



“2019, Año del caudillo del sur, Emiliano Zapata”

DIVISIÓN DE ESTUDIOS DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN  
MAESTRÍA EN CIENCIAS DE LA INGENIERÍA

“CARACTERIZACIÓN DE UN GEL ELECTROLÍTICO DE PVA-  
/PEDOT-PSS/GO/PPY”

TESIS

PARA OBTENER EL TÍTULO:  
MAESTRO EN CIENCIAS DE LA INGENIERÍA

**PRESENTA:**

ING. BRAIAN UZIEL MENDOZA ENRIQUEZ

**DIRECTOR:**

DR. ALFREDO OLARTE PAREDES

**CO-DIRECTOR:**

DR. RENÉ SALGADO DELGADO

---



**EDUCACIÓN**  
SECRETARÍA DE EDUCACIÓN PÚBLICA



Instituto Tecnológico de Zacatepec  
División de Estudios de Posgrado e Investigación

"2019, Año del Caudillo del Sur, Emiliano Zapata"

Zacatepec, Morelos, 29/Noviembre/2019

No. de Oficio DEPI/012/2019.

**ASUNTO: AUTORIZACIÓN DE IMPRESIÓN DEL TRABAJO.**

**BRAIAN UZIEL MENDOZA ENRIQUEZ  
ALUMNO DE LA MAESTRÍA EN CIENCIAS  
DE LA INGENIERÍA.  
PRESENTE.**

De acuerdo al fallo emitido por la Comisión Revisora del Trabajo de TESIS DE MAESTRÍA, que presenta para su revisión con el tema: "CARACTERIZACIÓN DE UN GEL ELECTROLÍTICO DE PVA/PEDOT-PSS/GO/PPY" integrada por: ALFREDO OLARTE PAREDES (Presidente), EDGAR GARCÍA HERNÁNDEZ (Secretario), RENÉ SALGADO DELGADO (Vocal), ZULLY VARGAS GALARZA (Suplente), y considerando que satisface los requisitos estipulados en el Reglamento de Titulación del TecNM, comunico a Usted que ha sido autorizada la IMPRESIÓN DEL TRABAJO.

Sin otro particular que tratar por el momento, me despido respetuosamente.

**ATENTAMENTE**  
*Excelencia en Educación Tecnológica*

**ARELI MARLEN SALGADO DELGADO  
JEFA DE LA DIVISIÓN DE ESTUDIOS  
DE POSGRADO E INVESTIGACIÓN**

MJGB/harumi\*



Calzada Tecnológico No. 27, Col. Centro, C.P. 62780, Zacatepec, Morelos  
Tel. (734) 343 2110, 343 2111, Ext. 267, e-mail: depi\_zacatepec@tecnm.mx  
www.itzacatepec.edu.mx



La Norma Mexicana NMX-8-015-SCFI  
"Igualdad Laboral y No Discriminación". El  
número de registro es 8-015-012 y fecha de inicio:  
2017-04-10 y término de la certificación 2021-  
04-10.

Zacatepec, Morelos a 29 de noviembre del 2019

ASUNTO: CESIÓN DE DERECHOS A TECNM

Yo, la que al calce firma, Braian Uziel Mendoza Enriquez, estudiante del programa Maestría en Ciencias de la Ingeniería en el IT de Zacatepec todos los derechos de la productividad que se obtenga (libros, patentes, artículos científicos, reportes en memorias o divulgación y todo aquello que derive de derechos de autor) de mi TESIS de MAESTRÍA que lleva como título “CARACTERIZACIÓN DE UN GEL ELECTROLÍTICO DE PVA-/PEDOT-PSS/GO/PPY” en su forma de texto, imágenes, gráficos, datos y tablas contenidos en ella. Lo anterior dando cumplimiento al artículo 2.15.5 de los lineamientos de posgrado para titulación vigente.

ATENTAMENTE

Braian Uziel Mendoza Enriquez

# AGRADECIMIENTO

Agradecemos a:

CONACYT por la beca otorgada para la realización de la maestría en ciencias de la ingeniería llevada a cabo en el Instituto Tecnológico de Zacatepec.

Al Departamento División de Estudios de Posgrado e Investigación Departamento Ingeniería Química Bioquímica y al departamento de Metal Mecánica. Por haber creído en mí y apoyarme personalmente y materialmente durante todo el tiempo que duró este trabajo.

A mi director y co-director el Dr. Alfredo Olarte Paredes y Dr. René Salgado Delgado por todo lo que aportaron para que esta tesis se llevara a cabo, por su ayuda, sus recursos, su tiempo, su paciencia, su conocimiento y su vocación por compartirlo, pero sobre todo por su AMISTAD y darme ánimo para concluir este trabajo.

A mis asesores: Dr. Edgar García Hernández, Dra. Areli Salgado Delgado, Dra. Zuly Vargas Galarza por su ayuda y conocimiento que fue trascendental en el desarrollo de este trabajo.

A la Benemérita Universidad de Puebla que a través del CUVyTT, permitió el uso de sus equipos para la realización de algunas mediciones por medio del Dr. Efraín Rubio Rosas.

Por último, Quiero agradecer al Instituto Tecnológico de Zacatepec por ser mi segundo hogar durante estos años, y a todos los profesores que me guiaron y me dieron el conocimiento para poder lograr formarme personal y académicamente, a mis compañeros y personas que de una u otra forma colaboraron con este trabajo.

Muchas gracias.

## DEDICATORIA

Dedico la presente tesis:

A Dios:

Por haberme permitido llegar hasta este punto y haberme dado salud para lograr mis objetivos, además de su infinita bondad y amor.

A mi madre y abuela:

Juana Enríquez Gama y María del Refugio Gama Mazón.

Por su inigualable amor y cariño que me han demostrado durante todos estos años, sus consejos, regaños y confianza. No me alcanzan las palabras para decirles lo mucho que las quiero y gracias por heredarme lo más valioso que unas madres puedan dar a su hijo es la educación.

A mi novia:

Mauren Zúñiga García

Gracias a mi novia por estar siempre a mi lado y por entenderme en cada situación que la vida me presenta, gracias por ser la dueña de mi corazón y por ser la mejor cuidadora de él, gracias por permitirme amarte y ser feliz a tu lado.

## RESUMEN

En este trabajo se elaboraron dos sistemas de electrolitos poliméricos en gel a partir de una matriz de alcohol polivinílico (PVA) y cargas conductivas como poli (3,4-etilendioxitiofeno): (poliestirenosulfonato) (PEDOT: PSS), polipirrol (PPy) y óxido de grafeno (GO) se prepararon por el método de casting. Ambos sistemas se doparon con dos sales orgánicas, trifluorometanosulfonato de sodio ( $\text{NaCF}_3\text{SO}_3$ ) y hexafluorofosfato de sodio  $\text{NaPF}_6$  disueltas en carbonato de etileno (EC) solvente orgánico. La estructura y morfología de los materiales compuestos se evaluaron mediante Microscopía electrónica de barrido (SEM), espectroscopia infrarroja de transformada de Fourier (FTIR), espectroscopia UV-Vis, difracción de rayos X los cuales confirmaron la presencia de las cargas en el compuesto demostrando interacción entre ellos. La espectroscopia de impedancia (EIS) exhibe un semicírculo en la región de alta frecuencia y una porción lineal en la región de baja frecuencia, esto representa la resistencia de transferencia de carga interracial ( $R_{ct}$ ) y las líneas verticales casi lineales en la región de baja frecuencia lo cual implica un excelente comportamiento capacitivo, rápida difusión iónica y una conductividad de alrededor de  $1.23 \times 10^{-3} \text{ s/cm}^{-1}$ . Por lo tanto, en función de los resultados obtenidos, los electrolitos poliméricos tienen un gran potencial para ser utilizado como material de alto rendimiento en aplicaciones de dispositivos de almacenamiento de carga, celdas solares y electrodos.

## PARTICIPACIÓN EN CONGRESOS

- XXXI CONGRESO NACIONAL DE LA SOCIEDAD POLIMERICA (SPM) 2018 realizado en la Benemérita Universidad de Puebla (BUAP)

``Estudio y caracterización de películas y nano fibras de PVA/PEDOT-PSS/GO para aplicación en batería``

- CONGRESO INTERNACIONAL DE TECNOLOGICA, INNOVACIÓN Y DOCENCIA 2019 (CITID) realizado en el Instituto Tecnológico de Zacatepec

``Estudio y caracterización de un material compuesto de PVA-/PEDOT-PSS/GO``

- XXVIII INTERNATIONAL MATERIALS RESEARCH CONGRESS (IMRC) 2019 realizado en Cancun, Quinta Roo.

``Study and characterization of a flexible PVA- / PEDOT-PSS / PPY / GO conductor polymer``

``Study and characterization of a gel electrolyte PVA / PPY / PEDOT-PSS / GO / NaTf``

## ÍNDICE

|  |      |
|--|------|
| <b>AGRADECIMIENTO</b> .....  | II   |
| <b>DEDICATORIA</b> .....   | V    |
| <b>RESUMEN</b> .....   | VI   |
| <b>PARTICIPACIÓN EN CONGRESOS</b> .....  | VII  |
| <b>ABREVIATURA</b> .....   | XI   |
| <b>LISTA DE FIGURAS</b> .....  | XIII |
| <b>LISTA DE TABLAS</b> .....   | XIV  |
| <b>CAPITULO 1 INTRODUCCIÓN</b> .....   | 1    |
| <b>1. Introducción</b> .....   | 2    |
| <b>1.2. Estado del arte</b> .....  | 5    |
| <b>1.3. Planteamiento del problema</b> .....                                       | 7    |
| <b>1.4. Justificación</b> .....  | 8    |
| <b>1.5. Hipótesis</b> .....  | 8    |
| <b>1.6. Objetivos</b> .....  | 8    |
| a) Objetivo General .....  | 8    |
| b) Objetivo Particulares .....   | 8    |
| <b>1.7. Metas</b> .....  | 9    |
| <b>CAPITULO II MARCO TEÓRICO</b> .....   | 10   |
| <b>2.1 Clasificación de los materiales</b> .....                                   | 11   |
| <b>2.1.1 Metales</b> .....   | 11   |
| <b>2.1.2 Cerámicas</b> .....   | 11   |
| <b>2.2 Materiales Compuestos</b> .....   | 12   |
| <b>2.3 Polímeros</b> .....   | 13   |
| <b>2.4 Polivinil alcohol (PVA)</b> .....   | 14   |
| <b>2.5 Polímeros Conjugados</b> .....  | 14   |
| <b>2.6 Polímeros conductores</b> .....   | 15   |
| <b>2.7 Clasificación de polímeros conductores</b> .....                            | 16   |
| <b>2.8 Poli (3,4-etilendioxitiofeno)-(poliestirenosulfonato) (Pedot-pss)</b> ..... | 18   |
| <b>2.9 Polipirrol</b> .....  | 19   |
| <b>2.10 Alotropías del carbón</b> .....  | 20   |
| <b>2.11 Óxido de grafeno (GO)</b> .....  | 21   |



|   |           |
|---|-----------|
| 2.12 Baterías.....  | 23        |
| 2.13 Celdas electroquímicas .....   | 23        |
| 2.13.1 Celdas primarias .....   | 24        |
| 2.13.2. Celdas secundarias .....  | 24        |
| 2.14 Baterías de ion litio.....   | 25        |
| 2.15 Baterías de sodio. ....  | 26        |
| 2.16 Componentes básicos de una batería .....   | 27        |
| 2.16.1 Ánodo o electrodo negativo .....   | 27        |
| 2.16.2 Cátodo o electrodo positivo .....  | 28        |
| 2.16.3 Electrolito .....  | 28        |
| 2.17. Técnicas experimentales.....  | 32        |
| 2.17.1 Ángulo de contacto .....   | 32        |
| 2.17.2 Microscopía electrónica de barrido (SEM) .....                                     | 33        |
| 2.17.3 Espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR).....                  | 34        |
| 2.17.4 Espectroscopia ultravioleta y visible (UV-VIS).....                                | 34        |
| 2.17.5 Difracción de rayos x (XDR) .....  | 35        |
| 2.17.6 Propiedades mecánicas .....  | 36        |
| 2.17.7 Ensayo de Tensión .....  | 37        |
| 2.17.8 Espectroscopia de impedancia .....   | 41        |
| 2.19 Elementos eléctricos comunes .....   | 42        |
| 2.20 Resistor .....   | 42        |
| 2.21 Capacitancia y capacitor .....   | 43        |
| 2.22 Inductor e inductancia .....   | 43        |
| 2.23 Circuitos eléctricos equivalentes.....   | 43        |
| 2.24 Análisis de la varianza .....  | 47        |
| <b>CAPITULO III METODOLOGÍA.....</b>  | <b>48</b> |
| 3.1 Reactivos .....   | 49        |
| 3.2 Equipos .....   | 49        |
| 3.3. Preparación del PVA.....   | 49        |
| 3.4 Obtención de películas de PVA/PEDOT-PSS/GO/PPY a partir del método de casting .....   | 50        |
| 3.5 Preparación del líquido iónico .....  | 51        |
| 3.6 Elaboración del gel electrolítico PVA/PEDOT-PSS/GO/PPY y NaTF/NaPF <sub>6</sub> ..... | 51        |

|  |    |
|--|----|
| 3.7 Ángulo de contacto .....   | 52 |
| 3.8 Espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) .....         | 53 |
| 3.9 Difracción de rayos X (DRX) .....  | 57 |
| 3.10 Ensayo de Tracción .....  | 59 |
| 3.11 Pruebas resistivas.....   | 62 |
| 3.12 Espectroscopia de Impedancia .....  | 64 |
| 3.13 Microscopía electrónica de barrido (SEM) y Análisis elemental (EDS) ..... | 68 |
| 4.1 CONCLUSIÓN .....   | 78 |
| 4.2 REFERENCIAS .....  | 79 |

## ABREVIATURA

|           |  |
|-----------|--|
| °C        | Grados Celsius   |
| Ppy       | Polipirrol   |
| s/cm      | Siemens sobre centímetro                               |
| EIS       | Espectroscopia de impedancia                           |
| $\Omega$  | Ohm  |
| V         | Voltaje  |
| T         | Temperatura  |
| I         | Corriente  |
| $\phi$    | Ángulo de diferencia entre voltaje y corriente         |
| $z'$      | Fase real  |
| $z''$     | Fase imaginaria  |
| C         | Capacitancia   |
| R         | Resistencia  |
| L         | Inductancia  |
| m         | Metros   |
| mm        | Milímetros   |
| cm        | Centímetros  |
| EC        | Carbonato de etileno (por sus siglas en inglés)        |
| EMC       | Carbonato metil etileno (por sus siglas en inglés)     |
| GPE       | Electrolito gel polimérico (por sus siglas en inglés)  |
| Hz        | Hertz  |
| IL        | Líquido iónico (por sus siglas en inglés)              |
| LE        | Electrolito líquido (por sus siglas en inglés)         |
| Na        | Sodio  |
| Pedot-pss | Poliestirenosulfonato de poli (3,4-etilendioxitiofeno) |
| NASICON   | Super conductor iónico de sodio                        |
| PC        | Carbonato de propileno (por sus siglas en inglés)      |
| PEO       | Poli (etileno oxide)                                   |
| PVA       | Poli (vinyl alcohol)                                   |
| SEI       | Interface de electrolito sólido                        |

|                                 |  |
|---------------------------------|--|
| SIB                             | Batería ion-sodio (por sus siglas en inglés) |
| Tg                              | Temperatura de transición vítrea             |
| Tm                              | Temperatura de fusión                        |
| Li                              | Litio  |
| Li <sub>2</sub> CO <sub>3</sub> | Carbonato de litio                           |
| LIB                             | Batería de ion litio                         |

## LISTA DE FIGURAS

|  |    |
|--|----|
| Figura 1. Reserva de energía mundial no renovable.....   | 2  |
| Figura 2. Clasificación de materiales compuestos.....  | 12 |
| Figura 3. Clasificación de polímeros.....  | 13 |
| Figura 4. Molécula del polivinil alcohol.....  | 14 |
| Figura 5. Polímeros conjugados.....  | 15 |
| Figura 6. Polímeros conductores.....   | 16 |
| Figura 7. Clasificación de polímeros conductores.....  | 17 |
| Figura 8. Molécula del pedot-pss.....  | 19 |
| Figura 9. Molécula del polipirrol.....   | 19 |
| Figura 10. Aplicaciones de alotrópicas del carbono.....  | 21 |
| Figura 11. Molécula del óxido de grafeno.....  | 22 |
| Figura 12. Principales partes de una celda galvánica.....                                      | 23 |
| Figura 13. Demanda de litio y disponibilidad de tiempo.....                                    | 26 |
| Figura 14. Efecto del reciclaje de litio en la demanda mundial.....                            | 26 |
| Figura 15. Abundancia elemental en la corteza terrestre.....                                   | 27 |
| Figura 16. Dispositivo para la medición de ángulo de contacto.....                             | 32 |
| Figura 17. Partes de elementales de la microscopía electrónica de barrido.....                 | 34 |
| Figura 18. Equipo de ensayo de tensión.....  | 38 |
| Figura 19. Curva de esfuerzo vs deformación.....   | 38 |
| Figura 20. Esfuerzo – deformación no lineales.....   | 39 |
| Figura 21. Ejemplos de diagramas teóricos de Nyquist.....                                      | 44 |
| Figura 22. Muestra A) PVA B) PVANT1 C)PY3 D) PENP3.....  | 53 |
| Figura 23. Espectro FTIR A) PPY B) GO C) PEDOT-PSS D)PVA.....                                  | 54 |
| Figura 24. Espectro FTIR A) NaPF <sub>6</sub> B) NaCF <sub>3</sub> SO <sub>3</sub> .....       | 55 |
| Figura 25. Espectro FTIR A) T3 B) TNT3 C) TNP3.....  | 55 |
| Figura 26. Espectro UV-VISIBLE.....  | 57 |
| Figura 27. Difractograma PVA/PEDOT-PSS/GO.....   | 58 |
| Figura 28. Difractograma PVA/PPY/PEDOT-PSS/GO.....   | 59 |
| Figura 29. Difractograma PVA/PPY/PEDOT-PSS/GO/NaFT.....  | 59 |
| Figura 30. Ensayo de esfuerzo vs deformación PVA.....  | 60 |
| Figura 31. Ensayo de tensión.....  | 61 |
| Figura 32. Pruebas resistivas a dos puntas.....  | 63 |
| Figura 33. Espectroscopia muestra PVA A) NYQUIST, B) IR y C) BODE.....                         | 64 |
| Figura 34. Espectroscopia muestra T3 A) NYQUIST, B) IR y C) BODE.....                          | 65 |
| Figura 35. Espectroscopia muestra TNT3 A) NYQUIST, B) IR, C) BODE y D)CTO.<br>EQUIVALENTE..... | 66 |
| Figura 36. A) PVA, B)POLIPIRROL, C)PEDOT.PSS y D)GO.....                                       | 69 |
| Figura 37. Microscopía Muestra PY3 A) 300X y B) 600X.....                                      | 69 |
| Figura 38. Microscopía Muestra PYNT3 A) 300X, B) 600X y C) EDS.....                            | 70 |
| Figura 39. Microscopía Muestra PYNP3 A) 300X y B) 600X.....                                    | 70 |
| Figura 40. Microscopía Muestra PE3 A) 300X y B) 600X.....                                      | 71 |
| Figura 41. Microscopía Muestra PENP3 A) 300X y B) 600X.....                                    | 71 |

|  |    |
|--|----|
| Figura 42. Microscopía Muestra PENP3 A) 300X, B) 600X y C) EDS ..... | 72 |
| Figura 43. Microscopía Muestra G3 A) 430X y B) 600X .....            | 73 |
| Figura 44. Microscopía Muestra GNT3 A) 300X y B) 600X.....           | 73 |
| Figura 45. Microscopía Muestra GNP3 A) 300X y B) 600X .....          | 74 |
| Figura 46. Microscopía Muestra T3 A) 300X y B) 600X .....            | 74 |
| Figura 47. Microscopía Muestra TNT3 A) 300X, B) 600X y C) EDS.....   | 75 |
| Figura 48. Microscopía Muestra TNP3 A) 600X y B) EDS .....           | 76 |

## LISTA DE TABLAS

|  |    |
|--|----|
| Tabla 1. Síntesis del estado del arte .....            | 5  |
| Tabla 2. Tipos de electrolitos.....                    | 30 |
| Tabla 3. Tipo de solventes para electrolitos [36]..... | 31 |
| Tabla 4. Matriz de trabajo.....                        | 50 |
| Tabla 5. Ion líquido.....                              | 51 |
| Tabla 6. Resultados de ángulo de contacto.....         | 52 |
| Tabla 7. Norma ASTM E111-17.....                       | 61 |
| Tabla 8. Evaluación de concentraciones.....            | 62 |
| Tabla 9. Resistividad de electrolitos.....             | 63 |
| Tabla 10. Resultados de impedancia.....                | 68 |

---

# **CAPITULO 1**

# **INTRODUCCIÓN**

---

## 1. Introducción

Durante el siglo XX, el paradigma energético dominante se centró en producir energía en cantidad abundante y de buena calidad. Gran parte de los avances logrados a nivel nacional e internacional en el cuidado de la salud, en la medicina, en las comunicaciones, en la producción de alimentos, entre otros beneficios, se deben al uso extensivo de las fuentes energéticas basadas principalmente en el uso de los llamados combustibles fósiles: carbón, gas natural, petróleo y sus derivados. El consumo de energía es necesario para el desarrollo económico y social. Gracias a la energía, es posible tener un estilo de vida que sería imposible disfrutar si no requiriéramos de ella [1].

Aunque existen importantes razones para ahorrar energía:

- Agotamiento de las energías que no son renovables.
- Impactos negativos sobre el medio ambiente.
- Inseguridad del abastecimiento energético.

La contribución de la energía nuclear y las denominadas energías fósiles (gas natural, petróleo y carbón). Estas energías tienen un ciclo de formación de millones de años, por lo que, al ritmo de consumo actual, terminarán agotándose o dejarán de ser, a mediano plazo, económicamente rentables (ver figura 2) [2].



Figura 1. Reserva de energía mundial no renovable [2]



Los polímeros conductores han atraído una considerable atención debido a sus potenciales aplicaciones en diversos campos tales como baterías recargables [3], absorción de microondas, recubrimientos anticorrosivos, biosensores y electromagnéticos y blindaje contra interferencias (EMI) [5].

El alcohol polivinílico (PVA) es un polímero sintético soluble en agua que tiene una alta hidrofiliidad y biocompatibilidad. Se ha elegido en el presente estudio debido a su excelente capacidad de formación de película, estabilidad química, propiedades emulsionantes y adhesivas [6, 7]. La región cristalina actúa como un posible punto de enlace cruzado. El efecto interfacial entre las regiones cristalinas y amorfas, los grupos hidroxilo y el enlace de hidrógeno entre ellos tiene una gran influencia en las propiedades de PVA [8-9]. El polipirrol (PPy) pertenece a la clase de sistemas de polímeros conjugados heterocíclicos. PPy es uno de los polímeros de conducción intrínseca (ICPs) más prometedores para aplicaciones multifuncionales, incluidos supercapacitores, dispositivos electrocromáticos, sensores y recubrimientos antiestáticos. PPy tiene varias ventajas, como la estabilidad ambiental, la síntesis fácil y la alta conductividad en comparación con otros polímeros conductores [10]. Sin embargo, la insolubilidad y la mala resistencia mecánica son las barreras para la producción en masa de PPy.

El poliestirenosulfonato de poli (3,4-etilendioxitiofeno) (PEDOT: PSS) es uno de los polímeros conjugados más útiles que ha atraído una atención considerable en la fabricación de electrónica orgánica y dispositivos optoelectrónicos [11–12]. También tiene muchas propiedades excepcionales, como alta conductividad, alta estabilidad y excelente transparencia en forma dopada y buena capacidad de formación de película. Para PEDOT: PSS, la transición  $\pi-\pi^*$  más baja es de alrededor de 1.5 eV, que es mucho menor en comparación con otros polímeros conductores [13]. PEDOT: PSS se dispersa fácilmente en agua y se puede recubrir por rotación para formar una película transparente con una alta conductividad eléctrica en el rango de 0.05–10 S/cm. PEDOT: PSS muestra una excelente estabilidad química y ambiental [13].

Por lo tanto, se puede utilizar en aplicaciones versátiles, como en diodos emisores de luz, recubrimientos antiestáticos, electrodo orgánico transparente [15–16], material activo para dispositivos electrocromáticos [17] y capa amortiguadora en células fotovoltaicas de polímero [18]. Impulsados por las excelentes propiedades y las aplicaciones de PEDOT: PSS, gran número de grupos de investigación demuestran la química del PEDOT en las últimas décadas.

El grafeno (GO) una red bidimensional atómicamente delgada de átomos de carbono hibridados  $sp^2$ , ha surgido como nuevos materiales basados en carbono [19-20]. Debido a las extraordinarias propiedades electrónicas y térmicas y a la gran área de superficie específica, los materiales a base de grafeno han atraído una gran atención [21-23]. Se han logrado grandes avances en el uso de la solución de grafeno procesado en una variedad de áreas fundamentales de investigación y tecnología, como dispositivos de memoria, sensores, almacenamiento de hidrógeno y aplicaciones de dispositivos fotovoltaicos [21, 24–25]. Una de las aplicaciones más importantes y prometedoras del grafeno está en la preparación de materiales compuestos. Al combinar sus notables propiedades, se espera que las hojas de grafeno ofrezcan un efecto de relleno prometedor para la futura generación de compuestos de polímeros. El enfoque más confiable y reproducible para preparar compuestos de polímero / grafeno es la utilización de óxido de grafeno (GO) como material de partida [26, 27]. GO es el intermedio durante el procesamiento químico del grafeno que consiste en grupos funcionales que contienen oxígeno que imparten la solubilidad deseable del grafeno en disolventes orgánicos. Los grupos funcionales reactivos presentes en los bordes y en la superficie de las hojas GO pueden estabilizar la dispersión de GO en medio acuoso y mejorar la unión interracial entre GO y la matriz polimérica que facilitan la transferencia de tensión en los materiales compuestos [28]. Por lo tanto, con esta motivación, se llevó a cabo la investigación exhaustiva sobre las propiedades estructurales, morfológicas, térmicas y dieléctricas de los compositos PEDOT-PSS / PPy / PVA / GO.

## 1.2. Estado del arte

Tabla 1. Síntesis del estado del arte

| autores                    | año  | Descripción  |
|----------------------------|------|--|
| Niyitanga Theophile et al. | 2016 | Se estudió un compuesto polimérico a base de PVA-GO Y PVA-RGO, para aplicaciones de supercapacitores. La impedancia electroquímica de PVA-RGO muestra que es diez veces menor que la de PVA-GO a 20 kHz, lo que demuestra que el compuesto PVA-RGO tiene una gran ventaja para las aplicaciones de supercondensadores.   |
| Kaoutar Yahloul et al.     | 2015 | Sintetizó un conjunto de membranas de electrolito de polímero en fase gel con $Zn(Tf)_2$ como sal iónica, se uso NMP (Metilpirrolidona, ou N-metil-2-pirrolidona )como disolvente, líquido iónico 1-Butyl-3-methylimidazolium triflato y PVdF-HFP. Los resultados mostraron membranas con una buena resistencia mecánica y conductividad iónica  |
| S. Çavus et al .           | 2016 | Prepararon electrolitos de gel de polímero usando poli (alcohol vinílico) (PVA) como matriz polimérica. Como disolventes orgánicos se emplearon 1-metil-2-pirrolidona (NMP) y -butirolactona (GBL). Sal de yoduro de metal alcalino (KI) y el yodo ( $I_2$ ) se usaron para efectuar redox. Aquí se encontró que la conductividad iónica de los electrolitos en gel depende de la concentración de sal. La conductividad iónica más alta a temperatura ambiente es de 8,41 mS / cm |
| Shital N. Bhad et al.      | 2012 | Prepararon electrolitos de gel conductores de protón a base de alcohol de polivinilo (pva) en solución de tiocianato de amonio ( $NH_4SCN$ ). el gel de mayor concentración de pva muestra la presencia del complejo pva: $NH_4SCN$ y se ve que la conductividad está influenciada por la presencia de este complejo   |
| Francesca Col.et.al.       | 2017 | Prepararon un electrolito de polímero reticulado (XPE) a base de poli (óxido de etileno) (PEO) para su aplicación en baterías de iones de sodio (NIB). El electrolito de polímero mostrò buena   |

|                          |      |   |
|--------------------------|------|---|
|                          |      | conductividad iónica y buena conductividad térmica y presenta una gran estabilidad térmica  |
| Othman, L., et al.       | 2017 | Estudiaron 2 compuestos diferentes, polimetilmetacrilato (PMMA) y poli(vinilideno fluoruro-co-hexafluoropropileno) (PVdF-HFP) ambos sistemas están dopados con la sal trifluorometanosulfonato sódico ( $\text{NaCF}_3\text{SO}_3$ ) y se disuelven en una mezcla binaria de carbonato de etileno (EC) y solvente orgánico de carbonato de propileno (PC). El estudio demostró que la adición de un contenido óptimo de sal $\text{NaCF}_3\text{SO}_3$ mezclada con solventes orgánicos EC y PC en PMMA y PVDF-HFP se obtiene un electrolito de polímero producido con propiedades altamente conductivas. La conductividad de la temperatura ambiente más alta obtenida es $3.10 \times 10^{-3} \text{ S cm}^{-1}$ en el sistema basado en PMMA y $2.50 \times 10^{-3} \text{ S cm}^{-1}$ para el sistema basado en PVDF-HFP. |
| Ivana Hasa a, et al.     | 2016 | Estudiaron la mezcla líquida de bis(trifluorometanosulfonil)imida de sodio en N-metilpirrolidinio bis(trifluorometanosulfonil)imida (Pyr14TFSI-NaTFSI) para su aplicación en baterías de iones de sodio. Los resultados revelaron una conductividad iónica global de tal electrolito que varía desde $10^{-3} \text{ S cm}^{-1}$ a temperatura ambiente y estabilidad térmica hasta $400^\circ\text{C}$   |
| Kumar, D. et al.         | 2017 | Desarrolló un gel conductor de iones de sodio que contiene líquido iónico a temperatura ambiente, trifluorometano sulfonato de 1-etil-3-metilimidazolio (EMITf) incorporado con carbonato de etileno y carbonato de propileno y su solución con trifluorometanosulfonato de sodio (NaTf) atrapado en poli(vinilidina fluoruro-co-hexafluoropropileno) (PVdF-HFP). La adición de disolvente orgánico en electrolitos en gel ofrece una alta conductividad iónica de $8.4 \times 10^{-3} \text{ S cm}^{-1}$ a temperatura ambiente y estabilidad electroquímica el rango de $-2.3 \text{ V}$ a $2.3 \text{ V}$  |
| Kumar, D. and Hashmi, S. | 2010 | Dan a conocer un novedoso electrolito polímero de gel conductor de sodio y electroquímicamente estable. Que comprende una solución de $\text{NaCF}_3\text{SO}_3$ (triflato de sodio o NaTf) en un líquido iónico a temperatura ambiente 1-etil-3-metilimidazolio trifluorometano sulfonato (EMI-triflato o EMITf) siendo inmovilizado en poli(vinilidina). El material ofrece una alta conductividad iónica de $\sim 10^{-3}$   |

|                      |      |  |
|----------------------|------|--|
|                      |      | 3 S cm <sup>-1</sup> a temperatura ambiente con un ventana de potencial electroquímico más amplio y excelente estabilidad térmica. También se observó cambios conformacionales en la textura cristalina del polímero.  |
| Mohd Noor, S. et al. | 2013 | Elaboraron sistemas de electrolitos de sodio bis (trifluorometilsulfonil) amida (NaNTf <sub>2</sub> ) basados en iones líquidos de bis (trifluorometilsulfonil) amida (C <sub>4</sub> MPYRNTF <sub>2</sub> ) de 1-butil-1-metilpirrolidinio. Se observó que a medida que aumentaba la concentración de sal de sodio añadida la Tg de los electrolitos aumentaba, mientras que el Tc y el Tm ya no eran evidentes. Adema presentaron buena conductividad térmica y eléctrica. |

### 1.3. Planteamiento del problema

Estudios recientes han reportado que los recursos de litio naturales pueden no llegar a satisfacer en el año 2025 las demandas del litio necesarias para todos los equipos de esta era digital, de “Smart cities” y de automóviles eléctricos teniendo en cuenta en las estimaciones el reciclado de las baterías de litio [29]. Además, hay que destacar la situación geográfica aislada y la irregular distribución de los recursos de litio que pueden llegar a ser un problema político en el futuro más próximo [30]. Por tanto, la búsqueda de otros sistemas de energía es necesaria. Una de las alternativas más fascinantes a las baterías de litio son las baterías de sodio. Estas baterías de sodio constituyen una pieza clave en el almacenamiento de energía de forma estacionaria debido entre otras razones a la abundancia del sodio en la naturaleza (1.2 %), su bajo costo y su similitud con la química ya conocida del litio. Gran parte de la comunidad científica se encuentra dedicada al estudio de las baterías sodio, afirman que podrán competir en un corto lapso, con las baterías de Ion litio [31,32].

