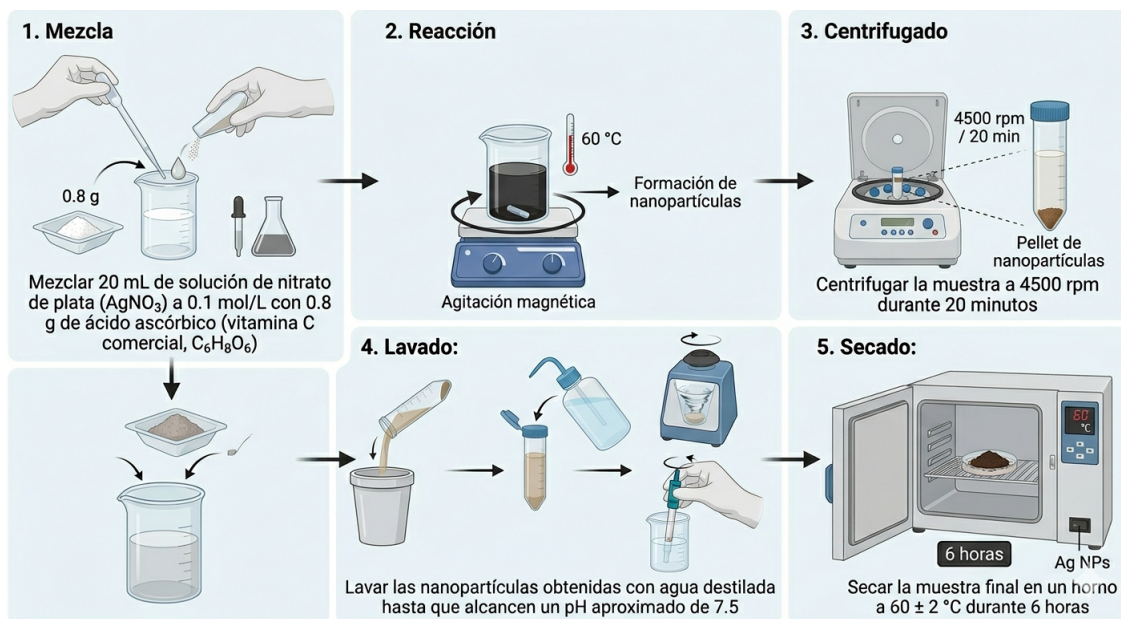


Figura 3.2: Representación gráfica de obtención de plata en base al método de ácido ascórbico.

Para la caracterización estructural del material obtenido, se utilizó la técnica de Difracción de Rayos X (DRX). El análisis se realizó mediante el escaneo de la muestra en un difractómetro de polvos, empleando un rango angular de 2-theta adecuado para identificar las fases cristalinas presentes y verificar la pureza de la plata metálica sintetizada. Adicionalmente, la morfología de las muestras se evaluó mediante microscopía, con el fin de observar la forma y distribución de las estructuras de plata resultantes del proceso de síntesis verde.

3.4.3. Reducción térmica del óxido de grafeno ($\text{GO} \rightarrow \text{rGO}$)

El proceso de reducción térmica del óxido de grafeno (GO) se llevó a cabo con el objetivo de restaurar parcialmente las propiedades eléctricas y la estructura cristalina de

la red de carbono, las cuales se ven comprometidas durante la etapa de oxidación. El GO contiene átomos de oxígeno en forma de grupos funcionales como hidroxilos (OH), carboxilos (COOH) y epóxidos, que interrumpen la hibridación sp^2 del material original. La aplicación de energía térmica permite la eliminación de una fracción significativa de estos grupos, propiciando su desprendimiento en forma de gases, principalmente dióxido de carbono (CO_2) y vapor de agua (H_2O), y facilitando la recuperación de las regiones conjugadas. Para el desarrollo de esta etapa, se siguió y adaptó el procedimiento metodológico reportado en la literatura [24].

Experimentalmente, el proceso inició con el lavado repetido del GO para ajustar su pH y eliminar tanto los residuos ácidos como las sales remanentes. Una vez obtenida una suspensión acuosa purificada, esta fue sometida a un proceso de secado hasta alcanzar un estado sólido. Posteriormente, el material seco fue introducido en un horno a una temperatura de $350\text{ }^{\circ}\text{C}$ durante 5 minutos bajo atmósfera controlada. Este calentamiento inducido provocó la descomposición térmica de los grupos oxigenados y el consecuente restablecimiento de la conductividad de la red Figura 3.3. Finalmente, tras un periodo de enfriamiento, el material resultante ahora con un color negro característico fue recolectado y dispersado. De esta manera se obtuvo el óxido de grafeno reducido (rGO), un material que, si bien no es grafeno puro, presenta un menor contenido de oxígeno, una conductividad eléctrica superior y una evidente recuperación de su red conjugada de carbono.

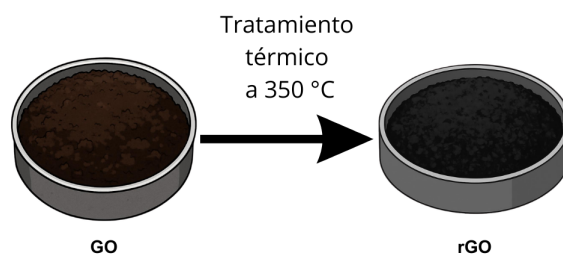


Figura 3.3: Representación gráfica del proceso de reducción del GO para obtener rGO.

Capítulo 4

Resultados experimentales

En este capítulo se describen los resultados obtenidos a partir de la formulación y caracterización de las tintas basadas en rGO y AgNPs, las cuales fueron depositadas sobre sustrato de PET. Se presentan y analizan los resultados eléctricos, físicos y estructurales con la finalidad de identificar la formulación más adecuada para aplicaciones de conducción eléctrica.

4.1. Caracterización del rGO mediante difracción de rayos X

El análisis de difracción de rayos X (DRX) se utilizó para estudiar la estructura cristalina del óxido de grafeno reducido (rGO). En el patrón obtenido en la figura 4.2, se observa un pico de difracción amplio centrado aproximadamente en $2\theta \approx 24-26^\circ$, correspondiente al plano (002), característico de la disposición laminar de las hojas de grafito parcialmente ordenadas [4].

Este desplazamiento del pico, en comparación con el óxido de grafeno (GO), que presenta una reflexión alrededor de $2\theta \approx 10-11^\circ$, puede observarse en la figura 4.1. Este comportamiento confirma la reducción exitosa del material, ya que el proceso térmico elimina grupos oxigenados ($-\text{OH}$, $-\text{COOH}$, epóxidos) y provoca la reagregación de las capas de carbono [8, 17, 4].

