



UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE SAN LUIS POTOSÍ

FACULTAD DE CIENCIAS



**OBTENCION DE ESTRUCTURAS DE CARBONO A PARTIR DE LA EROSION  
POR ARCO ELECTRICO DE CARBURO DE SILICIO**

Tesis

Que para obtener el título de

**Maestra en Ciencias Aplicadas**

Presenta

**Fis. Rosario Rocío García Rocha**

Asesor de tesis

Dr. Ángel Gabriel Rodríguez Vázquez

San Luis Potosí, México

2017

Universidad Autónoma de San Luis Potosí

Facultad de Ciencias

Los miembros del comité de tesis recomiendan la aceptación de la tesis **OBTENCION DE ESTRUCTURAS DE CARBONO A PARTIR DE LA EROSION POR ARCO ELECTRICO DE CARBURO DE SILICIO** de Rosario Rocío García Rocha como cumplimiento parcial de los requisitos para obtener el grado de: Maestra en Ciencias Aplicadas con orientación en Nanociencias, Nanotecnologías y Energías alternativas

---

Dr. Ángel Gabriel Rodríguez.

Asesor y sinodal

---

Dr. Miguel Ángel Vidal Borbolla

Sinodal

---

Dr. Víctor Hugo Méndez García

Sinodal

---

Dr. Edgar López Luna

Sinodal

A mi mayor maestro, mi hijo

Al Dios que me inculcó mi madre.

A mi madre que siempre me enseñó que cualquier cosa que me propusiera la lograría, a mi padre que siempre me dio paz y que tan solo con dos palmadas en la espalda me daba la fuerza para enfrentar cualquier adversidad y me impulsaba solo diciéndome: Échele ganas.

A quien me alentó a estudiar esta maestría mi Toño que siempre ha estado a mi lado apoyándome, guiándome, enseñándome, auspicándome, llenándome de amor y aconsejándome, no solo en lo personal sino en cualquier ámbito de mi vida, por lo que siempre le estaré eternamente agradecida.

A mi vida, la luz de mis ojos, el regalo más bello que he recibido, a mi bebe, mi amor, mi Dante que me ha dado los mejores años de mi vida, la mejor experiencia de todas, a él que me ha llenado de orgullo en tan solo 5 años a su lado y por quien cada día vivido valdrá la pena.

A mis hermanos que siempre serán un recuerdo hermoso de mi niñez, en especial a Rogelio que siempre fue como un segundo padre para mí y quien me enseñó mucho de lo que sé. A mi familia política que me ha arropado siempre.

A Jax Castillo, mil gracias por las risas, la comprensión, la amistad, los favores, gracias por siempre estar, pese a la distancia y el tiempo. A mis amigas del pasado y que se mantienen siempre pendientes: Paloma Ramírez, Fuensanta Martínez Rucobo, Brisa Gómez y Ana Lilia Acuña.

A Lupita Valdivieso, mil gracias por siempre estar presta a ayudar, por tu hospitalidad en el laboratorio, gracias siempre.

A Mary Ángeles por siempre tener una frase de aliento y una sonrisa.

A la maestra Clara Margarita y a Educarte A. C. por ser una segunda madre para mi hijo mientras yo estudiaba, gracias, mil gracias por su apoyo, cariño, enseñanzas y sobre todo, por el amor que le dio a nuestro hijo.

Al Dr. Ángel que aun sabiendo el ritmo lento en el que me desenvuelvo me dio una oportunidad de trabajar con él, mil gracias siempre Dr. Por su paciencia, conocimiento y apoyo.

A los Dres. Hugo Navarro, Miguel Ángel Vidal, Víctor Hugo Méndez, Edgar Luna, José Nieto, Esteban Cruz, lo que aprendí en sus clases y con su ejemplo me ayudó a recordar el por qué elegí estudiar ciencias, gracias por mostrarnos el lado accesible y humano del quehacer científico.

Al maestro Medel Pérez que siempre ha confiado en mí y me ha tendido una mano siempre que ha podido.

A la Dra. Gema A. Mercado que siempre me ha ayudado y de quien he aprendido mucho, sobre todo le agradezco infinitamente haberme enseñado a tener disciplina y a siempre exigirme ser mejor en todo

A **CONACyT** por haberme otorgado una beca para realizar mis estudios de posgrado.

Al **CIACYT** en especial a los Laboratorios de Rayos X de Alta Resolución, Energías Renovables de Microscopia Electrónica y Laboratorio de Microscopia de Fuerza Atómica.

# RESUMEN

Este trabajo tiene como objetivo estudiar los cambios en la estructura del Carburo de silicio así como en sus propiedades a través del proceso de erosión por arco eléctrico, en particular se enfoca en la obtención de estructuras de carbono a partir de dicha erosión. Se muestran los resultados de la caracterización mediante Espectroscopia Raman de Carburo de Silicio con estructuras 4H, erosionadas, en atmosferas en presencia de oxígeno como en Argón. En las muestras se encontró la aparición de regiones donde se observaron cambios a simple vista una vez erosionada la muestra, dichas regiones amorfas de bordes irregulares presentaban una especie de láminas delgadas una sobre la otra, además se tornaron más oscuras que el resto del material, por lo que consideramos necesario analizarlas a través de espectroscopia Raman principalmente, de donde se obtuvo que dichas regiones llamadas en el presente trabajo como **Zonas Oscuras**, coinciden con la formación *grafeno few layer* y óxidos de grafeno superficial, lo cual es de suma importancia pues desde hace tiempo se busca desarrollar técnicas de obtención de grafeno que sean seguras y eficientes a gran escala. Buscando reducir la aparición de óxidos de grafeno, se realizó el experimento bajo atmosfera de Argón manteniendo constantes el resto de las condiciones iniciales, como resultado se observó la aparición de regiones de aspecto brillante que no compartían ninguna característica similar con las denominadas zonas oscuras descritas anteriormente ni con el carburo de silicio. Gracias a la espectroscopia Raman identifique el material de estas **Zonas Brillantes** como nanocristales de carbono, lo cual es de suma importancia puesto que los nanodiamantes de carbón son considerados un material prometedor en varias aplicaciones gracias a sus propiedades.

# ABSTRACT

This work aims to study the changes in the structure of silicon carbide as well as its properties through the process of erosion by electric arc, in particular it focuses on obtaining carbon structures from this erosion. The results of the characterization are shown by Raman Spectroscopy of Silicon Carbide with structures 4H, eroded, in atmospheres in the presence of oxygen as in Argon. In the samples were found the appearance of regions where changes were observed with the naked eye after eroding the sample, these amorphous regions with irregular edges presented a kind of thin sheets on top of each other, also became darker than the rest of the material, So that we consider it necessary to analyze them through Raman spectroscopy mainly, from where it was obtained that these regions called in the present work as Dark Zones, coincide with the graphene formation few layer and oxides of superficial graphene, which is of the utmost importance since It has long been sought to develop techniques for obtaining graphene that are safe and efficient on a large scale. In order to reduce the occurrence of graphene oxides, the experiment was carried out under Argon atmosphere, maintaining the rest of the initial conditions constant, as a result the appearance of regions of bright appearance that did not share any similar characteristic with the so-called obscure areas previously described or with silicon carbide. Thanks to Raman spectroscopy, I have identified the material of these Bright Zones as carbon nanocrystals, which is of great interest since carbon nanodiamonds are considered a promising material in several applications thanks to their properties.

# ÍNDICE GENERAL

1. AGRADECIMIENTOS.....	1
2. RESUMEN.....	5
3. ABSTRACT.....	6
4. ANTECEDENTES.....	8
5. NUESTRA PROPUESTA.....	17
6. OBJETIVOS.....	18
6.1. Objetivos específicos.....	18
7. MÉTODOS DE CARACTERIZACIÓN.....	19
7.1. Microscopia De Fuerza Atómica AFM.....	19
7.2. Difracción de rayos X.....	21
7.3. Espectroscopia Raman.....	23
8. PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL.....	26
8.1. Cámara De Erosión.....	26
8.2. Circuito de Descargas Pulsadas.....	27
8.3. Pruebas.....	29
8.4. Erosión carburo de silicio.....	30
9. ANALISIS DE RESULTADOS.....	33
10. CONCLUSIONES.....	50
11. BIBLIOGRAFÍA.....	51



# ANTECEDENTES

Los nanomateriales, es decir, los materiales estructurados a escala nanométrica ( $10^{-9}$  m), pueden ser obtenidos a partir de diferentes elementos o compuestos químicos. El interés en las propiedades de los alótopos como la del grafito de carbono ha sido recientemente reavivado con su forma más simple, el grafeno, una mono capa de átomos de carbono dispuestos en una red parecida a un panal de abejas, mostrada en la figura 1. [1]

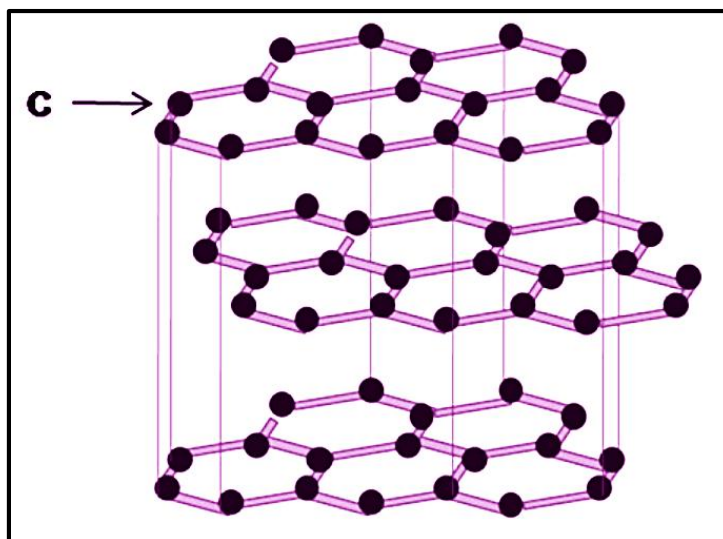


Figura 1. Imagen característica del grafeno que está compuesto por átomos de carbono densamente empaquetados en una red cristalina con estructura hexagonal en forma de panal de abejas y de un átomo de espesor.

Existe un interés específico por el grafeno lo cual puede atribuirse a tres razones principales: [2]

- En primer lugar, su transporte de electrones se describe por la ecuación de Dirac y esto permite el acceso a la electrodinámica cuántica en un experimento simple de la materia condensada

- En segundo lugar, la escalabilidad de los dispositivos de grafeno con Nano dimensiones hace que sea un candidato prometedor para aplicaciones, debido a su transporte balístico a temperatura ambiente combinado con la estabilidad química y mecánica.
- En tercer lugar, las diversas formas de grafito, nanotubos, fullerenos, y otros pueden ser vistos como los derivados del grafeno y, como era de esperar, este material básico ha sido intensamente investigado al menos teóricamente durante los últimos 60 años.

El grafeno puede obtenerse de varias formas aunque quizá la más conocida es la exfoliación mecánica que les hizo acreedores al premio nobel de Física en 2010 a sus descubridores Andre Geim and Konstantin Novoselov, no solo por su simplicidad, además por que rompió con la idea establecida de que las láminas de grafito no se podían producir de manera aislada, demostrando no solo que era posible sino que eran estables. Sin embargo una de las limitantes de esta técnica es la escalabilidad, por lo que se han realizado esfuerzos por hacer más fácil la producción de grandes cantidades sin perder calidad en las muestras, pues parece ser que, la calidad de las muestras va en sentido contrario al de la escalabilidad: a más escalabilidad del proceso menor calidad de las muestras. [3]

Aunque la exfoliación fue el primer método de obtención de grafeno hoy en día existen y se afinan muchos otros métodos alternativos con los que se busca obtener mayor cantidad, calidad y con ello abaratar los costos de producción.