#### **1.4. Justificación**

Como consecuencia de una demanda energética cada vez mayor, el almacenamiento de energía para la aplicación en el sector industrial y nuevas tecnologías, se ha convertido en los últimos años en una creciente preocupación, que ha provocado un aumento notable en la búsqueda de nuevos materiales que puedan almacenar dicha energía de forma eficiente. [32]. El estudio de un compuesto polimérico de PVA/PEDOT: PSS/GO/PPY ha demostrado tener grandes propiedades eléctricas, térmicas, mecánicas y electrónicas para su uso en baterías como electrolitos o electrodos. Un electrolito gel polimérico (GPE) tienen una alta conductividad iónica y estabilidad térmica, se lleva a cabo mediante la adición de un líquido iónico a una matriz polimérica. Para este propósito, las baterías a base ion sodio se han comenzado a perfilar como sustitutos prometedores, ya que en los años recientes han mostrado considerables avances y mejoras. Sus características atractivas incluyen una alta eficiencia en el suministro de energía, potencia y características flexibles para satisfacer las necesidades de la red, ciclo de vida largo y bajo mantenimiento.

#### **1.5. Hipótesis**

Por medio de la adición de cargas conductivas a una matriz polimérica de PVA/PEDOT-SS/GO/PPY y de líquido iónico como (EC/ NaCF<sub>3</sub>SO<sub>3</sub>) y (EC/NaPF<sub>6</sub>) será posible obtener un gel polimérico con estabilidad térmica, mecánica y valores de conductividad iónica para su aplicación en baterías de ion sodio.

#### **1.6. Objetivos**

a) Objetivo General

Obtener y caracterizar el material compuesto PVA/PEDOT-SS/GO/PPY

b) Objetivo Particulares

- Obtener el material compuesto de PVA/PEDOT-SS/GO/PPY
- Obtener el gel polimérico adicionando al compuesto ( $\text{NaCF}_3\text{SO}_3$ ) como una sal iónica y la mezcla de carbonato de etileno (EC) como el disolvente plastificante
- Caracterizar por medio de espectroscopia de impedancia electroquímica (EIS) el compuesto electrolítico para una batería ion sodio.
- Analizar la morfología del material compuesto mediante microscopía electrónica de barrido.
- Caracterizar la estructura de los materiales compuestos mediante difracción de rayos X, Espectroscopia Infrarroja de transformada de Fourier.

### **1.7. Metas**

- 1.-Obtención de un gel polimérico PVA-/PEDOT-SS/GO/PPY.
- 2.-Escritura de una tesis.
- 3.-Aportar al estado del arte (escritura y envió de un artículo a una revista indexada).
- 4.-Participar en un congreso nacional o internacional.
- 5.-Obtener el grado de Maestría en Ciencias de la Ingeniería.

---

# **CAPITULO II**

# **MARCO TEÓRICO**

---



## **2.1 Clasificación de los materiales**

Los materiales sólidos se clasifican en tres grupos: metales, cerámicas y polímeros. Esta clasificación se basa en la composición química y en la estructura atómica, por lo general, la mayoría de los materiales encajan en un grupo u otro, aunque hay materiales intermedios. Además, existen otros dos grupos de importantes materiales técnicos: compuestos y semiconductores, los materiales compuestos constan de combinaciones de dos o más materiales diferentes, mientras que los semiconductores se utilizan por sus extraordinarias características eléctricas. A continuación, se describen brevemente los tipos de materiales y sus características más representativas.

### **2.1.1 Metales**

Normalmente los materiales metálicos son combinaciones de elementos metálicos, tienen un gran número de electrones deslocalizados, que no pertenecen a ningún átomo en concreto. La mayoría de propiedades de los metales se atribuyen a estos electrones. Los metales conducen perfectamente el calor y la electricidad y son opacos a la luz visible; la superficie metálica pulida tiene apariencia lustrosa. Además, los metales son resistentes, aunque deformables, lo que contribuye a su utilización en aplicaciones estructurales.

### **2.1.2 Cerámicas**

Los compuestos químicos constituidos por metales y no metales (óxidos, nitruros y carburos) pertenecen al grupo de las cerámicas, que incluyen materiales de arcilla, cemento y vidrio. Por lo general se trata de materiales que son aislantes eléctricos y térmicos, y que a elevada temperatura y en ambientes agresivos son más resistentes que los metales y los polímeros. Desde el punto de vista mecánico, las cerámicas son duras y frágiles.

## 2.2 Materiales Compuestos

Un material compuesto es la unión de dos o más materiales, distintos entre sí; con la finalidad de obtener mejores propiedades (mecánicas, físicas, térmicas, eléctricas, etc.) de las que se pueden obtener comúnmente con uno solo. El estudio de estos materiales ha traído consigo un sinnúmero de aplicaciones debido a su comportamiento, principalmente mecánico, frente a otros materiales ya que se ha podido demostrar que disminuye su densidad y aumenta considerablemente su resistencia [33]. Estos materiales suelen tener dos componentes principales que son: la matriz y el refuerzo. Existen tres principales tipos de matrices: Orgánica (OMC), Cerámica (CMC) y Metálica (MMC) y un sinnúmero de refuerzos para cada una de las matrices. La matriz de un material compuesto es el componente o la fase continua del material, tiende a ser dúctil y a tener algunas propiedades más bajas que las del refuerzo como el coeficiente de expansión térmica o la conductividad eléctrica; el refuerzo, además de esto, está caracterizado por ser el material de más resistencia y baja densidad entre los dos, esta última hace que no sea fácil de manipular por sí mismo y requiera de una matriz o un material un poco más denso y sólido para mejorar estas condiciones (ver figura 2)[34]. En los materiales compuestos siempre se van a ver afectadas algunas propiedades de los dos materiales involucrados, pero se pueden llegar a obtener, dependiendo de la aplicación que se le vaya a dar, el hecho de tener que “sacrificar” alguna(s) de ellas suelen no tomar importancia.

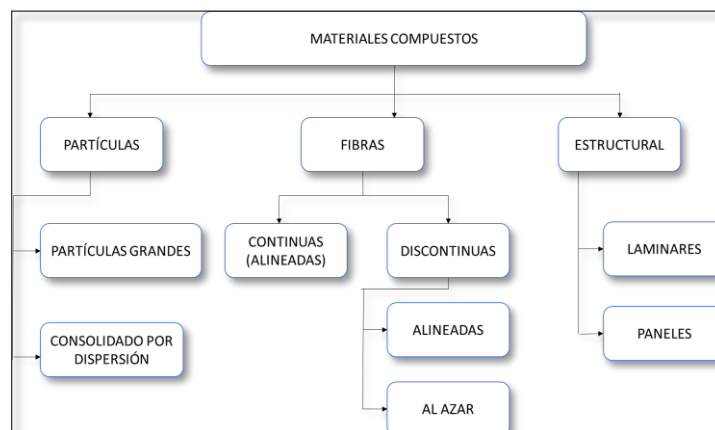


Figura 2. Clasificación de materiales compuestos [33]

## 2.3 Polímeros

La palabra polímero deriva del griego, exactamente de la suma de dos elementos como son el prefijo “poli-”, que es equivalente a “muchos”, y el sustantivo “meros”, que puede traducirse como “partes”.

La acepción más habitual del término hace mención a un compuesto, ya sea sintético, natural o químico, que se crea a través de un fenómeno conocido como polimerización, a partir de la repetición de unidades estructurales. Puede decirse que los polímeros son macromoléculas que se forman con la vinculación de otras clases de moléculas denominadas monómeros. La síntesis de los polímeros se produce por una reacción provocada por sus monómeros que se denomina, como ya mencionábamos, polimerización. La polimerización puede desarrollarse como una reacción en cadena o a través de diversos pasos o etapas. Según el mecanismo empleado en el proceso, por otra parte, es posible hablar de polimerización por adición o polimerización por condensación (ver figura 3) [35].

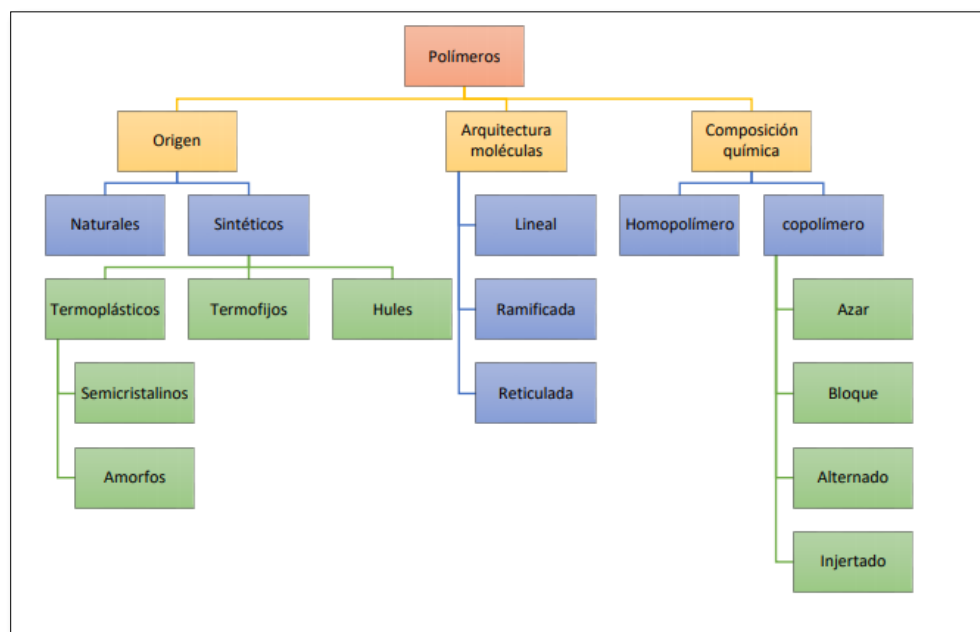


Figura 3. Clasificación de polímeros [35]

## 2.4 Polivinil alcohol (PVA)

El Polivinil Alcohol es uno de los materiales biodegradables con mayor uso comercial, además de ser un polímero hidrófilo. Se obtiene por el reemplazo de los grupos acetatos del polivinil acetato por grupos OH, a través de hidrólisis. Su unidad repetitiva se muestra en la Figura 4. El PVA representa un candidato potencial para el desarrollo de películas y nano fibras poliméricas debido a que es de baja toxicidad, de bajo costo y alta solubilidad en agua [36].

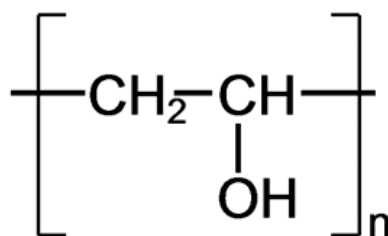


Figura 4. Molécula del polivinil alcohol [36]

## 2.5 Polímeros Conjugados

Una clase de polímeros de especial interés son los polímeros conjugados, ya que presenta propiedades conductoras o semiconductoras. En el año 1977 se dio a conocer un importante descubrimiento en el campo de los materiales orgánicos: la capacidad de los polímeros conjugados para conducir la electricidad. En los polímeros conductores la principal característica es la alternancia de los enlaces simples y dobles entre los átomos de carbono a lo largo de la cadena [37,38]. Por este hallazgo los investigadores A. J. Heeger, A. G. MacDiarmid y H. Shirakawa fueron galardonados con el Premio Nobel de Química en el año 2000. Los polímeros orgánicos, que siempre habían sido considerados como aislantes de la electricidad, surgieron como unos materiales con propiedades muy interesantes debido a que combinaban las características de los plásticos convencionales con la capacidad de los semiconductores para conducir la electricidad. Una característica importante es la facilidad con la que los materiales pueden cambiar de su estado conductor a la

forma aislante de manera reversible, a la vez que se modifican otras propiedades (ópticas, químicas, magnéticas, mecánicas, iónicas) ver figura 5 [39].

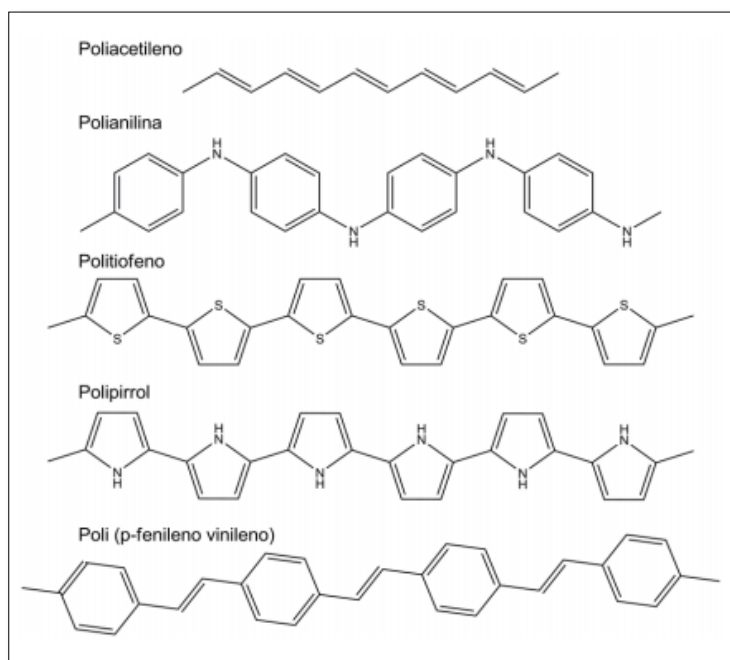


Figura 5. Polímeros conjugados [39]

## 2.6 Polímeros conductores

Son polímeros orgánicos que combinan las propiedades de los polímeros tradicionales, como son las buenas propiedades mecánicas (ligereza, flexibilidad y moldeabilidad), bajo coste y la buena procesabilidad de los plásticos, [40] con una de las propiedades más importantes de los metales, como es la conductividad eléctrica y las propiedades ópticas de los metales. A estas ventajas, hay que añadir, además, la versatilidad química de estos materiales, gracias a la cual se pueden modificar sus propiedades mediante síntesis química [41]. La capacidad para conducir electricidad de estos polímeros se debe a la adición de sustancias (dopado) y también a la existencia de dobles enlaces alternados con enlaces simples, es decir, pueden conducir electricidad debido a que presentan enlaces

deslocalizados, poseen una gran cadena de carbonos con una alternancia de enlaces simples y dobles o triples (ver figura 6)[42].

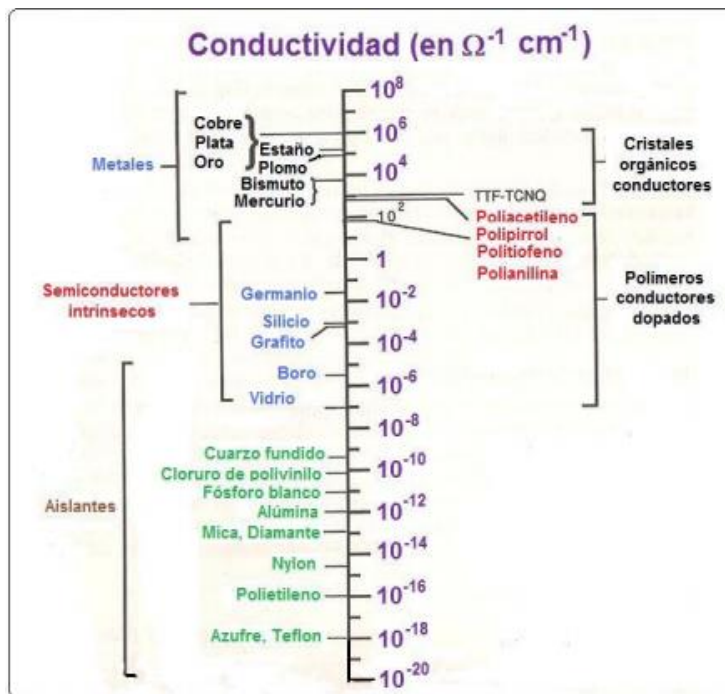


Figura 6. Polímeros conductores [42]

## 2.7 Clasificación de polímeros conductores

La inestabilidad del poliacetileno en el medio ambiente, provocó la búsqueda de otros polímeros que presentaran las mismas propiedades conductoras. Esto se puede conseguir con distintas maneras, mediante la conjugación de cadena de átomos de carbono insaturados, átomos de carbono o incluso cadenas de heteroátomos. Una de las clasificaciones de los distintos polímeros conductores (ver figura 7) [43].

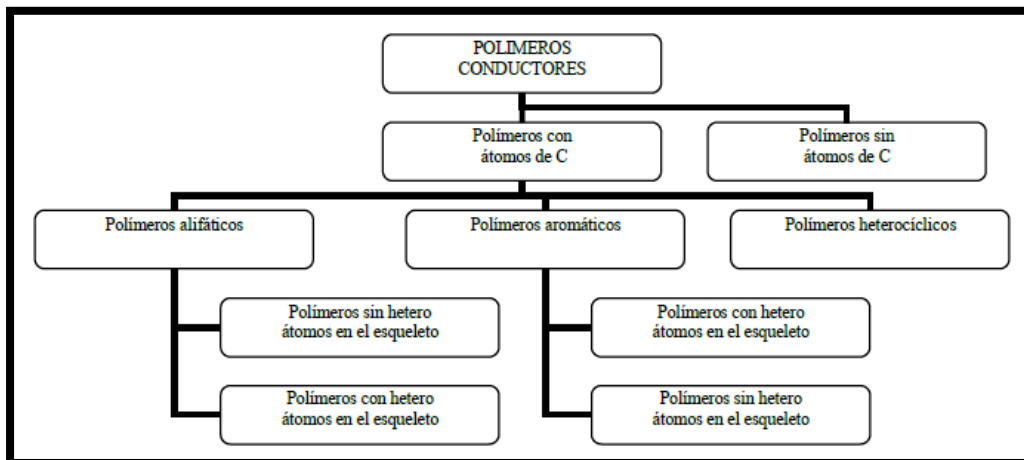


Figura 7. Clasificación de polímeros conductores [43]

Los polímeros conductores más comunes son los polivinilenos, poliarilenos y poliheterocíclicos. Los polivinilenos presentan una buena estabilidad térmica y conductividad eléctrica. El poli (p-fenileno, poliazulenos y poli (fenileno vinileno) pertenecen a la familia de los poliarilenos o poliaromaticos. El poli (p-fenileno fue el primer polímero no acetilénico que mostró una alta conductividad en estado dopado en 1980 y su descubrimiento abrió el camino a la búsqueda de otros polímeros conductores, muchos polis heterocíclicos se pueden mencionar como polipirrol, politiofenos y polifuranos teniendo un anillo de cinco miembros con un heteroátomo como nitrógeno azufre y oxígeno.

El polipirrol y sus derivados han recibido una gran atención debido a su fácil preparación y buena estabilidad química y térmica y alta conductividad. Se ha conseguido la modificación de sus propiedad físicas y eléctricas mediante la preparación de copolímeros. El politiofeno y sus derivados presentan una alta estabilidad química y electroquímica tanto en estado dopado y no dopado.

## **2.8 Poli (3,4-etilendioxitiofeno)-(poliestirenosulfonato) (Pedot-pss)**

Los politiofenos son una familia de polímeros que se originan a partir de la reacción de polimerización del tiofeno, un heterociclo aromático sulfurado de cinco componentes. Puede llegar a ser conductor como resultado de la deslocalización de electrones de los orbitales p conjugados tras aplicar técnicas de dopado. La molécula de EDOT se forma mediante la unión de las posiciones 3 y 4 del tiofeno con el grupo etilendioxi, monómero que produce polímeros muy estables y que cuentan con una elevada estabilidad [13] [14]. Polimerizando de los monómeros de EDOT se genera el poli (3,4- etilendioxitiofeno), PEDOT. El PEDOT (poli(3,4-etilendioxitiofeno)) ha adquirido una especial importancia sobre otros polímeros debido a sus excelentes propiedades. Cuenta con una elevada conductividad que puede llegar hasta 500 S/cm al generarlo y alcanzar valores desde los 2000 a 4000 S/cm, después de someterlo a tratamientos con ácidos. Además, presenta un bajo band-gap (banda energética), una buena estabilidad frente a la oxidación atmosférica y compatibilidad en medio y los procesos de dopaje y desdopaje son rápidos [15].

El PEDOT- PSS o bien poli(3,4-etilendioxitiofeno)-poli (estireno sulfonato) es el polímero que resulta de la unión de la unión del sulfonato de poliestireno de sodio con el PEDOT, formándose una sal macromolecular. Se usa con regularidad en la industria en forma de un polímero transparente, conductor y altamente dúctil. Su conductividad puede aumentar con la adición de compuestos orgánicos, lo que permite que pueda ser usado como electrodo transparente, en distintas aplicaciones como pantallas táctiles, LEDs orgánicos y papel (ver figura 8) [16].



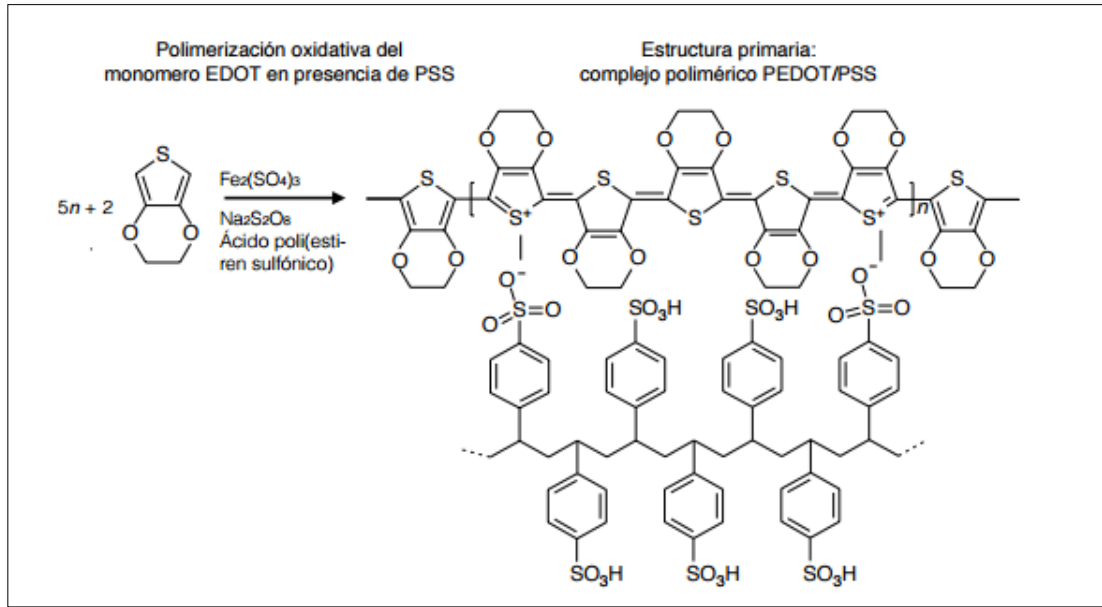


Figura 8. Molécula del pedot-pss [16].

## 2.9 Polipirrol

La formación de películas de polímeros conductores por métodos electroquímicos ha atraído considerablemente la atención debido a la amplia gama de posibles aplicaciones en la electrocatálisis (Garfias García et al., 2008). El PPy es uno de los más importantes polímeros conductores debido a su alta conductividad, estabilidad química en el aire y en medios acuosos, además de una simplicidad de síntesis electroquímica, aunque el polipirrol ha sido conocido por más de 50 años, el interés por este material ha aumentado considerablemente por las propiedades descritas anteriormente (ver figura 9)[35].

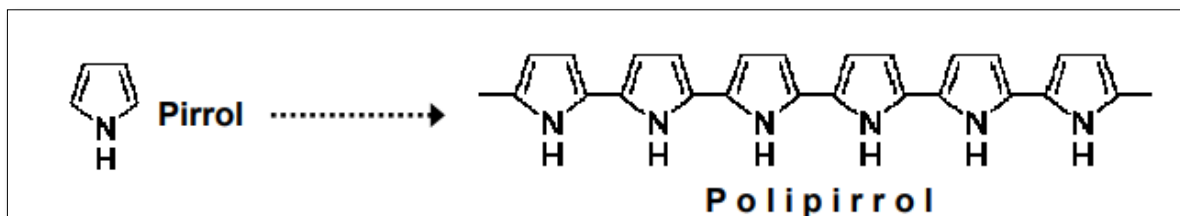


Figura 9. Molécula del polipirrol [35]

## 2.10 Alotropías del carbón

El carbón es uno de los elementos químicos más abundantes en la tierra. Actualmente es considerado también uno de los materiales más estudiados debido a que puede encontrarse en diferentes estructuras, algunas de las cuales presentan propiedades conductoras de interés. Las diferentes estructuras del carbón dependen del tipo de configuración electrónica que presenten (hibridaciones) [32]. El diamante y el grafito fueron las primeras estructuras cristalinas de carbón estudiadas. El diamante es una estructura cúbica cristalina con hibridación  $sp^3$ , mientras que el grafito muestra una hibridación tipo  $sp^2$  que le permite formar hojas bidimensionales de átomos de carbón apiladas.

- Los fullerenos son estructuras formadas por átomos de carbón con diferentes arreglos, donde la más conocida es una molécula de sesenta átomos de carbón formada por veinte hexágonos y doce pentágonos, con un acomodo que simula a un balón de fútbol. [33]
- Los nanotubos de carbono (CNT) son láminas de grafito enrolladas, pueden formar estructuras que contengan un nanotubo dentro de otro (o varios), recibiendo entonces el nombre de nanotubos sobre capa o multicapa, respectivamente. [34]
- El grafeno es una de las láminas que forman el grafito, pero de una manera aislada. Esta estructura puede tener una superficie de varios centímetros cuadrados con un espesor de un solo átomo de carbón (ver figura 10).

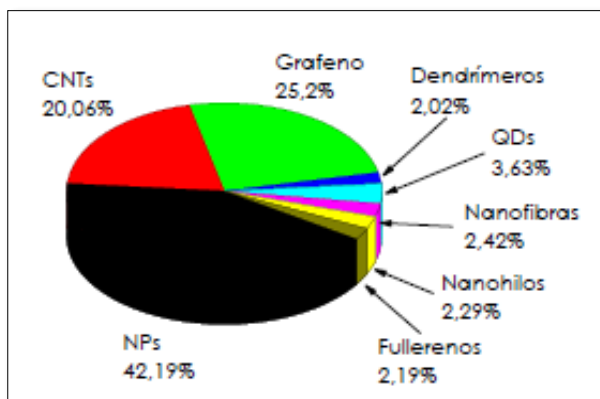


Figura 10. Aplicaciones de alotropías del carbono [35]

## 2.11 Óxido de grafeno (GO)

El grafeno es un compuesto formado por átomos de carbono con hibridación  $sp^2$  distribuidos de forma ordenada en un espacio bidimensional, unidos mediante enlace covalente, situados a lo largo de un plano y que presentan un aspecto de panal de abeja. Los electrones localizados en los orbitales  $sp^2$  forman entre sí enlaces  $\sigma$  c-c, mientras que los electrones localizados en los orbitales  $p$  se posicionan perpendicularmente al plano, solapándose lateralmente y originando orbitales  $\pi$ , lo cual contribuye a la deslocalización electrónica y a la conducción eléctrica en toda la superficie planar [36].

Durante estos últimos años, el grafeno ha sido objeto de estudio debido que presenta propiedades físicas y químicas únicas comparadas con otros materiales de carbono de gran aplicación en áreas como la electrónica, química o electroquímica, entre las que destacan:

- Alta conductividad térmica (entre 3080 y 5150 W/m K) y eléctrica ((200 S/m) (ésta última nunca puede ser nula) [37].
- Excelente estabilidad térmica con una temperatura de resistencia a la oxidación de hasta 601 °C [38].

- Alta elasticidad y dureza.
- Elevada área superficial ( $2600\text{cm}^2/\text{g}$ ) [39].
- Alta resistencia mecánica (200 veces mayor que la del acero) [40].
- Puede reaccionar químicamente con otras sustancias para formar compuestos con diferentes propiedades.
- Soporta la radiación ionizante.
- Es muy ligero y flexible.
- Bajo efecto Joule.
- Posee propiedades fotoeléctricas.

El óxido de grafeno (GO) es un material empleado como precursor para la fabricación en serie de materiales basados en grafeno y que se obtiene tras el tratamiento del grafito con oxidantes fuertes. El método Hummers es el procedimiento más utilizado para la obtención del óxido de grafeno y se basa en el tratamiento del grafito con  $\text{KMnO}_4$  y  $\text{H}_2\text{SO}_4$  concentrado, en presencia de  $\text{NaNO}_3$  ver figura 11 [41].

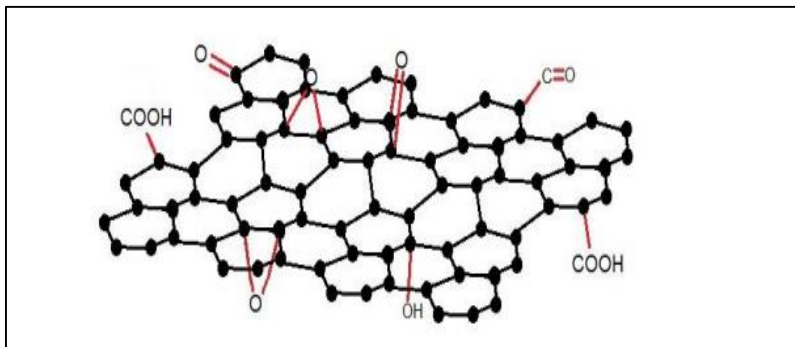


Figura 11. Molécula del óxido de grafeno [41]

## 2.12 Baterías.

La celda galvánica es un dispositivo electroquímico que convierte la energía química contenida en sus materiales activos directamente en energía eléctrica a través de una reacción redox. Su nombre es atribuido de manera conjunta a los científicos italianos Luigi Galvani y Alessandro Volta, respectivamente, quienes a finales del siglo XVIII describieron experiencias de la electricidad generada por el simple contacto mutuo de metales de diferente especie, o simplemente conductores también diferentes entre ellos, a lo que deben propiamente su poder conductor ver figura 12 [34].

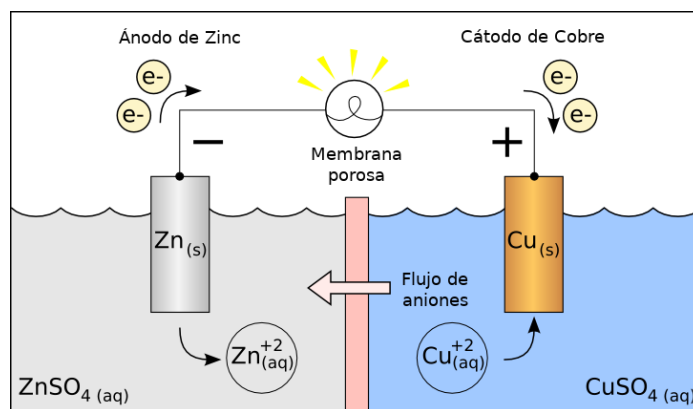


Figura 12. Principales partes de una celda galvánica [34]

## 2.13 Celdas electroquímicas

Esta diferenciación terminológica puede aclararse a través de la clasificación de las celdas electroquímicas en dos categorías:

### **2.13.1 Celdas primarias**

Las celdas primarias baterías no recargables o pilas, las cuales transforman la energía química en energía eléctrica de manera irreversible, ya que los materiales electroquímicos cambian de manera irreversible durante la descarga ya sea en su composición o estructura. Algunos de estos tipos de baterías son las de zinc-carbón, la pila alcalina, la celda de Leclanché, las pilas de zinc-aire, entre otras. Se consideran una fuente primaria de energía ya que son usadas como una reserva que no puede ser reemplazada. Pueden suministrar energía justo después de su ensamblaje, proporcionando mayores capacidades respecto a las baterías recargables. Sin embargo, producen muchos más residuos de desecho, ya que han sido diseñadas para un solo uso [36].

### **2.13.2. Celdas secundarias**

Las celdas secundarias son baterías recargables o simplemente baterías, caracterizadas por la reversibilidad de sus reacciones electroquímicas mediante el suministro de energía eléctrica a la celda, hasta el restablecimiento de su composición original, ofreciendo la opción de usarlas para varios ciclos de carga y descarga antes de reemplazarlas. Se consideran dispositivos de almacenamiento de energía ya que pueden almacenar energía eléctrica a partir de otras fuentes y suministrarla cuando sea necesario. Existen varios tipos de baterías de este tipo tales como las baterías de plomo ácido, de níquel-cadmio, de ion litio y de ion sodio. A pesar de que reducen el impacto medioambiental debido al menor número de dispositivos necesarios para un largo funcionamiento, muchas necesitan un tratamiento especial de desechos debido a la toxicidad de algunos de sus componentes principales, como el caso del plomo, cadmio y níquel [37].

## 2.14 Baterías de ion litio.

Entre las diversas tecnologías de almacenamiento de energía disponibles, la tecnología del ion litio ha conquistado el mercado electrónico portátil y se ha convertido en la principal candidata para seguir aplicándose en las próximas generaciones de vehículos eléctricos. Actualmente las baterías de ion litio ofrecen la mayor densidad de energía y voltaje de operación de todas las tecnologías de baterías recargables en uso. Además, su química variada permite una amplia gama de materiales electroquímicos tanto positivos ( $\text{LiCoO}_2$ ,  $\text{LiMn}_2\text{O}_4$ ,  $\text{LiFePO}_4$ ) como negativos (C, Sn, Si, etc.) [38].