Estos resultados corroboran que el tratamiento térmico a 350°C por 5 min fue suficiente para eliminar parcialmente los grupos funcionales oxigenados y recuperar las propiedades estructurales del grafeno.

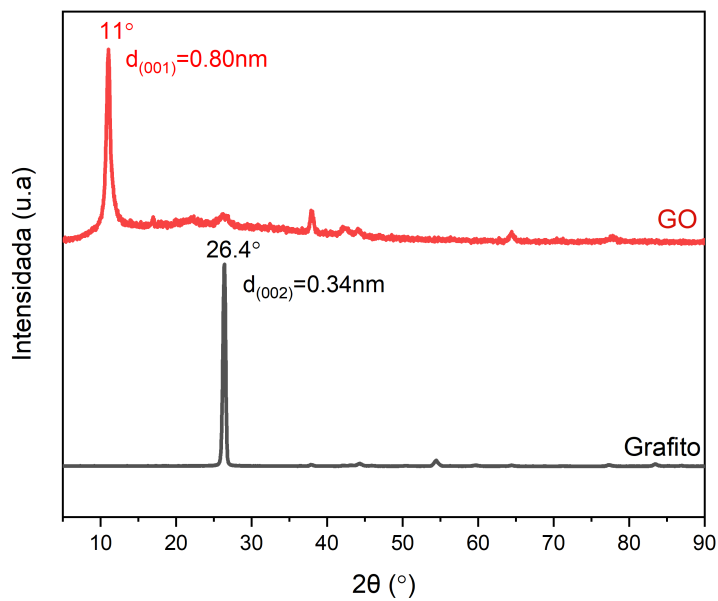


Figura 4.1: Análisis por difracción de rayos X, de color rojo se observa el óxido de grafeno y de color negro el grafito.

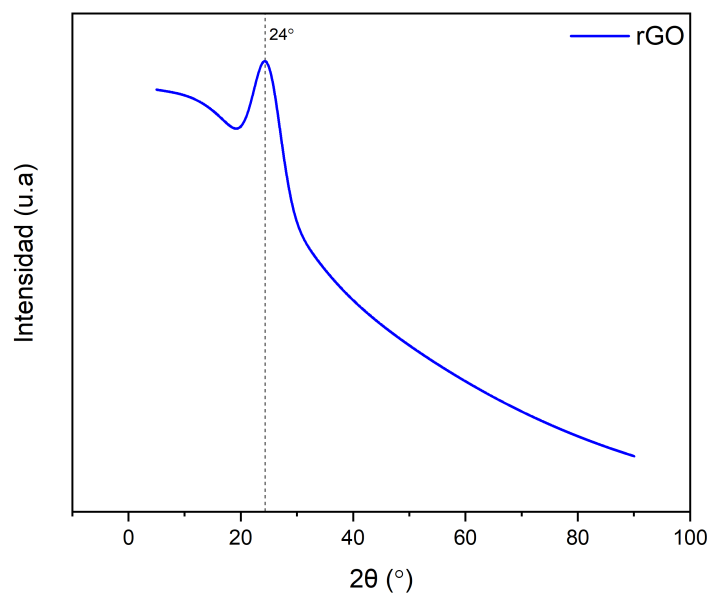


Figura 4.2: Análisis por difracción de rayos X resultante del óxido de grafeno reducido.

4.2. Caracterización de AgNSs mediante difracción de rayos X

La caracterización estructural de las nanoláminas sintetizadas (AgLab) se realizó mediante análisis de difracción de rayos X (DRX). Las AgNSs sintetizadas mediante ácido ascórbico presentan propiedades estructurales, morfológicas y fisicoquímicas relevantes para aplicaciones. Entre las características reportadas se encuentran:

Picos característicos en los planos (111), (200), (220), (311) y (222) alrededor de 38° , 44° , 64° , 77° y 81° , respectivamente [27].

En el patrón obtenido, se observan picos de difracción definidos en sus posiciones característicos. Estos picos confirman la formación de nanoláminas de plata metálica con alta cristalinidad.

La comparación entre las muestras AgLab y AgCom (Figura 4.3) muestra que ambas presentan los picos característicos de la fase metálica de Ag, aunque con ligeras diferencias en la intensidad y el ancho de los picos, lo cual podría asociarse a variaciones en el tamaño de cristalita y la presencia de tensiones internas o defectos estructurales [29].

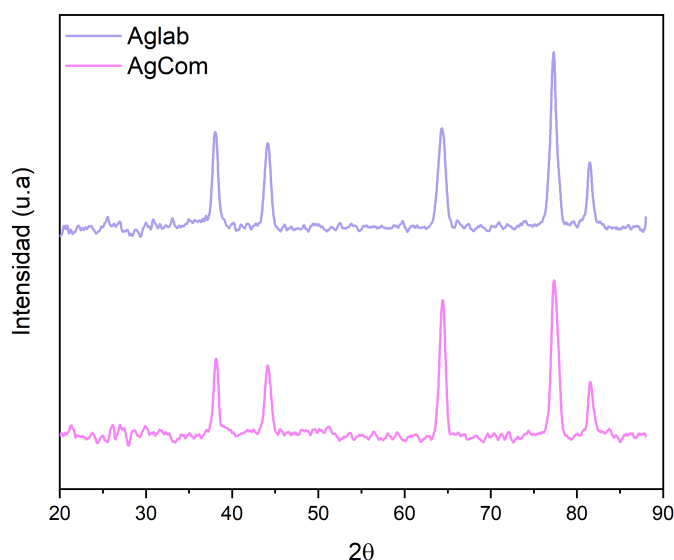


Figura 4.3: Patrones de difracción de rayos X de las muestras AgLab y AgCom, donde se observan los planos característicos (111), (200), (220), (311) y (222), correspondientes a la fase cúbica de la plata.

4.3. Caracterización morfológica por micrografía óptica digital de las AgNSs

La caracterización morfológica mediante microscopía óptica revela la formación de estructuras laminares de plata con una marcada anisotropía y un distintivo brillo metálico en tonalidades rosadas, como se muestra en la imagen 4.4, asociado a fenómenos de resonancia plasmónica superficial localizada (LSPR), la cual depende de la forma anisotrópica y dimensiones de las nanopartículas de plata, evidenciando un crecimiento bidimensional predominante [36] [6]. Estas láminas, o nanoplatelets, presentan superficies extensas y facetas angulares que confirman la reducción selectiva hacia planos cristalográficos específicos [42] [25]. La morfología resultante se caracteriza por una elevada relación de aspecto, donde el desarrollo lateral de las estructuras metálicas prevalece sobre el crecimiento vertical, consolidando microcristales de geometría poligonal definida [41] [32].