Algunos de ellos son:

## Depósito químico en fase vapor (CVD)

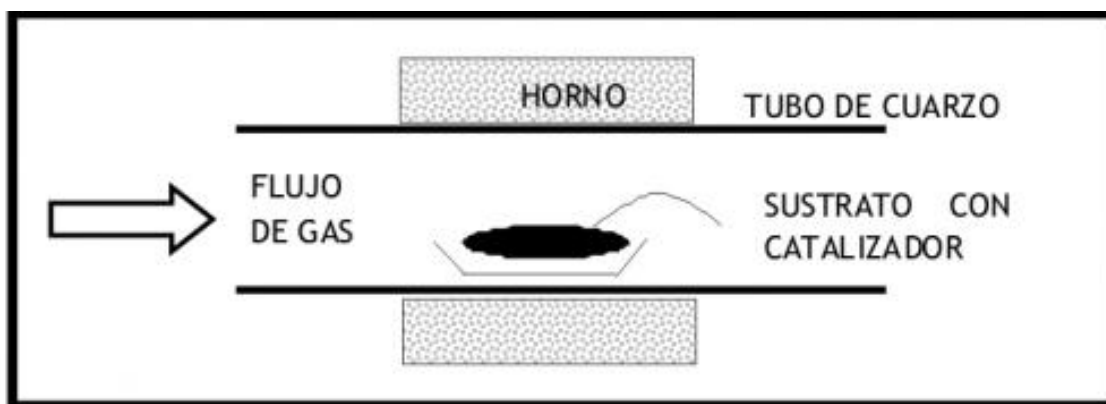


Figura 2. Principio de funcionamiento del reactor usado para el depósito químico en fase vapor.

Esta técnica consiste en la descomposición de hidrocarburos (generalmente metano) sobre superficies metálicas usando metales de transición (Ru y Ni principalmente) como catalizadores, todo esto en una cámara como la mostrada en la imagen 2, donde se produce una nucleación y crecimiento de una lámina de grafeno al descomponerse los hidrocarburos en la superficie metálica [4][5]. Mediante este método se sintetizan láminas monocapa de grafeno de una gran calidad estructural y dimensiones laterales grandes [6], como las mostradas en la figura 3 (~0.4mm), aunque el hecho de involucrar altas temperaturas y bajas presiones lo convierte en un método complejo y por ende costoso.

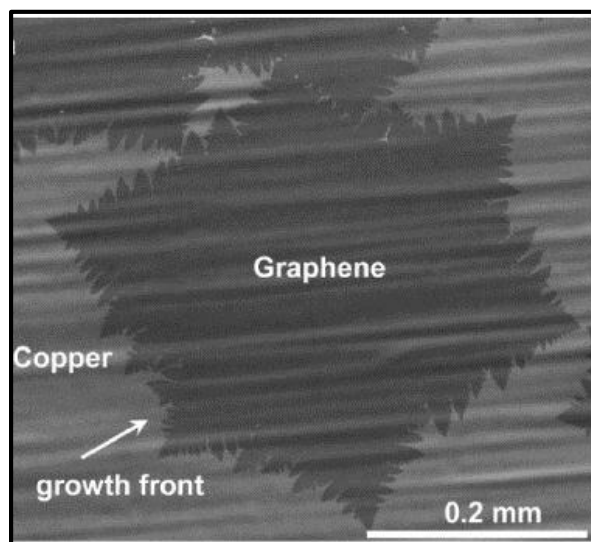


Figura 3. Imagen del microscopio electrónico de barrido (SEM) de películas de grafeno obtenidas por CVD en cobre.

La presencia del sustrato metálico imposibilita el empleo de los grafenos como componentes electrónicos sin una transferencia previa de éstos a un nuevo sustrato aislante (o semiconductor) [4]. Esta técnica ha sido usada también para obtener nanotubos de carbón pues los costes de síntesis son menores y se obtienen CNTs de alta pureza y altas prestaciones además de que esta técnica (CVD) ofrece un control in situ sobre posición y orientación.[7]

### **Procesado químico de óxido de grafito**

La oxidación y posterior exfoliación de grafito en fase líquida, de donde se obtienen láminas de óxido de grafito (grafeno fuertemente oxidado) que pueden ser reducidas para obtener dispersiones de grafito [8][9] como las mostradas en la figura 4, que suelen tener un buen tamaño (1 a 10 $\mu$ m)

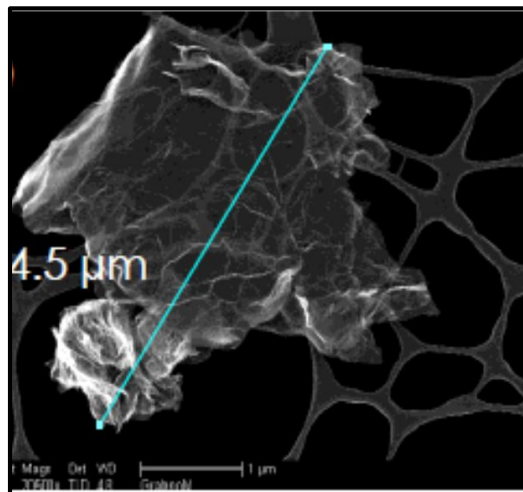


Figura 4. Imagen obtenida por SEM de óxido de grafito obtenido por este método en la Universidad Autónoma de Querétaro.

Tras el proceso de oxidación se obtiene un material que posee una estructura laminar constituida por capas apiladas de óxido de grafito. La principal ventaja de este método es que se produce gran cantidad de material en medio acuoso, lo que facilita su procesamiento, sin embargo el principal inconveniente radica en la baja calidad estructural de las láminas obtenidas.

## Dispersión de grafito con la ayuda de un disolvente orgánico [10]

o mediante un surfactante en solución acuosa. [11]



Figura 5 Imagen del equipo ultrasónico utilizado comúnmente para producir grafeno.

Este método está basado en la dispersión de grafito en un medio líquido, el cual recibe ondas sonoras que hacen agitar sus partículas, usualmente usando un equipo ultra sónico como el referido en la figura 5, sin embargo se puede usar un limpiador ultrasónico el cual es común en muchos laboratorios. Después, mediante centrifugación, el grafeno se separa del grafito.

Por ejemplo, recientemente se obtuvieron láminas de grafeno de alta calidad por sonicación del grafito en NMP (N-metilpirrolidona).[12] Sin embargo, el éxito de esta técnica para la obtención de grafeno en grandes cantidades está limitado, debido a que en muchas ocasiones es inevitable la agregación de las láminas en suspensión.

Por otro lado el profesor de física del instituto Tecnológico de Georgia Walter de Heer, en figura 6 ha refinado una técnica para obtener grafeno del carburo de silicio. Dicha técnica es denominada

## Crecimiento epitaxial de grafeno en Carburo de Silicio (SiC)

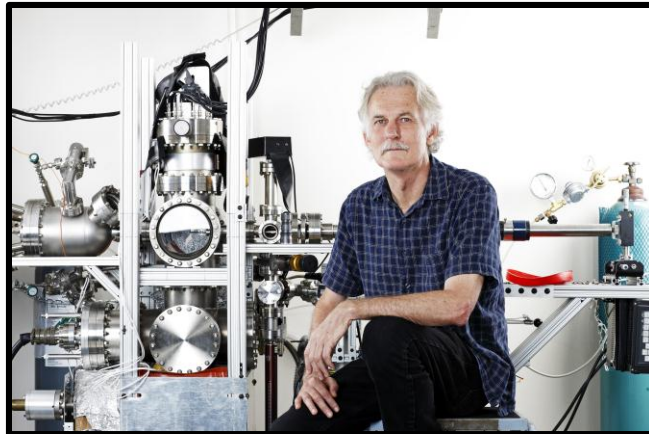


Figura 6. Imagen del Doctor Walter De Heer pionero en el crecimiento epitaxial de grafeno, Georgia Tech.

En la epitaxia de SiC, se calienta una oblea de SiC cristalino simple en una atmósfera de vacío o argón. Al calentar una plaqueta de este material a  $1300^{\circ}\text{C}$ , los átomos de silicio de la superficie se subliman, mientras que los átomos de carbono restantes se reacomodan en grafeno.

Mediante esta técnica se puede controlar de forma muy precisa el nivel de impurezas en el semiconductor, que son los que definen su carácter (N o P). Para hacer esto se calienta el semiconductor hasta casi su punto de fusión y se pone en contacto con el material de base para que, al enfriarse, recristalice con la estructura deseada.[13] Suele hacerse sobre un sustrato 4H-SiC, donde se busca la descomposición térmica de la superficie de C o Si resultando grafeno *few-layer* (FLG) en SiC, [14]

La principal ventaja de estos métodos es que permiten generar láminas de grafeno de grandes dimensiones y buena calidad estructural, lo que no se puede lograr con otros métodos incluyendo la exfoliación, además de que el grafeno producido por este medio posee movilidad de electrones excepcionalmente alta. Por lo que son potencialmente muy útiles para aplicaciones electrónicas. No

obstante, tiene el inconveniente de requerir temperaturas altas (800-1000 °C) y es indispensable contar con alguna cámara de vacío, sin contar que existen pocas cámaras de crecimiento epitaxial para grafeno.

Nuestro trabajo se centra en la obtención de grafeno por un método alternativo a estas dos últimas técnicas buscando reducir los costos y requerimientos de montaje mencionados anteriormente usando muestras de carburo de silicio.

Puesto que vamos a trabajar con carburo de Silicio (SiC) es necesario retomar un poco de su historia, propiedades y usos. Fue descubierto por Edward Goodrich Acheson mientras intentaba producir diamantes artificiales y lo llamó carborundo, aunque fue preparado por primera vez al principio de los años 1800 se produjo comercialmente hacia 1892, es un carburo covalente de estequiometría 1:1 y que tiene una estructura de diamante, a pesar del diferente tamaño del C y Si, que podría impedirlo. Es un compuesto que se puede denominar aleación sólida, y que se basa en que sobre la estructura anfitrión (C en forma de diamante) se cambian átomos de éste por átomos de Silicio, siempre y cuando el hueco que se deje sea similar al tamaño del átomo que lo va a ocupar.[15]

Debido en parte a su estructura, es casi tan duro como el diamante, alcanzando durezas en la escala de Mohs de 9 a 9,5. También es conocido como **carborindón**, palabra formada por carbo- y corindón, mineral famoso por su dureza.

La propiedad más importante del SiC es su gran ancho de banda prohibida (~3.23 y 3V) que es casi tres veces mayor que la del Si (1.12V), además es refractario por lo que presenta muchas ventajas para ser utilizado en dispositivos que impliquen trabajar en condiciones extremas de temperatura, voltaje y

frecuencia, el Carburo de Silicio puede soportar un gradiente de voltaje o de campo eléctrico hasta ocho veces mayor que el silicio o el arseniuro de galio sin que sobrevenga la ruptura, este elevado valor de campo eléctrico de ruptura le hace ser de utilidad en la fabricación de componentes que operan a elevado voltaje y alta energía como por ejemplo: diodos, transistores, supresores, e incluso dispositivos para microondas de alta energía. A esto se suma la ventaja de poder colocar una elevada densidad de empaquetamiento en los circuitos integrados.