Sin embargo, la baja abundancia relativa del litio en la corteza terrestre y la concentración de minas en zonas geográficas específicas pueden conducir a una explotación económicamente insegura y en constante dependencia, haciendo que el crecimiento esperado en la demanda de litio para la fabricación de dispositivos de almacenamiento a gran escala sea insuficiente para satisfacer su abastecimiento en un futuro próximo y volverse inevitablemente caro [39,40].

Por esta razón, algunos investigadores están previendo el desarrollo de celdas electroquímicas basadas en otros elementos que permitan materiales alternativos ajustables a los desafíos de escalamiento y costes inherentes a la planificación a largo plazo para nuevas baterías ver figuras 13 y 14 [41].

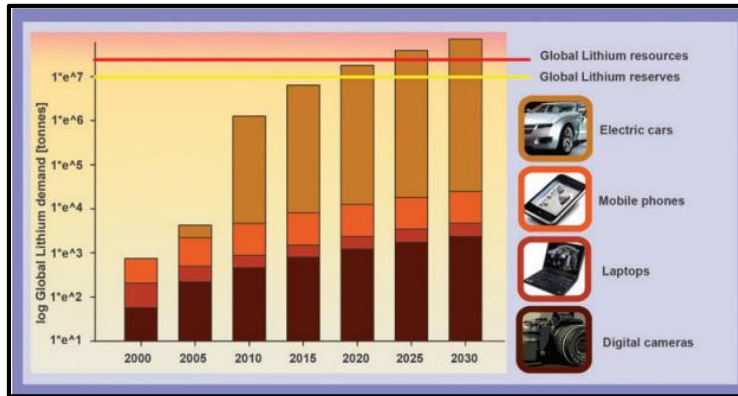


Figura 13. Demanda de litio y disponibilidad de tiempo [41]

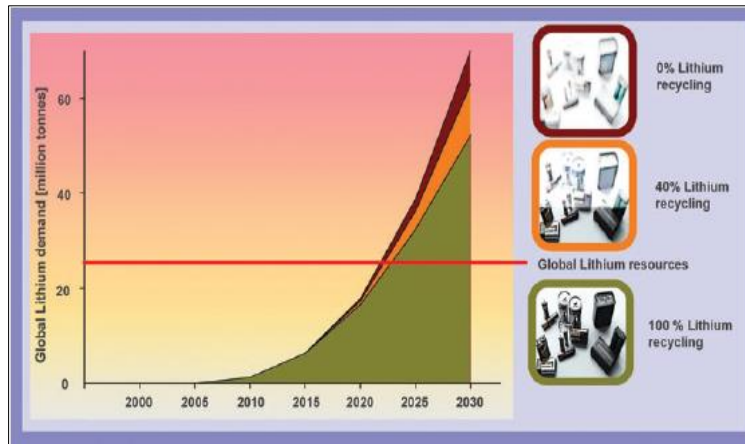


Figura 14. Efecto del reciclaje de litio en la demanda mundial. [41]

## 2.15 Baterías de sodio.

Los minerales de sodio y las disoluciones acuosas de sales de sodio son ambientalmente inofensivos y su abundancia en la corteza terrestre permite una producción rentable del elemento y sus compuestos (Figura 15). Esto ha contribuido a considerar seriamente a las baterías de sodio como una alternativa a los dispositivos de litio, centrándose principalmente en la búsqueda de materiales electrónicos adecuados que permitan almacenar una alta densidad de energía junto con un bajo coste.



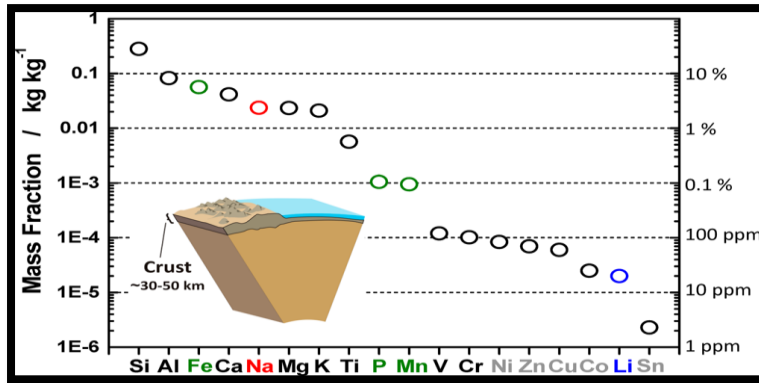


Figura 15. Abundancia elemental en la corteza terrestre [42]

Las baterías de sodio requieren la utilización de sodio metálico en su funcionamiento. Debido a que la conductividad electrónica en el estado sólido se ve afectada por las impurezas presentes, para una correcta operación de las baterías de sodio se requiere en la mayor parte de los casos que el metal se encuentre fundido. Por lo tanto, la temperatura de operación debe ser superior al punto de fusión del sodio (98 °C). Dentro de las baterías más importantes de este tipo se encuentran los sistemas Na-S, Na-O<sub>2</sub> y ZEBRA(NaNiCl) [43].

## 2.16 Componentes básicos de una batería

### 2.16.1 Ánodo o electrodo negativo

Es el electrodo que contiene a la especie que se oxida, cediendo electrones al circuito externo. La generación de electrones origina una carga negativa sobre él, determinando su polaridad. La selección de un ánodo adecuado para una celda conlleva a considerar que sea un buen agente reductor, que posea alta conductividad y estabilidad mecánica y estructural.

### 2.16.2 Cátodo o electrodo positivo

Consiste en una especie oxidante la cual recibe los electrones que fluyen desde el ánodo a través del circuito externo y que son consumidos en su reducción espontánea durante la reacción electroquímica de descarga de la celda.

### 2.16.3 Electrolito

Su principal propiedad es servir de buen conductor iónico y de aislante electrónico ubicado entre el ánodo y cátodo, permitiendo así la conductividad iónica entre éstos. Los iones del electrolito neutralizan las cargas generadas alrededor de los electrodos permitiendo que los electrones fluyan a través del circuito externo y así mantener la reacción [34]. Los electrolitos son tan importantes como los electrodos y una parte indispensable de los SIB o LIB. Por lo general, consisten en una combinación de una sal con un solvente o un sólido - polimérico o cerámico, que permite la conducción de iones de sodio de un electrodo a otro. Para electrolitos líquidos, la conductividad iónica puede ser descrita por Vogel-Tammann-Fulcher.

$$\sigma = \sigma_0 \times \exp\left(\frac{-B}{T-T_0}\right) \quad \text{Ecuación 1}$$

Donde  $\sigma$  es la conductividad iónica,  $T_0$  es una temperatura asociada con la temperatura de transición vítrea ( $T_g$ ),  $\sigma_0$  es la conductividad iónica en  $T_0$ ,  $T$  es la temperatura absoluta y  $B$  es la energía de activación. Como comparación, los polímeros pueden seguir una tendencia de Arrhenius o VTF según el mecanismo de conducción [38, 39]. La ecuación de Arrhenius:

$$\sigma = \sigma_0 \times \exp\left(\frac{-Ea}{TK_B}\right) \quad \text{Ecuación 2}$$

donde  $\sigma_0$  es la conductividad en T infinita,  $E_a$  es la energía de activación,  $k_B$  la constante de Boltzmann y T la temperatura.

La elección del electrolito afectará la vida útil del ciclo, el rendimiento electroquímico, los valores de capacidad, la capacidad de velocidad, la retención de capacidad y la seguridad, entre otros parámetros de la batería [87]. Un buen electrolito debe cumplir varias propiedades tales como:

1. Falta de reactividad o reacciones de pasivación al menos estables durante el ciclo con otros componentes de la batería: electrodo, colectores de corriente, separador, contenedor de células, etc.
2. Estabilidad electroquímica en un amplio rango de tensión. Dado que la mayoría de los materiales de los electrodos operan fuera de la ventana de estabilidad electroquímica de electrolitos (ESW), se debe formar una interfaz de electrodo y electrolito conductor estable y homogénea, iónica y homogénea, conocida como Interfase de electrolito sólido (SEI) en el lado del ánodo e Interfase permeable sólida (SPI) en el lado del cátodo.
3. Estabilidad térmica en temperaturas de operación típicas ( $-10^{\circ}\text{C} < T < 60^{\circ}\text{C}$ ).
4. Alta conductividad iónica ya que el  $\text{Na}^+$  debe pasar de un electrodo a otro durante la reacción electroquímica.
5. Ausencia de conductividad electrónica, ya que los electrones deben pasar por el circuito eléctrico externo de un electrodo a otro.
6. Baja toxicidad y bajo costo

Tabla 2. Tipos de electrolitos

| ELECTROLITOS        | COMPOSICIÓN                           |
|---------------------|---------------------------------------|
| LÍQUIDO (No acuoso) | 1 M NaPF <sub>6</sub> -EC:DMC         |
|                     | 1 M NaClO <sub>4</sub> -PC            |
|                     | 1 M NaClO <sub>4</sub> -EC:PC         |
| LÍQUIDO IÓNICO      | (Bmim)(Br)                            |
|                     | BMP-TPSI + 1 M NaClO <sub>4</sub>     |
| CERÁMICOS           | CUBIC Na <sub>3</sub> PS <sub>4</sub> |
| POLÍMEROS SÓLIDOS   | PVA +NaBr                             |
|                     | PVA +NaBI                             |
|                     | PVA +NaBF                             |
| GEL POLIMÉRICO      | PVDF-HFP + 1 M NaClO <sub>4</sub>     |
|                     | PMMA-EC:PC + 1 M NaClO <sub>4</sub>   |

## 2.17 Solventes para electrolitos

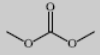
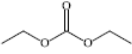
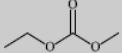
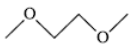

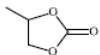
De acuerdo con los anteriores requerimientos básicos en los electrolitos, el solvente ideal debe cumplir con los siguientes criterios mínimos:

1. Debe ser capaz de disolver sales a concentraciones suficientes. En otras palabras, debe de tener un alta constante dieléctrica.
2. Debe fluir fácilmente (tener baja viscosidad para facilitar el transporte de iones).
3. Debe permanecer inerte con los otros componentes de la celda.
4. Debe permanecer líquido en un amplio rango de temperatura, es decir, su punto de fusión debe ser bajo y su punto de ebullición alto.
5. Debe ser seguro (con un alto punto de inflamabilidad), no toxico y económico.

La mayoría de los solventes orgánicos pertenecen a las familias de los ésteres y éteres. Todos los éteres no cíclicos, han mostrado tener una constante dieléctrica baja) y bajas viscosidades Por otro lado, los ésteres cíclicos son uniformemente polares y muy viscosos. El origen del efecto de la resonancia y la constante dieléctrica se ha atribuido a la tensión intramolecular de las estructuras cíclicas que favorece la conformación de una mejor alineación de los dipolos moleculares,

mientras que la estructura más flexible y abierta de carbonatos lineales da como resultado la cancelación mutua de estos dipolos.

Tabla 3. Tipo de solventes para electrolitos [36]

|        | Solvents                      |  |
|--------|-------------------------------|--|
| Linear | Dimethyl carbonate<br>DMC     |  |
|        | Diethyl carbonate<br>DEC      |  |
|        | Ethyl methyl carbonate<br>EMC |  |
|        | Dimethoxyethane (G1)<br>DME   |  |
| Cyclic | Ethylene carbonate<br>EC      |  |
|        | Propylene carbonate<br>PC     |  |

### 2.17.1 Carbonato de etileno (EC)

Comparado con el PC, el EC tiene una viscosidad comparable y una constante dieléctrica más alta lo que lo convierten en un buen solvente. Su constante dieléctrica es más alta que la mayor de los solventes electrolíticos. No obstante, debido a su alto punto de fusión (de alrededor de 36 ° C) no fue usado como solvente electrolítico en las baterías de ion litio en los primeros años de investigación en este campo. Se cree que tiene un alto punto de fusión a causa de su alta simetría molecular que favorece una mejor red cristalina estabilizada [36].

Desde 1962, se observó que debido a su alta constante dieléctrica y a su baja viscosidad se mejoraba la conductividad iónica cuando este era agregado a las soluciones electrolíticas. Más adelante, también se notó que los electrolitos basados en EC mostraban mejoras comparándolos con los electrolitos basados en PC como

una mejor conductividad iónica y mejores propiedades de interface. A pesar de las pequeñas diferencias estructurales entre el EC y el PC, el EC ha mostrado formar una capa protectora efectiva en el ánodo de grato que previene la descomposición del electrolito, mientras que esta protección no se lleva a cabo por el PC [37].

## 2.17. Técnicas experimentales

### 2.17.1 Ángulo de contacto

El ángulo de contacto se refiere al ángulo que forma la superficie de un líquido al entrar en contacto con un sólido. El valor del ángulo de contacto depende principalmente de la relación que existe entre las fuerzas adhesivas entre el líquido y el sólido y las fuerzas cohesivas del líquido. Cuando las fuerzas adhesivas con la superficie del sólido son muy grandes en relación a las fuerzas cohesivas, el ángulo de contacto es menor de  $90^{\circ}$ , teniendo como resultado que el líquido moja la superficie. En pocas palabras es una propiedad superficial de los sólidos que cuantifica su tendencia a la hidrofobicidad como parámetro importante para analizar los mecanismos de interacción entre las fases sólida y líquida (ver figura 16) [42].

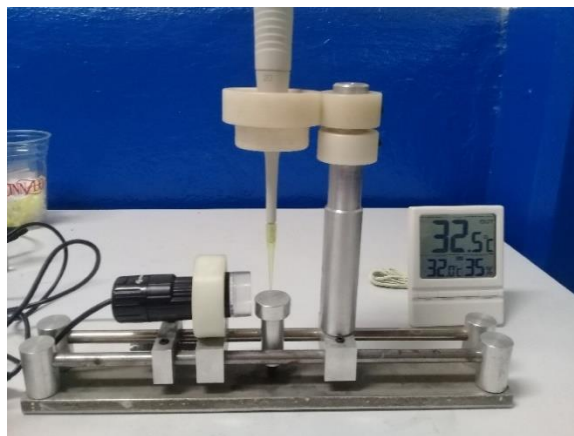


Figura 16. Dispositivo para la medición de ángulo de contacto

El ángulo se encuentra entre  $10^{\circ}$  y  $90^{\circ}$  se dice que el material es hidrófilo. El material se dice que es hidrofóbico cuando el ángulo se encuentra 90 y  $120^{\circ}$ ; en este caso, el líquido no moja al sólido. Un caso extremo ocurre cuando el ángulo se aproxima

a cero o se aproxima a  $120^\circ$ , entonces el líquido se expande sobre el sólido y se dice que es súperhidrófilo o superhidrofóbico respectivamente [43].

### **2.17.2 Microscopía electrónica de barrido (SEM)**

La microscopía electrónica de barrido (SEM) es una técnica que permite la observación y caracterización de la superficie de material inorgánico y orgánico que proporciona la información morfológica, permite determinar de manera directa el tamaño de partícula o de grano de la muestra y analizar la estructura superficial de un material.

El funcionamiento básico del microscopio electrónico de barrido consta de la generación de un haz de electrones que es proyectado hacia la muestra. Los electrones provenientes del haz interactúan con los electrones en la muestra, produciendo diferentes señales que posteriormente son traducidas en imágenes. El tipo de interacción entre electrones incidentes y electrones de la muestra es lo que produce una gran variedad de señales. En general, las señales producidas por electrones secundarios y electrones dispersados son las que componen un mayor porcentaje de la imagen. Los electrones secundarios son producto de la ionización de la muestra. La baja energía a la que son generados permite rastrear la localización de los electrones con una gran resolución. Los electrones dispersados provienen del haz incidente, y son producidos al desviarse considerablemente tras impactar a los electrones de la muestra. La señal emitida por ellos permite dar contraste a la imagen, pudiendo distinguir dos o más zonas con diferente composición química (ver figura 17) [44].

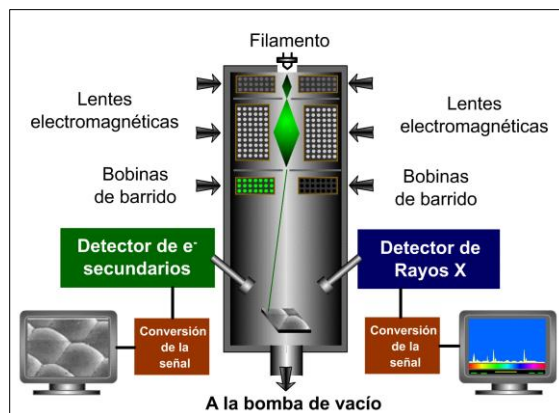


Figura 17. Partes de elementos de la microscopía electrónica de barrido [44]

### 2.17.3 Espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR)

La espectroscopia infrarroja (IR) es una técnica que estudia la interacción entre la materia y la radiación infrarroja. El espectro de infrarrojo se origina por una absorción de fotones con energía correspondiente a la región del infrarrojo, que genera una transición entre niveles vibraciones en una molécula. Se utiliza la interferencia entre dos haces de radiación lo que ha dado lugar a la “Espectroscopia Infrarroja de Transformada de Fourier” (FTIR) La espectroscopia FTIR se utiliza para obtener información sobre la estructura de los materiales estudiando las frecuencias de vibración de la red [45].

La caracterización se realizará mediante un espectrofotómetro marca Perkin Elmer Spectrum two software spectrum en el rango de número de onda  $500\text{-}3500\text{ cm}^{-1}$ .

### 2.17.4 Espectroscopia ultravioleta y visible (UV-VIS)

La espectroscopia (UV-VIS) es una técnica que estudia el comportamiento de la materia frente a la radiación electromagnética, de tal forma, que nos permite evaluar la estructura y propiedades de la misma. La región ultravioleta y visible se extiende entre 100 y 800 nm del espectro electromagnético, y sus altas energías producen transiciones electrónicas. Además, existen contribuciones de movimientos



vibraciones y rotacionales que dan como resultado espectros de absorción UV-Vis con bandas anchas. En general existen tres tipos de transiciones:

- Transiciones producidas por electrones,  $\pi$ ,  $\sigma$  y  $n$
- Transiciones producidas por electrones  $d$  y  $f$
- Transiciones producidas por transferencia de carga

Los compuestos orgánicos, especialmente aquellos con un alto grado de conjugación, también absorben luz en las regiones del espectro electromagnético visible o ultravioleta. Los disolventes para estas determinaciones son a menudo el agua para los compuestos solubles en agua, o el etanol para compuestos orgánicos solubles. La ley de Beer-Lambert establece que la absorbancia de una solución es directamente proporcional a la concentración de la solución. Por tanto, la espectrometría UV/VIS puede usarse para determinar la concentración de una solución [46].

### **2.17.5 Difracción de rayos x (XDR)**

La difracción de rayos X es una técnica no destructiva que permite caracterizar la estructura cristalina de los materiales estudiados. Cada estructura cristalina tiene su propio difractograma de rayos X y permite determinar la estructura del material.

Los rayos X son un tipo de radiación electromagnética de alta energía y baja longitud de onda. Cuando el haz de rayos X impacta con un conjunto ordenado sistemáticamente de átomos, algunos cruces de radiación y el resto de la radiación son difractados por los electrones de los átomos de la estructura cristalina. La mayor parte de la onda de los fotones se dispersa interfiriendo constructivamente o cancelando. De modo que, algunos de los fotones salen en fase y sus ondas se fortalecen causando un haz de rayos X difractado. Cuando este haz es difractado, las ondas en fase (con una diferencia de fase proporcional a  $2\theta$ ) la interferencia es

constructiva y produce un haz difractado y un pico de intensidad difractada que aparece en un ángulo  $\theta$  de acuerdo con la ecuación de Bragg [47].

$$n \lambda = 2 d \sin \theta \quad \text{Ecuación 3}$$

$\lambda$  es la longitud de onda de la radiación incidente, que en el caso de rayos X que usa un ánodo de electrones de cobre monocromático,  $\lambda$  es 1.5406 Å.

Dónde:  $n$  es un número absoluto que indica el orden de difracción,  $d_{hkl}$  es la distancia interplanar entre los planos responsables de esa difracción. El  $d_{hkl}$  puede calcularse a partir de los parámetros de red y la simetría de la estructura cristalina en base a consideraciones geométricas, donde  $\theta$  es el ángulo que forma el haz con el plano de reflexión  $hkl$ . Se usa un equipo Rigaku D/máx. 2550 PC (CuK $\alpha$ ) para identificar las estructuras cristalinas de todas las muestras a  $2\theta$  en un rango de 10 a 90.

#### 2.17.6 Propiedades mecánicas

Las propiedades mecánicas de los materiales deben ser tomadas en cuenta al momento diseñar un dispositivo con aplicaciones tecnológicas. En algunas situaciones, por ejemplo, los Pécs son sometidos a una fuerza de estiramiento cuando se encuentran sobre una superficie que se dilata debido a cambios de la temperatura. El parámetro comúnmente reportado es el módulo de Young ( $E$ ), la resistencia a la tracción ( $\rho$ ) y la dureza. Las variables que tienen influencia sobre las propiedades mecánicas de los pc son la naturaleza de los contraiones incorporados, la temperatura y la técnica de electropolimerización utilizada. El solvente utilizado también afecta el comportamiento mecánico de los polímeros conductores. Se ha demostrado que la incorporación de pequeñas cantidades de agua, mejora las propiedades mecánicas porque le proporciona plasticidad al polímero [48].

### 2.17.7 Ensayo de Tensión

El ensayo de tensión es el análisis mecánico más importante, ya que proporciona la información más completa de la conducta mecánica que cabe esperar de un material sometido a un estado de tensión uniaxial [49]. El ensayo de tensión puede ser utilizado para determinar varias propiedades de los materiales que son importantes para el diseño. Consiste en deformar una probeta hasta la ruptura, con una carga de tracción que aumenta gradualmente y que es aplicada uniaxialmente a lo largo del eje de la probeta. Generalmente la sección de la probeta es circular, pero también se utilizan probetas de sección rectangular (ver figura 18) [49]. En un ensayo de tracción pueden determinarse diversas características de los materiales elásticos:

- Módulo de elasticidad o módulo de Young, obtenido de la parte proporcional de la curva, cuantifica la rigidez del material.
- Coeficiente de Poisson, que cuantifica la razón entre el alargamiento longitudinal y el acortamiento de las longitudes transversales a la dirección de la fuerza.
- Límite de proporcionalidad: valor de la tensión por debajo de la cual el alargamiento es proporcional a la carga aplicada.
- Límite de fluencia o límite elástico aparente: valor de la tensión que soporta la probeta en el momento de producirse el fenómeno de la cedencia o fluencia. Este fenómeno tiene lugar en la zona de transición entre las deformaciones elásticas y plásticas y se caracteriza por un rápido incremento de la deformación sin aumento apreciable de la carga aplicada.
- Límite elástico (límite elástico convencional o práctico): valor de la tensión a la que se produce un alargamiento prefijado de antemano (0.2%, 0.1%, etc.) en función del extensómetro empleado.
- Carga de ruptura o resistencia a la tensión: carga máxima resistida por la probeta dividida por la sección inicial de la probeta.
- Deformación: incremento de longitud que ha sufrido la probeta. Se mide entre dos puntos cuya posición está normalizada y se expresa en tanto por ciento [50].

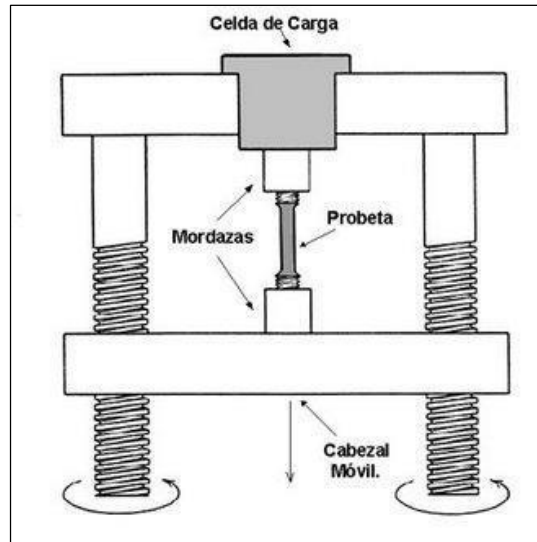


Figura 18. Equipo de ensayo de tensión [50]

Estandarización del ensayo para la obtención del módulo de elasticidad.

El módulo de Young o elasticidad es la razón del esfuerzo de tensión o compresión a la correspondiente deformación dentro del límite de proporcionalidad lineal del material (ver figura 19).

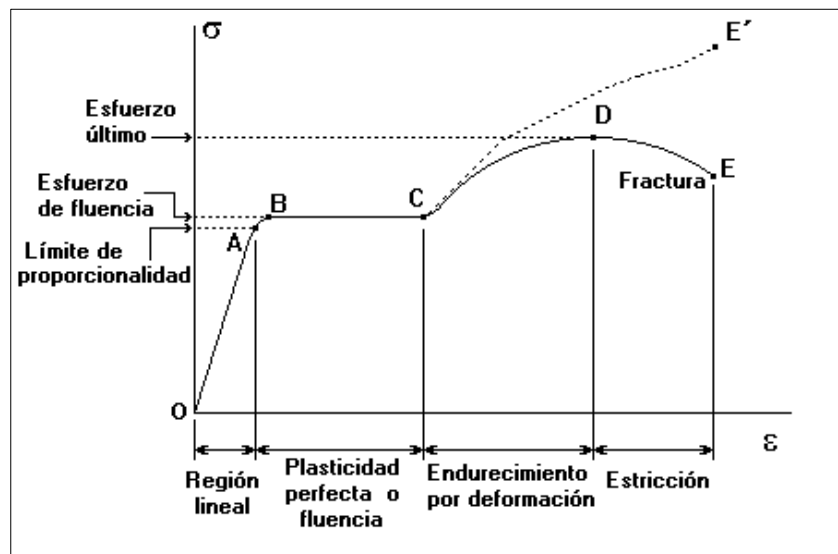


Figura 19. Curva de esfuerzo vs deformación [51]

El estándar empleado para la obtención del módulo elástico es el de ASTM E-111-82 [52]. Este estándar recomienda que el módulo de elasticidad sea obtenido entre el punto R después de la precarga en el espécimen y antes del límite proporcional, punto P. El valor de módulo de Young es una propiedad del material usada en el diseño de elementos de máquinas sometidos a un sistema de cargas, para cálculos de deformación de materiales estructurales que siguen la ley de Hooke cuando está sujeto a una carga axial. Para materiales que permiten valores de esfuerzo-deformación no lineales el valor de tangente y módulo de la secante o cuerda son usados en estimar el cambio en deformación en el intervalo especificado en esfuerzo (ver figura 20).



Figura 20. Esfuerzo – deformación no lineales [51]

Las variables que pueda afectar la determinación precisa del módulo de Young o de elasticidad son características como: orientación relativa de los granos, esfuerzos residuales, previa historia de deformación, dimensiones, excentricidad, condición de temperatura, condición del equipo de prueba, razón del error en la carga en valores de carga y deformación, interpretación de los datos.

Si se obtiene la gráfica carga contra deformación el valor del módulo de Elasticidad puede ser obtenido a través de la pendiente obtenida en la gráfica, siendo calculado como el incremento de carga entre el incremento de deformación correspondiente

entre dos puntos sobre la línea o pendiente de la gráfica y emplear la siguiente ecuación:

$$E = \left(\frac{\Delta p}{\Delta o}\right)\left(\frac{\Delta L}{\Delta o L}\right) \quad \text{Ecuación 4}$$

Donde:

$\Delta p$  = incremento de carga

$\Delta o$  = área de sección transversal

$\Delta L$  = deformación

$\Delta L_o$  = longitud inicial

La precisión del valor obtenido para el módulo de Young o elasticidad dependerá sobre la misma en cada uno de los valores usados en el cálculo. Se sugiere que el reporte incluya un estimado de la precisión de los valores reportados del módulo de Young basados sobre la suma de las precisiones de los valores respectivos. Si los datos de carga contra deformación son obtenidos en forma numérica, los errores que pueden ser introducidos al graficar los datos y ajustar una línea recta a los puntos experimentales pueden ser reducidos al determinar el módulo de Young, como la pendiente de la línea recta ajustada a los datos apropiados por el método de los mínimos cuadrados. Este método permite también el estudio estadístico de los datos y por lo tanto una evaluación de la variabilidad del módulo dentro del valor del esfuerzo empleado [52]. La ecuación para el módulo de Young ajustado por el método de los mínimos cuadrados es:

Módulo de Elasticidad:

$$E = \frac{(\sum(XY) - \overline{KXY})X}{(\sum(x^2) - (Kx^2))} \quad \text{Ecuación 5}$$

Donde:

$Y$  = Esfuerzo axial aplicado

$X$  = Deformación correspondiente

En término de la carga medida  $\pi$  y el área de la sección transversal original medida  $A_0$  y de la longitud de calibración  $L_0$ .

$X = A_c$

$Y\text{-Z}$   $Y$  = Promedio de valores  $Y$

$X\text{-E}$   $X$  = Promedio de valores  $X$

$K$  = Número de datos pares  $X$ ,  $Y$ , y sumatoria igual ( $\Sigma$ ) desde  $l$  a  $k$ .

### **2.17.8 Espectroscopia de impedancia**

La técnica consiste en la aplicación de una perturbación senoidal de potencial eléctrico de frecuencia variable al material estudiado y el registro de la respuesta en corriente dentro de una celda electroquímica. La impedancia se define como el cociente entre el potencial aplicado y la intensidad medida a la salida [53]. En muchos materiales y sistemas electroquímicos la impedancia varía con la frecuencia del potencial aplicado en una forma que está relacionada con las propiedades de dichos materiales.

Esto se debe a la estructura física del material, a los procesos electroquímicos que tengan lugar, o a una combinación de ambos. Por consiguiente, si se hace una medida de impedancias en un rango de frecuencias adecuado y los resultados se representan en unos ejes acorde a los datos obtenidos es posible relacionar los resultados con las propiedades físicas y químicas de los materiales y sistemas electroquímicos. A partir de las mediciones de desfase y de amplitud de la respuesta, es posible obtener la impedancia de transferencia electroquímica del material estudiado ( $Z$ ) [54].

Existen dos formas de representar gráficamente los resultados de impedancia obtenidos de un ensayo de EIS:

1) Diagrama de Nyquist, se representa la parte imaginaria multiplicada por -1 ( $-Z''$ ), frente a la parte real ( $Z'$ ). Es el sistema de representación más utilizado y la información que se obtiene de él se basa en la forma que adoptan los espectros.

2) Diagramas de Bode, donde se representan el logaritmo del módulo de la impedancia ( $\log [Z]$ ) y el desfase ( $\phi$ ) en función del logaritmo de la frecuencia ( $\log \omega$ ). La información que se obtiene de este tipo de representación va encaminada.

## 2.19 Elementos eléctricos comunes

Los datos de EIS son más comúnmente analizados por ajustes a un circuito eléctrico equivalente. Los elementos eléctricos más comunes son los resistores, capacitores e inductores [55].

## 2.20 Resistor

Es un elemento en un circuito que dificulta el paso de la corriente o hace que se transforme en calor. La resistencia describe la tendencia de un material para impedir el flujo de cargas eléctricas a través de él. La unidad de medida  $R$ , es el ohm ( $\Omega$ ), los resistores se fabrican comúnmente con materiales que conducen la electricidad, pero que poseen una gran resistencia. El voltaje instantáneo a través de una resistencia es directamente proporcional a la corriente que pasa a través de él [56].



## **2.21 Capacitancia y capacitor**

Es la cantidad de carga que la configuración puede almacenar cada volt de diferencia de potencia que existe entre dos cuerpos. Si se construye un elemento de circuito de modo que posea deliberadamente un valor determinado de capacitancia, a ese elemento es llamado capacitor [57].

## **2.22 Inductor e inductancia**

Es aquella propiedad de un dispositivo que reacciona contra un cambio en la corriente que pasa por él. Los inductores son componentes diseñados para emplearse en circuitos y resistir cambios de corriente para efectuar importantes funciones de control. El diseño de inductores se basa en el principio que un campo magnético variable induce un voltaje en cualquier conductor en ese campo [58].

## **2.23 Circuitos eléctricos equivalentes**

Las mediciones electroquímicas se realizan en forma de circuito eléctrico ,la solución es una forma de elemento de circuito , los electrodos también son elementos de circuito y funcionan en armonía para equilibrar el potencial. El diseño del circuito impedimentico se construye de acuerdo con estos elementos, curvas obtenidas y características de la superficie. En la literatura se pueden encontrar gran variedad de circuitos equivalentes usados según las características del sistema, en general se hace referencia a dos circuitos que en muchos de los casos tienen buen ajuste respecto a los datos experimentales, y que además tienen una explicación fenomenológica aceptada por la comunidad científica, estos son el circuito de Randles y de Haruyama. El primero, se usa principalmente para recubrimientos nuevos o sin defectos. El segundo circuito, que ya ha sido expuesto al inicio de la revisión, aplica especialmente para recubrimientos con algún grado de deterioro o levemente porosos, este circuito además incluye una impedancia de Warburg

encargada de explicar la difusión, adsorción o desorción de sustancias electroactivas en la interfase metal/recubrimiento. Este circuito ha sido utilizado exhaustivamente ya que brinda información que puede asociarse fácilmente a fenómenos físicos o químicos verificados experimentalmente, incluso en estudios modernos este circuito sigue siendo la base de muchas aproximaciones y modelos de impedancia ver figura 21 [59].