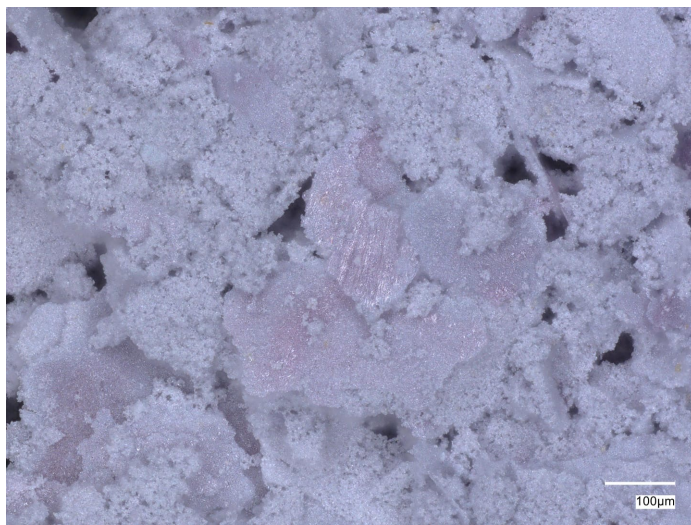


Figura 4.4: Micrografía óptica de nanoláminas de plata (escala: 100 μm).

Se identifica la presencia de cristales de ácido ascórbico residual depositados de manera adyacente y sobre las superficies de las nanoláminas (figura 4.5). Este fenómeno se atribuye al empleo de un exceso estequiométrico del agente reductor durante el proceso de síntesis. Tras la evaporación del solvente, el excedente de ácido ascórbico no consumido en la reacción de óxido-reducción ha precipitado, dando lugar a estructuras cristalinas orgánicas que se intercalan con la fase metálica, alterando la homogeneidad visual de la muestra.

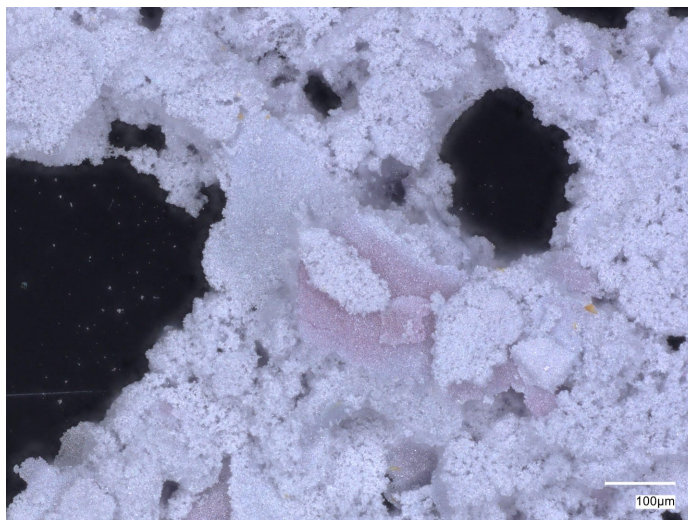


Figura 4.5: Nanoláminas de plata con residuos de ácido ascórbico (escala: 100 μm).

La observación detallada muestra que estos microcristales orgánicos recubren parcialmente las facetas de plata, actuando como una capa de pasivación física. La densidad de estos depósitos sobre las láminas es un indicador directo de la saturación del medio reactivo, donde la concentración del precursor metálico resultó insuficiente para la oxidación total del reductor disponible. Esta coexistencia de fases genera una matriz heterogénea en la que los cristales de ácido ascórbico residual se anclan a los sitios activos y bordes de las láminas de plata.

Finalmente, la disposición espacial de los componentes revela una arquitectura compleja de superposición, donde las láminas de plata sirven como sustrato para la recrystalización del ácido ascórbico. Esta distribución morfológica es determinante para la interpretación de las propiedades fisicoquímicas del material obtenido, ya que la fase orgánica residual encapsula las estructuras metálicas. El análisis de la micrografía permite concluir que el balance de masa en la síntesis favoreció la persistencia del agente reductor en su forma sólida tras el secado de la muestra.

4.4. Formulación de la tinta conductora de Politec - rGO

Como primera prueba, se utilizó una pintura acrílica color blanco de la marca Politec, a la cual se le añadió el óxido de grafeno reducido (rGO) y acetona para observar su comportamiento, haciendo primero una mezcla por agitación en la parrilla y posteriormente una integración manual. Las figuras 4.6, 4.7 y 4.8 muestran de manera gráfica el procedimiento.

■ Procedimiento:

1. Pesar 24 mg de óxido de grafeno reducido.
2. Pesar 2000 mg de pintura de la marca Politec
3. Medir 20 mL de acetona como solvente
4. Integrar el rGO con la pintura para incluir la pastilla agitadora
5. Mezclar por ultrasonido para diluir mejor la pintura y conseguir mezcla homogénea

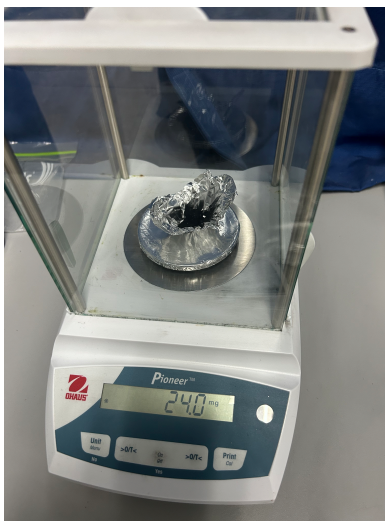
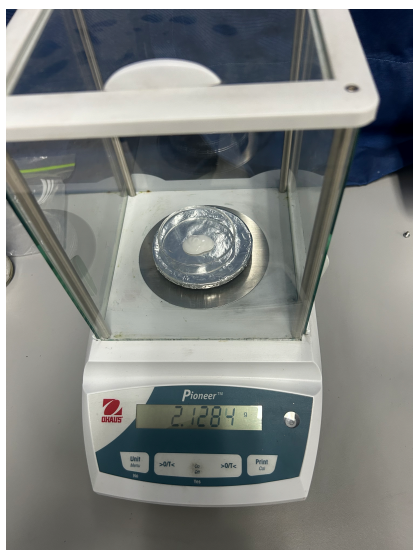
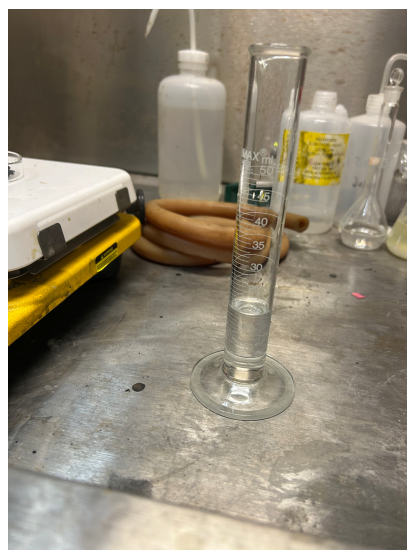


Figura 4.6: Pesaje de rGO para agregarlo a la pintura comercial Politec.