### **Politipos SiC**

El carburo del silicio se presenta en una variedad de formas cristalinas polimórficas, llamadas politipos, generalmente señalada  $\beta$ -SiC para la forma cúbica y  $\alpha$ -SiC para las variedades hexagonales y romboédricas, mostradas en la figura 7: [16]

Los más importantes son

3C-SiC Zinc blenda (cúbica)

2H-SiC Wurtzite (Hexagonal)

4H-SiC Wurtzite (Hexagonal)

6H-SiC Wurtzite (Hexagonal)

La mayoría del polvo del carburo del silicio es producido por el proceso de Acheson que implica la reducción de la arena de la sílice de pureza elevada que rodea una base eléctricamente calentada del coque del petróleo o del carbón de la antracita. La reacción se realiza a alrededor 2400 °C. Estos politipos son variaciones del mismo compuesto químico que son idénticos en dos dimensiones y difieren en la tercera. Por lo tanto, pueden ser vistos como capas



apiladas en una cierta secuencia, sin embargo cada estructura cristalina presenta propiedades ópticas y eléctricas únicas. [17]

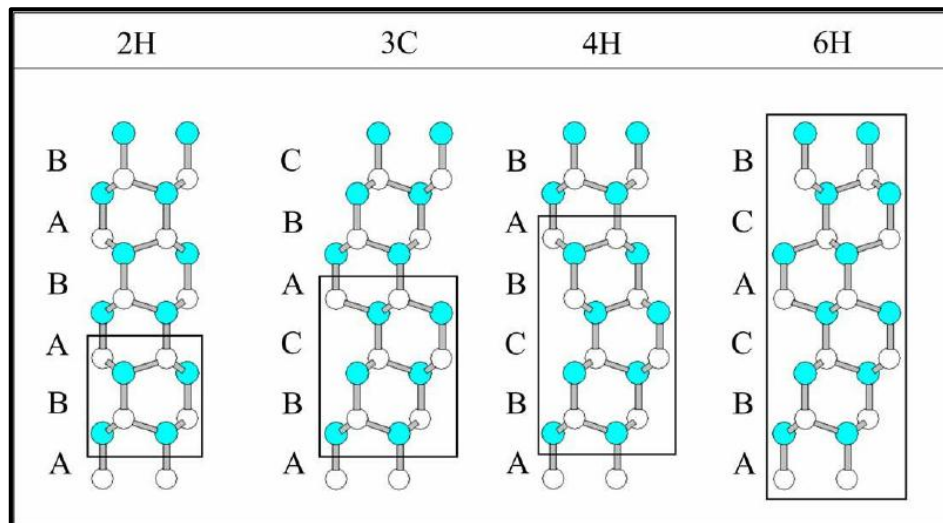


Figura 7. Estructuras cristalinas de los politipos más comunes del Carburo de Silicio

El carburo de silicio tiene infinitas aplicaciones en un principio enfocadas a herramientas de corte, abrasivos, joyería y útiles resistentes al desgaste, sin embargo el avance tecnológico es inevitable y a continuación veremos que otros semiconductores reclaman un nicho del mercado donde el silicio no tiene aplicación posible. Así, la motivación para trabajar con SiC, nace de mercados donde el avance del Si ha alcanzado los límites impuestos por la naturaleza y no por la tecnología. De esta forma, nuevas posibles aplicaciones, como son comunicaciones de vídeo sin cable, avances en medicina, defensa o mejoras económicas, medioambientales y en los sectores de transporte o electricidad del hogar, por ejemplo, permitirán hacerse con su hueco al carburo de silicio (SiC). [18]

# NUESTRA PROPUESTA

Como un esfuerzo más en la búsqueda de un método de obtención de grafeno que pueda ser de bajo costo, no requiera montajes ni equipos especializados y que además pueda ser escalable, proponemos la erosión de arco eléctrico.

Nuestro trabajo se centra en la obtención de grafeno mediante la erosión por medio de arco electro de una muestra de SiC con estructura 4H a través de la cual se hicieron pasar 1800V con una frecuencia de 2p/s que se logró gracias a un circuito de descargas pulsadas. Las muestras se erosionaron en aire y en atmosfera de argón.

# OBJETIVOS

Estudiar los cambios en la estructura del Carburo de silicio así como sus propiedades a través del proceso de erosión por arco eléctrico.

Conocer e identificar las estructuras formadas en la superficie del Carburo de Silicio gracias a este proceso de erosión.

Objetivos específicos:

- Adecuar e implementar la cámara de chispeo.
- Adaptar un circuito que nos permita modular la frecuencia del chispeo.

Analizar las muestras de SiC mediante espectroscopia Raman, antes de la erosión y una vez erosionadas.

# MÉTODOS DE CARACTERIZACIÓN

## Microscopia de Fuerza Atómica

El Microscopio de Fuerza Atómica (AFM por sus siglas en inglés Atomic Force Microscopy) fue inventado en 1986 por Binnig, Quate y Gerger [19], este trabajo surgió con el afán de obtener imágenes de la morfología superficial de los materiales no conductores, desde entonces esta técnica se ha desarrollado rápidamente. El microscopio de fuerza atómica (AFM) es una técnica excelente en cuanto a estudios morfológicos con una gran resolución (a escala nanométrica), permitiendo hacer medidas en tres dimensiones,  $x$ ,  $y$ , y  $z$  (normales a la superficie de la muestra), con la presentación de imágenes tridimensionales de la superficie de la muestra. Algunas ventajas del uso de esta técnica son:

- 1) No es necesaria la preparación previa de la muestra;
- 2) Puede ser realizada en aire, en vacío y en líquido en el caso de muestras biológicas;
- 3) Permite obtener un mapa topográfico de materiales tanto conductores como aislantes.

En la Figura 8 se presenta un diagrama esquemático del arreglo experimental de AFM el cual describiremos a continuación.

En el modo de contacto la punta que se encuentra al final de una viga flexible reflectora denominada cantiléver, se flexiona hacia arriba y hacia abajo debido a las fuerzas interatómicas (de Van der Waals) de atracción y repulsión entre los átomos o moléculas de la punta (normalmente de silicio o de nitruro de silicio) y la superficie de la muestra. El valor de la fuerza de interacción varía según la distancia a la que se encuentren la punta y la superficie. Estos cambios de flexión son registrados de la siguiente manera. Al incidir el haz de un láser sobre la viga, el haz es reflejado hacia un fotodetector, conforme la punta se mueve,

la posición del punto del láser en el fotodetector cambia. El fotodetector manda la señal a un circuito electrónico de retroalimentación en  $z$  la cual es comparada con un punto fijo de referencia generando una señal de error la cual es proporcional a la diferencia entre la señal prueba del fotodetector y el punto fijo. De esta manera se genera la imagen, dando forma a la superficie de la muestra. A continuación se muestra una imagen de la descripción del funcionamiento de un microscopio de fuerza atómica.

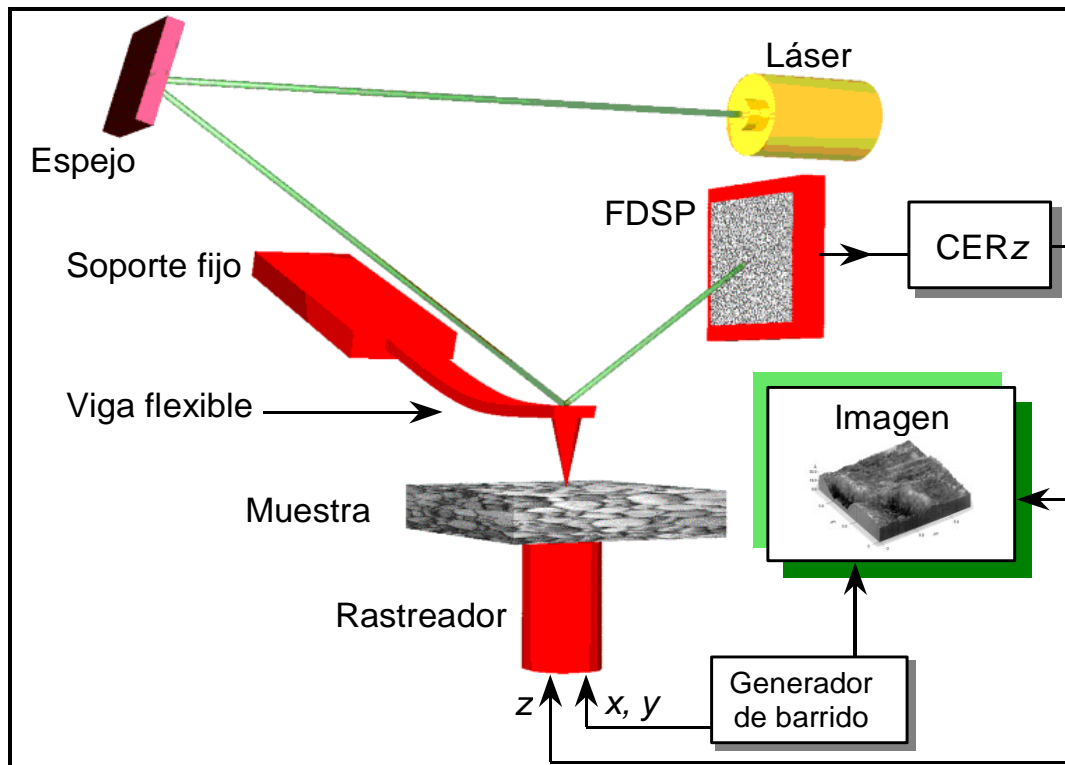


Figura 8. Dibujo esquemático del funcionamiento de la Microscopia de Fuerza Atomica.

Una vez obtenida la imagen superficial de la muestra, y utilizando el software del microscopio se puede calcular la rugosidad superficial, densidad, diámetro y radio de partículas o nanoestructuras, entre otros parámetros.



Figura 9 Fotografía del equipo de microscopia de fuerza atómica del CIACYT marca Next NDT Technologies.

La figura 9 muestra el microscopio de fuerza atómica NEXT con el que se realizaron las mediciones a nuestras muestras, el cual proporciona posicionamiento de muestra y de microscopio integrado óptico motorizado de alta resolución, zoom motorizado continuo y campo de visión óptico panorámico de hasta  $5 \times 5$  mm con resolución de  $2 \mu\text{m}$  y paso mínimo de  $0.3 \mu\text{m}$ .

## Difracción de rayos X

La difracción de electrones de alta resolución (HRXRD, del inglés High Resolution X-Ray Diffraction), es una técnica no destructiva ampliamente utilizada en estado sólido para analizar la estructura de un cristal. Se basa en el hecho de que fotones de rayos-X con energía de algunos KeV tiene la longitud de onda del orden de Angstroms, la cual es igual al espaciamiento en unos planos atómicos de un sólido. Esto hace de la difracción de rayos- X una técnica poderosa para el estudio microscópico para estudiar las propiedades de los sólidos, tales como estructura cristalina, defectos, estrés y composición química. Un cristal puede ser considerado como compuesto por planos paralelos (no necesariamente paralelos a la superficie) espaciados un distancia  $d$ . Cuando el haz de rayos-X es dirigido sobre la superficie de la muestra, formando un ángulo  $\theta$  con estos planos, éste es reflejado especularmente. Si la diferencia de camino de los rayos reflejados desde planos adyacentes es  $2d\sin\theta$ , se presenta

una interferencia constructiva cuando la diferencia de camino es un múltiplo entero par de la longitud de onda. Esta condición se conoce como Ley de Bragg.

$$2d\sin\theta = n\lambda$$

Donde  $\lambda$  es la longitud de onda de los rayos-X, el ángulo  $2\theta$  formado por el rayo incidente y el refractado se conoce como ángulo de difracción. El valor de  $d$  es determinado por los índices de Miller ( $hkl$ ) de la familia de planos. [20] Para un cristal cúbico con constante de red  $a$ , la distancia  $d$  está dada por:

$$d_{hkl} = \frac{a}{\sqrt{h^2 + k^2 + l^2}}$$

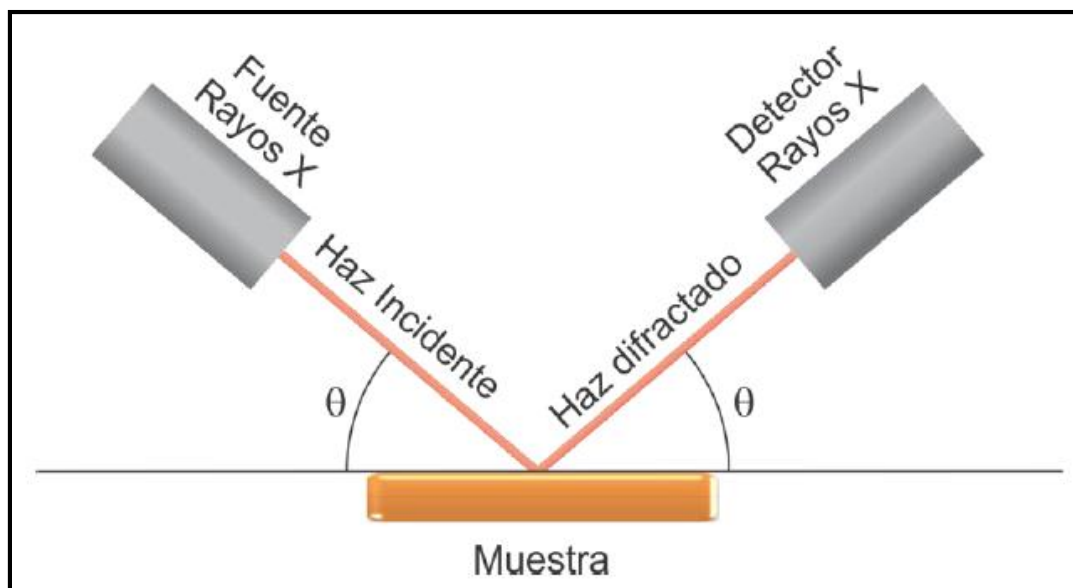


Figura 10. Representación esquemática de la difracción de rayos X

En la figura 11 muestra una imagen del equipo utilizado para medir la difracción de rayos X de nuestra muestra el cual es propiedad del CIACYT de la UASLP, que cuenta con un Goniómetro vertical, disponible con geometría theta-theta o alpha-1, Linealidad de  $2\theta$  igual o superior a  $\pm 0,01^\circ$ , Intervalo de uso máximo -  $111^\circ < 2\theta < 168^\circ$  Tubos de rayos X totalmente cerámicos fabricados en el centro especializado de PANalytical en condiciones de sala limpia, con un generador de 4 kW.