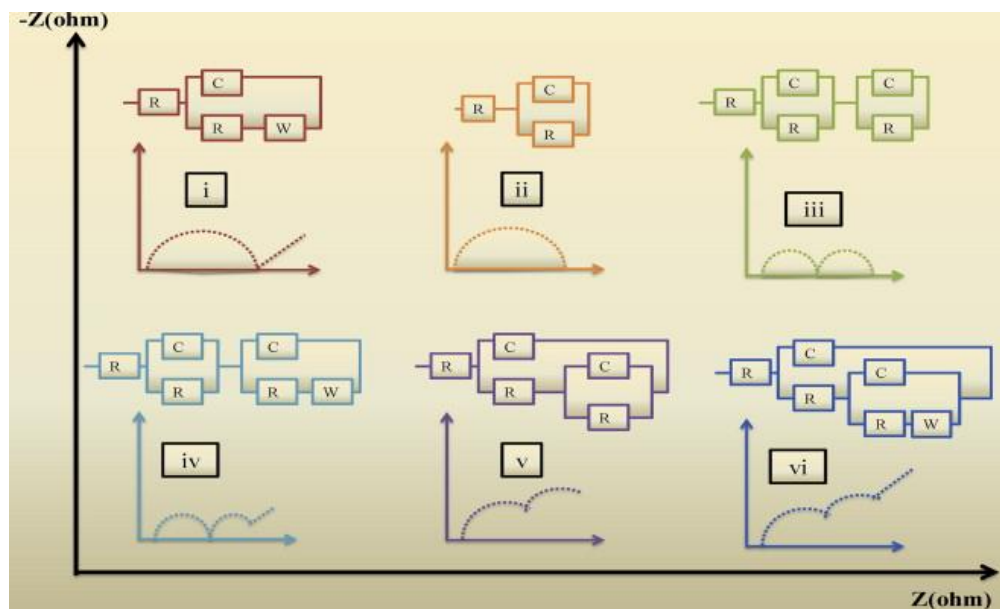


Figura 21. Ejemplos de diagramas teóricos de Nyquist [59]

## 2.24 Análisis de los datos experimentales

De los datos obtenidos de la Espectroscopia de impedancia se pueden obtener diferentes valores importantes que definen el comportamiento del material estudiado, como lo es la resistencia, la resistividad y la conductividad. Respecto a la resistencia, se considera un material con dos electrodos, a través de los cuales existe una diferencia de potencial  $\Delta V$ , y a través de los cuales pasa una corriente  $I$  [60].Entonces

$$I \approx \frac{\Delta V}{R} \quad \text{Ecuación 6}$$

define la resistencia eléctrica  $R$ . Cuando la ley de Ohm se aplica, dos resultados se mantienen:

1. La corriente eléctrica  $I$  a través de un objeto pasa de un voltaje alto a un voltaje bajo.
2.  $I$  y  $\Delta V$  son proporcionales, por lo tanto  $R$  es independiente de  $\Delta V$ .

Además, para muchos materiales, la ley de Ohm es una muy buena aproximación para un amplio rango de  $I$  y  $\Delta V$ .

Para un material de longitud  $l$  y área de sección transversal  $A$ , Ohm también descubrió que

Ecuación 4

$$R = \frac{\rho l}{A} \quad \text{Ecuación 7}$$

donde  $\rho$  es la resistividad eléctrica; es dependiente del material pero independiente de  $\Delta V$  e  $I$  o de la geometría del resistor. La resistividad y la conductividad están relacionadas inversamente, uno favoreciendo y el otro impidiendo la conducción, la resistividad en términos de conductividad es expresada como (Saslow, 2002):

$$\rho = \frac{1}{\sigma} \quad \text{Ecuación 8}$$

Si la resistencia a la polarización no se puede obtener por el método anterior es posible obtenerla por transformada de Kramers-Kronig. Solamente inspeccionando los datos no es posible afirmar si los datos son válidos o han sido distorsionados por algún artefacto experimental. Sin embargo, este problema puede abordarse usando las transformadas de Kramers-Kronig. La procedencia de las transformadas de Kramers-Kronig se basa en el cumplimiento de tres condiciones generales del sistema:

Causalidad - La respuesta del sistema es debida solamente a la perturbación aplicada y no contiene componentes significantes de otras fuentes.

Linealidad – La perturbación/respuesta del sistema es descrita como un conjunto de leyes lineales diferenciales. Prácticamente, esta condición requiere que la impedancia sea independiente de la magnitud de la perturbación.

Estabilidad – El sistema debe ser estable en el sentido de que debe regresar a su estado original después de que la perturbación es removida. Si las anteriores condiciones son satisfechas, junto con la condición trivial de que las integrales pueden ser evaluadas, las transformadas de Kramers-Kronig son un resultado puramente matemático y no refleja ninguna otra condición o propiedad del sistema. Estas transformadas han sido usadas extensivamente en el análisis de circuitos eléctricos. Las transformadas de Kramers-Kronig pueden ser descritas de la siguiente manera:

Ecuación 5

$$Z'(\omega) - Z'(\infty) = \left(\frac{2}{\pi}\right) \int_0^{\infty} \frac{xZ''(x) - \omega Z''(\omega)}{x^2 - \omega^2} dx$$

$$Z'(\omega) - Z'(0) = \left(\frac{2\omega}{\pi}\right) \int_0^{\infty} \left[\left(\frac{\omega}{x}\right)Z''(x) - Z''(\omega)\right] \frac{1}{x^2 - \omega^2} dx$$

$$Z''(\omega) = -\left(\frac{2\omega}{\pi}\right) \int_0^{\infty} \frac{Z'(x) - \omega Z'(\omega)}{x^2 - \omega^2} dx$$

$$\phi(\omega) = \left(\frac{2\omega}{\pi}\right) \int_0^{\infty} \frac{\ln|Z(x)|}{x^2 - \omega^2} dx$$

Donde  $\phi(\omega)$  es el ángulo de fase,  $Z'$  y  $Z''$  son los componentes reales e imaginarios de la impedancia respectivamente,  $\omega$  y  $x$  son frecuencias. Por lo tanto, la resistencia a la polarización se vuelve:

$$R_p = \left(\frac{2}{\pi}\right) \int_0^{\infty} \left[\frac{Z''(x)}{x}\right] dx \approx \left(\frac{2}{\pi}\right) \int_{x_{min}}^{x_{max}} \left[\frac{Z''(x)}{x}\right] dx \quad \text{Ecuación 6}$$

Donde  $x_{max}$  y  $x_{min}$  son la máxima y la mínima frecuencia seleccionadas. (Macdonald, 1990)

## 2.24 Análisis de la varianza

El análisis de varianza o ANOVA es un método matemático que permite estudiar los procesos a partir de sus variaciones. Se fundamenta en el análisis de las variaciones alrededor de las medias de los resultados y permite estimar los efectos relativos de cada variable o factor considerado en el resultado del proceso. Permite aplicar las pruebas de hipótesis y el diseño de experimentos, para evaluar las diferencias en más de dos poblaciones. Levine menciona que la tabla ANOVA trata sobre los experimentos en los que se considera a más de dos grupos que pertenecen a un factor de interés. Los grupos se definen asignando diferentes niveles del factor. El objetivo de dicho método es analizar la diferencia entre las medias del grupo. En el ANOVA la variación total se subdivide en variación a que se debe a las diferencias entre los grupos y la variación que obedece a diferencias dentro de otros grupos. La variación dentro del grupo se considera un error aleatorio.

### j) Diseño de Experimentos (DOE)

El diseño de experimentos es una técnica estadística que permite identificar y cuantificar las causas de un efecto dentro de un estudio experimental. Este procedimiento estadístico involucra varias herramientas para la optimización de recursos. La identificación de causas de variabilidad son algunos de los objetivos del diseño de experimentos aplicados en nivel industrial. (Montgomery, 2004)  
Algunos tipos de diseño experimental:

- Diseño factorial  $2^k$  para  $k=2$  factores.
- Diseño factorial  $2^k$  para  $k=3$  factores
- Diseño factorial  $2^k$  con replica, para  $k>3$  factores

---

# **CAPITULO III**

# **METODOLOGÍA**

---

### 3.1 Reactivos

- Óxido de grafeno (GO) clave aldrich 763705
- Poli (alcohol vinílico), PVA clave aldrich 341584
- Poli(3,4-etilendioxitiofeno)-poli (estireno sulfonato) PEDOT-SS clave aldrich 560596
- Polipirrol conductividad 10- 50 s/cm sigma aldrich cas number 30604-81-0
- trifluorometanosulfonato de sodio ( $\text{NaCF}_3\text{SO}_3$ ) assay:98% sigma aldrich cas number 2926-30-9
- Hexafluorofosfato de sodio ( $\text{NaPF}_6$ ) assay:98% sigma aldrich cas number 21324-39-0
- Etanol marca EMSURE Cas number 64-17-5
- Agua desionizada

### 3.2 Equipos

- Microscopio electrónico de barrido marca jeol jsm modelo 6010A
- Espectrómetro infrarrojo marca Perkin Elmer spectrum two ATR
- Difractómetro de rayos x BRUKER D8 ADVANCE
- Analizador de impedancia solartron analytical SI 1260
- Usb4000 UV-VIS OCEAN OPTICS

### 3.3. Preparación del PVA

Las soluciones de PVA fueron preparadas a 75 °C con agitación constante durante 30 min en una disolución de agua y etanol, hasta llegar a una homogenización (ver tabla 4).

Tabla 4. Matriz de trabajo

| CLAVE | PVA (mL) | PPY (g) | PEDOT-PSS (mL) | GO (mL) |
|-------|----------|---------|----------------|---------|
| PY1   | 4        | 0.1     | X              | X       |
| PY2   | 4        | 0.2     | X              | X       |
| PY3   | 4        | 0.3     | X              | X       |
| PE1   | 4        | X       | 0.2            | X       |
| PE2   | 4        | X       | 0.3            | X       |
| PE3   | 4        | X       | 0.5            | X       |
| G1    | 4        | X       | X              | 0.2     |
| G2    | 4        | X       | X              | 0.3     |
| G3    | 4        | X       | X              | 0.5     |
| T1    | 4        | 0.1     | 0.2            | 0.2     |
| T2    | 4        | 0.2     | 0.3            | 0.3     |
| T3    | 4        | 0.3     | 0.5            | 0.5     |

### 3.4 Obtención de películas de PVA/PEDOT-PSS/GO/PPY a partir del método de casting

Las películas fueron elaboradas por el método de vaciado (casting), que consiste en que cada una de las soluciones poliméricas, PEDOT-PSS , GO y PPY descritos en la tabla 3, para el caso del PPY se preparó una disolución en ácido acético al 10% y puesto en baño ultrasónico 4 h, se ha comprobado que al hacer dicho proceso reduce el tamaño de partícula del polipirrol, al terminar fueron mezcladas a diferentes concentraciones descritas en la tabla 4, con agitación constante por 30 min, y puestas en baño ultrasónico por 60 min. Posteriormente se vertieron en placas de acrílico de 20 x 20 cm, con una cuchilla de acero inoxidable. Las películas se secaron a temperatura ambiente por 24 h. Se obtuvieron las películas desprendiéndolas cuidadosamente de la placa de acrílico y se almacenaron a temperatura ambiente [23].



### 3.5 Preparación del líquido iónico

Para preparar el gel electrolítico se vertieron 2 sales orgánicas trifluorometanosulfonato de sodio ( $\text{NaCF}_3\text{SO}_3$ ) y Hexafluorofosfato de sodio ( $\text{NaPF}_6$ ) al 20% en peso disueltas en carbonato de etileno (EC) en un tubo de ensayo, se calentaron y agitaron durante 2 h hasta que la solución se aclarara y homogenizara.

### 3.6 Elaboración del gel electrolítico PVA/PEDOT-PSS/GO/PPY y NaTF/NaPF<sub>6</sub>

Para la elaboración del gel electrolítico se combinó la solución polimérica de PVA/PPY/PEDOT-PSS/GO/PPY y el líquido iónico como se muestra en la tabla 5, la mezcla se agitó continuamente a 60 °C hasta lograr una solución homogénea. Las soluciones fueron vertidas en cajas Petri, seguidas de un secado a temperatura ambiente para su recuperación (ver tabla 5).

Tabla 5. Ion líquido

| CLAVE | $\text{NaCF}_3\text{SO}_3$ /EC (mL) | CLAVE | $\text{NaPF}_6$ /EC (mL) |
|-------|-------------------------------------|-------|--------------------------|
| PYNT1 | 1                                   | PYNP1 | 1                        |
| PYNT2 | 1                                   | PYNP2 | 1                        |
| PYNT3 | 1                                   | PYNP3 | 1                        |
| PENT1 | 1                                   | PENP1 | 1                        |
| PENT2 | 1                                   | PENP2 | 1                        |
| PENT3 | 1                                   | PENP3 | 1                        |
| GNT1  | 1                                   | GNP1  | 1                        |
| GNT2  | 1                                   | GNP2  | 1                        |
| GNT3  | 1                                   | GNP3  | 1                        |
| TNT1  | 1                                   | TNP1  | 1                        |
| TNT2  | 1                                   | TNP2  | 1                        |
| TNT3  | 1                                   | TNP3  | 1                        |

### 3.7 Ángulo de contacto

La adhesión de un material polimérico está sujeto por uniones físicas, químicas primarias y secundarias y está determinada por la interacción de su grupo funcionales, esta sinergia se le atribuyen factores como rigidez y flexibilidad. En la tabla 6 y figura 22 se muestran los resultados de los ángulos de contacto de algunas muestras, el PVA obtuvo un ángulo de 72°, lo que nos dice que obtuvo una propiedad hidrófila (J. Rosario et.al. 2019). [24] De acuerdo a los resultados el óxido de grafeno tuvo la mayor afinidad al PVA de 65° debido a la presencia de grupos hidroxilos, lo que conlleva a interacciones de tipo puente de hidrogeno, en comparación del PEDOT: PSS/PPY de 75° se le tribuye a la disminución del OH, el compuesto polimérico PVA/PEDTO: PSS/GO/PPY obtuvo un ángulo 71°, (Álvaro A. Arrieta et.al. 2015) se ha reportado que los usos de plastificantes favorecen el movimiento de las cadenas y la interacción de ellas, también propician cambio en las propiedades electroquímicas ya que favorecen el movimiento de cargas. Ver

Tabla 6. Resultados de ángulo de contacto

| MUESTRA | ÁNGULO DE CONTACTO (°) |
|---------|------------------------|
| PVA     | 72                     |
| PVANT   | 50                     |
| PVANP   | 52                     |
| PY3     | 75                     |
| PyNT3   | 61                     |
| PyNP3   | 60                     |
| G3      | 65                     |
| GNT3    | 52                     |
| GNP3    | 54                     |
| PE3     | 73                     |
| PENT3   | 50                     |
| PENP3   | 53                     |
| T3      | 71                     |
| TNT3    | 64                     |
| TNP3    | 66                     |

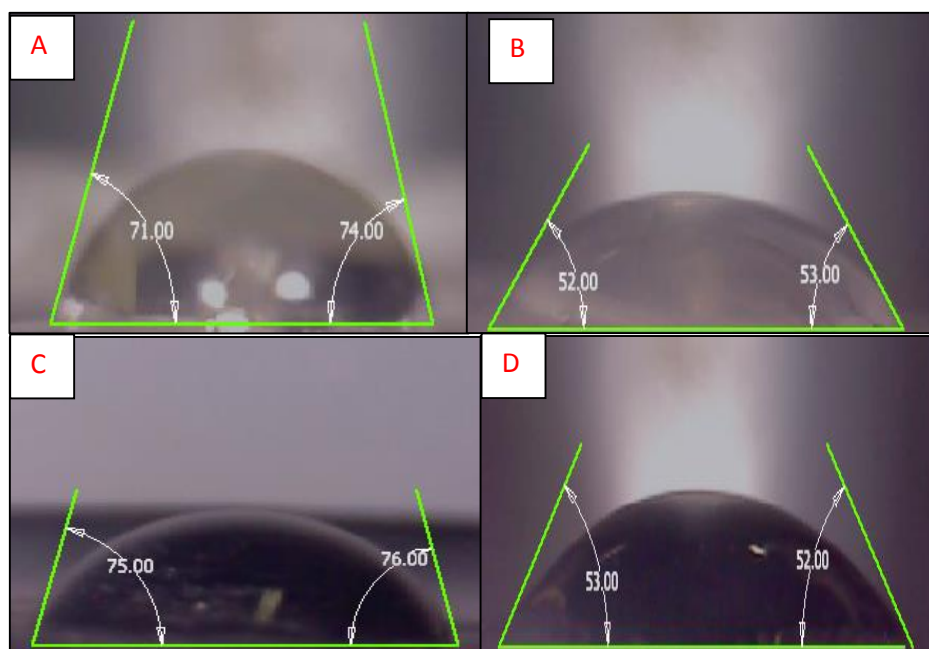


Figura 22. Muestra A) PVA B) PVANT1 C)PY3 D) PENP3

### 3.8 Espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR)

La caracterización se realizó mediante un espectrofotómetro marca Perkin Elmer Spectrum en el rango de número de onda de 500-3500 a una resolución de  $\text{cm}^{-1}$ . Los espectros FTIR de PVA, GO, PEDOT, PPY y se presentan en las figuras siguientes. El espectro de PVA, un pico ancho a  $3340 \text{ cm}^{-1}$  puede ser atribuido a la vibración de estiramiento hidroxilo, bandas características de  $1112 \text{ cm}^{-1}$  y  $1454 \text{ cm}^{-1}$  se atribuyen a él estiramiento C-O y la flexión C-H de PVA. (Sabirneeza et al. 2014) observaron en la banda vibratoria entre  $2750 \text{ cm}^{-1}$  y  $3000 \text{ cm}^{-1}$  se refiere al estiramiento de C-H de grupos alquilo. Un pico ancho observado a  $3270 \text{ cm}^{-1}$  en el espectro de GO corresponde a las fuertes vibraciones del grupo O-H, mientras que el pico observado a  $1445 \text{ cm}^{-1}$  se atribuye a la vibración de estiramiento simétrico de C-O del grupo carboxilo. El pico pequeño apareció a  $1190 \text{ cm}^{-1}$  representa el C-OH vibración de estiramiento, mientras que el pico a  $1030 \text{ cm}^{-1}$  es el pico característico del grupo epóxido. (C. Tao et al. 2017) mostraron vibraciones en  $1664 \text{ cm}^{-1}$  y  $1752 \text{ cm}^{-1}$  están asignados al modo de estiramiento  $\text{C} = \text{C}$  y  $\text{C} = \text{O}$

estiramiento de la vibración del grupo carboxilo. Las bandas a  $632\text{ cm}^{-1}$  y  $1110\text{ cm}^{-1}$  son atribuido a la interacción C-S en el anillo de tiofeno, y grupo etilendioxi en PEDOT, respectivamente. (Grame et. al. 2012) observaron el pico característico de PEDOT a  $1840\text{ cm}^{-1}$  y  $1637\text{ cm}^{-1}$  que atribuido al estiramiento C-C o C = C de la quinoidal. (Y. FU et. al .2012), (Abdirahman et. al. 2108) mostraron un pico amplio asignado entre  $3000\text{ cm}^{-1}$  y  $3500\text{ cm}^{-1}$  es representativo del grupo amino N-H, a la vibración del pico entre  $2999\text{ cm}^{-1}$  y  $2500\text{ cm}^{-1}$  son atribuidas al C-H del grupo alquilo, las bandas de  $1554\text{ cm}^{-1}$  y  $1424\text{ cm}^{-1}$  son atribuidas principalmente a las vibraciones del anillo del polipirrol, mientras los picos  $1294$  y  $950$  son respectivos a las vibraciones del C-H y C-N.

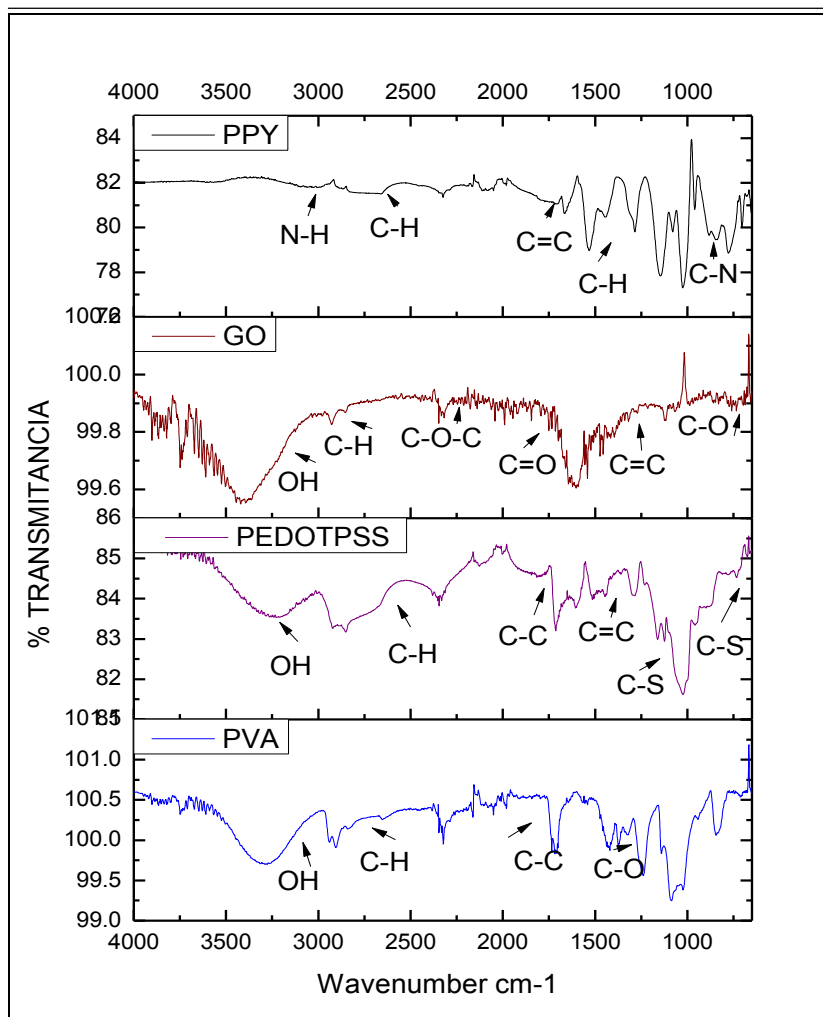


Figura 23. Espectro FTIR A) PPY B) GO C) PEDOT-PSS D)PVA

(C. Bhatt et al. 2016) reportaron el espectro infrarrojo de las sales orgánicas en un estado puro,  $\text{NaPF}_6$  muestra solo un pico alrededor de 500 a 650  $\text{cm}^{-1}$  causado por la vibración del anión (ver figura 24). Las bandas asociadas con el  $\text{CF}_3\text{SO}_3^-$  (anión triflato) se observan en 574, 598, 640, 756 y 1032  $\text{cm}^{-1}$ . (D. KUMAR 2010) reportaron bandas en 574, 640 y 756  $\text{cm}^{-1}$  se asignan a aniones triflatos libres y la banda a 598  $\text{cm}^{-1}$  es sensible a la formación de pares de iones o agregados, la banda a 1032  $\text{cm}^{-1}$  modo de estiramiento simétrico de  $\text{SO}_3$ .

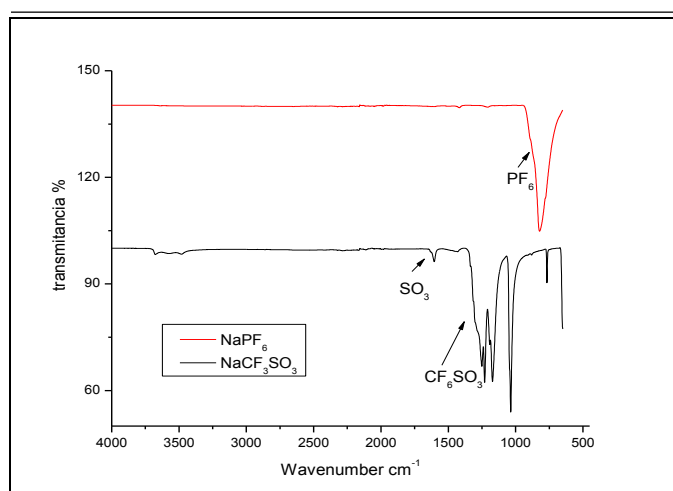


Figura 24. Espectro FTIR A)  $\text{NaPF}_6$  B)  $\text{NaCF}_3\text{SO}_3$

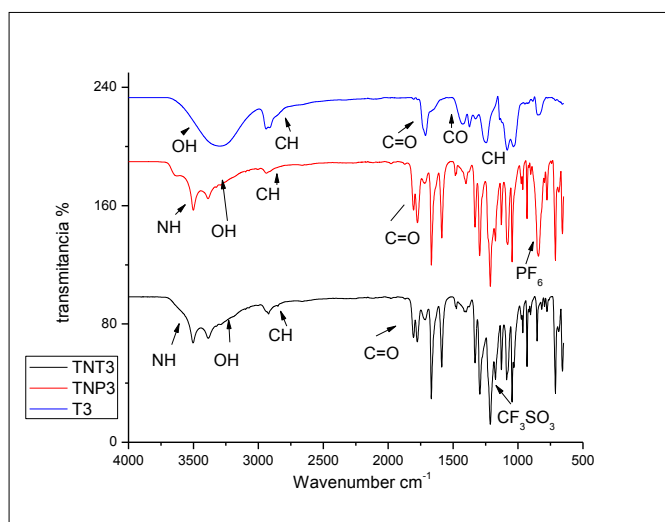


Figura 25. Espectro FTIR A) T3 B) TNT3 C) TNP3

En la figura 25 se observan los espectros del electrolito sólido T3 conformado por PVA/PEDOT-PSS/GO/PPY se puede apreciar la aparición de nuevos grupos funcionales lo que indica interacciones entre las cargas y la matriz, en las muestras del gel electrolítico TNT3 y TNP3 se aprecia una disminución de la banda 3000 y 3500  $\text{cm}^{-1}$  del grupo O-H, da como resultado la presencia del grupo amino que se encontraba traslapada por el grupo O-H, también se observa la aparición del grupo  $\text{PF}_6$  en la banda de 700 y 800  $\text{cm}^{-1}$  y el grupo  $\text{CF}_3\text{SO}_3$  en las bandas de 1000 y 1350  $\text{cm}^{-1}$  lo cual nos confirma las fuertes interacciones intermoleculares entre los compuestos .

## 10.9 Espectroscopia UV-Visible

(Kalim Deshmukh et al. 2015), llevaron a cabo estudios de espectroscopia UV-vis para evaluar la dispersabilidad de GO en la matriz PPy / PVA. Los espectros de absorbancia UV-vis de PPy, PVA y GO. El espectro UV-vis de PPy muestra tres picos de absorción que indican el estado existente de PPy. Se observó un pico agudo a 200 nm, un hombro a 224 nm y un pequeño pico a 256 nm que se atribuyen a la transición  $\pi$ - $\pi^*$  del anillo benzenoide en la cadena PPy. PPy puede existir en tres estados diferentes y estos son neutros PPy, polaron (catión radical) y bipolaron (dication). Las transiciones de polarón en PPy pueden ser visibles en la región 300-400 nm y las transiciones bipolaron ( $n$ - $\pi^*$ ) se pueden observar en la región 600-900 nm. Tal comportamiento de PPy dopado provoca una transición más fácil de los electrones debido a la pequeña brecha de energía y, por lo tanto, aumenta la conductividad. El PPy utilizado en el presente estudio es el PPy neutro, es decir, sin dopar, ya que no muestra ningún pico visible a los rayos UV en la región 300 -400 y 600-900 nm. El espectro UV-vis de PVA prístino muestra un pico único a 200 nm que podría atribuirse a la presencia de un grupo acetato no hidrolizado en el esqueleto de PVA. La mayoría del PVA disponible comercialmente muestra una fuerte absorbancia en la región 200-400 nm. El espectro UV-vis de GO muestra un pico de absorción de UV a 230 nm que corresponde a  $\pi$  -  $\pi^*$  transición del enlace  $\text{C} = \text{C}$ .

Los espectros de absorción UV-Vis de PVA/PEDOT-PSS / PPy / GO se muestran en la figura 26 el compuesto ha mostrado 2 picos de absorción máximos 160 y 250 nm que puede atribuirse a las transiciones  $\pi^* - \pi^*$  de los anillos de benceno y  $n - \pi^*$  antienlace de los electrones libres de presentes en PEDOT: PSS y GO. También se observa un efecto hipercrómico, la ley de Beer-Lambert establece que la absorbancia de una solución es directamente proporcional a la concentración de la solución. Por lo tanto, todos los compuestos se dispersan homogéneamente y forman compuestos de PVA/PPy / PEDODT: PSS/ GO a través de la interacción  $\pi - \pi$  y fuerzas Van der Waals.

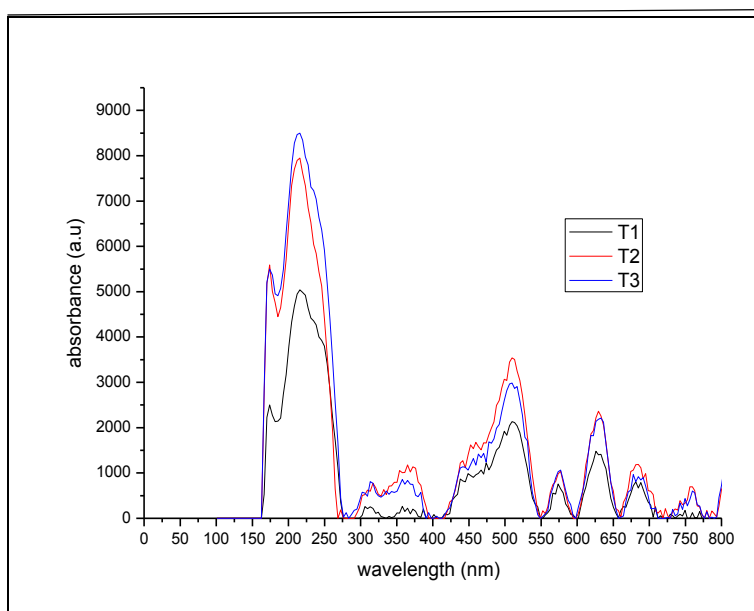


Figura 26. Espectro UV-VISIBLE

### 3.9 Difracción de rayos X (DRX)

Se llevaron a cabo mediciones de difracción de rayos X (DRX) para investigar la estructura cristalina de los compuestos PEDOT-PSS / PPy / PVA / GO. El patrón XRD de PEDOT-PSS / PPy / PVA / GO se representa en las figuras siguientes. Para el PVA natural resulta de la presencia de un fuerte enlace de hidrógeno inter e intramolecular entre diferentes unidades monoméricas, se observa claramente un

pico de difracción fuerte y agudo a  $2\theta=19.5$  y otro pico a  $2\theta=40$  menos pronunciado, que se atribuye a una estructura semicristalina del PVA (A. Naziha Suliman 2016). (I. Jiao et. al. 2009) mostraron el pico representativo del PEDOT: PSS en estado puro corresponde a  $2\theta = 22.5$  mostrando una naturaleza amorfa. El análisis para PPY muestra un pico amplio en  $2\theta=21$  mostrando una naturaleza amorfa (M. Selvaraj et.al. 2008). (M. Girish 2015) para GO, observaron solo pico cristalino característico a las  $2\theta = 10.25$  que se atribuye a la distancia entre capas  $d_{002} = 8.418 \text{ \AA}$ . En primera instancia se obtuvo el difractograma del compuesto PVA /PEDOT-PSS / GO muestran en la figura 27, solo se presentan los picos característico del PVA se observa que a mayor concentración de las cargas ,el pico presente en  $2\theta=40$  va disminuyendo exponencialmente, en la figura 28 muestra el difractograma del compuesto PVA/PPY/PEDOT-PSS/GO donde se observa la disminución del pico cristalino a  $2\theta=19$  y  $2\theta=40$  a mayor concentración de las cargas poliméricas, lo cual nos dice que el material se está haciendo más amorfo. En la figura 29 se muestra el difractograma de nuestro electrolito gel se nota la presencia de nuevos picos en  $2\theta=23,26$  que son atribuidos a la interacción de la sal  $\text{NaCF}_3\text{SO}_3$  y una reducción considerable del pico cristalino del PVA causado por la adición del polipirrol principalmente.