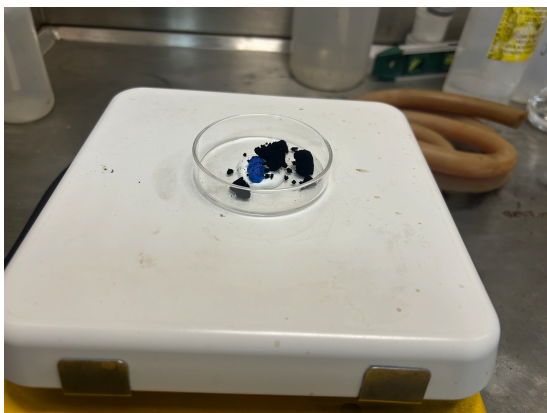


a)

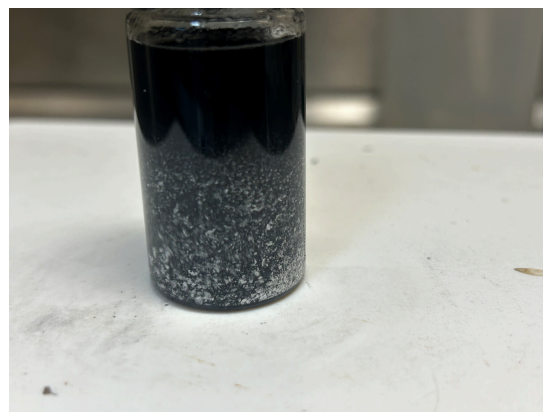


b)

Figura 4.7: a) Pesaje de la pintura comercial y b) Medición de acetona.



a)



b)

Figura 4.8: a) Combinación de pintura y rGO y b) Producto final.

Una vez realizada la muestra, como se observa en la figura 4.9, se descartó al instante, debido a que la pintura no había logrado disolverse en su totalidad y lograr una mezcla homogénea; de igual manera, por su consistencia líquida.



Figura 4.9: Resultado de la primera muestra de tinta Politec/rGO proporción 250/3.

Posteriormente, se realizó el mismo procedimiento, pero ahora usando únicamente 1 g de pintura marca Politec, 1 g de rGO y 10 mL de agua destilada (figura 4.10), obteniendo mejores resultados.



Figura 4.10: Resultado de la segunda muestra Politec/rGO proporción 1/1.

Con esta mezcla de pintura con el rGO de la segunda muestra, se hizo una prueba de conductividad eléctrica, ya que a simple vista tenía mejor consistencia que la primera

prueba. Esta mezcla se vertió sobre un cubreobjetos de laboratorio, hecho de vidrio, lo cual no permitía un buen agarre de la tinta sobre el objeto y a la más mínima manipulación esta se desprendió.

Una vez teniendo la tinta sobre el cubreobjetos, se utilizó una fuente de voltaje regulable de 24 V y se aplicó voltaje sobre la tinta, logrando así encender un diodo LED de color verde. La desventaja de esta tinta híbrida es que tenía una resistencia muy grande, ya que, como se observa en la figura 4.11, la distancia entre el negativo del LED y el positivo de la fuente de voltaje es muy corta, teniendo que utilizar los 24 V que entrega la fuente para lograr el funcionamiento.



Figura 4.11: Encendido de un diodo LED con la segunda tinta muestra.

4.5. Formulación de tinta conductora Ag-rGO-PVP

Después de estas dos pruebas, se toma la decisión de sintetizar e implementar nanoláminas de plata por el método de ácido ascórbico, realizando una primer prueba solo con plata y otra con polivinilpirrolidona (PVP) sobre un sustrato de PET. El PVP se utilizó como aglutinante para las nanoláminas de plata y tuvieran mayor conductividad al no separarse demasiado.

Se hicieron dos frascos con la misma proporción de material para seguir realizando pruebas, observados en la figura 4.12; al primero se le agregó 300 mg de plata, 600 mg de etilenglicol, 100 mg de etanol y 5 mg de PVP. Al segundo frasco, 300 mg de plata, 600 mg de etilenglicol, 100 mg de etanol, con la diferencia de que este no lleva PVP como aglutinante.



Figura 4.12: Tinta de nanoláminas de plata, del lado izquierdo con PVP en proporción 60/120/20/1 y del lado derecho sin PVP en proporción 3/6/1 antes del proceso de mezclado.

Después del proceso de mezclado, se vertieron sobre el sustrato de PET para ser colocados en la parrilla a 70 °C, como se observa en la figura 4.13, y acelerar el proceso de evaporación de los líquidos y así obtener una tinta de plata, en el cual se observa mayor concentración en la tinta con PVP.

Una vez seco el sustrato, se procede a realizar las pruebas de maleabilidad y de resistencia, descartando así la prueba de la tinta con el PVP (frasco del lado izquierdo) debido a que crea una membrana protectora encapsulando las nanoláminas de plata, impidiendo el contacto y la conductividad eléctrica; también se descartó la que no contenía PVP (frasco del lado derecho), ya que las nanoláminas de plata se encontraban muy dispersas, impidiendo así la conductividad eléctrica, ambas tintas levantándose del sustrato al someterse a flexión.



Figura 4.13: Tinta de nanoláminas de plata, del lado izquierdo con PVP y del lado derecho sin PVP, durante el proceso de secado sobre sustrato PET.

Una vez transcurrido el tiempo de secado sobre la parrilla, se puede observar en la imagen 4.14 que la muestra que contiene únicamente plata presenta una superficie irregular y, al manipularla, se desprende del sustrato de PET en forma de polvo. Esto evidencia que el material no logró una adecuada adherencia al sustrato.

De igual manera, la muestra que contiene PVP muestra una superficie más uniforme y visualmente lisa; sin embargo, al manipularla también se desprende del PET en forma sólida, lo que indica que, aunque mejora el aspecto superficial, no garantiza una fijación suficiente. Por estas razones, ambas pruebas fueron descartadas.



Figura 4.14: Tinta de nanoláminas de plata, del lado izquierdo con PVP y del lado derecho sin PVP, después del proceso de mezclado, depositado y secado sobre sustrato PET.