Figura 11. Fotografía del equipo de difracción de rayos X de alta resolución del CIACYT marca PANalytical.

## Espectroscopia Raman

La Espectroscopia Raman es una técnica fotónica de alta resolución que proporciona en pocos segundos información química y estructural de casi cualquier material o compuesto orgánico y/o inorgánico permitiendo así su identificación. El análisis mediante espectroscopia Raman se basa en el examen de la luz dispersada por un material al incidir sobre él un haz de luz monocromático. Una pequeña porción de la luz es dispersada inelásticamente experimentando ligeros cambios de frecuencia que son característicos del material analizado e independiente de la frecuencia de la luz incidente. Se trata de una técnica de análisis que se realiza directamente sobre el material a analizar sin necesitar éste ningún tipo de preparación especial y que no conlleva ninguna alteración de la superficie sobre la que se realiza el análisis, es decir, es no-destructiva.



Un sistema de espectroscopia Raman normalmente consta de cuatro componentes principales, mostrados en la figura 12:

- Fuente de excitación (láser).
- Sistema de iluminación de la muestra.
- Longitud de onda de selección (Filtro o espectrofotómetro).
- Detector (Fotodiodos, CCD o PMT)

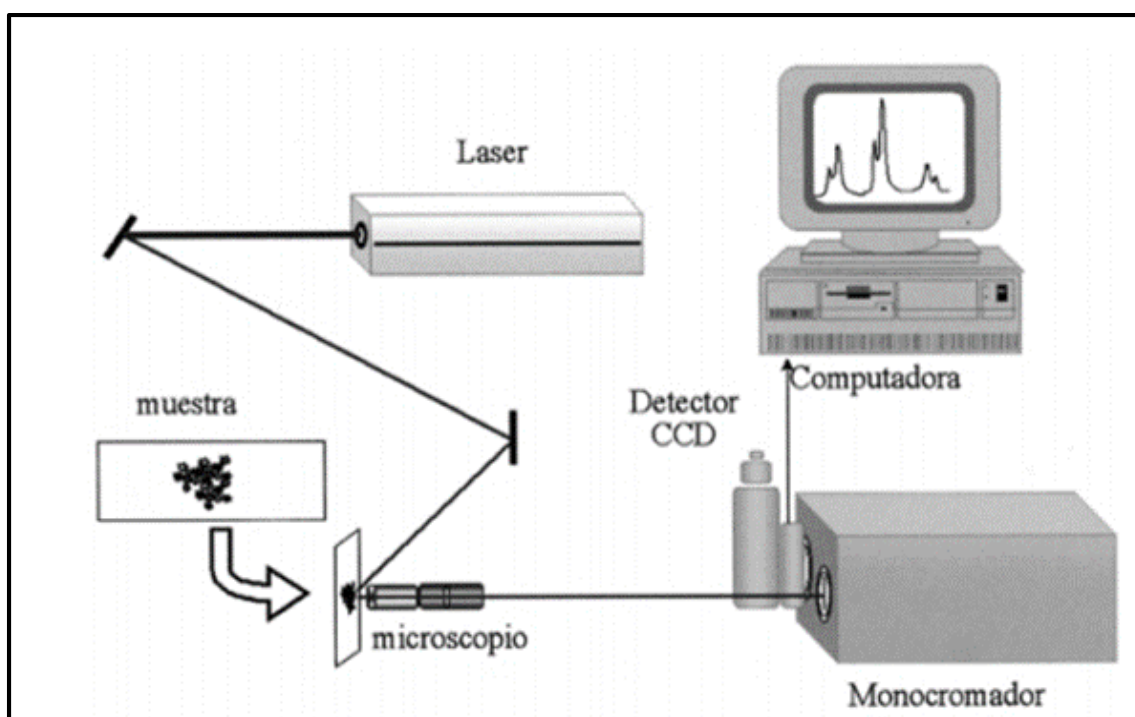


Figura 12. Funcionamiento del espectroscopio Raman

El fenómeno de la dispersión Raman fue probado experimentalmente por el físico Chandrasekhara Venkata Raman en 1928. En aquel momento el profesor Raman impartía clases de Física en la cátedra Palit de la Universidad de Calcuta donde sus investigaciones iniciales se enmarcaban en otros campos del conocimiento como la Astronomía. En un viaje en barco a Europa en 1921 llevó a cabo una serie de observaciones con el fin de explicar el color azul oscuro del mar. A estos primeros experimentos siguieron otros semejantes que dieron paso

a su gran hallazgo. En 1923 comenzó a estudiar el fenómeno de la dispersión de luz en alcoholes y siete años después le concedieron el premio Nobel por la explicación del fenómeno de dispersión de luz inelástica que lleva su nombre. El equipo utilizado en el analisis de nuestras muestras fue un Espectrómetro Raman XploRA PLUS, Horiba con un Laser 532nm al cual se le aplico un filtro al 10%, y un tiempo de adquisición de 10s \_4acum, mostrado en la figura 13, propiedad del CIACYT.



Figura 13. Espectrómetro Raman marca XploRA PLUS, Horiba del CIACYT

# PROCEDIMIENTO EXPERIMENTAL

## CÁMARA DE EROSIÓN

Para iniciar el proceso de erosión fue necesario adecuar una cámara, como la mostrada en la figura 14, de acrílico transparente en la cual se colocó una terminal de cobre con una punta de tungsteno que está localizada a 0.071cm de la muestra, que a su vez se encuentra sobre una base de cobre lo que permite el paso de corriente desde la punta hasta la base. Sobre las terminales conductoras de cobre se conecta una fuente KEITHLEY modelo 248 de alto voltaje con rango de operación de 0 a  $\pm 5000$  volts de corriente directa, que es la responsable de formar el arco eléctrico que necesitamos para el tratamiento de nuestra muestra.

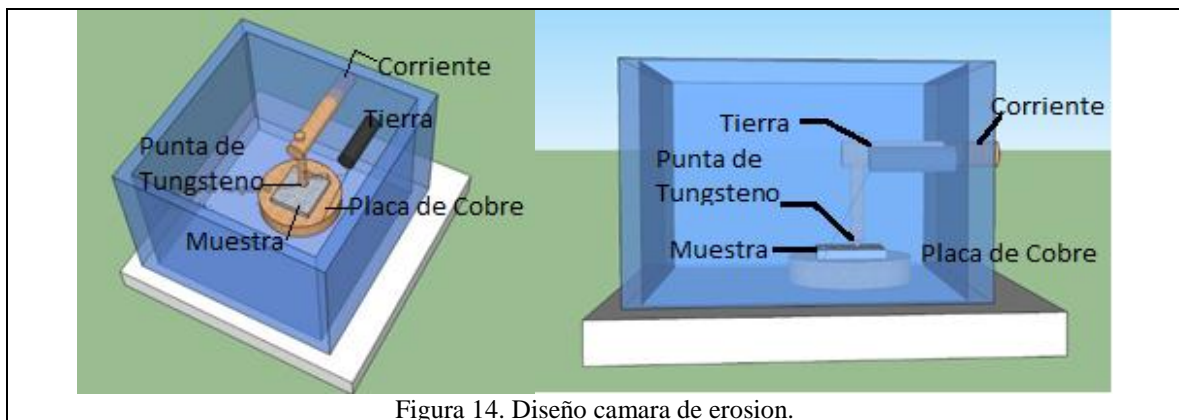


Figura 14. Diseño cámara de erosión.

Para conocer el voltaje necesario para formar el arco eléctrico sobre la muestra, se realizaron pruebas que arrojaron que el voltaje mínimo de operación debería ser 1700V para muestras de Silicio, sin embargo se optó por trabajar con 1800V

como voltaje óptimo. Al efectuar dichas pruebas se notó que la erosión en la muestra era sumamente abrupta teniendo como resultado la fusión de la superficie o en casos extremos la perforación de la muestra, mostrado en la figura 15, por lo que la erosión se hiciera de manera controlada, es decir, necesitamos que la descarga eléctrica se haga de manera intermitente y a una frecuencia fija para asegurarnos que nuestro experimento sea reproducible.

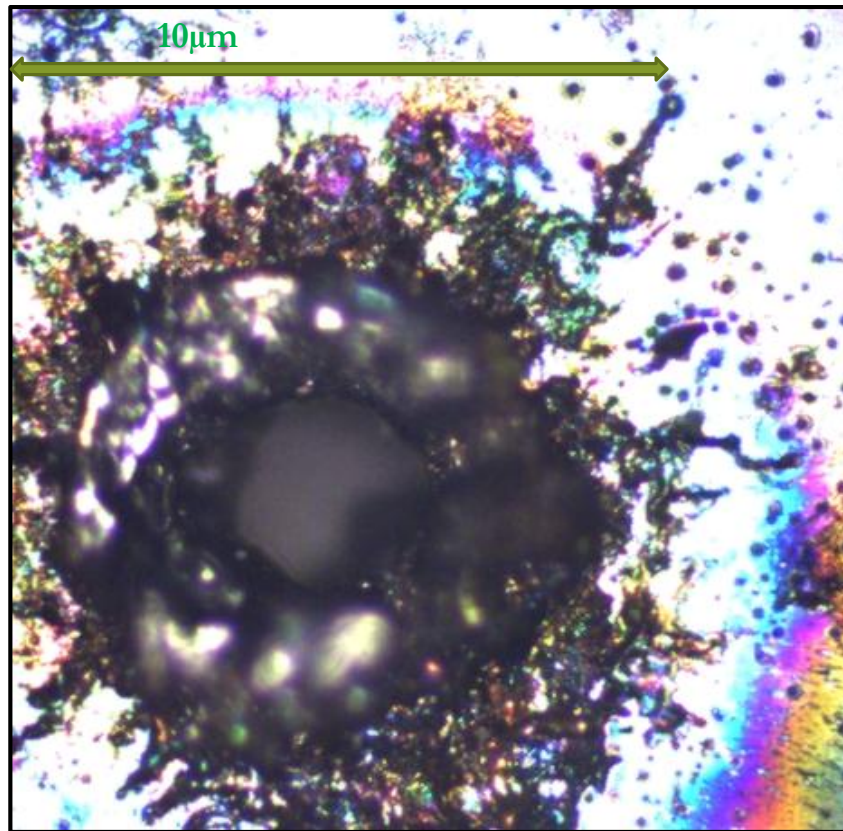


Figura 15. Muestra de Silicio erosionada sin modular la frecuencia de descarga

## CIRCUITO DE DESCARGAS PULSADAS

Para solucionar el problema planteado anteriormente se optó por diseñar el circuito que se muestra en la figura 16 pues es fácil de construir con componentes de bajo costo, además de que nos permite tener control sobre la frecuencia de descarga y tiempo de exposición de la muestra. Por lo que

tomando como base un circuito integrado NE555 que se utiliza en la generación de temporizadores, pulsos y oscilaciones así como para retardar tiempos, está conectado como un multivibrador astable y un relé de 12 voltios se deriva a través del pin 3 del circuito integrado que genera pulsos continuos en el pin 3, que activarán y desactivarán el relé en consecuencia. La velocidad de parpadeo por segundo puede ser controlada por una resistencia variable.