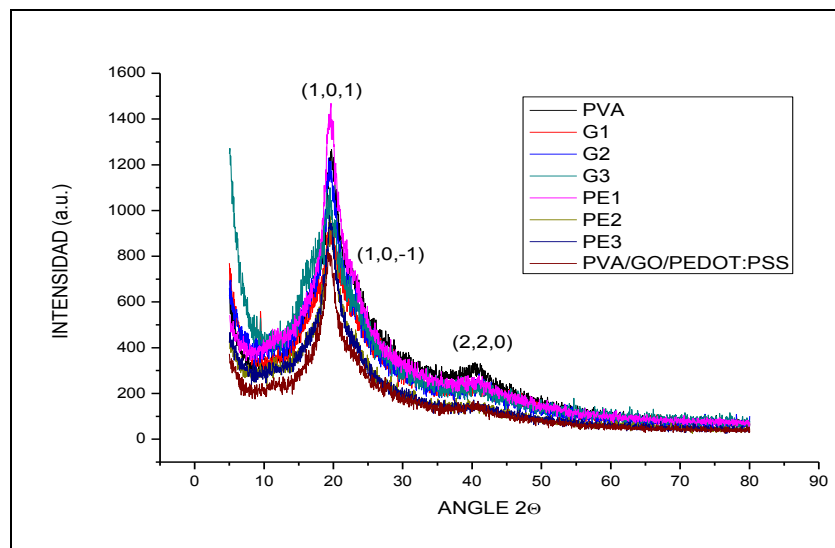


Figura 27. Difractograma PVA/PEDOT-PSS/GO



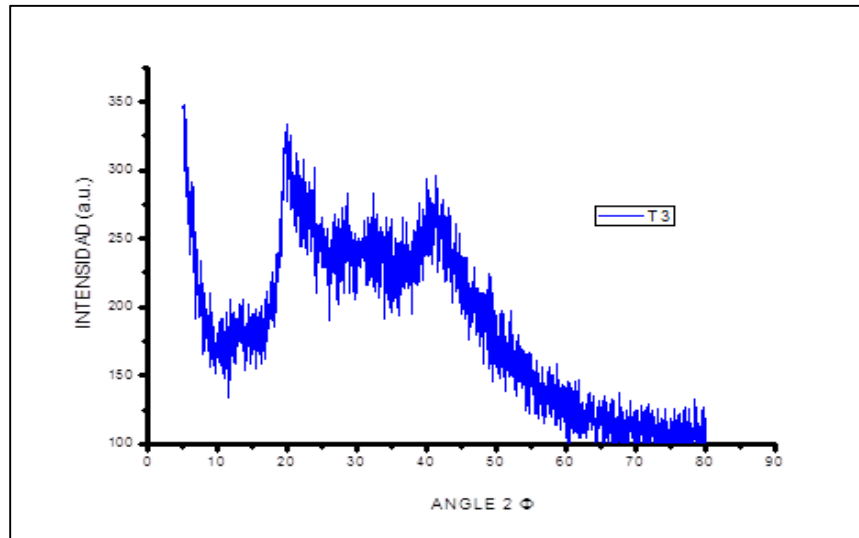


Figura 28. Difractograma PVA/PPY/PEDOT-PSS/GO

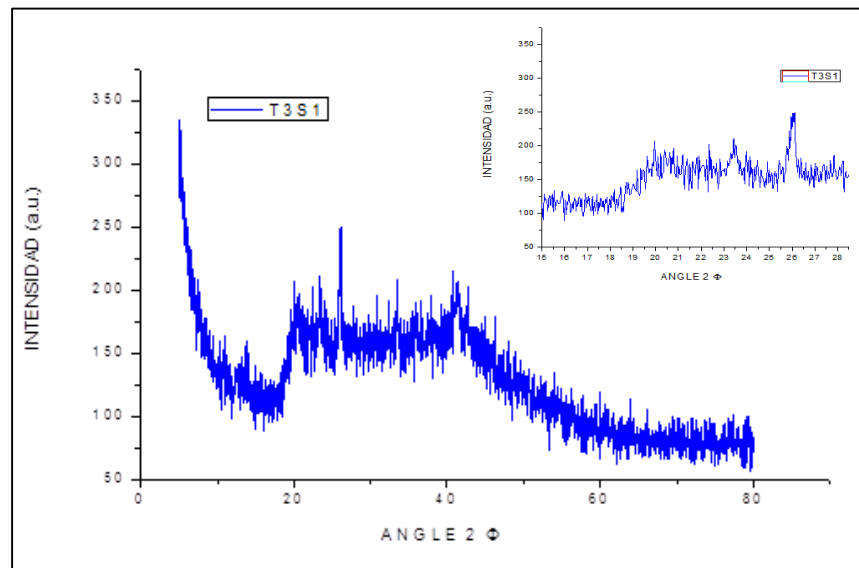


Figura 29. Difractograma PVA/PPY/PEDOT-PSS/GO/NaFT

### 3.10 Ensayo de Tracción

El ensayo de tracción es la forma básica de obtener información sobre el comportamiento mecánico de los materiales. La realización de este ensayo se llevó a cabo con base en la norma ASTM D882 “Método Estándar de Prueba para las

Propiedades en Tracción de los Plásticos”. Mediante una máquina universal de pruebas se somete una probeta normalizada, a un esfuerzo axial de tracción progresivo hasta que se produce la falla de la probeta y por medio de la norma ASTM E111-17, Standard Test Method for Young’s Modulus se hizo un análisis estadístico por medio de mínimos cuadrados para obtener el módulo de Young.

En la figura 30 se muestra el ensayo de esfuerzo contra deformación de la muestra control de PVA, obtuvo un esfuerzo de 11 Mpa, una deformación del 35% y un módulo de Young de 114 Mpa. Como se observa en la tabla 3 las muestras de PVA/GO (G3) fueron las que obtuvieron mayor módulo de Young de 162 Mpa, lo que no nos dice que obtuvo un mayor esfuerzo y una menor deformación debido a la gran interacción de la matriz y la carga de 162 Mpa y la de menor modulo fue PVA/PEDOT: PSS (PE3) con 39 Mpa. EL material compuesto de PVA/PEDOT: PSS/PPY/GO un módulo de Young de 53 MPa, la incorporación del líquido iónico a la matriz polimérica hizo que disminuyera el módulo de elasticidad 12.34 MPa debido a que el líquido iónico permite una mayor movilidad a las cadenas.

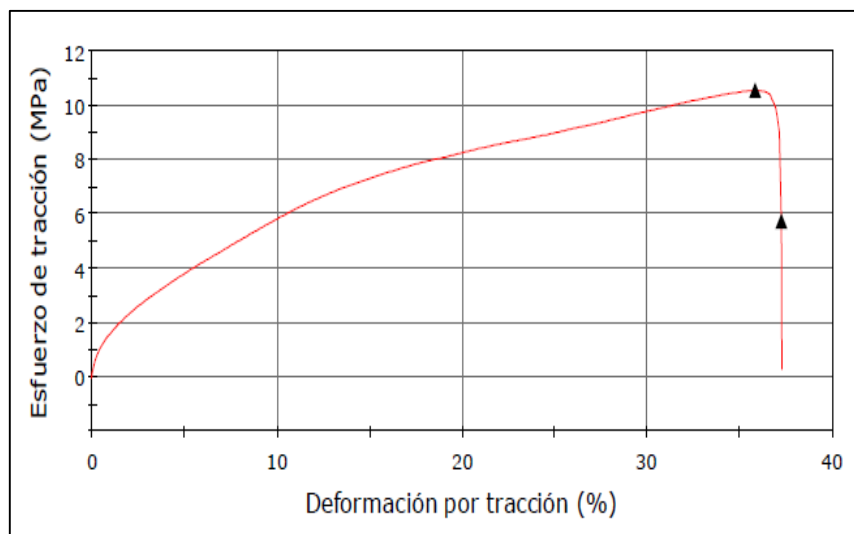


Figura 30. Ensayo de esfuerzo vs deformación PVA

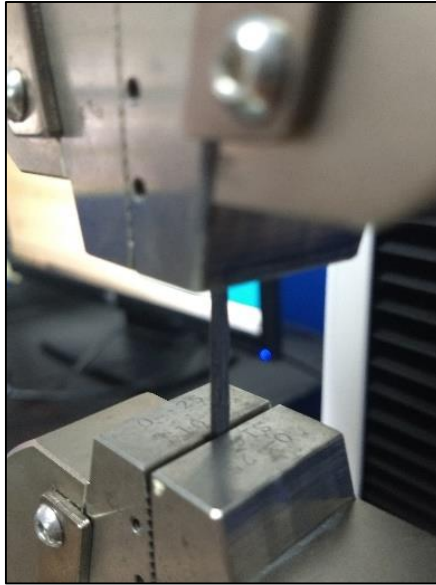


Figura 31. Ensayo de tensión

Tabla 7. Norma ASTM E111-17

| Muestra | (Mpa)   |
|---------|---------|
| PVA     | 114.3   |
| PVANT   | 18.34   |
| PVANP   | 15.68   |
| PY3     | 122.38  |
| PyNT3   | 15.1696 |
| PyNP3   | 17.87   |
| G3      | 162.63  |
| GNT3    | 18.25   |
| GNP3    | 15.72   |
| PE3     | 38.94   |
| PENT3   | 19.75   |
| PENP3   | 21.03   |
| T3      | 53.24   |
| TNT3    | 9.35    |
| TNP3    | 12.34   |

### 3.11 Pruebas resistivas

(J. ESTRELLA et al. 2016) mostro el método de 2, es comúnmente usado para medir la resistividad en semiconductores, es una medición absoluta y es usada para prever estándares de medición de resistividad. Se realizó la medición de resistividad con un multímetro marca Steren MUL-600 a cada una de las películas, estos datos están descritos en la tabla 7,8 y en la figura 32.

(L. OTHMAN et al., 2017) realizo un estudio variando la concentración de sal iónica, en la tabla 4 se muestran las mediciones de resistividad a películas de PVANT a diferentes concentraciones ,10% ,20% y 30% para medir el índice de percolación eléctrica, los resultados indican que la muestra al 20% es la concentración de sal más óptima.

Tabla 8. Evaluación de concentraciones

| CÓDIGO    | RESISTIVIDAD $\Omega$ |
|-----------|-----------------------|
| PVANT 10% | 14.94 M               |
| PVANT 10% | 24.47 M               |
| PVANT 10% | 29.35 M               |
| PVANT 20% | 7.58 M                |
| PVANT 20% | 7.46 M                |
| PVANT 20% | 8.55 M                |
| PVANT 30% | 7.43 M                |
| PVANT 30% | 9.53 M                |
| PVANT 30% | 6.43 M                |

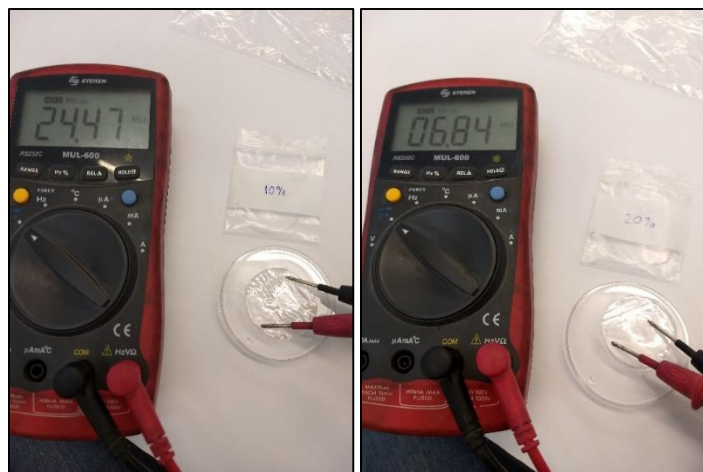


Figura 32. Pruebas resistivas a dos puntas

Tabla 9. Resistividad de electrolitos

| CÓDIGO | RESISTIVIDAD $\Omega$ | CÓDIGO | RESISTIVIDAD $\Omega$ |
|--------|-----------------------|--------|-----------------------|
| PYNa1  | .315 M                | PeP1   | 0.445 M               |
| PYNa2  | 1.297 M               | PeP2   | 1.29 M                |
| PYNa3  | 1.05 M                | PeP3   | 1.8 M                 |
| pyp1   | 1.49 M                | PVA    | -                     |
| pyp2   | 1.47 M                | PVAS1  | 7.86 M                |
| pyp3   | 1.46 M                | PVAS2  | 7.92 M                |
| GNa1   | .774 M                | T1     | 33.26 M               |
| GNa2   | .232 M                | T2     | 30.25 M               |
| GNa3   | .214 M                | T3     | 13.95 M               |
| GP1    | 4.91 M                | TNT1   | .63 M                 |
| GP2    | 7.47 M                | TNT2   | .38 M                 |
| GP3    | 0.339 M               | TNT3   | .217 M                |
| PeNa1  | .496 M                | TNP1   | .15 M                 |
| PeNa2  | .853 M                | TNP2   | .32 M                 |
| PeNa3  | 1.67 M                | TNP3   | 0.41 M                |

### 3.12 Espectroscopia de Impedancia

El análisis de espectroscopia de impedancia electroquímica (EIS) e estudia el comportamiento electroquímico incluyendo transferencia de carga y difusión de iones en la interfaz de electrolito del compuesto PEDOT-PSS / PPy / PVA / GO en un rango de frecuencia de banda ancha de 0 Hz – 7 MHz se dan en las Fig. 33, 34,35. Las propiedades eléctricas de un material compuesto dependen de las propiedades de las fases individuales y la mezcla se controla de tal manera que las fases individuales están interconectadas. La capacidad de polarización y la distribución homogénea del relleno eléctrico es el factor clave para afectar el rendimiento eléctrico del compuesto.

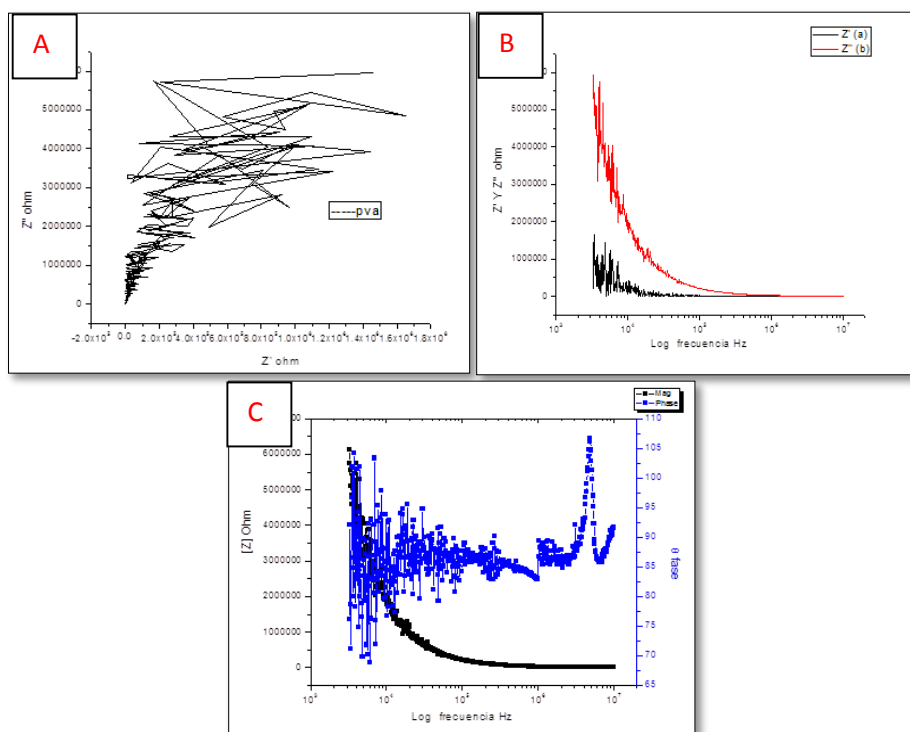


Figura 33. Espectroscopia muestra PVA A) NYQUIST, B) IR y C) BODE

Los diagramas de Nyquist de PVA/PEDOT-PSS / PPy / GO exhiben un patrón similar, se observó un semicírculo en la región de alta frecuencia y una porción lineal en la región de baja frecuencia. El diámetro del semicírculo representa la resistencia de transferencia de carga interracial ( $R_{ct}$ ) y las líneas verticales casi lineales en la baja frecuencia región para que implica un excelente comportamiento capacitivo y

rápida difusión iónica del compuesto PVA/PEDOT-PSS / PPy / GO [42]. La figura 33 alusiva a la muestra de PVA se puede observar un comportamiento puramente resistivo debido a su comportamiento difuso a altas frecuencias y en el diagrama de Nyquist se aprecia una intersección  $z'$  muy alta. En la figura 34-34 se puede observar la influencia de las cargas eléctricas y el ion liquido inmersos en la matriz polimérica, como va bajando las unidades con respecto al eje de intersección de  $Z$  real, que proporciona un área de superficie alta que hace que los iones sean más accesibles para reacción electroquímica en electrolito  $z$ . Además, el comportamiento de impedancia del electrolito puede ser examinado por una red de elementos del circuito que comprende una intersección de la curva en la región real.

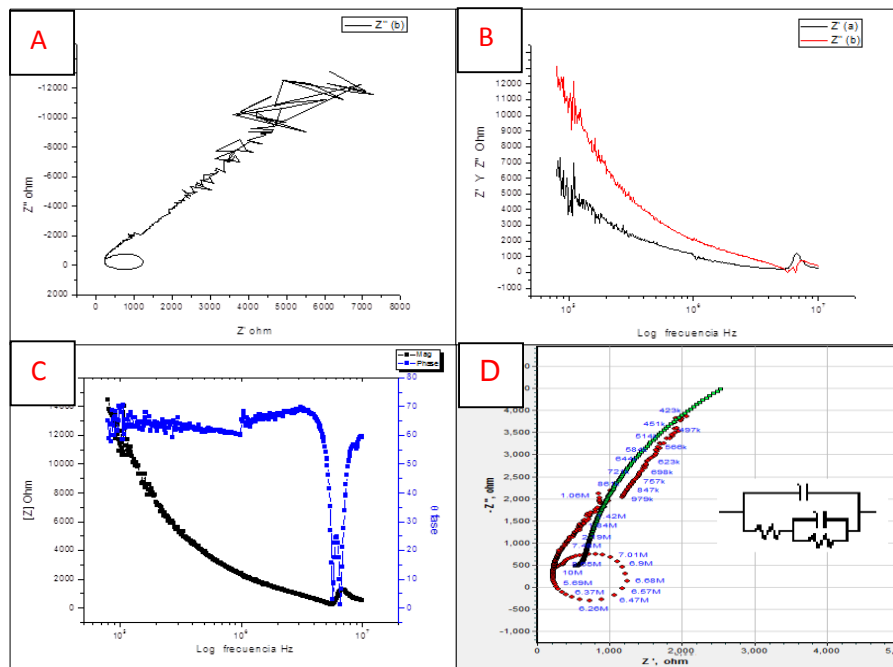


Figura 34. Espectroscopia muestra T3 A) NYQUIST, B) IR y C) BODE

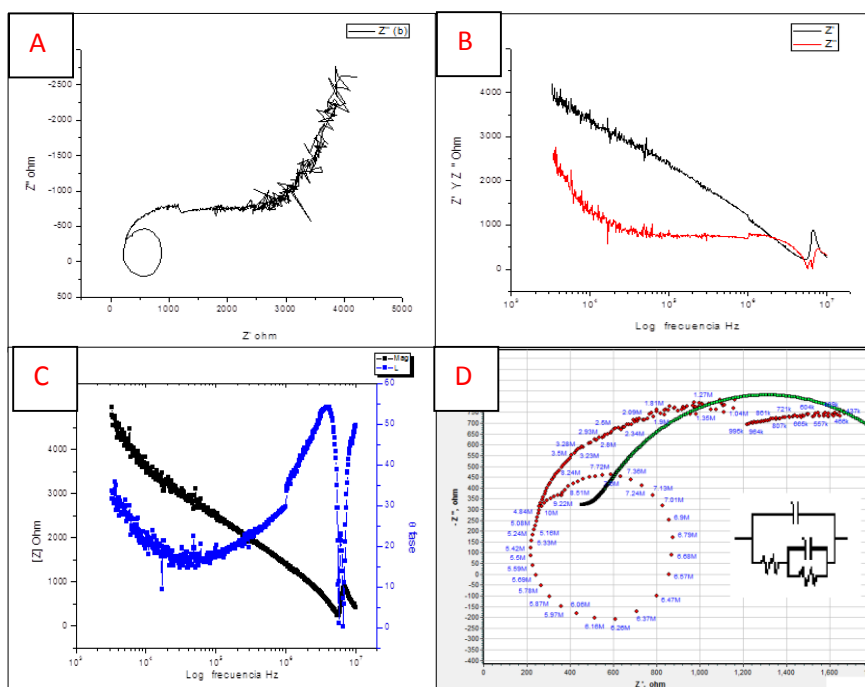


Figura 35. Espectroscopia muestra TNT3 A) NYQUIST, B) IR, C) BODE y D)CTO. EQUIVALENTE

En este estudio se pudo observar claramente una alta resistencia de las películas elaboradas PVA/PEDOT-PSS / PPy / GO, con valores en el orden de los MΩ; mientras que en las elaboradas con el líquido iónico (NaCF<sub>3</sub>SO<sub>3</sub>) la resistencia baja considerablemente, al orden de los kΩ, de tal manera que la presencia del líquido iónico hace que el electrolito se haga mejor conductor de la electricidad, esto puede ser debido a la mayor movilidad de las cargas. De tal manera que la cinética del movimiento de carga en el electrolito sin liquido iónico está dada por una resistencia del paso de electrones del electrodo a las películas, un condensador formado por una doble capa de difusión de los iones y una resistencia debida al movimiento de los electrones en la doble capa, R (CR), el fenómeno capacitivo evidenciado a bajas frecuencias es despreciable.

En el caso particular del electrolito con liquido iónico PVA/PEDOT-PSS/PPY/GO /NaCF<sub>3</sub>SO<sub>3</sub>, se observa en el circuito equivalente un comportamiento similar al de electrolito sin liquido iónico R(C[RW]), pero en este caso la segunda capacitancia es remplazada por una capacitancia adicional de Warburg, generada por las cargas



acumuladas en la matriz del polímero y movimiento de especies con carga (iones), y muestran una resistencia mucho menor puesto que el PEDOT-PSS/GO/ PPy son polímeros conductores con excelente conductividad que promueve la movilidad electrones a lo largo de sus cadenas y, por ende, dentro de la matriz.

De igual manera, se puede observar que la presencia de estos polímeros cambia drásticamente el mecanismo cinético de movilidad iónica y de electrones. Este cambio es producto de la adición de las cargas, ya que actúan típicamente como semiconductores con un comportamiento capacitivo pequeño y una recta que representa la alta difusividad de iones y electrones en la matriz.

La conductividad iónica ( $\sigma$ ), se obtuvo a partir de los espectros de impedancias teniendo en cuenta la ecuación 11:

$$\sigma = \frac{L}{R_b A} \quad \text{Ecuación 11}$$

Donde  $L$  es el espesor de la membrana,  $R_b$  la resistencia de la membrana, y  $A$  superficie de contacto del electrodo.

Normalmente el valor de la resistencia a la polarización ( $R_p$ ), así como su correspondiente conductividad en corriente directa ( $\sigma_{dc}$ ), puede ser estimado extrapolando la información del semicírculo resultante en las gráficas de impedancia. Sin embargo, debido al rango de medición obtenida no aportan los datos suficientes datos para obtener una extrapolación confiable. Por tal motivo se utilizó el software para el análisis electroquímico, el cual utiliza la transformada de Kramers-Kronig (ecuación 9), ajustando las curvas necesarias a un polinomio de la forma  $a \cdot x^b$  para obtener el valor de los componentes de un circuito equivalente de las muestras y poder calcular el valor de la impedancia y conductividad iónica.

Tabla 10. Resultados de impedancia

| CIRCUITO<br>ELEMENTOS | R+C/R<br>T3 | CIRCUITO<br>ELEMENTOS | RANDLES<br>GNT3 |
|-----------------------|-------------|-----------------------|-----------------|
| R1                    | 287.9 Ohm   | R1                    | 284.3 Ohm       |
| C1                    | 50.7e-12 F  | C1                    | 69.21e-12 F     |
| R2                    | 18 128 Ohm  | R2                    | 1 648 Ohm       |
| Rd2                   | 2.171e6 Ohm | Rd2                   | 1.195e6 Ohm     |
| td2                   | 8.084e-3 s  | td2                   | 5.863e-3 s      |
| $\sigma$ esp          | 5.81 x10-3  | $\sigma$ esp          | 1.56 x10-3      |

| CIRCUITO<br>ELEMENTOS | RANDLES<br>PVANP | CIRCUITO<br>ELEMENTOS | RANDLES<br>GNP3 |
|-----------------------|------------------|-----------------------|-----------------|
| R1                    | 560 Ohm          | R1                    | 260.8 Ohm       |
| C1                    | 20e-12 F         | C1                    | 52.09e-12 F     |
| R2                    | 5 845 Ohm        | R2                    | 11 636 Ohm      |
| Rd2                   | 43.35 Ohm        | Rd2                   | 3.738e6 Ohm     |
| td2                   | 0.451e15 s       | td2                   | 0.158 8 s       |
| $\sigma$ esp          | 1.79x10-3        | $\sigma$ esp          | 1.23 x10-3      |

### 3.13 Microscopía electrónica de barrido (SEM) y Análisis elemental (EDS)

Las pruebas de microscopia electrónica de barrido se realizaron mediante un equipo marca JEOL modelo JSM-6010 que se encuentra en el instituto tecnológico de Zacatepec. Las figuras siguientes presentan la vista general de la sección superficial y transversal de películas obtenidas a partir de PVA, PEDOT-PSS, GO Y PPY respectivamente.

(I. Carrillo et.al. 2014) se observa la micrografía de las cargas y la matriz polimérica, en la micrografía del PVA se observa una superficie lisa, el polipirrol se observan grumos acumulados, el óxido de grafeno se observan como hojas o capas superpuestas y el PEDOT: PSS muestra una zona irregular accidentada (ver figura 36).

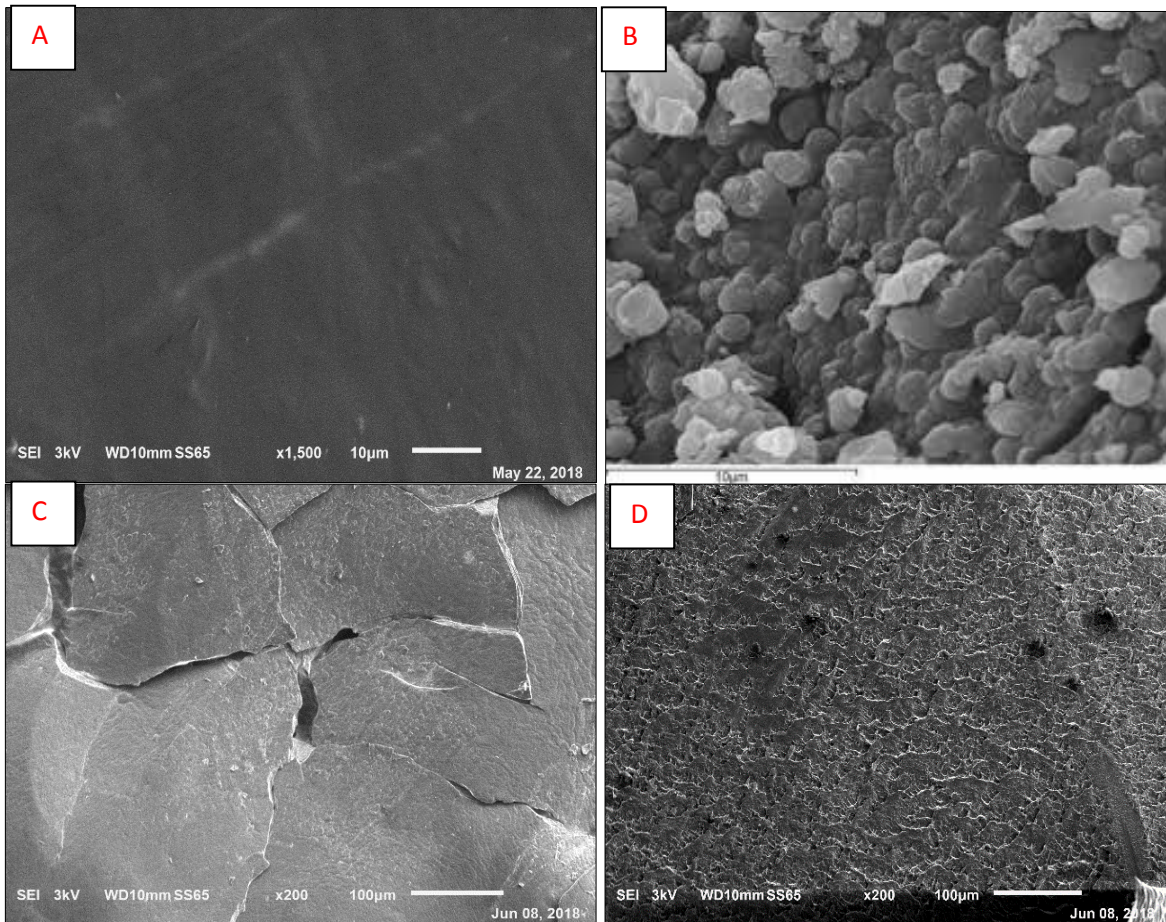


Figura 36. A) PVA, B)POLIPIRROL, C)PEDOT.PSS y D)GO

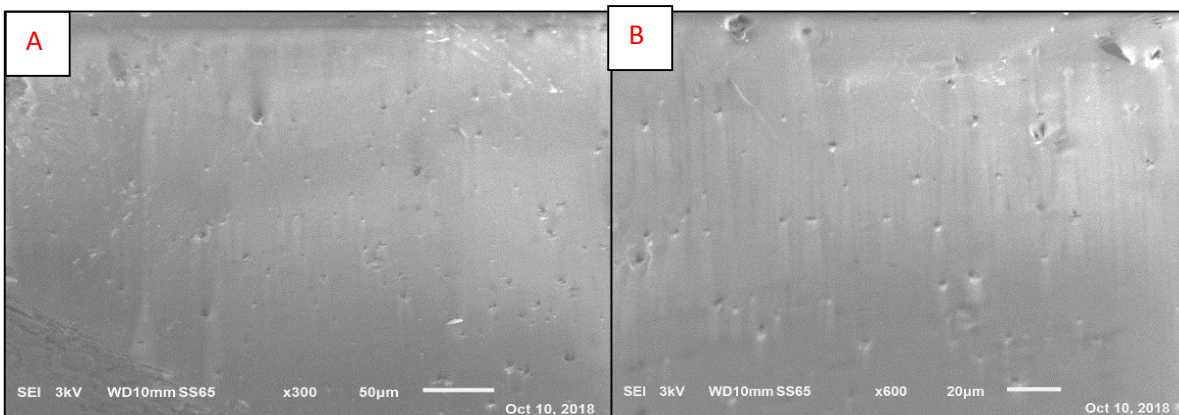


Figura 37. Microscopía Muestra PY3 A) 300X y B) 600X

En la figura 37 se puede apreciar puntos blancos, que se atribuye a las partículas de polipirrol dispersas en toda la superficie de la matriz de PVA.

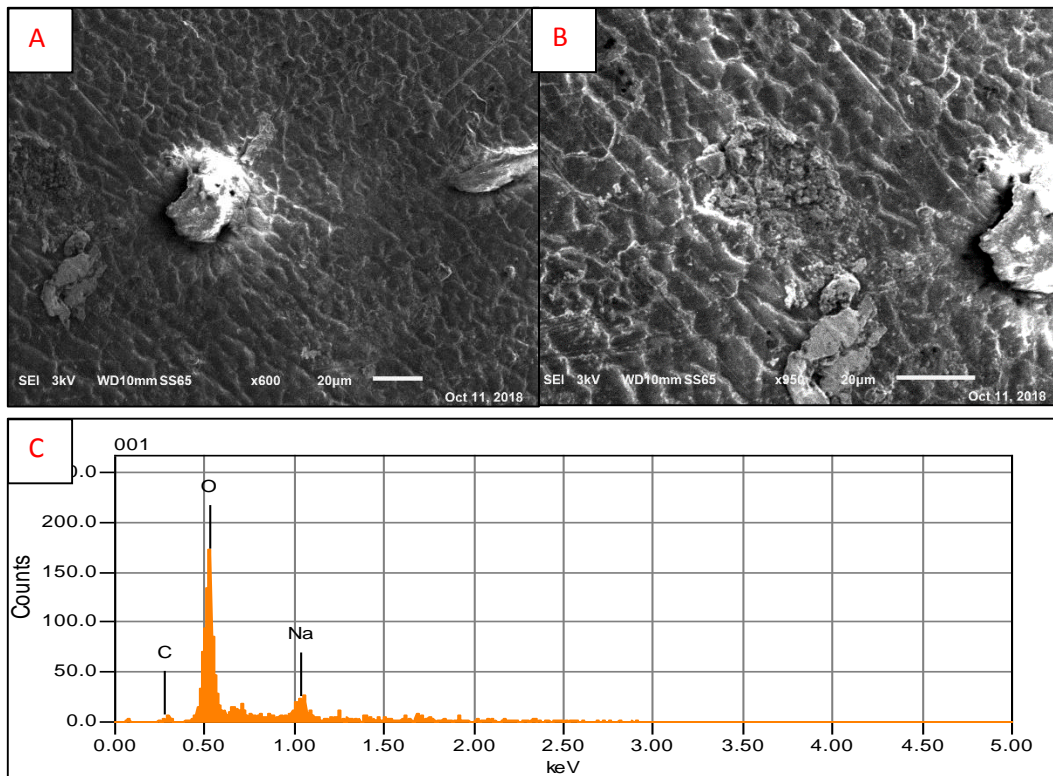


Figura 38. Microscopía Muestra PYNT3 A) 300X, B) 600X y C) EDS

En la figura 38 se observa la muestra PYNT3, se ve un cambio en la superficie de la matriz de PVA ocasionado por la incorporación del polipirrol y la sal orgánica  $\text{NaCF}_3\text{SO}_3$ , se presenta una aglomeración en la parte inferior y un cristalito de sodio en la parte superior, esto se confirma con un análisis EDS evidenciando el sodio .