4.6. Formulación de tintas Ag-rGO-EG

Finalmente, tomando en cuenta las pruebas realizadas y los resultados obtenidos en las etapas anteriores, se decidió llevar a cabo la creación y evaluación de tres tintas adicionales, las cuales se presentan en la tabla 4.1. Esta decisión permitió ampliar el análisis comparativo y verificar el desempeño de nuevas formulaciones experimentales.

Tabla 4.1: Composición de las tintas formuladas

Nomenclatura	rGO5	rGO10	rGO15
Componentes	Tinta 1	Tinta 2	Tinta 3
Etanol	536.5 mg	533.5 mg	538.5 mg
EG	538.4 mg	540.0 mg	540.1 mg
AgNSs	195 mg	190 mg	185 mg
rGO	5 mg	10 mg	15 mg



Figura 4.15: Muestra de tinta, del lado izquierdo antes del proceso y del lado derecho después del proceso de secado.

Una vez secas, se apreció que la "Tinta 1" mostró ser firme a la manipulación, sin desprenderse del sustrato de PET, teniendo una buena dispersión del rGO y las AgNSs. La "Tinta 2" se mostró un poco más susceptible a la manipulación del sustrato, se desprendía con más facilidad, pero permaneciendo adherida en donde no se manipulaba. En la "Tinta 3", al contener más rGO, la tinta tendía a desprenderse con mucha facilidad del sustrato; se pueden apreciar costras de rGO que no se alcanzan a adherir y, por lo tanto, esta muestra se descartó al instante.

4.6.1. Medición de resistencia eléctrica superficial de las tintas

Sin embargo, a las 3 tintas se les sometió a pruebas de temperatura sobre la placa calefactora con control de temperatura modelo SP131325Q, con ayuda de un electrómetro marca KEITHLER 6517B para corroborar y mantener mejor control de la temperatura y así poder medir su resistencia con ayuda del multímetro modelo KEITHLEY 2002, mostrado en la figura 4.16, para poder ver cómo se comportaban las muestras de tinta híbrida y medir su resistencia, mostrando su comportamiento en las tablas 4.2, 4.3 y 4.4.



Figura 4.16: Ejemplo de la medición de resistencia de las tintas.

Tabla 4.2: Medición de resistencia en función de la temperatura de la tinta 1

Proceso	Temperatura (°C)	Resistencia (KΩ)
Subida	24	193.00
Subida	40	175.23
Subida	55	150.35
Subida	70	134.56
Subida	85	113.92
Subida	100	101.74
Subida	115	75.74
Bajada	100	69.35
Bajada	85	65.24
Bajada	70	69.55
Bajada	55	75.25
Bajada	40	83.07
Bajada	25	107.22

Tabla 4.3: Medición de resistencia en función de la temperatura de la tinta 2

Proceso	Temperatura (°C)	Resistencia (MΩ)
Subida	20	0.71
Subida	40	0.63
Subida	55	0.55
Subida	70	0.47
Subida	85	0.41
Subida	100	0.32
Subida	115	0.28
Bajada	100	0.27
Bajada	85	0.29
Bajada	70	0.34
Bajada	55	0.39
Bajada	40	0.42
Bajada	25	0.44

Tabla 4.4: Mediciones de resistencia en función de la temperatura de la tinta 3

Proceso	Temperatura (°C)	Resistencia (MΩ)
Subida	25	210
Subida	40	136.17
Subida	55	95.11
Subida	70	62.59
Subida	85	31.48
Subida	100	27.35
Subida	115	07.70
Bajada	100	08.88
Bajada	85	09.01
Bajada	70	09.55
Bajada	55	17.86
Bajada	40	26.06
Bajada	25	42.41

4.6.2. Comportamiento eléctrico en función de la temperatura de las tintas

Las muestras fueron sometidas a un ciclo térmico desde temperatura ambiente hasta 115 °C, seguido de un proceso de enfriamiento. Durante el ciclo se registró la resistencia eléctrica para analizar la respuesta de cada tinta ante variaciones de temperatura.

Tinta 1

La Tinta 1 presentó valores de resistencia en el orden de los k Ω . Durante el calentamiento, la resistencia disminuyó de 193.00 k Ω a 75.74 k Ω al alcanzar los 115 °C, mostrando un comportamiento descendente conforme aumentaba la temperatura.

En la etapa de enfriamiento, los valores se mantuvieron entre 69.35 k Ω y 107.22 k Ω , sin cambios bruscos ni inestabilidad marcada. Este comportamiento indica una respuesta térmica consistente y adecuada estabilidad eléctrica para aplicaciones prácticas.

Tinta 2

La Tinta 2 mostró valores de resistencia en el orden de los M Ω , variando de 0.71 M Ω a 0.28 M Ω durante el calentamiento. Aunque se observó una disminución progresiva de la resistencia, los valores se mantuvieron en un orden de magnitud mayor respecto a la Tinta 1.

Durante el enfriamiento, la resistencia aumentó ligeramente hasta 0.44 M Ω , evidenciando cierta variabilidad térmica. Además, esta tinta presentó problemas de adherencia al sustrato de PET, lo cual limita su posible aplicación.

Tinta 3

La Tinta 3 presentó un valor inicial de resistencia de 210.00 k Ω , el cual disminuyó hasta 7.70 k Ω al alcanzar los 115 °C. Este cambio pronunciado sugiere una fuerte dependencia térmica. Aunque la reducción de la resistencia fue significativa, el comportamiento mostró mayor variación en comparación con la Tinta 1.

4.6.3. Análisis de regresión lineal de las tintas

Con el fin de evaluar el comportamiento eléctrico de las muestras de la sección 4.4 y de acuerdo a las tablas 4.2, 4.3 y 4.4, se realizó un análisis de regresión lineal. Un valor de R^2 cercano a 1 confirma que la variación de la resistencia está altamente correlacionada con la temperatura, lo que demuestra que el comportamiento eléctrico es estable y predecible dentro del rango evaluado. El coeficiente de determinación R^2 siempre toma valores entre 0 y 1 (o 0 % y 100 %). Mientras más cerca de 1, mejor explica el modelo los datos [5].

Además, este tipo de análisis permite evaluar de manera cuantitativa la calidad del ajuste experimental, proporcionando un respaldo estadístico que complementa las mediciones obtenidas en laboratorio. La aplicación de herramientas de regresión resulta especialmente útil cuando se estudian materiales funcionales destinados a aplicaciones electrónicas, donde la estabilidad del comportamiento eléctrico es un parámetro crítico.

Para reafirmar las pruebas de las tintas, se calculó la regresión lineal (R^2), la cual permite predecir el comportamiento de una variable (dependiente o predicha) a partir de otra (independiente o predictora).