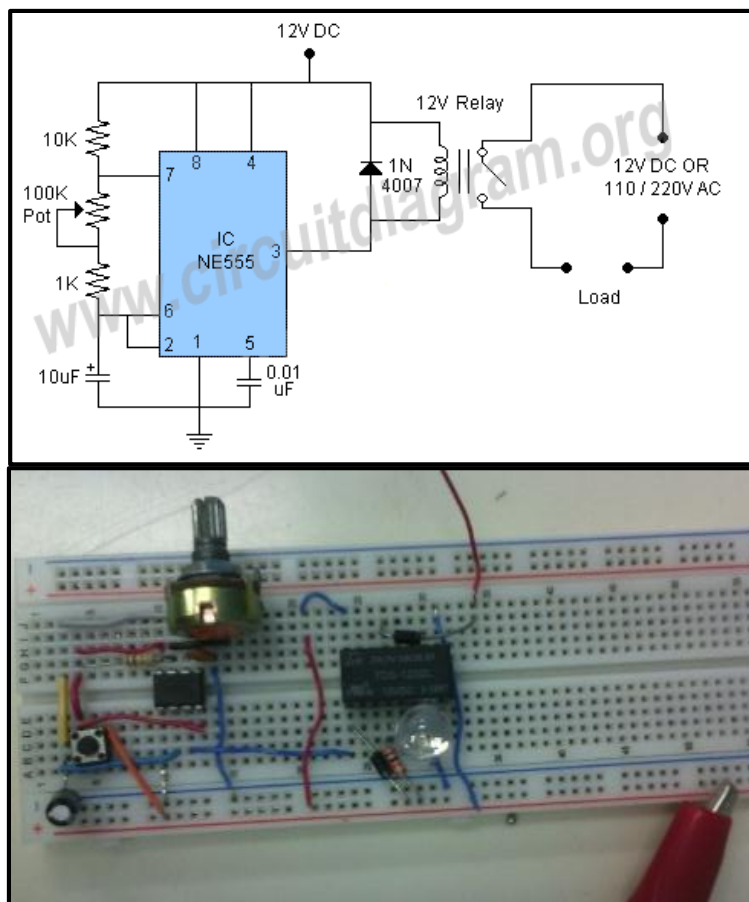


Figura 16. Diagrama del circuito de descargas pulsadas

En la figura 17 se muestra finalmente como se realizó el montaje completo en el que el circuito es alimentado por una fuente que le suministra 10 volts para su operación, mientras que la fuente de alto voltaje manda pulsos de 10V hacia el circuito y 1800V hacia la cámara.

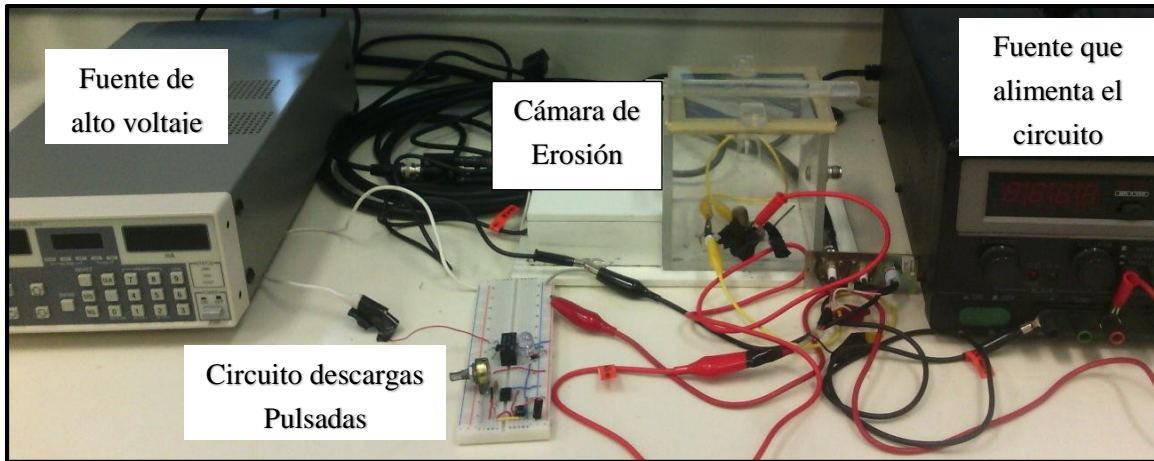


Figura 17. Montaje implementado para erosionar muestras a través de descarga eléctrica con frecuencia variable

## PRUEBAS

Al implementar el montaje anterior pudimos realizar una serie de pruebas exitosas con otros materiales como el silicio, Nitruro de Galio y obleas de nitruro de Galio sobre silicio lo que nos permitió localizar la frecuencia adecuada (2 pulsos por segundo) para erosionar superficie de las muestras evitando fracturarlas o perforarlas además que se redujo al máximo el material derretido formado alrededor de la zona de erosión observado en las pruebas, que se puede observar en figura 9 todas ellas previas al circuito. Del mismo modo se pudieron obtener poros de tamaños que oscilaban entre los 2 y los 5  $\mu\text{m}$  como se muestra en las figura 18 y 19, lo que nos dice que nuestro sistema de erosión es confiable para iniciar la erosión de las muestras de Carburo de Silicio.

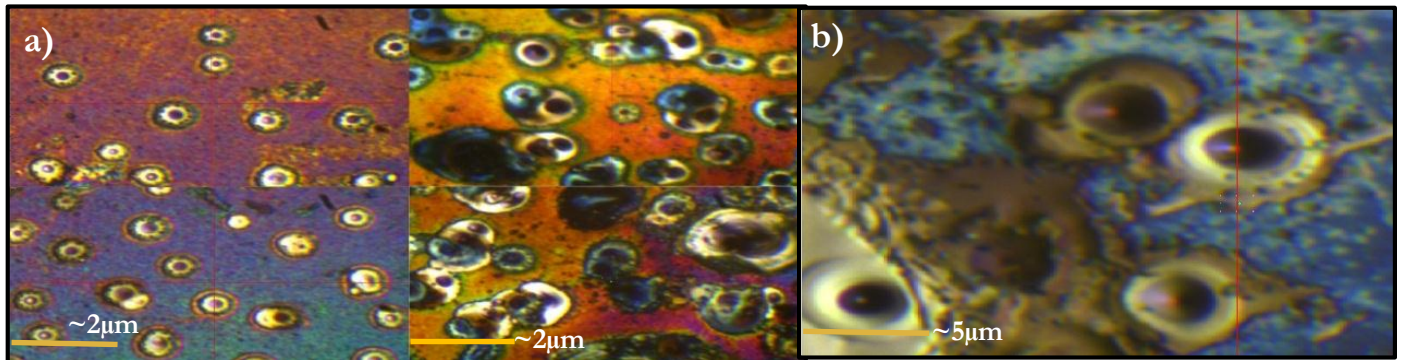


Figura 18. Muestras erosionadas (objetivo 50X) de: a) GaN /Si (100) y b) Si

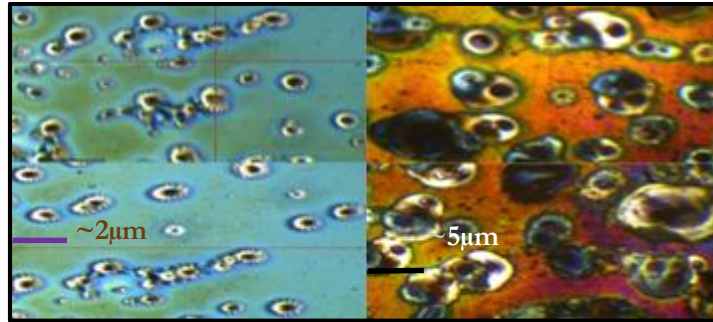


Figura19. Muestras erosionadas (objetivo 20X) de GaN /Si (100)

Las pruebas anteriores nos permitieron, no solo controlar diferentes parámetros que ayudarán a que el experimento sea reproducible, como la altura entre la placa y la punta de tungsteno, el voltaje óptimo así como la frecuencia de erosión, garantizando que las muestras de Carburo de silicio caracterizadas inicialmente no sufrirán ningún daño, al ser sometidas al proceso de erosión.

## **EROSIÓN CARBURO DE SILICIO**

Se realizó la erosión de dos muestras MTI Xtal de carburo de silicio con  $0.25\text{cm}^2$  con estructura 4H y dos de estructura 6H, sin embargo este trabajo se enfoca en las muestras con estructura 4H, pues fue en estas en donde observo un mayor cambio en la superficie una vez erosionadas las muestras.

La primera muestra de SiC 4H recibió una descarga de 1800V con una frecuencia de 2p/s y al hacer una observación a simple vista encontró que aproximadamente el 40% de la muestra habría sufrido cambios significativos, por lo que se recurrió a la observación microscópica con el objetivo de 100x donde se encontraron algunas áreas obscurecidas con respecto a la muestra original como las representadas en la figura 20, se puede apreciar que dichas áreas presentaban una serie de capas superpuestas entre sí y con bordes irregulares de aproximadamente  $0.25\text{mm}^2$  que no se presentaron en ninguna de las pruebas efectuadas en los materiales analizados previamente por lo que fueron catalogadas como “Zonas interesantes”.

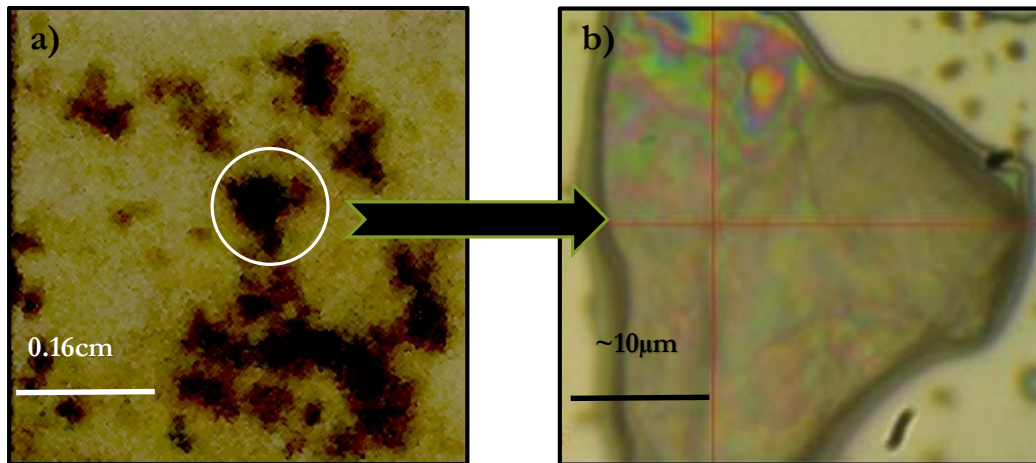


Figura 20. a) Vista de la muestra de carburo de Silicio una vez erosionada b) Aproximación en 100X de una de las áreas interesantes en la primera muestra de SiC 4 H erosionada

Sin embargo pensando en corroborar la presencia de estas zonas interesantes se decidió erosionar una muestra más bajo las mismas condiciones obteniendo nuevamente las áreas denominadas zonas interesantes pero esta vez al observarlas frente al microscopio se pudo observar de una forma mucho más específica que estas zonas se tornaron mucho más oscuras que el resto del material, por lo que a partir de ahora las denominamos como Zonas Oscuras mostradas en la figura 21a), cual nos dio pauta para comenzar su análisis que nos permita identificarlas plenamente.