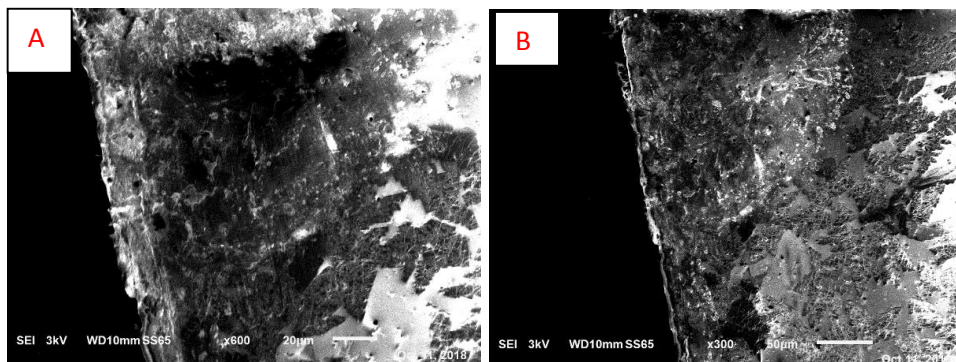


Figura 39. Microscopía Muestra PYNP3 A) 300X y B) 600X.

En figura 39 se muestra la sección transversal de la muestra PYNP3 se puede apreciar una distribución uniforme de las partículas de polipirrol en la superficie de la matriz A) 300X Y B) 600X.

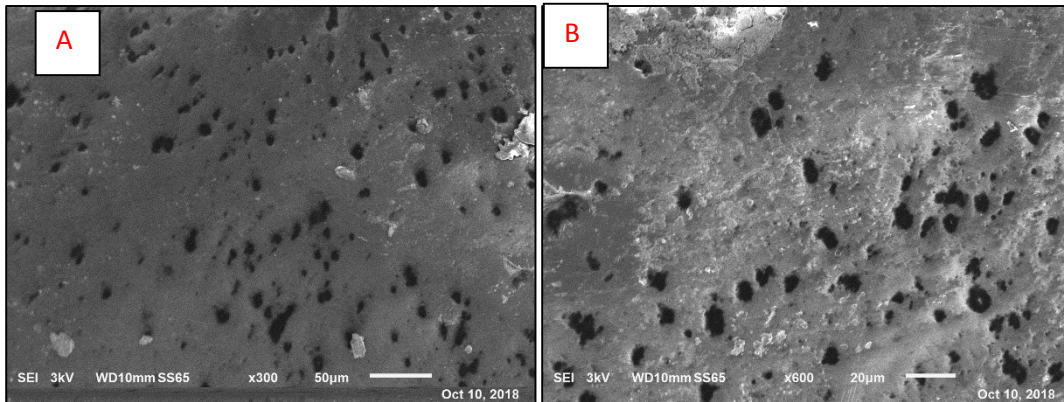


Figura 40. Microscopía Muestra PE3 A) 300X y B) 600X.

En figura 40 se observa en la superficie de la muestra PE3 la presencia de pedot-pss en forma de laminillas, también se observa unos pequeños huecos, pueden ser atribuidos al proceso de recuperación de las muestras o a la interacción de la matriz y la carga.

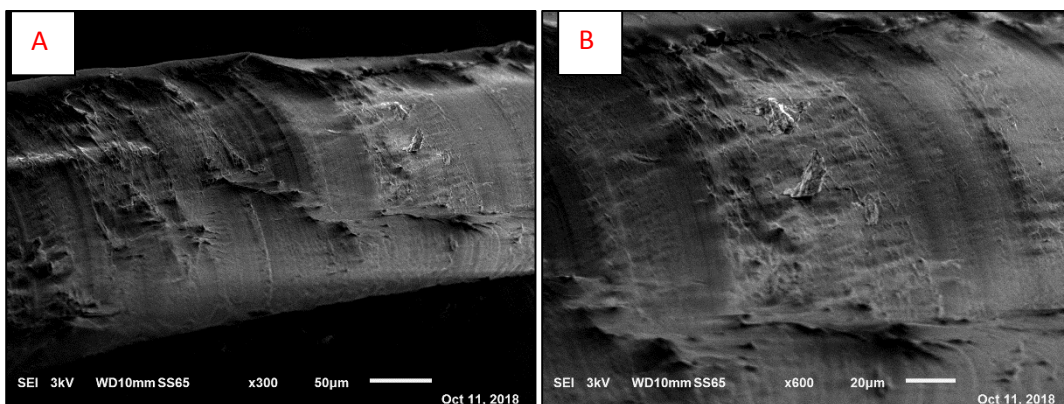


Figura 41. Microscopía Muestra PENP3 A) 300X y B) 600X.

En figura 41 se muestra la sección trasversal de la muestra PYNT3 se puede apreciar una distribución uniforme de las partículas de PEDOT-PSS en la superficie de la matriz.

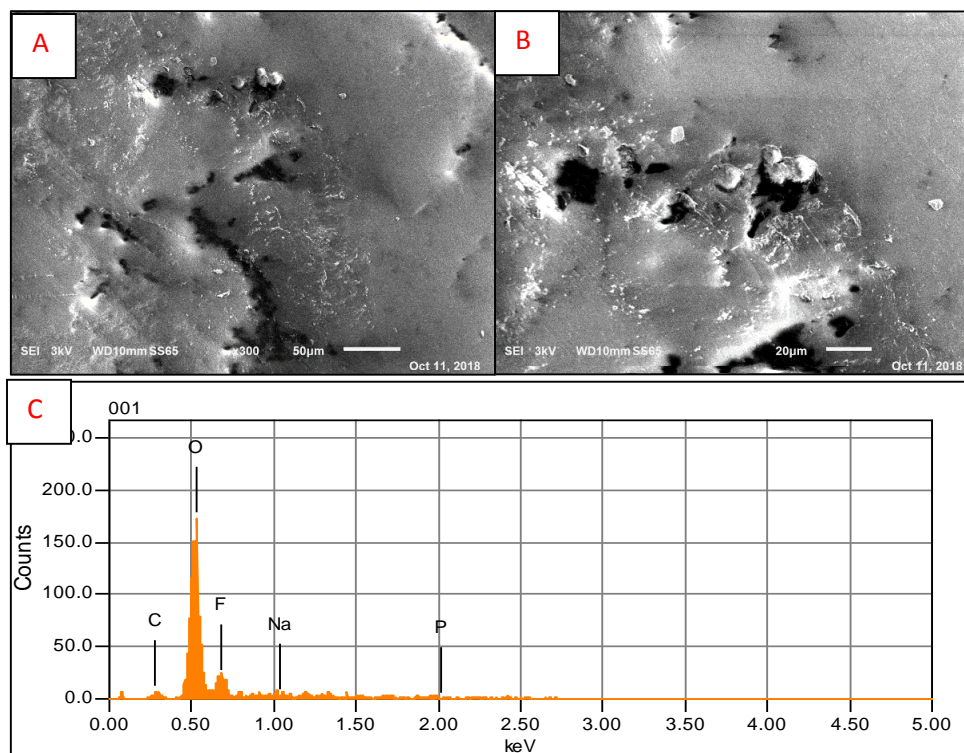


Figura 42. Microscopía Muestra PENP3 A) 300X, B) 600X y C) EDS

En figura 42 se observa en la superficie de la muestra PENP3 la presencia de pedot-pss en forma de laminillas, también se observa unos pequeños huecos, pueden ser atribuidos a la interacción de la matriz y la carga, así mismo el análisis EDS muestra la presencia de sodio, fosforo, azufre confirma la presencia  $\text{NaPF}_6$ .

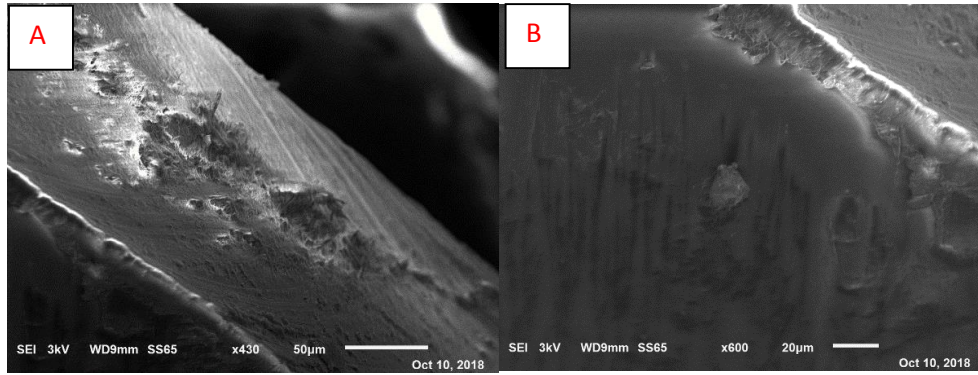


Figura 43. Microscopía Muestra G3 A) 430X y B) 600X

En figura 43 se muestra la sección transversal de la muestra G3 se puede apreciar una distribución de las partículas de óxido de grafeno en la superficie de la matriz.

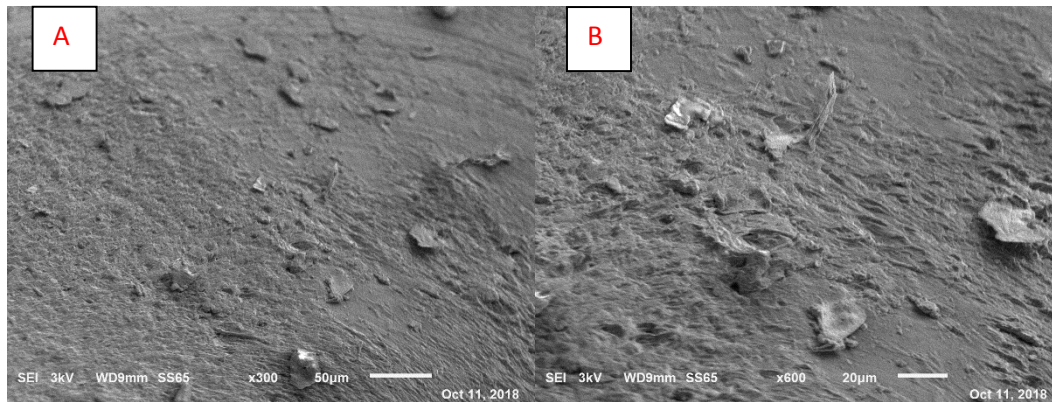


Figura 44. Microscopía Muestra GNT3 A) 300X y B) 600X.

En la figura 44 se puede apreciar laminillas, que se atribuye a las partículas del óxido de grafeno y cristalitas de  $\text{NaCF}_3\text{SO}_3$  dispersas en toda la superficie la matriz de PVA.

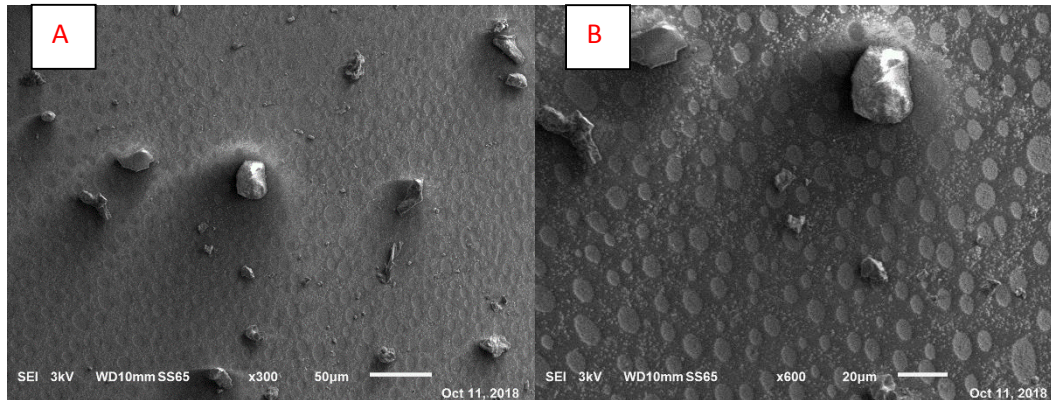


Figura 45. Microscopía Muestra GNP3 A) 300X y B) 600X

En la figura 45 se puede apreciar laminillas representativas al oxido de grafeno y cristalitas de sodio al  $\text{NaPF}_6$ , dispersas en toda la superficie de la matriz de PVA y también se observan pequeñas marcas como esferulitas en la superficie atribuidas a la interacción de las cargas y la matriz.

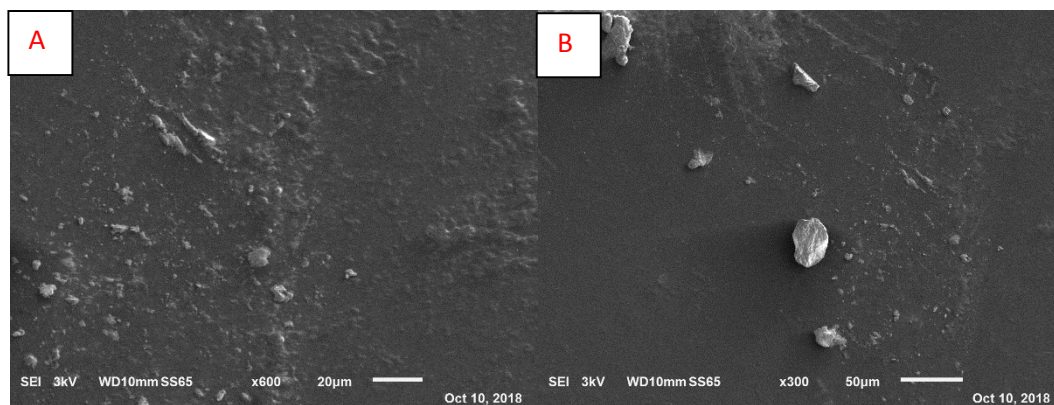


Figura 46. Microscopía Muestra T3 A) 300X y B) 600X

En la figura 46 se puede apreciar un conjunto de aglomeraciones, dispersas en toda la superficie de la matriz de PVA atribuidas a las cargas PPY/PEDOT-PSS/GO.



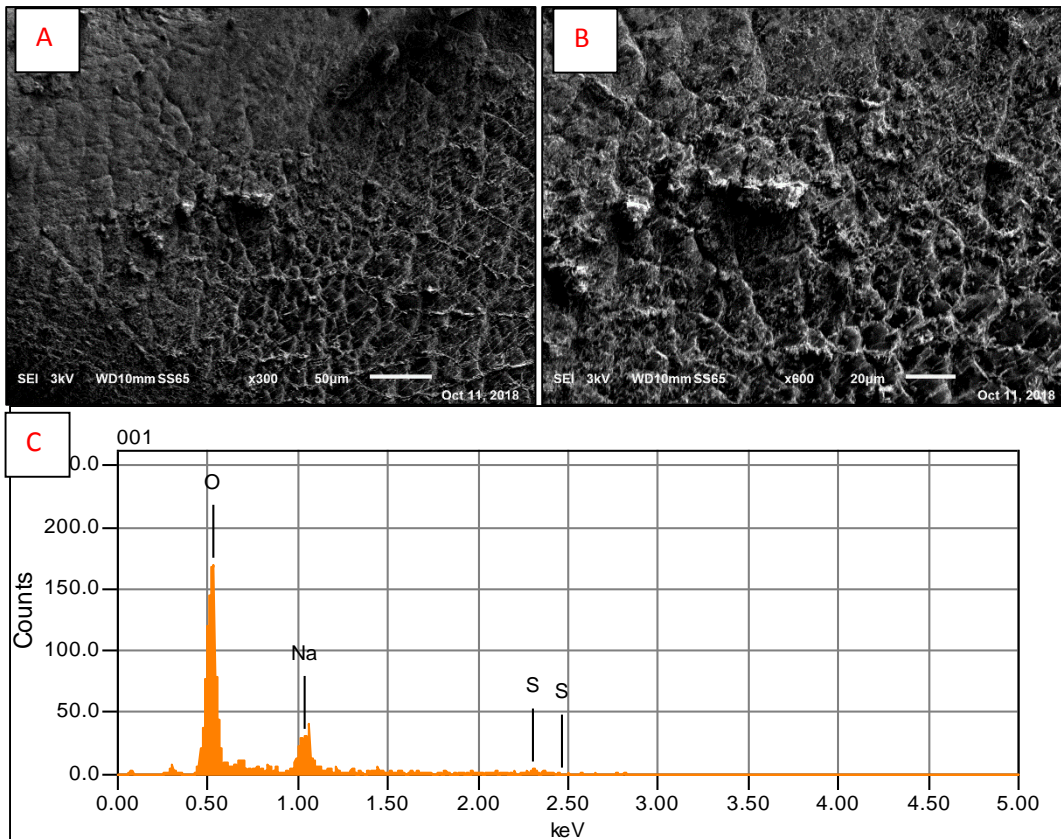


Figura 47. Microscopía Muestra TNT3 A) 300X, B) 600X y C) EDS

En la figura 47 se observa la muestra TNT3, se ve un cambio en la superficie de la matriz de PVA ocasionado por la incorporación de las partículas de PPY/PEDOT-PSS/GO y la sal orgánica  $\text{NaCF}_3\text{SO}_3$ , esto se confirma con un análisis EDS la incorporación del líquido iónico al electrolito sólido.

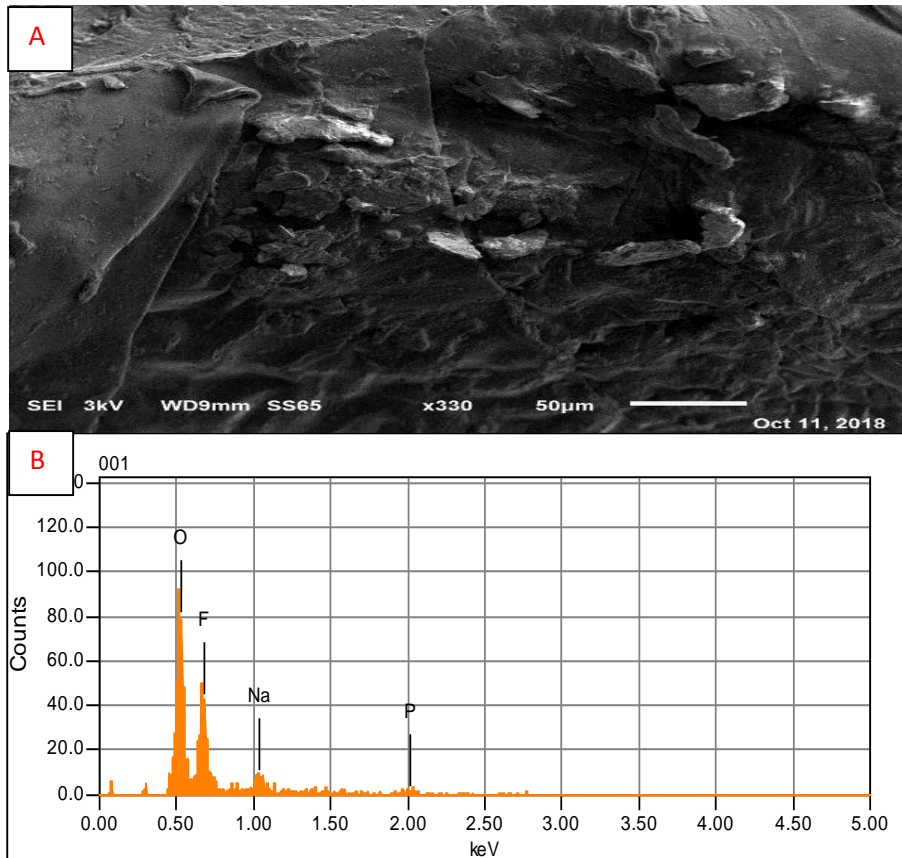


Figura 48. Microscopía Muestra TNP3 A) 600X y B) EDS

En la figura 48 se observa la muestra TNT3, se ve un cambio en la superficie de la matriz de PVA ocasionado por la incorporación de las partículas de PPY/PEDOT-PSS/GO y la sal orgánica  $\text{NaPF}_6$ , esto se confirma con un análisis EDS la incorporación del líquido iónico al electrolito sólido.

---

# **CAPITULO IV**

# **CONCLUSIONES**

---

## 4.1 CONCLUSIÓN

En el presente estudio se demuestra la preparación de nuevos composites PVA/PEDOT-PSS / PPy / GO, mediante técnica de casting y la investigación de sus propiedades estructurales, morfológicas, térmicas y electricas. Los estudios estructurales y espectroscópicos realizados por FTIR, XRD y UV – Vis confirman la presencia de GO,/PEDOT-PSS/PPY inmersos en la matriz. Los cambios en la morfología de los compuestos PEDOT-PSS / PPy / PVA / GO se observaron mediante microscopia electronica de barrido,mostrando una dispersion homogenas en la matriz del polímero. El análisis mecánico arrojo que GO es quien más aporta en cuestión de flexibilidad y dureza debido a su estructura molecular, sin embargo, al adicionarle el líquido iónico el material se hace plástico, debido a que aumenta su hidrofobicidad obteniendo un módulo de Young alrededor de 15 Mpa. A partir de los resultados de impedancia y conductividad iónica se comprueba que, al añadir más cantidad de sal, la conductividad aumenta, Sin embargo, de acuerdo al ANOVA realizado a concentraciones elevadas, el exceso de sal provoca que la movilidad de los iones este impedida y, por tanto, la conductividad iónica disminuye por lo tanto se demostró que una concentración al wt% 20 se obtuvieron los mejores resultados ,con conductividades específicas de  $1.23 \times 10^{-3} \text{ s/cm}^2$  .El ANOVA también indico que la carga que mayor influyen con respecto a la resistividad es el polipirrol debido a que a concentración mayores se forman agregados que aumentan este valor. Por último, se concluye que los materiales obtenidos son candidatos a ser utilizadas en baterías de Na, no obstante, también en aplicación de otros campos de la ingeniería.

## 4.2 REFERENCIAS

1. S. Kawabata, S. Masui, H. Yoneyama, Charge–discharge properties of composites of LiMn<sub>2</sub>O<sub>4</sub> and polypyrrole as positive electrode materials for 4 V class of rechargeable Li batteries. *Electrochim. Acta* 44, 4593–4600 (1999)
2. T.L. Rose, S.D. Antonio, M.H. Jillson, A.B. Kron, R. Suresh, F. Wang, A microwave shutter using conductive polymers. *Synth.Met.* 85, 1439–1440 (1997)
3. N. Ahmad, A.G. MacDiarmid, Inhibition of corrosion of steels with the exploitation of conducting polymers. *Synth. Met.* 78, 103–110 (1996)
4. J.Q. Kan, X.H. Pan, C. Chen, Polyaniline–uricase biosensor prepared with template process. *Biosens. Bioelectron.* 19,1635–1640 (2004)
5. T. Makela, S. Pienimaa, T. Taka, S. Jussila, H. Isotalo, Thinpolyaniline films in EMI shielding. *Synth. Met.* 85, 1335–1336(1997)
6. L.B. Groenendaal, F. Jonas, D. Freitag, H. Pielartzik, J.R. Reynolds, Poly (3,4-ethylenedioxythiophene) and its derivatives: past, present, and future. *Adv. Mater.* 12, 481–494 (2000)
7. J.Y. Kim, I.J. Chung, Y.C. Kim, J.W. Yu, Nanocrystal-conjugated polymer photovoltaic devices. *J. Korean Phys. Soc.* 45, 231–234 (2004)
8. C.S. Lee, J. Joo, S. Han, J.H. Lee, S.K. Koh, Actuation of PVDF cantilever with PEDOT/PSS (DMSO) electrode using ion-assisted-reaction. *J. Korean Phys. Soc.* 45, 747–750 (2004)
9. S. Cho, S.H. Park, K. Lee, Reflectance study on the metal-insulator transition driven by crystallinity change in poly (3,4-ethylenedioxythiophene)/poly(stylenesulfonate) Films. *J. Korean Phys. Soc.* 47, 474–478 (2005)
10. G. Heywang, F. Jonas, Poly (alkylenedioxythiophene)-new, very stable conducting polymers. *Adv. Mater.* 4, 116–118 (1992)
11. T.M. Brown, J.S. Kim, R.H. Friend, F. Cacialli, R. Daik, W.J. Feast, Built-in field electroabsorption spectroscopy of polymer light-emitting diodes incorporating a doped poly(3,4-ethylenedioxythiophene) hole injection layer. *Appl. Phys. Lett.* 75, 1679–1681 (1999)

12. A.C. Arias, M. Granstrom, D.S. Thomas, K. Petritsch, R.H.Friend, Doped conducting-polymer–semiconducting-polymer interfaces: their use in organic photovoltaic devices. *Phys. Rev. B* 60, 1854–1860 (1999)
13. F. Jonas, G. Hevwang, Technical applications for conductive polymers. *Electrochim. Acta* 39, 1345–1347 (1994)
14. F. Jonas, W. Kraft, B. Muys, Poly (3,4-ethylenedioxythiophene): conductive coatings, technical applications and properties. *Macromol. Symp.* 100, 169–173 (1995)
15. M. Granstrom, O. Inganäs, Flexible arrays of submicrometer sized polymeric light emitting diodes. *Adv. Mater.* 7, 1012–1015 (1995)
16. Y. Cao, G. Yu, C. Zhang, R. Menon, A.J. Heeger, Polymer light emitting diodes with polyethylene dioxythiophene–polystyrene sulfonate as the transparent anode. *Synth. Met.* 87, 171–174 (1997)
17. L.S. Roman, W. Mammo, L.A.A. Petersson, M.R. Andersson, O. Inganäs, High quantum efficiency polythiophene. *Adv. Mater.* 10, 774–777 (1998)
18. H.W. Heur, R. Wehrmann, S. Kirchmeyer, Electrochromic window based on conducting poly(3,4-ethylenedioxythiophene)–poly(styrene sulfonate). *Adv. Funct. Mater.* 12, 89–94 (2002)
19. H.S. Woo, Y.B. Kim, R. Czerw, D.L. Carroll, J. Ballato, P.M. Ajayan, tailoring hole transport in organic light-emitting devices using carbon nanotube-polymer nanocomposites. *J. Korean Phys. Soc.* 45, 507–511 (2004)
20. A.K. Geim, K.S. Novoselov, The rise of graphene. *Nat. Mater.* 6, 183–191 (2007)
21. N.A. Kotov, Materials science: carbon sheet solutions. *Nature* 442, 254–255 (2006)
22. C. Gomez-Navarro, M. Burghard, K. Kern, Elastic properties of chemically derived single graphene sheets. *Nano Lett.* 8, 2045–2049 (2008)
23. P. Avouris, Z.H. Chen, V. Perebeinos, Carbon based electronics. *Nat. Nanotechnol.* 2, 605–615 (2007)
24. Y. Li, X.B. Fan, J.J. Qi, J.Y. Ji, S.L. Wang, G.L. Zhang, F.B. Zhang, Gold nanoparticles–graphene hybrids as active catalysts for Suzuki reaction. *Mater. Res. Bull.* 45, 1413–1418 (2010)

25. Z.F. Liu, Q. Liu, Y. Huang, Y.F. Ma, S.G. Yin, X.Y. Zhang, W. Sun, Y.S. Chun, Organic photovoltaic devices based on a novel acceptor material: graphene. *Adv. Mater.* 20, 3924–3930 (2008)
26. X. Wang, L.J. Zhi, K. Mullen, Transparent, conductive graphene electrodes for dye-sensitized solar cells. *Nano Lett.* 8, 323–327 (2008)
27. S. Park, R.S. Ruoff, Chemical methods for the production of graphenes. *Nat. Immunol.* 4, 217–224 (2009)
28. D.R. Dreyer, S. Park, C.W. Bielawski, R.S. Ruoff, The chemistry of graphene oxide. *Chem. Soc. Rev.* 39, 228–240 (2010)
29. G.M. Joshi, K. Deshmukh, Electrical characterization of polymer composite gel under biasing as polar medium. *Ionics* 20(4), 529–534 (2013)
30. S. Morariu, D. Rusu, In situ gelation of aqueous solutions of entangled poly(vinyl alcohol). *Soft Matter* 9, 1244–1253 (2013)
31. G.M. Joshi, T. Cuberes, *Ionics*, DC bias function of electrical characterization of PVA induced nickel chloride composite film. *Ionics* 19(6), 947–950 (2013)
32. S. Marino, G.M. Joshi, A. Lusuardia, M.T. Cuberesa, Ultrasonic force microscopy on poly(vinyl alcohol)/SrTiO<sub>3</sub> nano-perovskites hybrid films. *Ultramicroscopy* 142(3), 32–39 (2014)
33. E. Benseddik, M. Makhlouki, J.C. Bernede, S. Lefrant, A. Pron, XPS studies of environmental stability of polypyrrole-poly(vinyl alcohol) composites. *Synth. Met.* 72, 237–242 (1995)
34. W.S. Hummers, R.E. Offman, Preparation of graphitic oxide. *J. Am. Chem. Soc.* 80, 1339 (1958)
35. K. Deshmukh, S.M. Khatake, G.M. Joshi, Surface properties of graphene oxide reinforced polyvinylchloride nanocomposites. *J. Polym. Res.* 20, 286–296 (2013)
36. K. Deshmukh, G.M. Joshi, Novel nanocomposites of graphene oxide reinforced poly(3,4-ethylenedioxythiophene)-block-poly(ethylene glycol) and polyvinylidene fluoride for embedded capacitor applications. *RSC Adv.* 4, 37954–37963 (2014)

37. K. Deshmukh, G.M. Joshi, Thermo-mechanical properties of poly(vinyl chloride)/graphene oxide as high-performance nanocomposites. *Polym. Test.* 34, 211–219 (2014)
38. L.A.A. Pettersson, S. Ghosh, O. Inganäs, Optical anisotropy in thin films of poly(3,4-ethylenedioxythiophene)–poly(4-styrenesulfonate). *Org. Electron.* 3, 143–148 (2002)
39. Z. Ni, Y. Wang, T. Yu, Z. Shen, Raman spectroscopy and imaging of graphene. *Nano Res.* 1, 273–291 (2008)
40. R. Koizhaiganova, H.J. Kim, T. Vasudevan, S. Kudaibergenov, M.S. Lee, In situ polymerization of 3-hexylthiophene with double-walled carbon nanotubes: studies on the conductive nanocomposite. *J. Appl. Polym. Sci.* 115, 2448–2454 (2010)
41. S. Selvaganesh, J. Mathiyarasu, K. Phani, V. Yegnaraman, Chemical synthesis of PEDOT–Au nanocomposite. *Nano Scale Res. Lett.* 2, 546–549 (2007)
42. N. Ning, X. Bai, D. Yang, I. Zhang, Y. Lu, T. Nishi, M. Tian, Dramatically improved dielectric properties of polymer composites by controlling the alignment of carbon nanotubes in matrix. *RSC Adv.* 4, 4543–4551 (2014)
43. G.M. Joshi, S.M. Khatake, S. Kaleemulla, N.M. Rao, T. Cuberes, Effect of dopant and DC bias potential on dielectric properties of polyvinyl alcohol (PVA)/PbTiO<sub>3</sub>-composite films. *Curr. Appl. Phys.* 11(6), 1322–1335 (2011)
44. K. Deshmukh, G.M. Joshi, Embedded capacitor applications of graphene oxide reinforced poly(3,4-ethylenedioxythiophene)-tetramethacrylate (PEDOT-TMA) composites. *J. Mater. Sci. Mater. Electron.* 26(8), 5896–5909 (2015)
45. ASTM E111-17, Standard Test Method for Young's Modulus, Tangent Modulus, and Chord Modulus, ASTM International, West Conshohocken, PA, 2017.