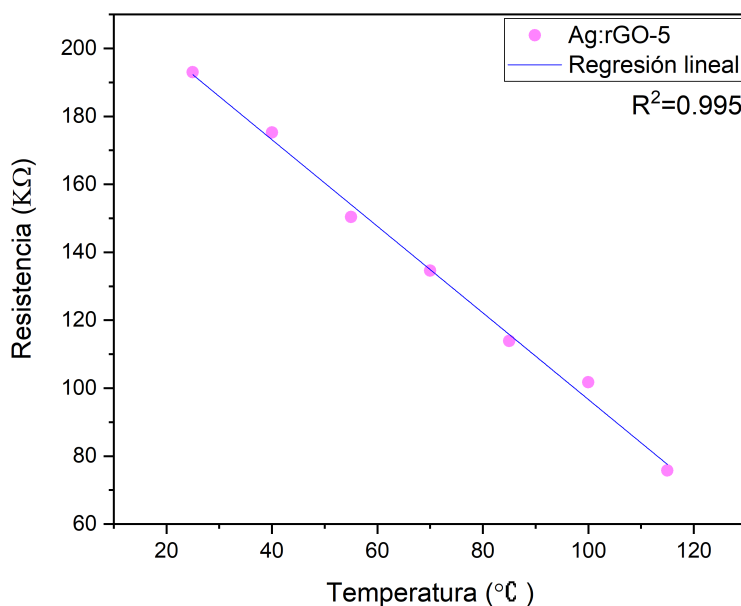


Figura 4.17: Gráfica de la tinta 1 con una R^2 cercana a 1.

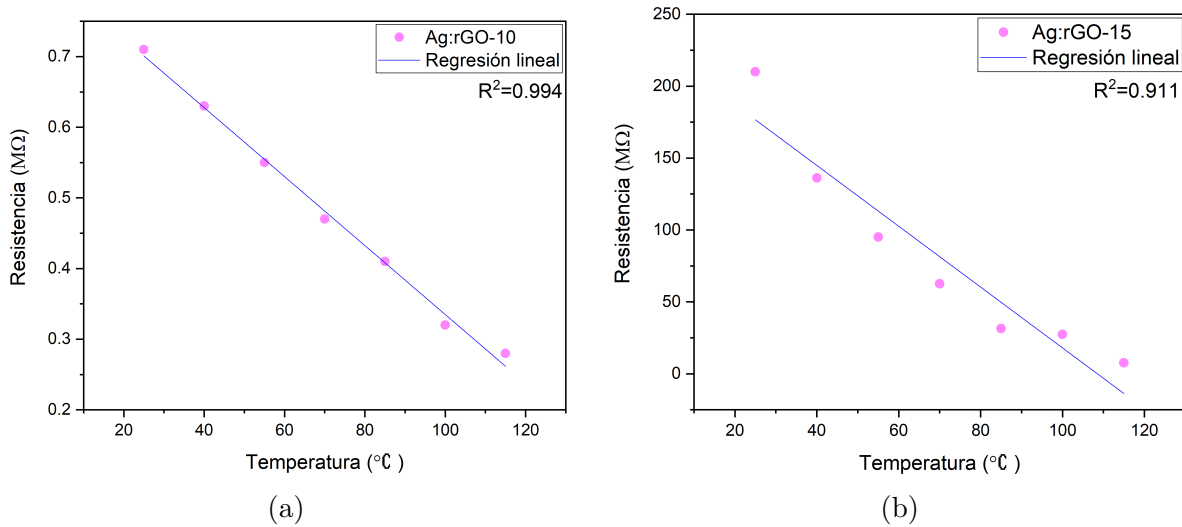


Figura 4.18: Gráficas correspondientes a (a) la Tinta 2 (Ag:rGO-10) y (b) la Tinta 3 (Ag:rGO-15), las cuales presentan un valor de R^2 alejado de 1.

Como se observa en la imagen 4.17, se obtuvo un coeficiente de determinación de $R^2 = 0.995$, valor muy cercano a 1, lo que indica un excelente ajuste lineal entre los datos experimentales y el modelo obtenido. Este resultado sugiere que el comportamiento eléctrico de la tinta es altamente estable y predecible bajo las condiciones evaluadas, reflejando además una respuesta consistente durante las mediciones realizadas.

A partir de las pruebas de resistencia eléctrica, se seleccionó la muestra de tinta 1 (Ag:rGO-5), debido a que presentó el mejor desempeño frente a las variaciones de temperatura. Esta formulación mantuvo valores bajos de resistencia eléctrica y una adecuada adherencia al sustrato de PET, características esenciales para garantizar un funcionamiento confiable. Asimismo, durante las pruebas experimentales mostró una buena estabilidad y conservación de sus propiedades eléctricas, evidenciando una menor tendencia a la degradación en comparación con las demás formulaciones analizadas.

Por lo tanto, se concluye que la tinta 1 corresponde a la formulación más adecuada, ya que combina una mayor conductividad eléctrica, buena adherencia al sustrato de PET y una mejor estabilidad térmica respecto a las formulaciones mostradas en la figura 4.18. En conjunto, estas propiedades la convierten en la alternativa más viable para aplicaciones de electrónica impresa que requieren una conducción eléctrica eficiente.

4.6.4. Análisis estructural mediante difracción de rayos X de la tinta 1

En la Figura 4.19 se presenta el patrón de difracción correspondiente a la tinta híbrida basada en nanoláminas de plata (AgNSs) y óxido de grafeno reducido (rGO). En el difractograma se observan principalmente picos intensos y bien definidos asociados a la plata metálica, lo cual indica la presencia de una estructura altamente cristalina dentro de la formulación de la tinta. La elevada intensidad de estos picos evidencia que las nanoláminas de plata poseen un ordenamiento considerablemente mayor en comparación con el rGO.

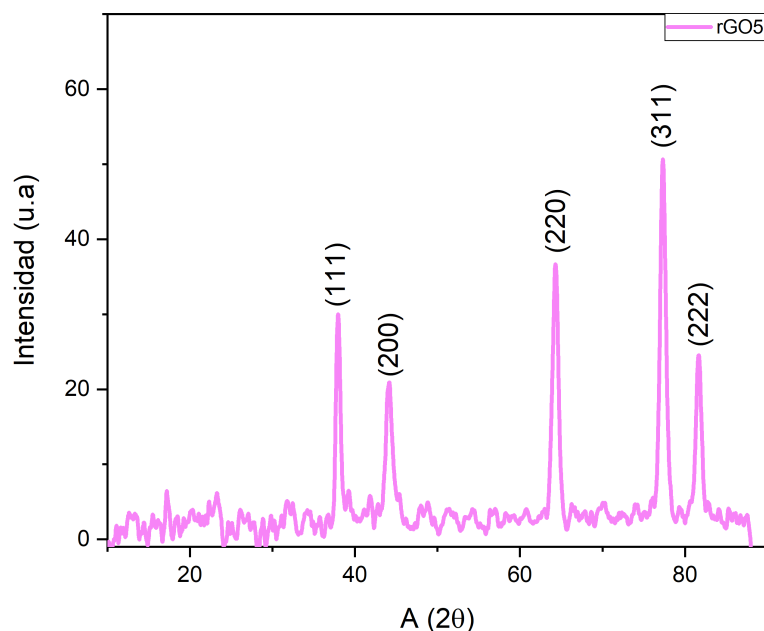


Figura 4.19: Patrón de difracción de rayos X de la tinta 1.