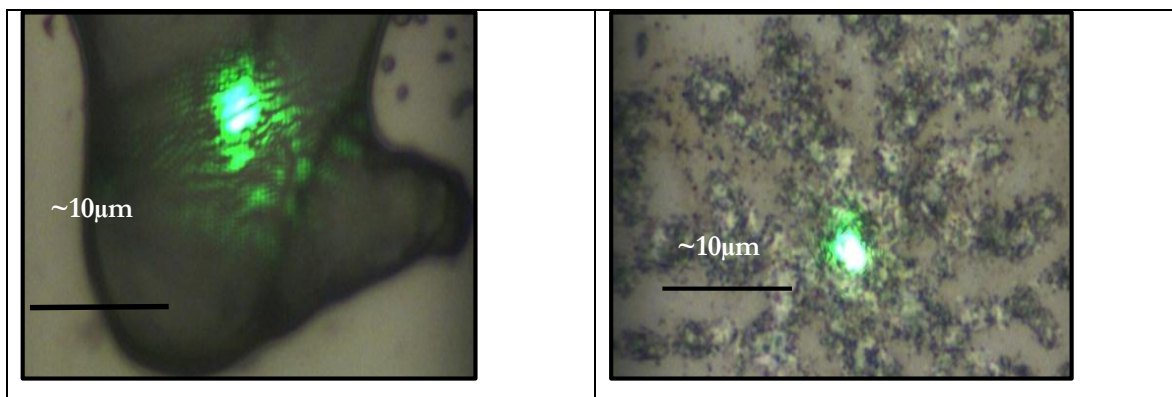


Figura 21. Vista en 100X de la segunda muestra de SiC 4H erosionada a) zonas oscuras b) zonas brillantes



Por último se realizó una erosión más con las condiciones anteriores pero en esta ocasión bajo un flujo de Argón obteniendo zonas similares a las citadas anteriormente y otras totalmente diferentes que fueron llamadas zonas brillantes que se pueden observar en la figura 21b) por su aspecto a simple vista y que no comparten ninguna de las características de las llamadas zonas interesantes en la primera muestra.

Para identificar su composición se realizaron estudios de Espectrometría Raman, Microscopia de fuerza atómica y Difracción de Rayos X, que se detallaran en el capítulo análisis de resultados.

# ANÁLISIS DE RESULTADOS

Para iniciar el presente trabajo se realizaron mediciones de Difracción de Rayos X (XRD) con un equipo de difracción de rayos X de alta resolución marca PANalytical, espectroscopia Raman marca XploRA PLUS, Horiba, para la estructura 4H y se observó la superficie de nuestras muestras con ayuda del Microscopio de fuerza atómica, marca Next NDT Technologies todos propiedad del CIACYT, dichas caracterizaciones sirvieron para contar con parámetros previos a la erosión, que nos permitirán conocer si existió algún cambio en nuestras muestras una vez erosionadas.

La Fig.22 muestra el difractograma obtenido de la medición de rayos X de la muestra previa a la erosión, en él podemos localizar máximos en **35.7 y 44.4** grados consistentes con los reportados en la bibliografía (Match) para el carburo de silicio que serán una referencia de cambio estructural vez erosionadas las muestras.

Por otro lado al ser la espectroscopia Raman una técnica fotónica de alta resolución que proporciona en segundos información química y estructural de casi cualquier material permitiendo su identificación, será nuestra mayor herramienta para caracterizar nuestras muestras, puesto que nos brinda información precisa no solo de la muestra en forma global sino que podemos detallar el estudio en zonas específicas de la muestra

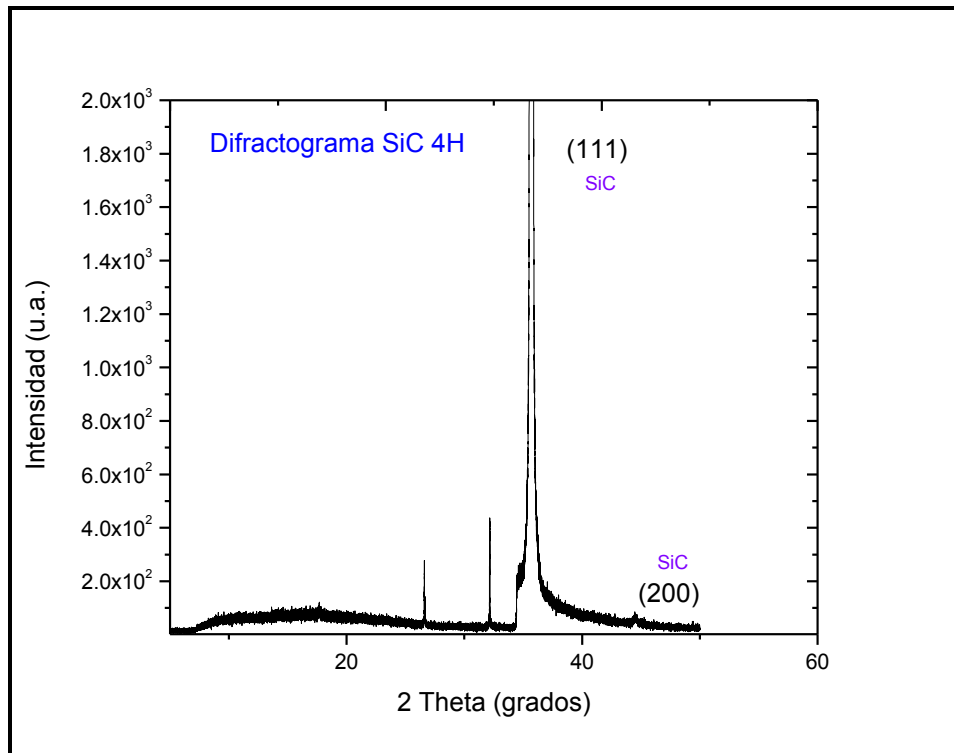


Figura 22. Difractograma Carburo de Silicio 4H sin tratar

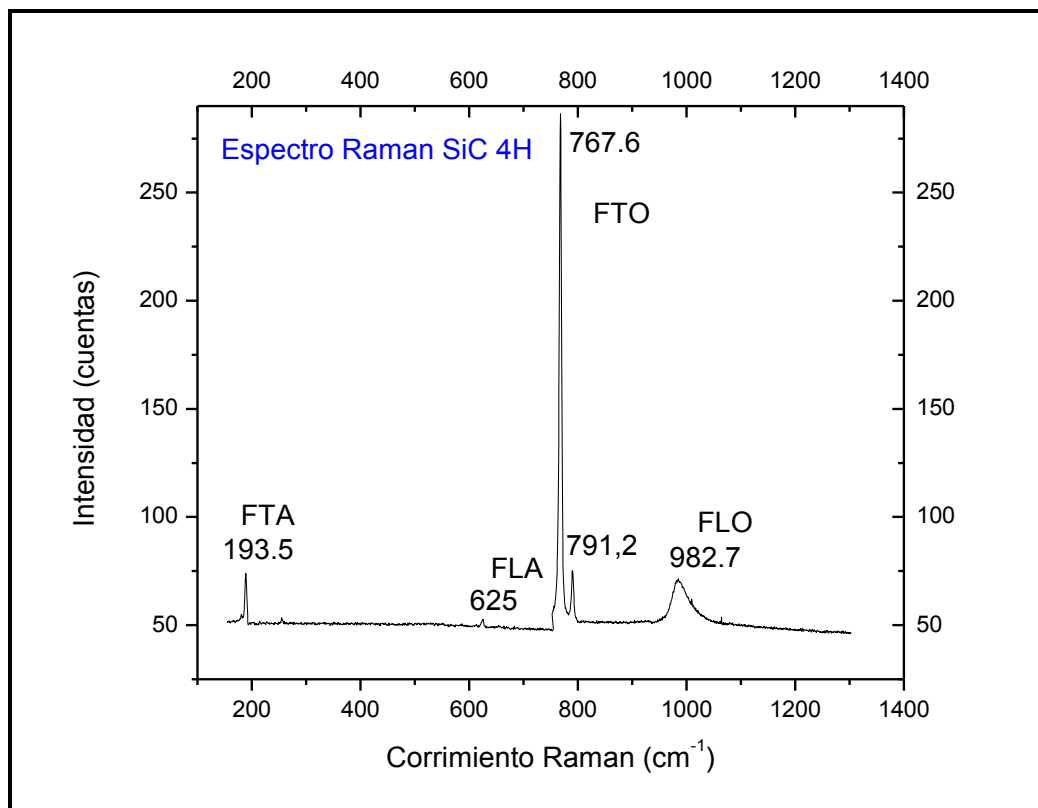


Figura 23. Espectro Raman de muestras de Carburo de Silicio 4H previos a la erosión.

El espectro Raman de la figura 23 corresponde a nuestra muestra antes de la erosión se puede ver que tenemos máximos marcados en  $193\text{cm}^{-1}$  que corresponden a los modos fonónicos en las ramas transversal Acústico  $625\text{cm}^{-1}$  los correspondientes a la rama longitudinal Acústico, alrededor de  $800\text{cm}^{-1}$  (Trasversal Óptico) y en  $982\text{cm}^{-1}$  (Axial Óptico) lo cual es consistente con lo reportado por: S. Nakashima and H. Harima para el politipo 4H del Carburo de silicio [21], lo que será nuestro parámetro previo a la erosión.

Como uno de los objetivos del presente trabajo es conocer si existen cambios estructurales una vez realizada la erosión se consideró complementar a las caracterizaciones anteriores con el estudio de la muestra mediante AFM pues es sumamente importante conocer la superficie de nuestras muestras antes del proceso de erosión, por lo que al observarlas bajo el microscopio de fuerza atómica obtuvimos las siguientes micrografías.

La Figura 24, exhibe la superficie de la muestra antes de la erosión de donde pudimos conocer que tienen una rugosidad superficial de **8.1nm** y una rugosidad media cuadrada de **10.53nm**

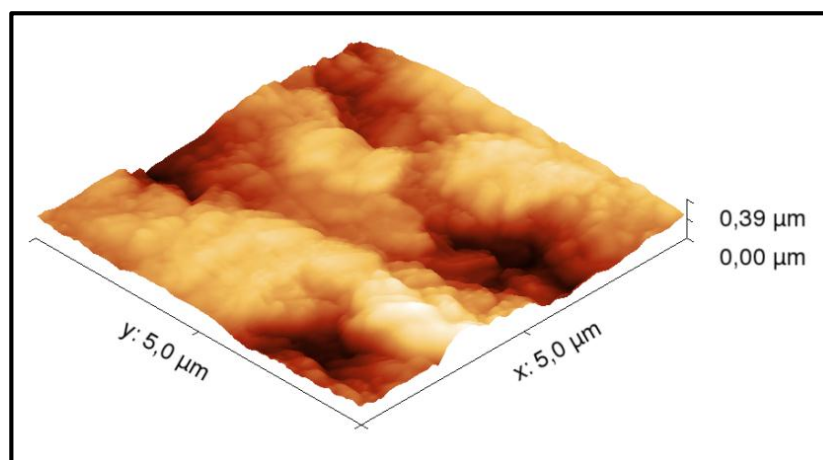


Figura 24. Micrografías de muestras de SiC 4H

Una vez realizadas las caracterizaciones planteadas anteriormente a cada una de nuestras muestras se realizó la erosión.

Primero se erosionó una muestra de Carburo de Silicio 4H, haciendo pasar sobre ella un voltaje de **1800V** con una frecuencia de **2p/s**, al observarla bajo el microscopio en búsqueda de algún cambio superficial o estructural se identificaron 5 zonas visibles en figura 25 (B, C, D, F y G) que denominamos en un principio solamente como zonas interesantes, para diferenciarlas del resto de la muestra donde no se observó cambio después de la erosión.

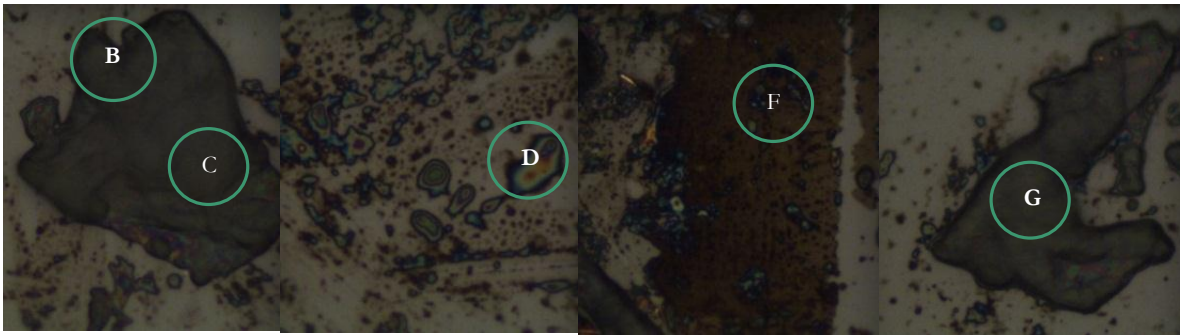


Figura 25. Zonas B, C, D, F y G observadas bajo el microscopio

Dichas zonas parecen tener similitudes a simple vista como son: El cambio de tono más oscuro a la muestra inicial, además de que presentaban una especie de láminas delgadas una sobre la otra, lo cual no sin embargo dichas características aun que denotan el cambio en la superficie de la muestra no proporcionan información concreta sobre el material formado por lo que con el fin de tener mayor información de cada una de estas zonas les realizamos un análisis Raman, obteniendo una similitud considerable en sus espectros, figura 26, lo cual es un paso más en el proceso de identificación de las mismas, pues sabemos que son de un material similar que se identificará posteriormente.