### 4.3 ANEXOS

#### General Linear Model: voltage versus ppy, go, pe

The following terms cannot be estimated and were removed:  
 ppy\*go, ppy\*pe, go\*pe, ppy\*go\*pe

Method

Factor coding (-1, 0, +1)

#### Factor Information

| Factor | Type  | Levels | Values             |
|--------|-------|--------|--------------------|
| ppy    | Fixed | 4      | 0.0, 0.1, 0.2, 0.3 |
| go     | Fixed | 4      | 0, 0.2, 0.3, 0.5   |
| pe     | Fixed | 4      | 0, 0.2, 0.3, 0.5   |

#### Analysis of Variance

| Source | DF | Adj SS | Adj MS  | F-Value | P-Value |
|--------|----|--------|---------|---------|---------|
| ppy    | 3  | 1.2498 | 0.41661 | 4.36    | 0.192   |
| go     | 3  | 0.6286 | 0.20954 | 2.19    | 0.329   |
| pe     | 3  | 1.1702 | 0.39006 | 4.08    | 0.203   |
| Error  | 2  | 0.1913 | 0.09564 |         |         |
| Total  | 11 | 3.1792 |         |         |         |

#### Model Summary

| S        | R-sq   | R-sq(adj) | R-sq(pred) |
|----------|--------|-----------|------------|
| 0.309250 | 93.98% | 66.91%    | 0.00%      |

#### Coefficients

| Term     | Coef   | SE Coef | T-Value | P-Value | VIF  |
|----------|--------|---------|---------|---------|------|
| Constant | 0.983  | 0.118   | 8.32    | 0.014   |      |
| ppy      |        |         |         |         |      |
| 0.0      | -0.310 | 0.134   | -2.32   | 0.146   | 1.25 |
| 0.1      | -0.443 | 0.223   | -1.99   | 0.185   | 2.08 |
| 0.2      | 0.604  | 0.223   | 2.71    | 0.114   | 2.08 |
| go       |        |         |         |         |      |
| 0        | 0.185  | 0.134   | 1.38    | 0.300   | 1.25 |
| 0.2      | 0.409  | 0.223   | 1.83    | 0.208   | 2.08 |
| 0.3      | -0.320 | 0.223   | -1.43   | 0.288   | 2.08 |
| pe       |        |         |         |         |      |
| 0        | -0.227 | 0.134   | -1.70   | 0.232   | 1.25 |
| 0.2      | -0.303 | 0.223   | -1.36   | 0.307   | 2.08 |
| 0.3      | -0.212 | 0.223   | -0.95   | 0.442   | 2.08 |

#### Regression Equation

$$\begin{aligned} \text{voltage} = & 0.983 - 0.310 \text{ ppy}_{0.0} - 0.443 \text{ ppy}_{0.1} + 0.604 \text{ ppy}_{0.2} + 0.149 \text{ ppy}_{0.3} \\ & + 0.185 \text{ go}_0 \\ & + 0.409 \text{ go}_{0.2} - 0.320 \text{ go}_{0.3} - 0.275 \text{ go}_{0.5} - 0.227 \text{ pe}_0 \\ & - 0.303 \text{ pe}_{0.2} \\ & - 0.212 \text{ pe}_{0.3} + 0.743 \text{ pe}_{0.5} \end{aligned}$$

## General Linear Model: resistencia versus sal, pva/ppy

### Factor Information

| Factor  | Type  | Levels | Values              |
|---------|-------|--------|---------------------|
| sal     | Fixed | 3      | 0, 1, 2             |
| pva/ppy | Fixed | 3      | 4/0.1, 4/0.2, 4/0.3 |

### Analysis of Variance

| Source      | DF | Adj SS  | Adj MS  | F-Value | P-Value |
|-------------|----|---------|---------|---------|---------|
| sal         | 2  | 20766.7 | 10383.4 | 626.40  | 0.000   |
| pva/ppy     | 2  | 1296.9  | 648.4   | 39.12   | 0.000   |
| sal*pva/ppy | 4  | 2467.7  | 616.9   | 37.22   | 0.000   |
| Error       | 18 | 298.4   | 16.6    |         |         |
| Total       | 26 | 24829.7 |         |         |         |

### Model Summary

| S       | R-sq   | R-sq(adj) | R-sq(pred) |
|---------|--------|-----------|------------|
| 4.07140 | 98.80% | 98.26%    | 97.30%     |

### Coefficients

| Term        | Coef   | SE Coef | T-Value | P-Value | VIF  |
|-------------|--------|---------|---------|---------|------|
| Constant    | 20.891 | 0.784   | 26.66   | 0.000   |      |
| sal         |        |         |         |         |      |
| 0           | 39.22  | 1.11    | 35.39   | 0.000   | 1.33 |
| 1           | -19.81 | 1.11    | -17.88  | 0.000   | 1.33 |
| pva/ppy     |        |         |         |         |      |
| 4/0.1       | -8.85  | 1.11    | -7.99   | 0.000   | 1.33 |
| 4/0.2       | 0.78   | 1.11    | 0.71    | 0.489   | 1.33 |
| sal*pva/ppy |        |         |         |         |      |
| 0 4/0.1     | -16.93 | 1.57    | -10.80  | 0.000   | 1.78 |
| 0 4/0.2     | 0.77   | 1.57    | 0.49    | 0.628   | 1.78 |
| 1 4/0.1     | 8.08   | 1.57    | 5.16    | 0.000   | 1.78 |
| 1 4/0.2     | 0.02   | 1.57    | 0.01    | 0.991   | 1.78 |

### Regression Equation

$$\begin{aligned}
 \text{resistencia} = & 20.891 + 39.22 \text{ sal}_0 - 19.81 \text{ sal}_1 - 19.41 \text{ sal}_2 \\
 & - 8.85 \text{ pva/ppy}_{4/0.1} \\
 & + 0.78 \text{ pva/ppy}_{4/0.2} + 8.07 \text{ pva/ppy}_{4/0.3} - 16.93 \text{ sal*pva/ppy}_0 \\
 & 4/0.1 \\
 & + 0.77 \text{ sal*pva/ppy}_0 4/0.2 + 16.15 \text{ sal*pva/ppy}_0 4/0.3 \\
 & + 8.08 \text{ sal*pva/ppy}_1 \\
 & 4/0.1 + 0.02 \text{ sal*pva/ppy}_1 4/0.2 - 8.10 \text{ sal*pva/ppy}_1 4/0.3 \\
 & + 8.84 \text{ sal*pva/ppy}_2 4/0.1 - 0.79 \text{ sal*pva/ppy}_2 4/0.2 \\
 & - 8.05 \text{ sal*pva/ppy}_2 \\
 & 4/0.3
 \end{aligned}$$

**DATOS DEL CALCULO DE MODULO DE YOUNG MINIMOS CUADRADOS**

ENSAYO :            tension  
 IDENTIFICACION PVA  
 MATERIAL :        polivil alcohol  
 ESTANDARES : E-111            D-882

| X deformacion (mm) | Y esfuerzo (MPA) | XY          | X2          |     |        |
|--------------------|------------------|-------------|-------------|-----|--------|
| 0                  | 0.00065          | 0           | 0           |     |        |
| 0.00079            | 0.14524          | 0.00011474  | 6.241E-07   | k   | 313    |
| 0.00188            | 0.36013          | 0.000677044 | 3.5344E-06  | SXY | 274.14 |
| 0.00293            | 0.50886          | 0.00149096  | 8.5849E-06  | X'  | 0.16   |
| 0.00397            | 0.63148          | 0.002506976 | 1.57609E-05 | Y'  | 4.73   |
| 0.00498            | 0.73283          | 0.003649493 | 2.48004E-05 | SX2 | 10.67  |
| 0.00599            | 0.82836          | 0.004961876 | 3.58801E-05 | X'2 | 0.03   |
| 0.00699            | 0.90738          | 0.006342586 | 4.88601E-05 |     |        |
| 0.00799            | 0.98702          | 0.00788629  | 6.38401E-05 |     |        |
| 0.009              | 1.05828          | 0.00952452  | 0.000081    |     |        |
| 0.01               | 1.12837          | 0.0112837   | 0.0001      |     |        |
| 0.01099            | 1.19743          | 0.013159756 | 0.00012078  |     |        |
| 0.012              | 1.26339          | 0.01516068  | 0.000144    |     |        |
| 0.013              | 1.32081          | 0.01717053  | 0.000169    |     |        |
| 0.014              | 1.38297          | 0.01936158  | 0.000196    |     |        |
| 0.015              | 1.44338          | 0.0216507   | 0.000225    |     |        |
| 0.01599            | 1.50154          | 0.024009625 | 0.00025568  |     |        |
| 0.017              | 1.55917          | 0.02650589  | 0.000289    |     |        |
| 0.018              | 1.61136          | 0.02900448  | 0.000324    |     |        |
| 0.019              | 1.66121          | 0.03156299  | 0.000361    |     |        |
| 0.02               | 1.71742          | 0.0343484   | 0.0004      |     |        |
| 0.021              | 1.76302          | 0.03702342  | 0.000441    |     |        |
| 0.022              | 1.8065           | 0.039743    | 0.000484    |     |        |
| 0.023              | 1.86343          | 0.04285889  | 0.000529    |     |        |
| 0.024              | 1.90735          | 0.0457764   | 0.000576    |     |        |
| 0.025              | 1.95406          | 0.0488515   | 0.000625    |     |        |
| 0.026              | 2                | 0.052       | 0.000676    |     |        |
| 0.027              | 2.04782          | 0.05529114  | 0.000729    |     |        |
| 0.028              | 2.09141          | 0.05855948  | 0.000784    |     |        |
| 0.029              | 2.13516          | 0.06191964  | 0.000841    |     |        |
| 0.02999            | 2.1792           | 0.065354208 | 0.0008994   |     |        |
| 0.031              | 2.22615          | 0.06901065  | 0.000961    |     |        |
| 0.032              | 2.26558          | 0.07249856  | 0.001024    |     |        |
| 0.033              | 2.30636          | 0.07610988  | 0.001089    |     |        |
| 0.034              | 2.34529          | 0.07973986  | 0.001156    |     |        |

**DATOS DEL CALCULO DE MODULO DE YOUNG MINIMOS CUADRADOS**

ENSAYO :            tension  
 IDENTIFICACION PVANT  
 MATERIAL :        polivil alcohol/NaTF  
 ESTANDARES : E-111            D-882

| X deformacion (mm) | Y esfuerzo (MPA) | XY          | X2          |     |        |
|--------------------|------------------|-------------|-------------|-----|--------|
| 0                  | 0.00036          | 0           | 0           |     |        |
| 0.00062            | 0.02197          | 1.36214E-05 | 3.844E-07   | k   | 420    |
| 0.00178            | 0.08069          | 0.000143628 | 3.1684E-06  | SXY | 194.24 |
| 0.00288            | 0.14199          | 0.000408931 | 8.2944E-06  | X'  | 0.21   |
| 0.00394            | 0.20235          | 0.000797259 | 1.55236E-05 | Y'  | 2.12   |
| 0.00497            | 0.25632          | 0.00127391  | 2.47009E-05 | SX2 | 24.61  |
| 0.00598            | 0.31297          | 0.001871561 | 3.57604E-05 | X'2 | 0.04   |
| 0.00699            | 0.36092          | 0.002522831 | 4.88601E-05 |     |        |
| 0.008              | 0.41221          | 0.00329768  | 0.000064    |     |        |
| 0.00899            | 0.45787          | 0.004116251 | 8.08201E-05 |     |        |
| 0.01               | 0.50311          | 0.0050311   | 0.0001      |     |        |
| 0.011              | 0.55407          | 0.00609477  | 0.000121    |     |        |
| 0.012              | 0.59349          | 0.00712188  | 0.000144    |     |        |
| 0.013              | 0.64002          | 0.00832026  | 0.000169    |     |        |
| 0.014              | 0.68964          | 0.00965496  | 0.000196    |     |        |
| 0.015              | 0.72529          | 0.01087935  | 0.000225    |     |        |
| 0.016              | 0.77098          | 0.01233568  | 0.000256    |     |        |
| 0.017              | 0.80893          | 0.01375181  | 0.000289    |     |        |
| 0.018              | 0.84884          | 0.01527912  | 0.000324    |     |        |
| 0.019              | 0.88569          | 0.01682811  | 0.000361    |     |        |
| 0.02               | 0.92383          | 0.0184766   | 0.0004      |     |        |
| 0.021              | 0.96236          | 0.02020956  | 0.000441    |     |        |
| 0.022              | 1.00038          | 0.02200836  | 0.000484    |     |        |
| 0.023              | 1.03759          | 0.02386457  | 0.000529    |     |        |
| 0.024              | 1.06918          | 0.02566032  | 0.000576    |     |        |
| 0.025              | 1.10055          | 0.02751375  | 0.000625    |     |        |
| 0.026              | 1.13207          | 0.02943382  | 0.000676    |     |        |
| 0.027              | 1.16625          | 0.03148875  | 0.000729    |     |        |
| 0.028              | 1.19615          | 0.0334922   | 0.000784    |     |        |
| 0.029              | 1.22542          | 0.03553718  | 0.000841    |     |        |
| 0.02999            | 1.25197          | 0.03754658  | 0.0008994   |     |        |
| 0.031              | 1.28395          | 0.03980245  | 0.000961    |     |        |
| 0.032              | 1.31281          | 0.04200992  | 0.001024    |     |        |
| 0.033              | 1.33675          | 0.04411275  | 0.001089    |     |        |
| 0.034              | 1.35953          | 0.04622402  | 0.001156    |     |        |

**DATOS DEL CALCULO DE MODULO DE YOUNG MINIMOS CUADRADOS**

ENSAYO :            tension  
 IDENTIFICACION PVANP  
 MATERIAL :        polivil alcohol/NaPF6  
 ESTANDARES : E-111            D-882

| X deformacion (mm) | Y esfuerzo (MPA) | XY          | X2          |     |         |
|--------------------|------------------|-------------|-------------|-----|---------|
| 0                  | -0.00415         | 0           | 0           |     |         |
| 0.00062            | 0.01017          | 6.3054E-06  | 3.844E-07   | k   | 985     |
| 0.00177            | 0.03567          | 6.31359E-05 | 3.1329E-06  | SXY | 1527.79 |
| 0.00287            | 0.05355          | 0.000153689 | 8.2369E-06  | X'  | 0.49    |
| 0.00393            | 0.08167          | 0.000320963 | 1.54449E-05 | Y'  | 2.60    |
| 0.00497            | 0.09951          | 0.000494565 | 2.47009E-05 | SX2 | 318.07  |
| 0.00598            | 0.12267          | 0.000733567 | 3.57604E-05 | X'2 | 0.24    |
| 0.00699            | 0.14139          | 0.000988316 | 4.88601E-05 |     |         |
| 0.008              | 0.16183          | 0.00129464  | 0.000064    |     |         |
| 0.00899            | 0.1788           | 0.001607412 | 8.08201E-05 |     |         |
| 0.01               | 0.20036          | 0.0020036   | 0.0001      |     |         |
| 0.011              | 0.21549          | 0.00237039  | 0.000121    |     |         |
| 0.012              | 0.23409          | 0.00280908  | 0.000144    |     |         |
| 0.013              | 0.25549          | 0.00332137  | 0.000169    |     |         |
| 0.014              | 0.27122          | 0.00379708  | 0.000196    |     |         |
| 0.015              | 0.28612          | 0.0042918   | 0.000225    |     |         |
| 0.016              | 0.3081           | 0.0049296   | 0.000256    |     |         |
| 0.017              | 0.32296          | 0.00549032  | 0.000289    |     |         |
| 0.018              | 0.34118          | 0.00614124  | 0.000324    |     |         |
| 0.019              | 0.35878          | 0.00681682  | 0.000361    |     |         |
| 0.02               | 0.37226          | 0.0074452   | 0.0004      |     |         |
| 0.02101            | 0.3871           | 0.008132971 | 0.00044142  |     |         |
| 0.022              | 0.40371          | 0.00888162  | 0.000484    |     |         |
| 0.02301            | 0.42032          | 0.009671563 | 0.00052946  |     |         |
| 0.02401            | 0.43591          | 0.010466199 | 0.00057648  |     |         |
| 0.025              | 0.45373          | 0.01134325  | 0.000625    |     |         |
| 0.02601            | 0.47095          | 0.01224941  | 0.00067652  |     |         |
| 0.027              | 0.48756          | 0.01316412  | 0.000729    |     |         |
| 0.028              | 0.49967          | 0.01399076  | 0.000784    |     |         |
| 0.02901            | 0.51616          | 0.014973802 | 0.00084158  |     |         |
| 0.03               | 0.52701          | 0.0158103   | 0.0009      |     |         |
| 0.03101            | 0.54395          | 0.01686789  | 0.00096162  |     |         |
| 0.03201            | 0.55887          | 0.017889429 | 0.00102464  |     |         |
| 0.033              | 0.57322          | 0.01891626  | 0.001089    |     |         |
| 0.03401            | 0.58482          | 0.019889728 | 0.00115668  |     |         |

**DATOS DEL CALCULO DE MODULO DE YOUNG MINIMOS CUADRADOS**

ENSAYO :            tension  
 IDENTIFICACION Py3  
 MATERIAL :        polivil alcohol/polipirrol  
 ESTANDARES : E-111            D-882

| X deformacion (mm) | Y esfuerzo ( MPA) | XY          | X2          |     |        |
|--------------------|-------------------|-------------|-------------|-----|--------|
| 0                  | -0.00164          | 0           | 0           |     |        |
| 0.00064            | 0.16851           | 0.000107846 | 4.096E-07   | k   | 386    |
| 0.00179            | 0.53101           | 0.000950508 | 3.2041E-06  | SXY | 349.07 |
| 0.00288            | 0.75478           | 0.002173766 | 8.2944E-06  | X'  | 0.19   |
| 0.00394            | 0.93656           | 0.003690046 | 1.55236E-05 | Y'  | 4.29   |
| 0.00497            | 1.0823            | 0.005379031 | 2.47009E-05 | SX2 | 17.51  |
| 0.00599            | 1.19814           | 0.007176859 | 3.58801E-05 | X'2 | 0.04   |
| 0.00699            | 1.30595           | 0.009128591 | 4.88601E-05 |     |        |
| 0.00799            | 1.39442           | 0.011141416 | 6.38401E-05 |     |        |
| 0.009              | 1.47473           | 0.01327257  | 0.000081    |     |        |
| 0.01               | 1.54623           | 0.0154623   | 0.0001      |     |        |
| 0.011              | 1.61968           | 0.01781648  | 0.000121    |     |        |
| 0.012              | 1.6816            | 0.0201792   | 0.000144    |     |        |
| 0.013              | 1.73631           | 0.02257203  | 0.000169    |     |        |
| 0.014              | 1.79051           | 0.02506714  | 0.000196    |     |        |
| 0.015              | 1.8418            | 0.027627    | 0.000225    |     |        |
| 0.016              | 1.88463           | 0.03015408  | 0.000256    |     |        |
| 0.017              | 1.93128           | 0.03283176  | 0.000289    |     |        |
| 0.018              | 1.96647           | 0.03539646  | 0.000324    |     |        |
| 0.019              | 2.00747           | 0.03814193  | 0.000361    |     |        |
| 0.02               | 2.0475            | 0.04095     | 0.0004      |     |        |
| 0.021              | 2.08615           | 0.04380915  | 0.000441    |     |        |
| 0.022              | 2.12681           | 0.04678982  | 0.000484    |     |        |
| 0.023              | 2.15316           | 0.04952268  | 0.000529    |     |        |
| 0.024              | 2.19486           | 0.05267664  | 0.000576    |     |        |
| 0.02501            | 2.2154            | 0.055407154 | 0.0006255   |     |        |
| 0.026              | 2.25305           | 0.0585793   | 0.000676    |     |        |
| 0.027              | 2.27148           | 0.06132996  | 0.000729    |     |        |
| 0.02801            | 2.32321           | 0.065073112 | 0.00078456  |     |        |
| 0.029              | 2.33789           | 0.06779881  | 0.000841    |     |        |
| 0.03               | 2.37392           | 0.0712176   | 0.0009      |     |        |
| 0.031              | 2.39869           | 0.07435939  | 0.000961    |     |        |
| 0.032              | 2.42336           | 0.07754752  | 0.001024    |     |        |
| 0.03301            | 2.45704           | 0.08110689  | 0.00108966  |     |        |
| 0.034              | 2.47489           | 0.08414626  | 0.001156    |     |        |

**DATOS DEL CALCULO DE MODULO DE YOUNG MINIMOS CUADRADOS**

ENSAYO :            tension  
 IDENTIFICACION PYNT3  
 MATERIAL :        polivil alcohol/polipirrol/NaTF  
 ESTANDARES : E-111            D-882

| X deformacion (mm) | Y esfuerzo (MPA) | XY          | X2          |     |         |
|--------------------|------------------|-------------|-------------|-----|---------|
| 0                  | -0.00533         | 0           | 0           |     |         |
| 0.00062            | 0.01525          | 0.000009455 | 3.844E-07   | k   | 865     |
| 0.00177            | 0.04413          | 7.81101E-05 | 3.1329E-06  | SXY | 1092.70 |
| 0.00287            | 0.07216          | 0.000207099 | 8.2369E-06  | X'  | 0.43    |
| 0.00394            | 0.09383          | 0.00036969  | 1.55236E-05 | Y'  | 2.44    |
| 0.00496            | 0.12265          | 0.000608344 | 2.46016E-05 | SX2 | 215.36  |
| 0.00598            | 0.14446          | 0.000863871 | 3.57604E-05 | X'2 | 0.19    |
| 0.00699            | 0.16986          | 0.001187321 | 4.88601E-05 |     |         |
| 0.00799            | 0.18635          | 0.001488937 | 6.38401E-05 |     |         |
| 0.00899            | 0.20474          | 0.001840613 | 8.08201E-05 |     |         |
| 0.00999            | 0.23061          | 0.002303794 | 9.98001E-05 |     |         |
| 0.01099            | 0.25128          | 0.002761567 | 0.00012078  |     |         |
| 0.012              | 0.27111          | 0.00325332  | 0.000144    |     |         |
| 0.01299            | 0.29026          | 0.003770477 | 0.00016874  |     |         |
| 0.014              | 0.31435          | 0.0044009   | 0.000196    |     |         |
| 0.015              | 0.32801          | 0.00492015  | 0.000225    |     |         |
| 0.016              | 0.3442           | 0.0055072   | 0.000256    |     |         |
| 0.017              | 0.36004          | 0.00612068  | 0.000289    |     |         |
| 0.018              | 0.3851           | 0.0069318   | 0.000324    |     |         |
| 0.019              | 0.39996          | 0.00759924  | 0.000361    |     |         |
| 0.02               | 0.41893          | 0.0083786   | 0.0004      |     |         |
| 0.021              | 0.43821          | 0.00920241  | 0.000441    |     |         |
| 0.022              | 0.45306          | 0.00996732  | 0.000484    |     |         |
| 0.023              | 0.46961          | 0.01080103  | 0.000529    |     |         |
| 0.024              | 0.48333          | 0.01159992  | 0.000576    |     |         |
| 0.025              | 0.50275          | 0.01256875  | 0.000625    |     |         |
| 0.026              | 0.51704          | 0.01344304  | 0.000676    |     |         |
| 0.027              | 0.53789          | 0.01452303  | 0.000729    |     |         |
| 0.02801            | 0.55539          | 0.015556474 | 0.00078456  |     |         |
| 0.029              | 0.56881          | 0.01649549  | 0.000841    |     |         |
| 0.03               | 0.58432          | 0.0175296   | 0.0009      |     |         |
| 0.031              | 0.60019          | 0.01860589  | 0.000961    |     |         |
| 0.032              | 0.61705          | 0.0197456   | 0.001024    |     |         |
| 0.033              | 0.63187          | 0.02085171  | 0.001089    |     |         |
| 0.034              | 0.65285          | 0.0221969   | 0.001156    |     |         |

**DATOS DEL CALCULO DE MODULO DE YOUNG MINIMOS CUADRADOS**

ENSAYO :            tension  
 IDENTIFICACION PYNP3  
 MATERIAL :        polivil alcohol/polipirrol/NaPF6  
 ESTANDARES :    E-111                D-882

| X deformacion (mm) | Y esfuerzo (MPA) | XY          | X2          |     |        |
|--------------------|------------------|-------------|-------------|-----|--------|
| 0                  | -0.00533         | 0           | 0           |     |        |
| 0.00062            | 0.01525          | 0.000009455 | 3.844E-07   | k   | 759    |
| 0.00177            | 0.04413          | 7.81101E-05 | 3.1329E-06  | SXY | 786.37 |
| 0.00287            | 0.07216          | 0.000207099 | 8.2369E-06  | X'  | 0.38   |
| 0.00393            | 0.09383          | 0.000368752 | 1.54449E-05 | Y'  | 2.28   |
| 0.00496            | 0.12265          | 0.000608344 | 2.46016E-05 | SX2 | 145.46 |
| 0.00598            | 0.14446          | 0.000863871 | 3.57604E-05 | X'2 | 0.14   |
| 0.00699            | 0.16986          | 0.001187321 | 4.88601E-05 |     |        |
| 0.00799            | 0.18635          | 0.001488937 | 6.38401E-05 |     |        |
| 0.009              | 0.20474          | 0.00184266  | 0.000081    |     |        |
| 0.01               | 0.23061          | 0.0023061   | 0.0001      |     |        |
| 0.011              | 0.25128          | 0.00276408  | 0.000121    |     |        |
| 0.012              | 0.27111          | 0.00325332  | 0.000144    |     |        |
| 0.013              | 0.29026          | 0.00377338  | 0.000169    |     |        |
| 0.01401            | 0.31435          | 0.004404044 | 0.00019628  |     |        |
| 0.015              | 0.32801          | 0.00492015  | 0.000225    |     |        |
| 0.016              | 0.3442           | 0.0055072   | 0.000256    |     |        |
| 0.01701            | 0.36004          | 0.00612428  | 0.00028934  |     |        |
| 0.018              | 0.3851           | 0.0069318   | 0.000324    |     |        |
| 0.01901            | 0.39996          | 0.00760324  | 0.00036138  |     |        |
| 0.02001            | 0.41893          | 0.008382789 | 0.0004004   |     |        |
| 0.021              | 0.43821          | 0.00920241  | 0.000441    |     |        |
| 0.02201            | 0.45306          | 0.009971851 | 0.00048444  |     |        |
| 0.023              | 0.46961          | 0.01080103  | 0.000529    |     |        |
| 0.024              | 0.48333          | 0.01159992  | 0.000576    |     |        |
| 0.025              | 0.50275          | 0.01256875  | 0.000625    |     |        |
| 0.026              | 0.51704          | 0.01344304  | 0.000676    |     |        |
| 0.027              | 0.53789          | 0.01452303  | 0.000729    |     |        |
| 0.028              | 0.55539          | 0.01555092  | 0.000784    |     |        |
| 0.029              | 0.56881          | 0.01649549  | 0.000841    |     |        |
| 0.03               | 0.58432          | 0.0175296   | 0.0009      |     |        |
| 0.031              | 0.60019          | 0.01860589  | 0.000961    |     |        |
| 0.032              | 0.61705          | 0.0197456   | 0.001024    |     |        |
| 0.033              | 0.63187          | 0.02085171  | 0.001089    |     |        |
| 0.034              | 0.65285          | 0.0221969   | 0.001156    |     |        |



**DATOS DEL CALCULO DE MODULO DE YOUNG MINIMOS CUADRADOS**

ENSAYO :            tension  
 IDENTIFICACION PeNT3  
 MATERIAL :        polivil alcohol/Pedot-pss /NaTF  
 ESTANDARES : E-111            D-882

| X deformacion (mm) | Y esfuerzo (MPA) | XY          | X2          |     |        |
|--------------------|------------------|-------------|-------------|-----|--------|
| 0                  | -0.00479         | 0           | 0           |     |        |
| 0.00062            | 0.01074          | 6.6588E-06  | 3.844E-07   | k   | 1162   |
| 0.00177            | 0.02898          | 5.12946E-05 | 3.1329E-06  | SXY | 113.17 |
| 0.00288            | 0.04634          | 0.000133459 | 8.2944E-06  | X'  | 0.58   |
| 0.00393            | 0.06656          | 0.000261581 | 1.54449E-05 | Y'  | 2.22   |
| 0.00496            | 0.07913          | 0.000392485 | 2.46016E-05 | SX2 | 17.51  |
| 0.00598            | 0.10042          | 0.000600512 | 3.57604E-05 | X'2 | 0.34   |
| 0.00698            | 0.11542          | 0.000805632 | 4.87204E-05 |     |        |
| 0.00799            | 0.13911          | 0.001111489 | 6.38401E-05 |     |        |
| 0.00899            | 0.14165          | 0.001273434 | 8.08201E-05 |     |        |
| 0.00999            | 0.169            | 0.00168831  | 9.98001E-05 |     |        |
| 0.011              | 0.17305          | 0.00190355  | 0.000121    |     |        |
| 0.01199            | 0.194            | 0.00232606  | 0.00014376  |     |        |
| 0.01299            | 0.20784          | 0.002699842 | 0.00016874  |     |        |
| 0.014              | 0.2251           | 0.0031514   | 0.000196    |     |        |
| 0.01499            | 0.24301          | 0.00364272  | 0.0002247   |     |        |
| 0.016              | 0.24634          | 0.00394144  | 0.000256    |     |        |
| 0.017              | 0.27616          | 0.00469472  | 0.000289    |     |        |
| 0.018              | 0.28231          | 0.00508158  | 0.000324    |     |        |
| 0.019              | 0.29799          | 0.00566181  | 0.000361    |     |        |
| 0.02               | 0.30738          | 0.0061476   | 0.0004      |     |        |
| 0.021              | 0.32633          | 0.00685293  | 0.000441    |     |        |
| 0.022              | 0.33837          | 0.00744414  | 0.000484    |     |        |
| 0.02299            | 0.35238          | 0.008101216 | 0.00052854  |     |        |
| 0.024              | 0.36935          | 0.0088644   | 0.000576    |     |        |
| 0.025              | 0.37781          | 0.00944525  | 0.000625    |     |        |
| 0.026              | 0.39676          | 0.01031576  | 0.000676    |     |        |
| 0.027              | 0.40466          | 0.01092582  | 0.000729    |     |        |
| 0.028              | 0.42449          | 0.01188572  | 0.000784    |     |        |
| 0.029              | 0.43412          | 0.01258948  | 0.000841    |     |        |
| 0.03               | 0.4442           | 0.013326    | 0.0009      |     |        |
| 0.03099            | 0.46399          | 0.01437905  | 0.00096038  |     |        |
| 0.032              | 0.46805          | 0.0149776   | 0.001024    |     |        |
| 0.033              | 0.49028          | 0.01617924  | 0.001089    |     |        |
| 0.034              | 0.49955          | 0.0169847   | 0.001156    |     |        |

**DATOS DEL CALCULO DE MODULO DE YOUNG MINIMOS CUADRADOS**

ENSAYO :            tension  
 IDENTIFICACION PE3  
 MATERIAL :        polivil alcohol/Pedot-pss  
 ESTANDARES : E-111            D-882

| X deformacion (mm) | Y esfuerzo (MPA) | XY          | X2          |     |        |
|--------------------|------------------|-------------|-------------|-----|--------|
| 0                  | -0.00165         | 0           | 0           |     |        |
| 0.00062            | 0.05941          | 3.68342E-05 | 3.844E-07   | k   | 412    |
| 0.00178            | 0.17091          | 0.00030422  | 3.1684E-06  | SXY | 286.71 |
| 0.00287            | 0.23862          | 0.000684839 | 8.2369E-06  | X'  | 0.21   |
| 0.00393            | 0.2917           | 0.001146381 | 1.54449E-05 | Y'  | 3.26   |
| 0.00497            | 0.33628          | 0.001671312 | 2.47009E-05 | SX2 | 17.51  |
| 0.00598            | 0.37095          | 0.002218281 | 3.57604E-05 | X'2 | 0.04   |
| 0.00699            | 0.41464          | 0.002898334 | 4.88601E-05 |     |        |
| 0.00799            | 0.44697          | 0.00357129  | 6.38401E-05 |     |        |
| 0.00899            | 0.4741           | 0.004262159 | 8.08201E-05 |     |        |
| 0.01               | 0.50821          | 0.0050821   | 0.0001      |     |        |
| 0.011              | 0.53214          | 0.00585354  | 0.000121    |     |        |
| 0.012              | 0.5581           | 0.0066972   | 0.000144    |     |        |
| 0.013              | 0.57988          | 0.00753844  | 0.000169    |     |        |
| 0.01399            | 0.61329          | 0.008579927 | 0.00019572  |     |        |
| 0.015              | 0.63441          | 0.00951615  | 0.000225    |     |        |
| 0.016              | 0.65622          | 0.01049952  | 0.000256    |     |        |
| 0.017              | 0.67913          | 0.01154521  | 0.000289    |     |        |
| 0.018              | 0.70562          | 0.01270116  | 0.000324    |     |        |
| 0.019              | 0.72124          | 0.01370356  | 0.000361    |     |        |
| 0.02               | 0.74384          | 0.0148768   | 0.0004      |     |        |
| 0.021              | 0.76158          | 0.01599318  | 0.000441    |     |        |
| 0.022              | 0.78061          | 0.01717342  | 0.000484    |     |        |
| 0.023              | 0.80511          | 0.01851753  | 0.000529    |     |        |
| 0.024              | 0.82171          | 0.01972104  | 0.000576    |     |        |
| 0.025              | 0.83901          | 0.02097525  | 0.000625    |     |        |
| 0.026              | 0.85393          | 0.02220218  | 0.000676    |     |        |
| 0.027              | 0.88305          | 0.02384235  | 0.000729    |     |        |
| 0.028              | 0.89464          | 0.02504992  | 0.000784    |     |        |
| 0.029              | 0.9154           | 0.0265466   | 0.000841    |     |        |
| 0.03               | 0.92899          | 0.0278697   | 0.0009      |     |        |
| 0.031              | 0.94873          | 0.02941063  | 0.000961    |     |        |
| 0.032              | 0.9651           | 0.0308832   | 0.001024    |     |        |
| 0.033              | 0.98698          | 0.03257034  | 0.001089    |     |        |
| 0.034              | 1.00121          | 0.03404114  | 0.001156    |     |        |