La predominancia de los picos correspondientes a la plata puede explicarse debido a que este material presenta una estructura cristalina cúbica centrada en las caras (FCC), característica de los metales nobles, la cual genera señales de difracción intensas y fácilmente detectables por el equipo de DRX. Además, la plata posee una alta densidad electrónica, lo que incrementa la interacción con los rayos X y produce reflexiones más intensas en comparación con materiales carbonosos como el rGO.

Por otra parte, no se observan picos claramente definidos asociados al óxido de grafeno reducido. Este comportamiento se atribuye principalmente a la naturaleza estructural del rGO, ya que durante el proceso de reducción del óxido de grafeno se generan defectos, vacancias y regiones amorfas que disminuyen significativamente el orden cristalino del material como se analizó en la sección 4.1. A diferencia del grafito, cuya estructura laminar altamente ordenada produce un pico intenso característico alrededor de 26° , el rGO presenta una estructura parcialmente desordenada debido a la eliminación incompleta de grupos oxigenados y a la deformación de las capas de carbono durante el proceso de síntesis.

En conjunto, los resultados obtenidos mediante DRX permiten confirmar que la plata constituye la fase cristalina predominante dentro de la tinta híbrida, mientras que el rGO se encuentra presente en una forma estructural con bajo grado de ordenamiento cristalino. La combinación de ambas fases contribuye a las propiedades funcionales de la tinta, particularmente en aplicaciones de electrónica flexible donde la plata aporta alta conductividad eléctrica y el rGO favorece la formación de redes conductoras y estabilidad estructural.

Conclusiones

En el presente trabajo se llevó a cabo la formulación y caracterización de tintas basadas en óxido de grafeno reducido (rGO) y nanoláminas de plata (AgNSs), depositadas sobre sustrato PET, con el objetivo de evaluar su desempeño eléctrico y determinar la formulación más adecuada para aplicaciones en electrónica flexible.

A partir del análisis experimental, se comprobó que la resistencia eléctrica de tres tintas formuladas presenta una dependencia directa con la temperatura, mostrando un comportamiento descendente durante el calentamiento. El análisis de regresión lineal mostró en la Tinta 1 un coeficiente de determinación $R^2 = 0.995$, lo que confirma una alta correlación entre la temperatura y la variación de la resistencia, evidenciando un comportamiento estable y predecible.

En cuanto al desempeño eléctrico, la Tinta 1 mostró valores de resistencia en el orden de los $k\Omega$, con una disminución progresiva y estable además de presentar buena adherencia al sustrato de PET. La Tinta 2, aunque mostró variación con la temperatura, mantuvo valores en el orden de los $M\Omega$ y presentó deficiencias de adherencia, lo cual limita su aplicación práctica. Por su parte, la Tinta 3 evidenció una reducción significativa de la resistencia con la temperatura; sin embargo, presentó mayor variabilidad y problemas de adhesión asociados al exceso de rGO.

El análisis estructural mediante difracción de rayos X confirmó la presencia del rGO en la formulación, validando la correcta incorporación del material conductivo de la tinta.

Con base en los resultados obtenidos, se concluye que la Tinta 1 representa la formulación óptima, al ofrecer el mejor equilibrio entre conductividad eléctrica, estabilidad térmica y adherencia al sustrato de PET. Estos resultados demuestran la viabilidad de esta tinta híbrida para aplicaciones en dispositivos electrónicos flexibles.

Referencias

- [1] ATRIA Innovation. “Tintas Conductivas”. En: (2024).
- [2] Blog Ingeniería. “Haz tu propia tinta conductiva”. En: (2025).
- [3] W. Cai, R. D. Piner y R. S. Ruoff. “Synthesis and applications of graphene-based materials”. En: *Journal of Materials Chemistry* 22 (2012), págs. 2355-2365.
- [4] H. E. Cid et al. “Síntesis y caracterización de grafeno”. En: *Universidad Nacional Autónoma de México (UNAM)* (2012), págs. 3-4.
- [5] Jorge Dagnino et al. “Regresión lineal”. En: *Revista chilena de anestesia* 43.2 (2015).
- [6] Julia Danischewski et al. “Color transferability from solution to solid using silica coated silver nanoparticles”. En: *Langmuir* 39.5 (2023), págs. 1786-1792.
- [7] David Santiago Delgadillo Leguizamón, Derby Viviana Castañeda y Nelson Vladimir Yepes González. “Desarrollo de tintura de grafeno y óxido de grafeno para facilitar el proceso de enseñanza - aprendizaje de la materia de física de ingeniería”. En: *Encuentro Internacional de Educación en Ingeniería* (2017).
- [8] Daniel R Dreyer et al. “The chemistry of graphene oxide”. En: *Chemical society reviews* 39.1 (2010), págs. 228-240.
- [9] L. Gao y G. Shi. “Direct electrochemical reduction of graphene oxide films”. En: *Journal of Physical Chemistry C* 113 (2009), págs. 10103-10107.
- [10] Andre K Geim y Konstantin S Novoselov. “The rise of graphene”. En: *Nature materials* 6.3 (2007), págs. 183-191.
- [11] YZN Htwe y M Mariatti. “Performance of water-based printed hybrid graphene/silver nanoparticle conductive inks for flexible strain sensor applications”. En: *Synthetic Metals* 300 (2023), pág. 117495.