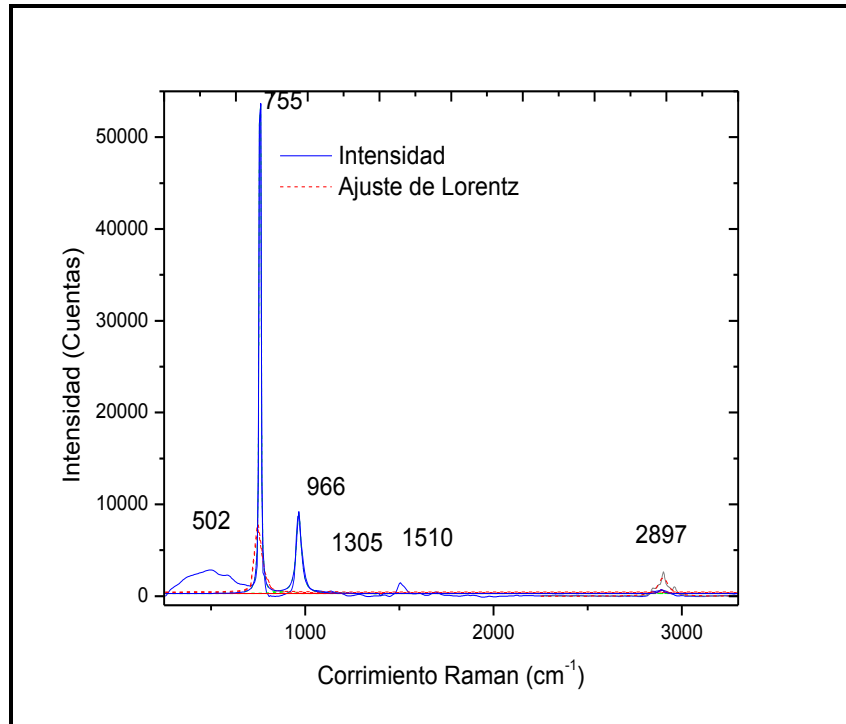


Figura 26. Espectro Raman de las zonas denominadas importantes

De la figura 26 se puede observar que se mantuvieron las bandas Raman localizadas alrededor  $600, 800$  y  $1000\text{ cm}^{-1}$  (FLA, FTO, FLO) consistentes con las reportados para el carburo de silicio (SiC), sin embargo identificamos la aparición de nuevas bandas alrededor de los  $1305, 1510, 2897$  y  $2953\text{ cm}^{-1}$ , que no corresponden al SiC pero al investigar en la bibliografía se encontró que son característicos de algunos alótropos del carbono, en particular del grafeno o grafito, los cuales tienen bandas alrededor de  $1587\text{ cm}^{-1}$  para la llamada banda G [22] llamada así por su relación con el orden grafitico, y es debida al movimiento relativo de pares de átomos de carbono unidos mediante enlaces  $sp^2$  a lo largo de la dirección del enlace. La posición de la banda G es altamente sensible al número de capas presentes en la muestra por lo que es de ayuda para determinar su espesor, es decir nos da información sobre la calidad del grafeno obtenido, sin embargo debemos tener en cuenta que la posición de esta banda puede también verse afectada por otros factores por lo que es conveniente analizar la intensidad de la banda que regularmente es menos susceptible a estos factores. Ver figura 27 [23].

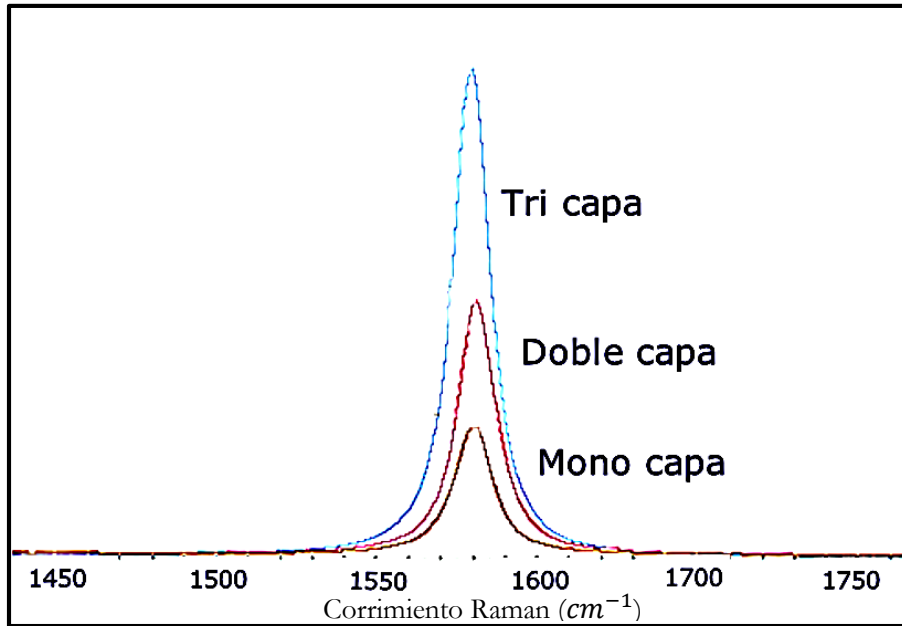


Figura 27 Aumento lineal en la intensidad de la banda G con relación al número de capas de grafeno, bajo un láser de 532nm. (Imagen OMNIC Software)

Por otro lado suele utilizarse la siguiente relación empírica para conocer el número de capas teniendo la posición de la banda:

$$w_G = 1581.6 + 11/(1 + n^{1.6}) \quad (1)$$

Donde  $w_G$  es la posición de la banda y  $n$  es el número de capas presentes en la muestra. Las posiciones de las bandas mostradas en la figura 28 están en estrecha concordancia con las posiciones calculadas para estas ubicaciones de banda.

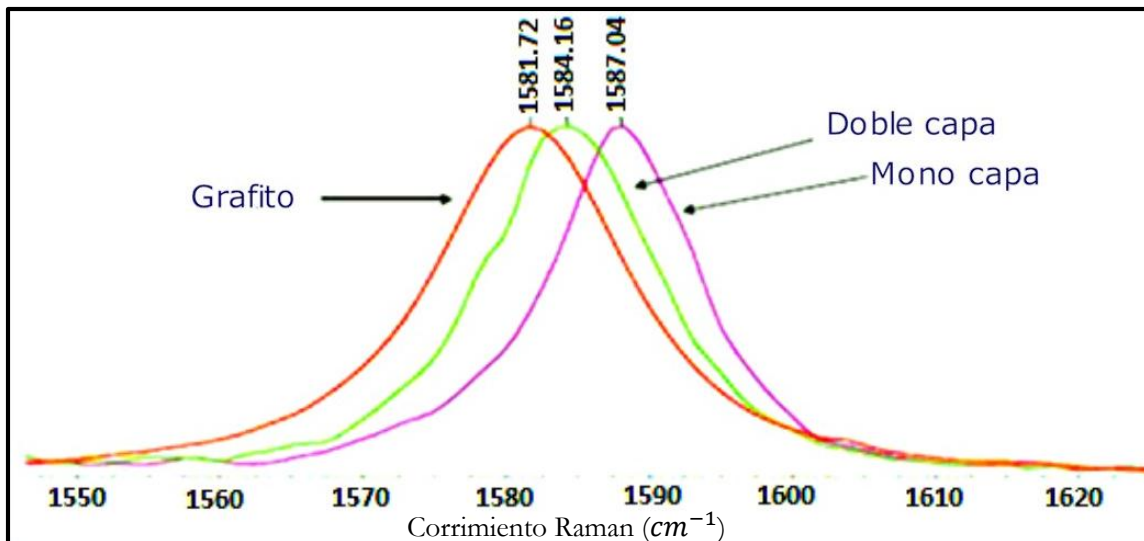


Figura 28 La posición de la banda G en función del espesor de la capa. (Imagen OMNIC Software)

A medida que el grafito va perdiendo su orden estructural, comienzan a aparecer nuevas bandas en el espectro de primer orden debido a la relajación de las reglas de selección que estas imperfecciones provocan. En materiales que no se alejan excesivamente del grafito ideal (p.ej., grafito policristalino o con una pequeña densidad de defectos superficiales), la banda más apreciable en el espectro de primer orden, aparte de la G, es notable una banda localizada en torno a  $1360\text{ cm}^{-1}$ , denominada D. que es un modo de respiración de los anillos de carbono  $sp^2$ , es de recalcar que entre más grande es la banda significa que hay muchos más defectos en el material, por otro lado su intensidad es directamente proporcional al nivel de defectos, [23] por lo que está también puede ser usada para conocer el número de capas. Además, aparece una pequeña banda en torno a  $1620\text{ cm}^{-1}$  asociada regularmente a los defectos del material y casi imperceptible en grafito cristalino, [24]. Las posiciones, anchuras e intensidades relativas de estas bandas, y más en particular de las bandas D y G, permiten identificar diferentes características del material en cuestión. [23]

Por otro lado alrededor de los  $2300$  a los  $3300\text{ cm}^{-1}$  aparecen los sobre tonos de las bandas de primer orden, la más común está localizada alrededor de los  $2700\text{ cm}^{-1}$  y es llamada 2D por ser el sobre tono de la banda D, esta banda se encuentra presente en los materiales no ideales, además de que no necesita ser activada por la proximidad de un defecto por lo que es siempre una banda fuerte en el grafeno incluso cuando no hay banda D presente. En contraste con el método anterior, el método para conocer el número de capas de grafeno mediante la banda 2D depende no sólo de posición de la banda sino también en forma de banda. Las diferencias en esta banda entre grafeno de una sola capa, dobles y triples se pueden ver en la figura 29.



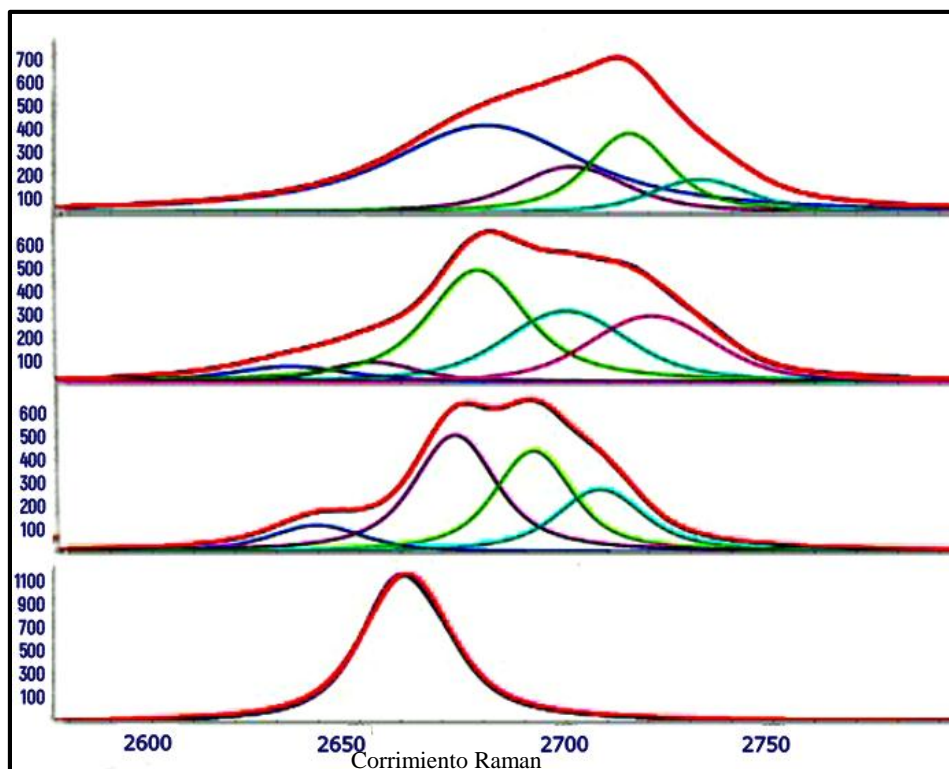


Figura 29. La banda 2D exhibe distintas diferencias de forma de banda con el número de capas presentes.  
(Imagen OMNIC Software)

También se puede apreciar la llamada banda 2D' entorno a  $\sim 3200\text{cm}^{-1}$  (sobre tono de la banda D'). Es importante que conforme nos alejamos del material ideal estas bandas de segundo orden comienzan a ensancharse y a perder intensidad, superponiéndose unas con otras hasta que resulta imposible su identificación individual. [25].