**DATOS DEL CALCULO DE MODULO DE YOUNG MINIMOS CUADRADOS**

ENSAYO :            tension  
 IDENTIFICACION PeNP3  
 MATERIAL :        polivil alcohol/Pedot-pss /NaPF6  
 ESTANDARES :    E-111                D-882

| X deformacion (mm) | Y esfuerzo (MPA) | XY          | X2          |     |        |
|--------------------|------------------|-------------|-------------|-----|--------|
| 0                  | -0.00479         | 0           | 0           |     |        |
| 0.00062            | 0.01074          | 6.6588E-06  | 3.844E-07   | k   | 619    |
| 0.00178            | 0.02898          | 5.15844E-05 | 3.1684E-06  | SXY | 113.17 |
| 0.00287            | 0.04634          | 0.000132996 | 8.2369E-06  | X'  | 0.31   |
| 0.00394            | 0.06656          | 0.000262246 | 1.55236E-05 | Y'  | 1.67   |
| 0.00496            | 0.07913          | 0.000392485 | 2.46016E-05 | SX2 | 17.51  |
| 0.00598            | 0.10042          | 0.000600512 | 3.57604E-05 | X'2 | 0.10   |
| 0.00699            | 0.11542          | 0.000806786 | 4.88601E-05 |     |        |
| 0.00799            | 0.13911          | 0.001111489 | 6.38401E-05 |     |        |
| 0.00899            | 0.14165          | 0.001273434 | 8.08201E-05 |     |        |
| 0.00999            | 0.169            | 0.00168831  | 9.98001E-05 |     |        |
| 0.01099            | 0.17305          | 0.00190182  | 0.00012078  |     |        |
| 0.012              | 0.194            | 0.002328    | 0.000144    |     |        |
| 0.01299            | 0.20784          | 0.002699842 | 0.00016874  |     |        |
| 0.014              | 0.2251           | 0.0031514   | 0.000196    |     |        |
| 0.015              | 0.24301          | 0.00364515  | 0.000225    |     |        |
| 0.01599            | 0.24634          | 0.003938977 | 0.00025568  |     |        |
| 0.017              | 0.27616          | 0.00469472  | 0.000289    |     |        |
| 0.018              | 0.28231          | 0.00508158  | 0.000324    |     |        |
| 0.01899            | 0.29799          | 0.00565883  | 0.00036062  |     |        |
| 0.02               | 0.30738          | 0.0061476   | 0.0004      |     |        |
| 0.021              | 0.32633          | 0.00685293  | 0.000441    |     |        |
| 0.02199            | 0.33837          | 0.007440756 | 0.00048356  |     |        |
| 0.023              | 0.35238          | 0.00810474  | 0.000529    |     |        |
| 0.02399            | 0.36935          | 0.008860707 | 0.00057552  |     |        |
| 0.025              | 0.37781          | 0.00944525  | 0.000625    |     |        |
| 0.026              | 0.39676          | 0.01031576  | 0.000676    |     |        |
| 0.027              | 0.40466          | 0.01092582  | 0.000729    |     |        |
| 0.028              | 0.42449          | 0.01188572  | 0.000784    |     |        |
| 0.02899            | 0.43412          | 0.012585139 | 0.00084042  |     |        |
| 0.03               | 0.4442           | 0.013326    | 0.0009      |     |        |
| 0.03101            | 0.46399          | 0.01438833  | 0.00096162  |     |        |
| 0.03199            | 0.46805          | 0.01497292  | 0.00102336  |     |        |
| 0.033              | 0.49028          | 0.01617924  | 0.001089    |     |        |
| 0.034              | 0.49955          | 0.0169847   | 0.001156    |     |        |

**DATOS DEL CALCULO DE MODULO DE YOUNG MINIMOS CUADRADOS**

ENSAYO :            tension  
 IDENTIFICACION : G3  
 MATERIAL :         polivil alcohol/oxido de grafeno  
 ESTANDARES :    E-111            D-882

| X deformacion (mm) | Y esfuerzo (MPA) | XY        | X2        |     |       |
|--------------------|------------------|-----------|-----------|-----|-------|
| 0                  | 0.00239          | 0         | 0         |     |       |
| 0.00061            | 0.02388          | 1.457E-05 | 3.721E-07 | k   | 290   |
| 0.00177            | 0.05589          | 9.893E-05 | 3.133E-06 | SXY | 81.09 |
| 0.00287            | 0.08604          | 0.0002469 | 8.237E-06 | X'  | 0.14  |
| 0.00393            | 0.12156          | 0.0004777 | 1.544E-05 | Y'  | 1.59  |
| 0.00497            | 0.14563          | 0.0007238 | 2.47E-05  | SX2 | 8.09  |
| 0.00598            | 0.17175          | 0.0010271 | 3.576E-05 | X'2 | 0.02  |
| 0.00699            | 0.1973           | 0.0013791 | 4.886E-05 |     |       |
| 0.00799            | 0.22142          | 0.0017691 | 6.384E-05 |     |       |
| 0.00899            | 0.24039          | 0.0021611 | 8.082E-05 |     |       |
| 0.01               | 0.26313          | 0.0026313 | 0.0001    |     |       |
| 0.011              | 0.2919           | 0.0032109 | 0.000121  |     |       |
| 0.012              | 0.31302          | 0.0037562 | 0.000144  |     |       |
| 0.013              | 0.332            | 0.004316  | 0.000169  |     |       |
| 0.014              | 0.35251          | 0.0049351 | 0.000196  |     |       |
| 0.015              | 0.36563          | 0.0054845 | 0.000225  |     |       |
| 0.01599            | 0.39282          | 0.0062812 | 0.0002557 |     |       |
| 0.017              | 0.40853          | 0.006945  | 0.000289  |     |       |
| 0.018              | 0.43423          | 0.0078161 | 0.000324  |     |       |
| 0.01899            | 0.45499          | 0.0086403 | 0.0003606 |     |       |
| 0.02               | 0.47141          | 0.0094282 | 0.0004    |     |       |
| 0.021              | 0.49078          | 0.0103064 | 0.000441  |     |       |
| 0.02199            | 0.50663          | 0.0111408 | 0.0004836 |     |       |
| 0.023              | 0.52252          | 0.012018  | 0.000529  |     |       |
| 0.024              | 0.53857          | 0.0129257 | 0.000576  |     |       |
| 0.02499            | 0.56247          | 0.0140561 | 0.0006245 |     |       |
| 0.026              | 0.57666          | 0.0149932 | 0.000676  |     |       |
| 0.02699            | 0.59555          | 0.0160739 | 0.0007285 |     |       |
| 0.028              | 0.61536          | 0.0172301 | 0.000784  |     |       |
| 0.029              | 0.6307           | 0.0182903 | 0.000841  |     |       |
| 0.03               | 0.64707          | 0.0194121 | 0.0009    |     |       |
| 0.031              | 0.65839          | 0.0204101 | 0.000961  |     |       |
| 0.032              | 0.68231          | 0.0218339 | 0.001024  |     |       |
| 0.033              | 0.69856          | 0.0230525 | 0.001089  |     |       |
| 0.034              | 0.7096           | 0.0241264 | 0.001156  |     |       |

## DATOS DEL CALCULO DE MODULO DE YOUNG MINIMOS CUADRADOS

ENSAYO :            tension  
 IDENTIFICACION GNT3  
 MATERIAL :        polivil alcohol/oxido de grafeno /NATF  
 ESTANDARES : E-111            D-882

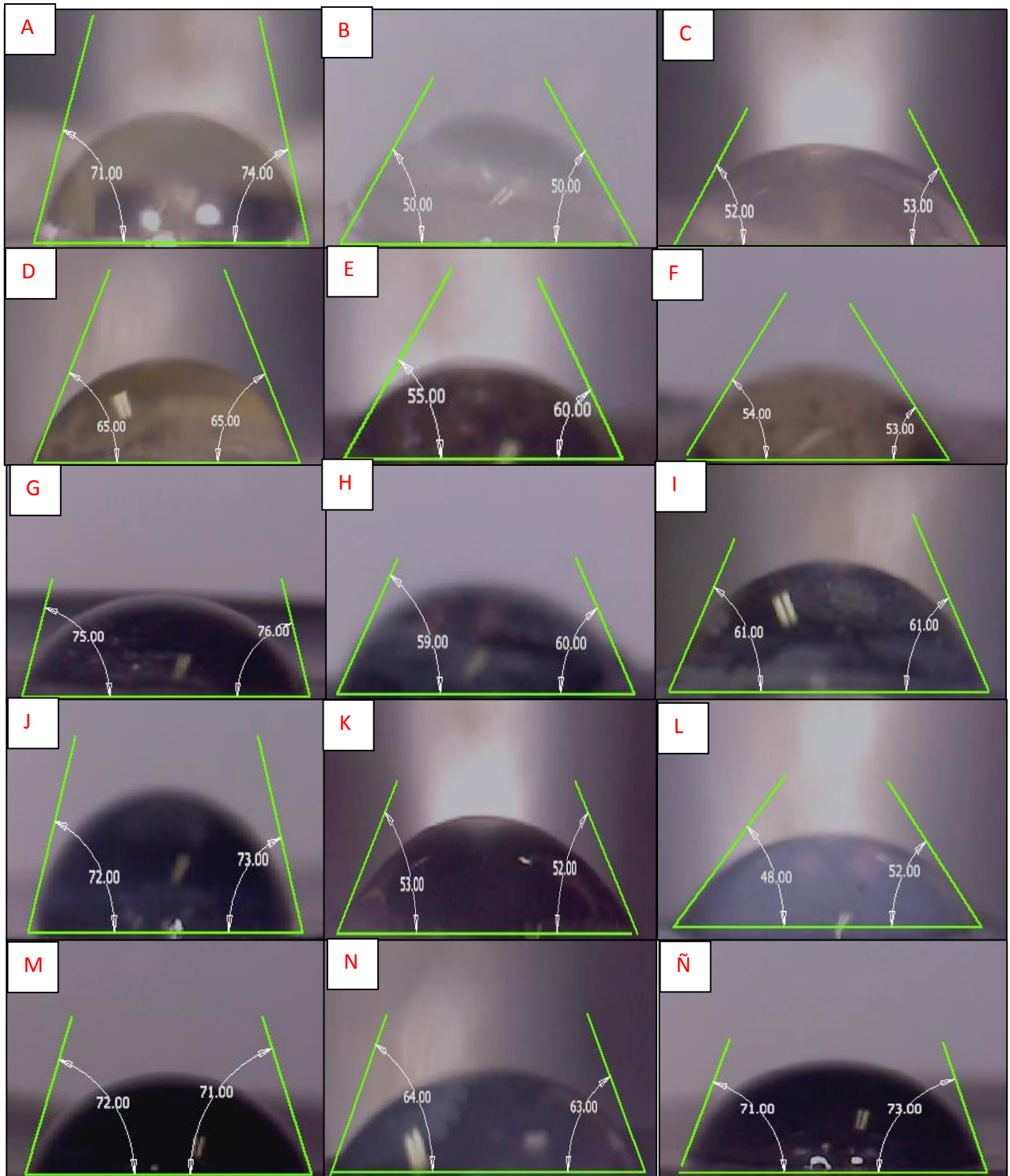
| X deformacion (mm) | Y esfuerzo (MPA) | XY          | X2          |     |        |
|--------------------|------------------|-------------|-------------|-----|--------|
| 0                  | 0.00239          | 0           | 0           |     |        |
| 0.00061            | 0.02388          | 1.45668E-05 | 3.721E-07   | k   | 691    |
| 0.00177            | 0.05589          | 9.89253E-05 | 3.1329E-06  | SXY | 646.68 |
| 0.00287            | 0.08604          | 0.000246935 | 8.2369E-06  | X'  | 0.34   |
| 0.00393            | 0.12156          | 0.000477731 | 1.54449E-05 | Y'  | 2.34   |
| 0.00497            | 0.14563          | 0.000723781 | 2.47009E-05 | SX2 | 109.74 |
| 0.00598            | 0.17175          | 0.001027065 | 3.57604E-05 | X'2 | 0.12   |
| 0.00699            | 0.1973           | 0.001379127 | 4.88601E-05 |     |        |
| 0.008              | 0.22142          | 0.00177136  | 0.000064    |     |        |
| 0.00899            | 0.24039          | 0.002161106 | 8.08201E-05 |     |        |
| 0.01               | 0.26313          | 0.0026313   | 0.0001      |     |        |
| 0.011              | 0.2919           | 0.0032109   | 0.000121    |     |        |
| 0.012              | 0.31302          | 0.00375624  | 0.000144    |     |        |
| 0.013              | 0.332            | 0.004316    | 0.000169    |     |        |
| 0.014              | 0.35251          | 0.00493514  | 0.000196    |     |        |
| 0.015              | 0.36563          | 0.00548445  | 0.000225    |     |        |
| 0.016              | 0.39282          | 0.00628512  | 0.000256    |     |        |
| 0.01699            | 0.40853          | 0.006940925 | 0.00028866  |     |        |
| 0.018              | 0.43423          | 0.00781614  | 0.000324    |     |        |
| 0.019              | 0.45499          | 0.00864481  | 0.000361    |     |        |
| 0.02               | 0.47141          | 0.0094282   | 0.0004      |     |        |
| 0.021              | 0.49078          | 0.01030638  | 0.000441    |     |        |
| 0.022              | 0.50663          | 0.01114586  | 0.000484    |     |        |
| 0.023              | 0.52252          | 0.01201796  | 0.000529    |     |        |
| 0.024              | 0.53857          | 0.01292568  | 0.000576    |     |        |
| 0.025              | 0.56247          | 0.01406175  | 0.000625    |     |        |
| 0.026              | 0.57666          | 0.01499316  | 0.000676    |     |        |
| 0.027              | 0.59555          | 0.01607985  | 0.000729    |     |        |
| 0.028              | 0.61536          | 0.01723008  | 0.000784    |     |        |
| 0.029              | 0.6307           | 0.0182903   | 0.000841    |     |        |
| 0.03               | 0.64707          | 0.0194121   | 0.0009      |     |        |
| 0.031              | 0.65839          | 0.02041009  | 0.000961    |     |        |
| 0.032              | 0.68231          | 0.02183392  | 0.001024    |     |        |
| 0.033              | 0.69856          | 0.02305248  | 0.001089    |     |        |
| 0.03401            | 0.7096           | 0.024133496 | 0.00115668  |     |        |

**DATOS DEL CALCULO DE MODULO DE YOUNG MINIMOS CUADRADOS**

ENSAYO :            tension  
 IDENTIFICACION GNP3  
 MATERIAL :        polivil alcohol/oxido de grafeno /NaPF6  
 ESTANDARES : E-111            D-882

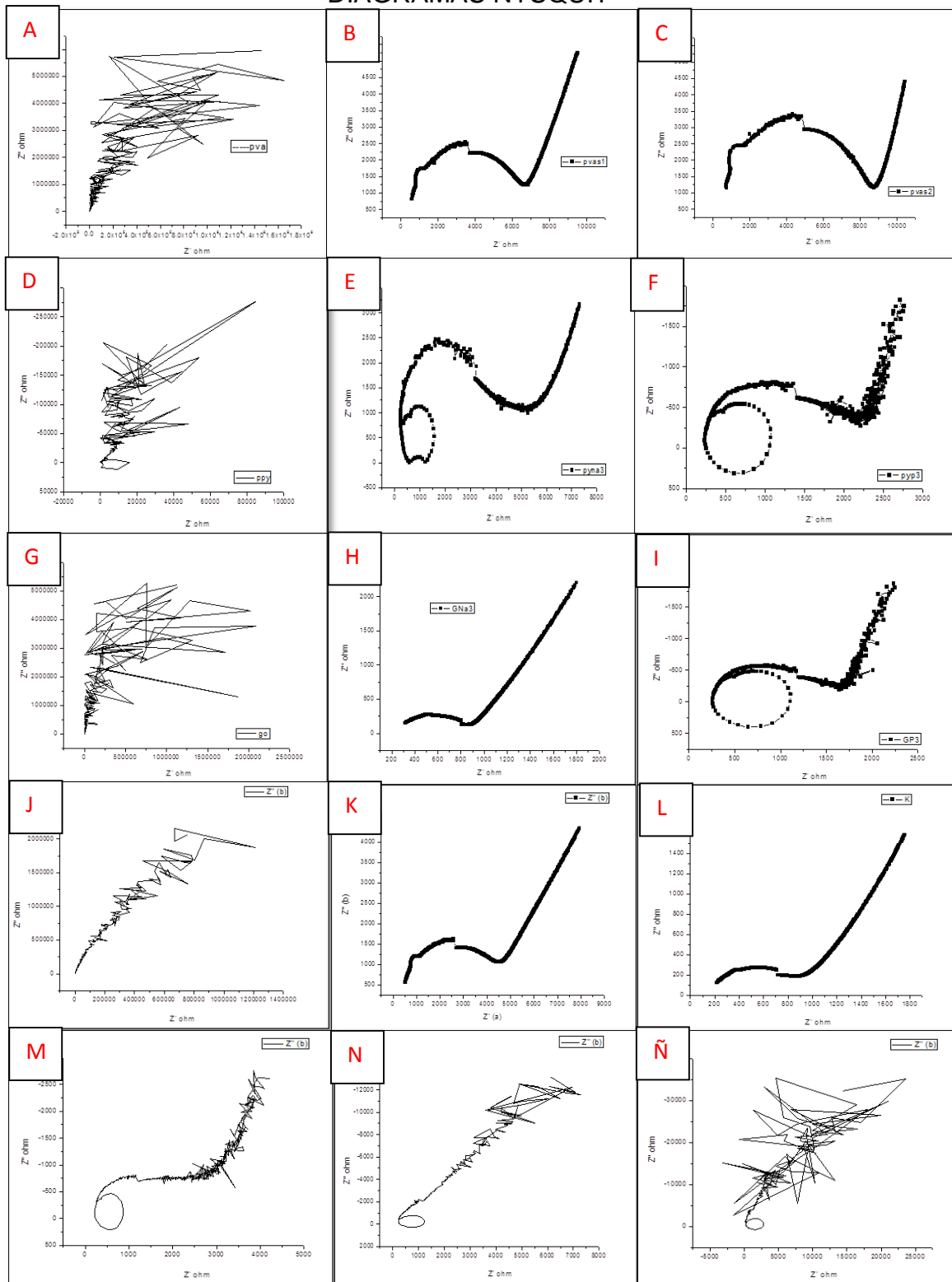
| X deformacion (mm) | Y esfuerzo (MPA) | XY          | X2          |     |        |
|--------------------|------------------|-------------|-------------|-----|--------|
| 0                  | -0.0033          | 0           | 0           |     |        |
| 0.00061            | 0.02472          | 1.50792E-05 | 3.721E-07   | k   | 375    |
| 0.00177            | 0.03627          | 6.41979E-05 | 3.1329E-06  | SXY | 103.66 |
| 0.00287            | 0.06989          | 0.000200584 | 8.2369E-06  | X'  | 0.19   |
| 0.00393            | 0.07845          | 0.000308309 | 1.54449E-05 | Y'  | 1.23   |
| 0.00496            | 0.11021          | 0.000546642 | 2.46016E-05 | SX2 | 17.51  |
| 0.00598            | 0.12094          | 0.000723221 | 3.57604E-05 | X'2 | 0.03   |
| 0.00699            | 0.13954          | 0.000975385 | 4.88601E-05 |     |        |
| 0.00799            | 0.16127          | 0.001288547 | 6.38401E-05 |     |        |
| 0.00899            | 0.16801          | 0.00151041  | 8.08201E-05 |     |        |
| 0.01               | 0.1953           | 0.001953    | 0.0001      |     |        |
| 0.011              | 0.20151          | 0.00221661  | 0.000121    |     |        |
| 0.01199            | 0.22276          | 0.002670892 | 0.00014376  |     |        |
| 0.013              | 0.23403          | 0.00304239  | 0.000169    |     |        |
| 0.014              | 0.24982          | 0.00349748  | 0.000196    |     |        |
| 0.015              | 0.26118          | 0.0039177   | 0.000225    |     |        |
| 0.016              | 0.2801           | 0.0044816   | 0.000256    |     |        |
| 0.01699            | 0.28085          | 0.004771642 | 0.00028866  |     |        |
| 0.018              | 0.31275          | 0.0056295   | 0.000324    |     |        |
| 0.01899            | 0.31913          | 0.006060279 | 0.00036062  |     |        |
| 0.01999            | 0.33113          | 0.006619289 | 0.0003996   |     |        |
| 0.021              | 0.34911          | 0.00733131  | 0.000441    |     |        |
| 0.02199            | 0.35538          | 0.007814806 | 0.00048356  |     |        |
| 0.023              | 0.38271          | 0.00880233  | 0.000529    |     |        |
| 0.024              | 0.37975          | 0.009114    | 0.000576    |     |        |
| 0.02499            | 0.40549          | 0.010133195 | 0.0006245   |     |        |
| 0.026              | 0.40753          | 0.01059578  | 0.000676    |     |        |
| 0.027              | 0.42427          | 0.01145529  | 0.000729    |     |        |
| 0.028              | 0.43307          | 0.01212596  | 0.000784    |     |        |
| 0.029              | 0.44822          | 0.01299838  | 0.000841    |     |        |
| 0.02999            | 0.45817          | 0.013740518 | 0.0008994   |     |        |
| 0.031              | 0.46709          | 0.01447979  | 0.000961    |     |        |
| 0.032              | 0.48348          | 0.01547136  | 0.001024    |     |        |
| 0.03299            | 0.491            | 0.01619809  | 0.00108834  |     |        |
| 0.034              | 0.50895          | 0.0173043   | 0.001156    |     |        |

## ANGULO DE CONTACTO



A) PVA, B) PVANT, C) PVANP, D) G3, E) GNT3, F) GNTP, G) PY3, H) PYNT3, I) PYNP3, J) PE3, K) PENT3, L) PENP3, M) T3, N) TNT3, Ñ) TNP3

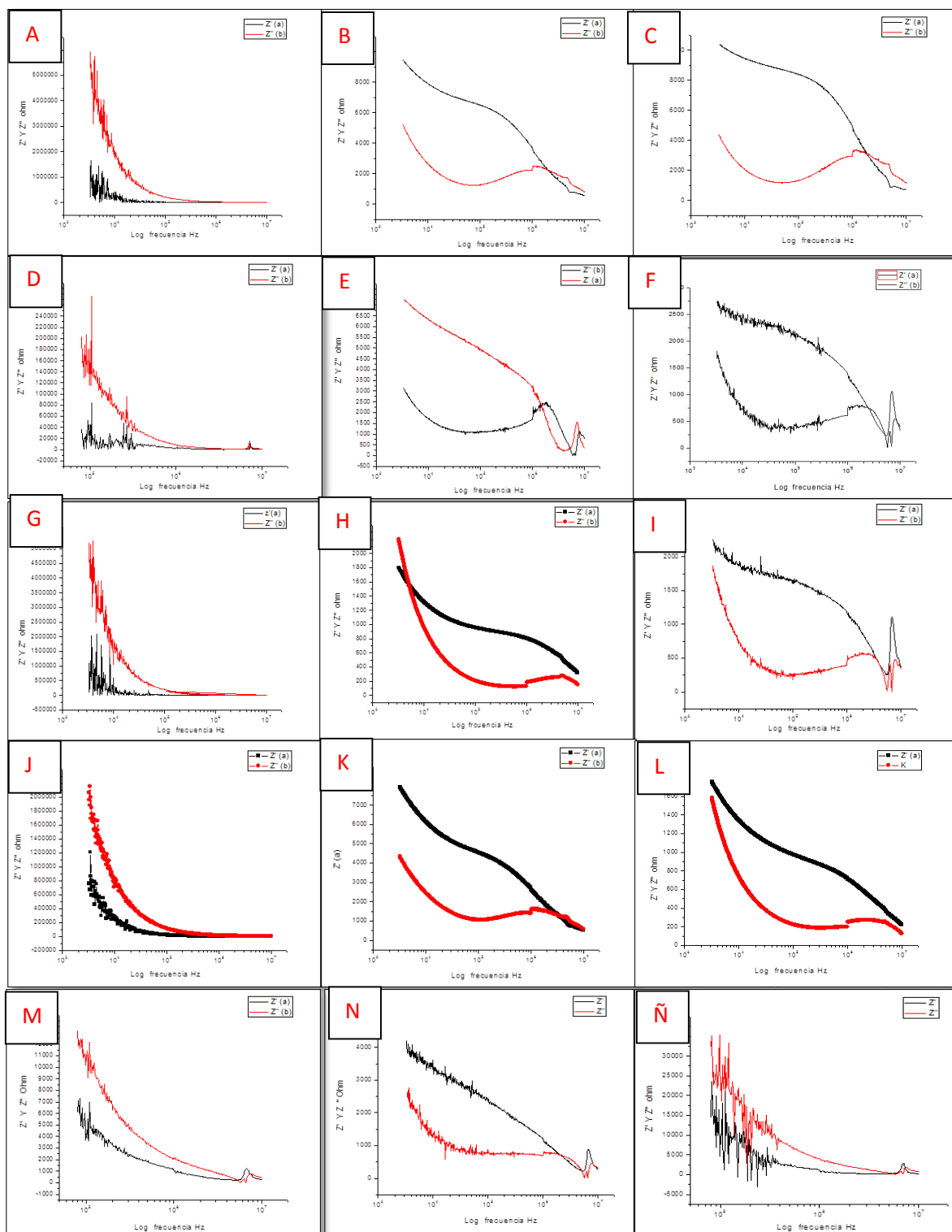
## DIAGRAMAS NYSQUIT



A) PVA, B) PVANT, C) PVANP, D) G3, E) GNT3, F) GNTP, G) PY3, H) PYNT3, I) PYNP3, J) PE3, K) PENT3, L) PENP3, M) T3, N) TNT3, Ñ) TNP3

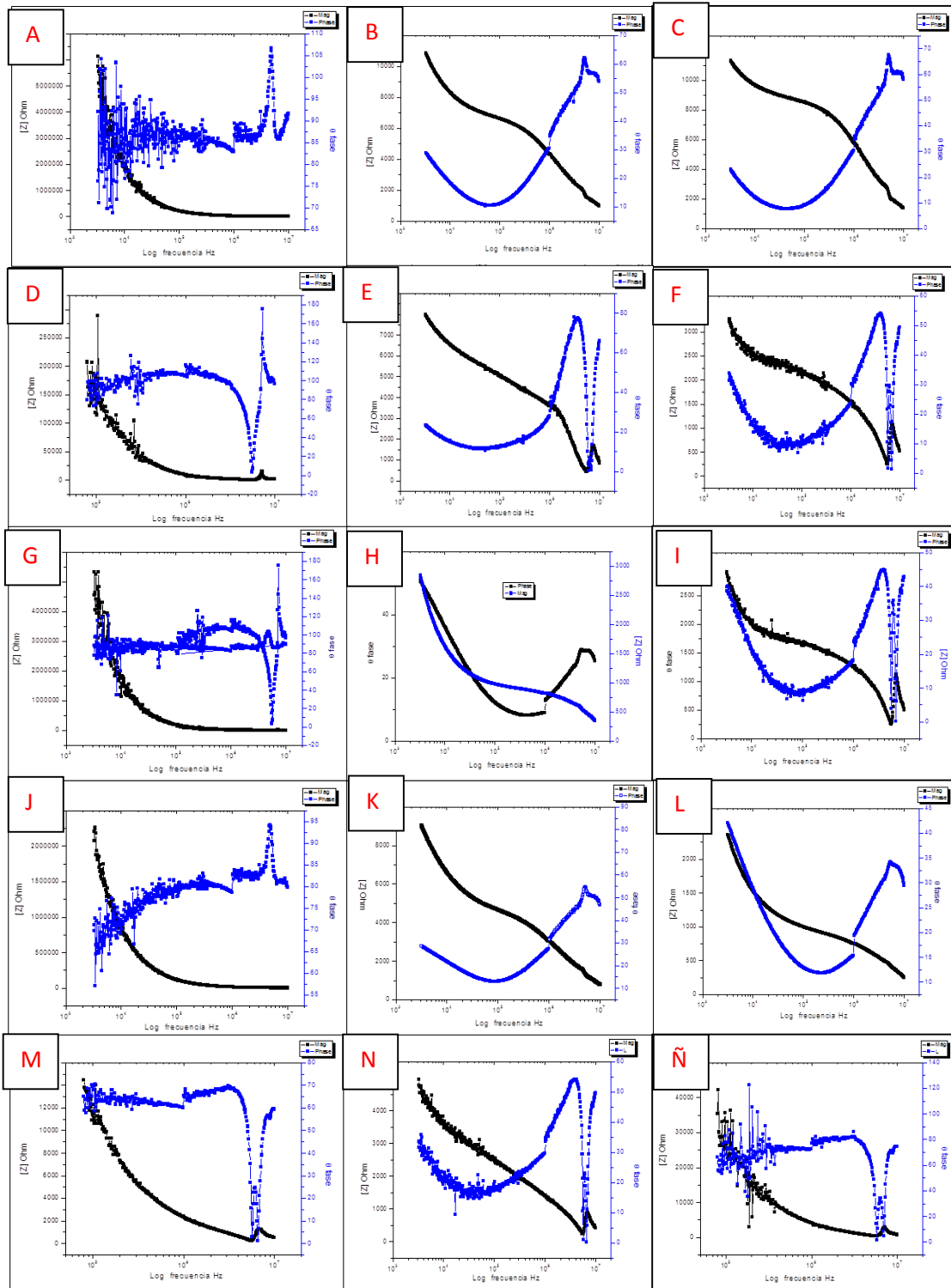


## DIAGRAMAS IR



A) PVA, B) PVANT, C) PVANP, D) G3, E) GNT3, F) GNTP, G) PY3, H) PYNT3, I) PYNP3, J) PE3, K) PENT3, L) PENP3, M) T3, N) TNT3, Ñ) TNP3

## DIAGRAMAS BODE



A) PVA, B) PVANT, C) PVANP, D) G3, E) GNT3, F) GNTP, G) PY3, H) PYNT3, I) PYNP3, J) PE3, K) PENT3, L) PENP3, M) T3, N) TNT3, Ñ) TNP3



**SEP**  
SECRETARÍA DE  
EDUCACIÓN PÚBLICA



TECNOLÓGICO  
NACIONAL DE MÉXICO

**EL TECNOLÓGICO NACIONAL DE MÉXICO  
EN ZACATEPEC**

OTORGA LA PRESENTE

**CONSTANCIA**

A

**B. U. Mendoza-Enríquez, A. Olarte-Paredes, R.  
Salgado-Delgado, E. García-Hernández, Z. Vargas-  
Galarza.**

POR SU PARTICIPACIÓN CON LA PONENCIA:

**“ESTUDIO Y CARACTERIZACIÓN DE UN MATERIAL  
COMPUESTO DE PVA-/PEDOT-PSS/GO”**

EN EL CONGRESO INTERNACIONAL EN TECNOLOGÍA, INNOVACIÓN Y DOCENCIA  
(CITID 2019)  
CELEBRADO DEL 01 AL 05 DE ABRIL DEL 2019

ZACATEPEC, MOR., A 03 DE ABRIL DE 2019.

**ROBERTO ORTIZ DELGADILLO**  
DIRECTOR



SECRETARÍA DE  
EDUCACIÓN PÚBLICA  
TECNOLÓGICO NACIONAL  
DE MÉXICO  
INSTITUTO TECNOLÓGICO  
DE ZACATEPEC  
DIRECCIÓN



La Norma Mexicana NMX-E-025-SCFI,  
"Qualidad Laboral y No Discriminación", el  
número de registro: EP/IL-022 y fecha de  
inicio: 2017-01-10 y término de la certificación  
vital es: 01/11/2020



August 2019

TO WHOM IT MAY CONCERN  
P r e s e n t

This is to certify that *Braian Uziel Mendoza Enriquez, Alfredo Olarte-Paredes, René Salgado-Delgado, Areli Marlen Salgado-Delgado, Alberto Alvarez-Castillo* presented the contribution: **CHARACTERIZATION OF A GEL ELECTROLYTE PVA/PPY/PEDOT-PSS/GO/NaTf as Oral modality**, in the *Advances in Functional Semiconducting Materials Symposium* at the *XXVIII International Materials Research Congress* held in Cancun, Mexico from August 18th to 23th, 2019.

Sincerely,

**Heberto Balmori Ramirez**  
*President*



SM-008



August 2019

TO WHOM IT MAY CONCERN  
P r e s e n t

This is to certify that *Braian Uziel Mendoza Enriquez, Alfredo Olarte-Paredes, René Salgado-Delgado, Areli Marlen Salgado-Delgado, José Alfonso Santana* presented the contribution: **STUDY AND CHARACTERIZATION OF A FLEXIBLE PVA/PEDOT-PSS/PPY/GO CONDUCTOR POLYMER** as Poster modality, in the Advances in Functional Semiconducting Materials Symposium at the XXVIII International Materials Research Congress held in Cancun, Mexico from August 18th to 23th, 2019.

Sincerely,

**Heberto Balmori Ramirez**  
*President*



SM6-P076