- [12] Seung Hun Huh. “Thermal reduction of graphene oxide”. En: *Physics and applications of graphene-experiments* 19 (2011), págs. 73-90.
- [13] Mohammad Jafarpour et al. “Functional ink formulation for printing and coating of graphene and other 2D Materials: challenges and solutions”. En: *Small Science* 2.11 (2022), pág. 2200040.
- [14] Nazmul Karim et al. “All inkjet-printed graphene-based conductive patterns for wearable e-textile applications”. En: *Journal of materials chemistry C* 5.44 (2017), págs. 11640-11648.
- [15] H. Kim, J. Lee y C. Lee. “Advances in Flexible Electronics Using Carbon-Based Inks”. En: *RSC Advances* 10 (2020), págs. 1248-1256.
- [16] J. Lee, J. Kim y J. Jang. “Review of Conductive Ink for Printed Electronics”. En: *Procedia Engineering* 25 (2012), págs. 277-280.
- [17] Xiaolin Li et al. “Chemically derived, ultrasmooth graphene nanoribbon semiconductors”. En: *science* 319.5867 (2008), págs. 1229-1232.
- [18] Xuesong Li et al. “Large-area synthesis of high-quality and uniform graphene films on copper foils”. En: *science* 324.5932 (2009), págs. 1312-1314.
- [19] Y. Li et al. “Facile preparation of silver nanoparticle-decorated reduced graphene oxide nanocomposites with highly effective antibacterial properties”. En: *Scientific Reports* 9 (2019), págs. 1-10.
- [20] B. Lunavictoria y A. Miguel. “Síntesis y caracterización de óxido de grafeno y óxido de grafeno reducido”. En: *Escuela Superior Politécnica de Chimborazo. Riobamba.[fecha de Consulta 20 de Marzo de 2024]* (2020).
- [21] David Marrakchi. “Printed Electronics: The Future of Flexible and Cost-Effective Circuit Design”. En: *Altium Resources* (2025).
- [22] Juliana Montoya Sánchez. “Formulación de tintas de grafeno oxidado (GO) obtenidas a partir de cascarilla de arroz”. En: (2024).
- [23] Kostya S Novoselov et al. “Electric field effect in atomically thin carbon films”. En: *science* 306.5696 (2004), págs. 666-669.
- [24] Ana Elisa Ferreira Oliveira et al. “Thermally reduced graphene oxide: synthesis, studies and characterization”. En: *Journal of Materials Science* 53.17 (2018), págs. 12005-12015.

- [25] Sun Hwa Park et al. "Template-free and filamentary growth of silver nanowires: application to anisotropic conductive transparent flexible electrodes". En: *Nanoscale* 5.5 (2013), págs. 1864-1869.
- [26] Sungjin Park y Rodney S. Ruoff. "Chemical methods for the production of graphenes". En: *Nature nanotechnology* 4.4 (2009), págs. 217-224.
- [27] Lailla Daianna Soltau Missio Pinheiro et al. "Silver nanoparticles from ascorbic acid: Biosynthesis, characterization, in vitro safety profile, antimicrobial activity and phytotoxicity". En: *Materials Chemistry and Physics* 325 (2024), pág. 129715.
- [28] Yufeng Qin et al. "A review of carbon-based conductive inks and their printing technologies for integrated circuits". En: *Coatings* 13.10 (2023), pág. 1769.
- [29] S. Raj et al. "Silver Nanoparticles and Their Antibacterial Properties: A Review". En: *Nanomaterials* 11 (2021), pág. 2086.
- [30] Johan Rubio et al. "Obtención de tintas conductoras a base de grafeno por medio de exfoliación electroquímica". En: *Ingeciencia* 4 (2019), págs. 21-36.
- [31] Leire Sanchez-Duenas et al. "A review on sustainable inks for printed electronics: materials for conductive, dielectric and piezoelectric sustainable inks". En: *Materials* 16.11 (2023), pág. 3940.
- [32] Vittorio Scardaci et al. "Fast one-step synthesis of anisotropic silver nanoparticles". En: *Applied Sciences* 11.19 (2021), pág. 8949.
- [33] Ethan B. Secor et al. "Inkjet printing of high conductivity, flexible graphene patterns". En: *The journal of physical chemistry letters* 4.8 (2013), págs. 1347-1351.
- [34] Sasha Stankovich et al. "Synthesis of graphene-based nanosheets via chemical reduction of exfoliated graphite oxide". En: *carbon* 45.7 (2007), págs. 1558-1565.
- [35] X. Sun et al. "Progress in the Applications of Graphene-Based Conductive Inks for Printed Flexible Electronics". En: *Journal of Materials Chemistry C* 9 (2021), págs. 4794-4825.
- [36] Bin Tang et al. "Coloration of cotton fibers with anisotropic silver nanoparticles". En: *Industrial and engineering chemistry research* 51.39 (2012), págs. 12807-12813.
- [37] Daisuke Tomotoshi e Hideya Kawasaki. "Surface and interface designs in copper-based conductive inks for printed/flexible electronics". En: *Nanomaterials* 10.9 (2020), pág. 1689.

- [38] Felice Torrisi et al. "Inkjet-printed graphene electronics". En: *ACS nano* 6.4 (2012), págs. 2992-3006.
- [39] Supriya Tripathy, Jolina Rodrigues y Navinchandra Gopal Shimpi. "Top-down and Bottom-up Approaches for Synthesis of Nanoparticles". En: *Nanobiomaterials Perspect. Med. Appl. Diagn. Treat. Dis* 145 (2023), págs. 92-130.
- [40] Daniela Rocío Vargas Astudillo. "Síntesis de óxido de grafeno reducido y aminado químicamente y su influencia en las propiedades eléctricas y mecánicas de nanocompuestos a base de caucho natural". En: (2017).
- [41] Hongxuan Wang et al. "Synthesis and conversion of multi-morphology silver nanoparticles: Anisotropic growth induced by redox cycle". En: *Materials Chemistry and Physics* 297 (2023), pág. 127424.
- [42] Tzyy-Jiann Wang et al. "Anisotropic growth of photoreduced silver nanostructures using surfactant-assisted ferroelectric templates for surface enhanced Raman spectroscopy". En: *Materials Science and Engineering: B* 266 (2021), pág. 115059.
- [43] Wikipedia contributors. "Polyvinylpyrrolidone". En: *Wikipedia, The Free Encyclopedia* (2025).
- [44] Shiquan Xiong et al. "Integrated Laser-Induced breakdown spectroscopy with electroanalysis unitizing Bi₂O₃/Irradiated attapulgite composite for Ultra-trace detection of cadmium ions in real sample". En: *Microchemical Journal* 169 (2021), pág. 106586.
- [45] K. Yang, S. Zhang y Z. Liu. "Chemical reduction of graphene oxide". En: *Journal of Materials Chemistry* 20 (2010), págs. 2884-2891.
- [46] L. Yang et al. "Graphene-Based Conductive Inks: A Review of Current Technologies and Future Prospects". En: *SLAS Technology* 29 (2024), págs. 497-511.
- [47] J. Zhu y H. Kim. "Inkjet Printing of Graphene-Based Inks for Flexible Electronics and Sensors". En: *Advanced Materials Interfaces* 7 (2020), pág. 200.