Es necesario tener en cuenta que muchas de las estructuras presentes en el espectro Raman del grafeno también están presentes en el grafito y en los nanotubos, de modo que la comprensión de todas las estructuras presentes en el espectro Raman es clave para poder dilucidar las propiedades de las distintas formas alotrópicas del carbono [26]

Con el fin de analizar de forma más detallada nuestros resultados nos enfocáremos en las regiones entre  $1200$  y  $1700\text{cm}^{-1}$  así como entre  $2700$  y  $3100\text{cm}^{-1}$  del espectro Raman de la figura 26, así como por el corrimiento de la banda, G, observada en la figura 28 pues es en estas zonas donde se localizan las bandas D, G, 2D y G+D, que son la principal herramienta para identificar el alótropo de carbón existente y en nuestro caso se concentra la mayor información sobre la calidad del grafeno obtenido mediante la erosión, además al agregar un

ajuste de Lorentz (elegido debido a la relajación exponencial de la población vibracional, ya que es un pico agudo en el centro pero se amplía en los extremos).

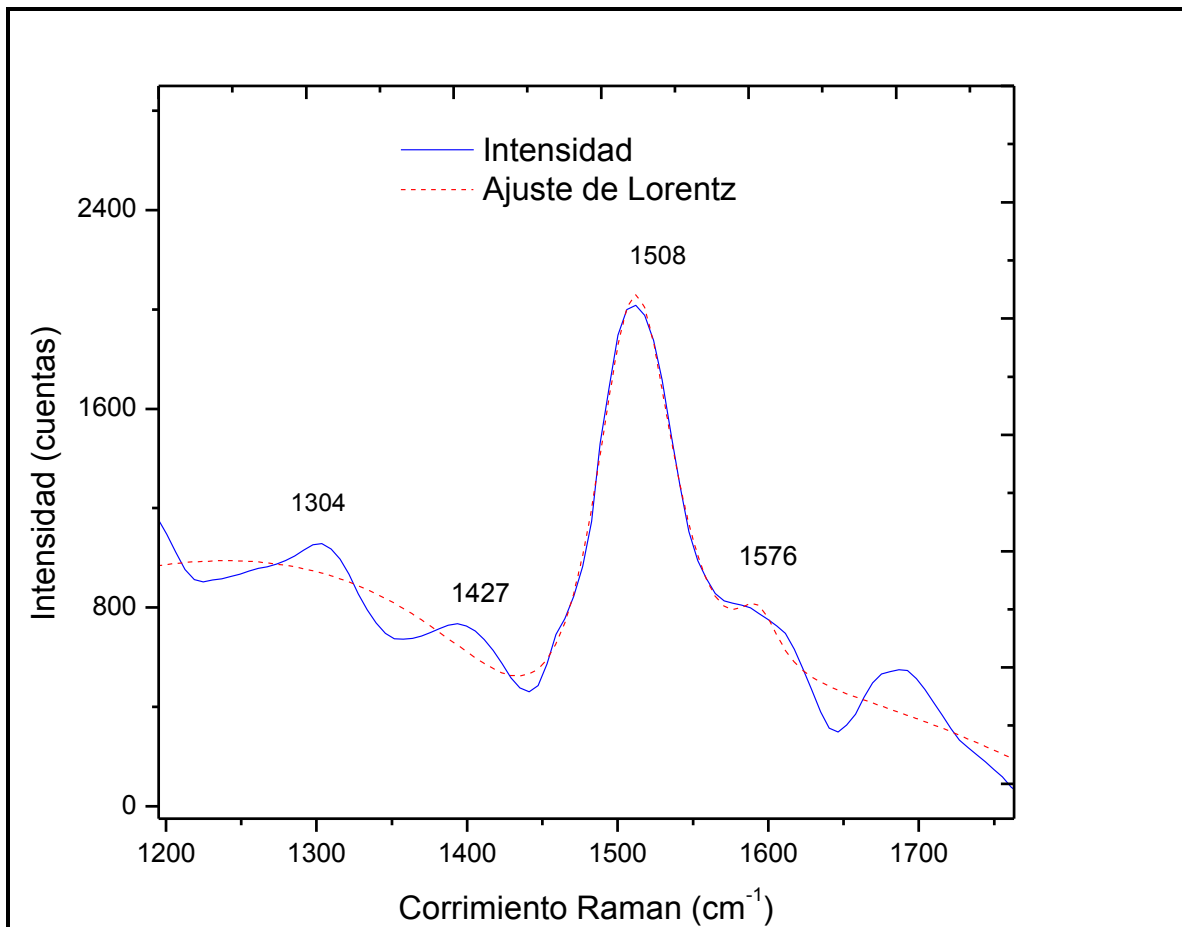


Figura 30. Acercamiento del Espectro Raman de las zonas oscuras localizado entre 1200 y 1700  $\text{cm}^{-1}$ .

Del mismo modo podremos conseguir detalles específicos sobre el número de capas del grafeno gracias al corrimiento y forma de la banda 2D.

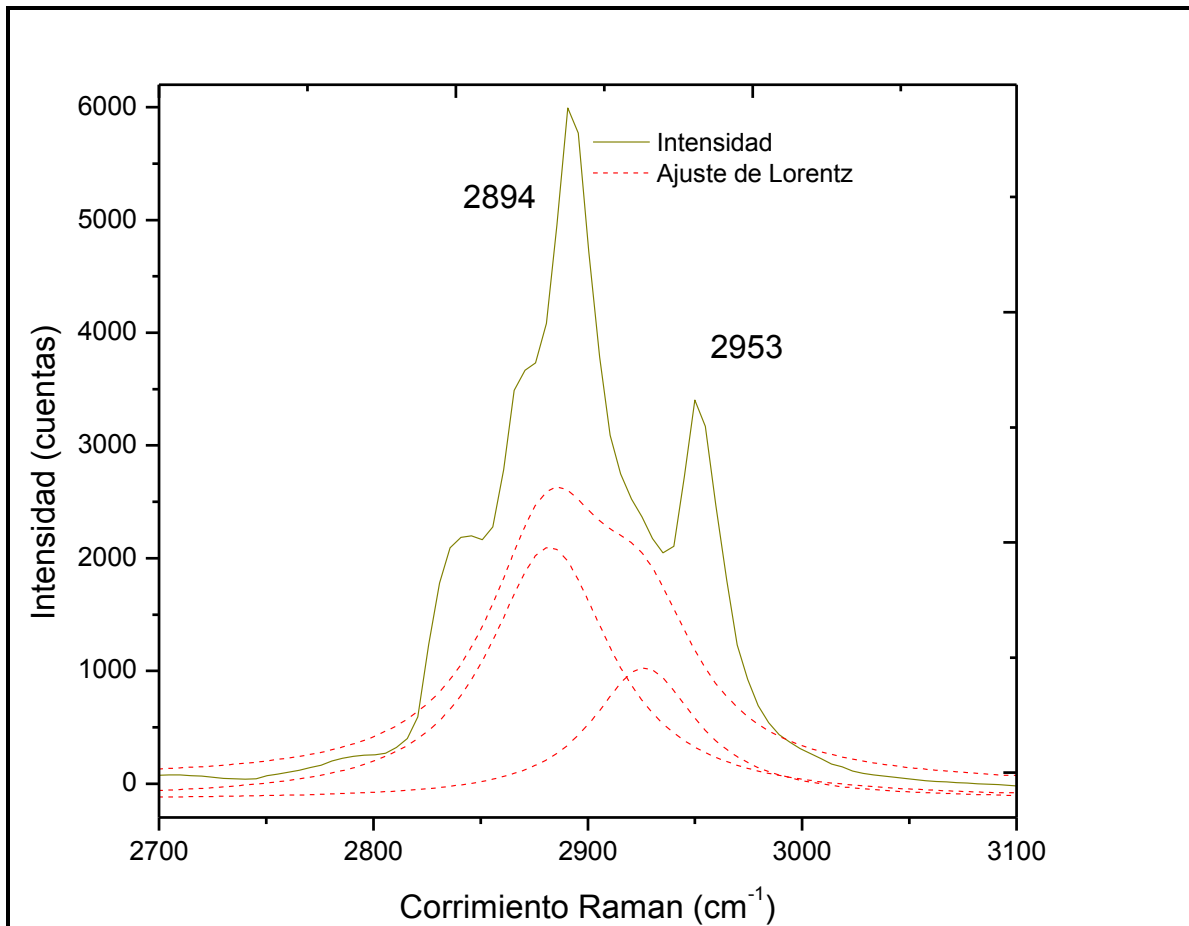


Figura 30. Acercamiento del Espectro Raman de las zonas oscuras localizado entre b) 2700 y 3100cm<sup>-1</sup>

Al analizar con detenimiento las figuras 29 y 30 podemos identificar una banda Raman alrededor de los 1304cm<sup>-1</sup> el cual es semejante al valor de la banda denominada anteriormente como banda D para el grafeno, del mismo modo podemos ubicar en nuestro espectro la banda Raman ubicado aproximadamente en 1576cm<sup>-1</sup> se ajusta al valor de 1587cm<sup>-1</sup> correspondiente a la banda G, lo mismo para los valores en 1682, 2894 y 2953cm<sup>-1</sup> que son semejantes a los valores que definen las bandas D', 2D y la denominada G+D. De lo anterior podemos decir que gracias al proceso de erosión el SiC sufre un reacomodamiento en la superficie al sublimarse el Silicio gracias al abrupto aumento de temperatura al que se sometió nuestra muestra durante el proceso de erosión lo que resultó en la formación de grafeno en la superficie. Si bien se logró identificar la aparición de grafeno en nuestra muestra es de suma

importancia que podamos conocer también el número de capas que tenemos presentes.

Aplicando los métodos para conocer el número de capas del grafeno resultante de la erosión usando las bandas G y 2D a nuestros espectros podemos decir que tenemos grafeno multi capa sin embargo para corroborarlo despejamos el valor de n en la ecuación (1) y obtenemos que  $n=5.6$  capas, es decir tenemos aprox.5 capas de grafeno consideradas como *grafeno few layer*.

Además el grafeno de una capa también se puede identificar analizando la relación de intensidad de pico de las bandas 2D y G.La relación  $I_{2D} / I_G$  de estas bandas para grafeno de una sola capa de alta calidad (sin defectos) será igual a 2, así para grafeno doble capa será igual a 1 y por último para grafeno few y multilayer estará entre a 0.8 y 0.5. Por lo que para nuestras muestras tendremos que:

$$I_{2D} / I_G = 0.513$$

Lo cual nos muestra que tenemos también grafeno multilayer. Del mismo modo el ancho total del máximo medio (FWHM) del pico 2D para nuestra muestra es  $11\text{cm}^{-1}$  y para el G es de  $28\text{cm}^{-1}$  lo cual es casi el doble del primero, lo que concuerda con lo reportado por Ferrari, [2].

Continuando con el análisis de la superficie a través de la espectroscopia raman se encontraron ramas localizadas alrededor de  $1325$ ,  $1552$ ,  $2686$  y  $2936\text{cm}^{-1}$  lo que guarda una gran similitud con las ramas documentadas en los espectros para óxidos de grafeno, mostrados en la figura 31 este hecho es comprensible puesto que nuestras muestras han estado en contacto con oxígeno, durante y después de la erosión. [27][28].

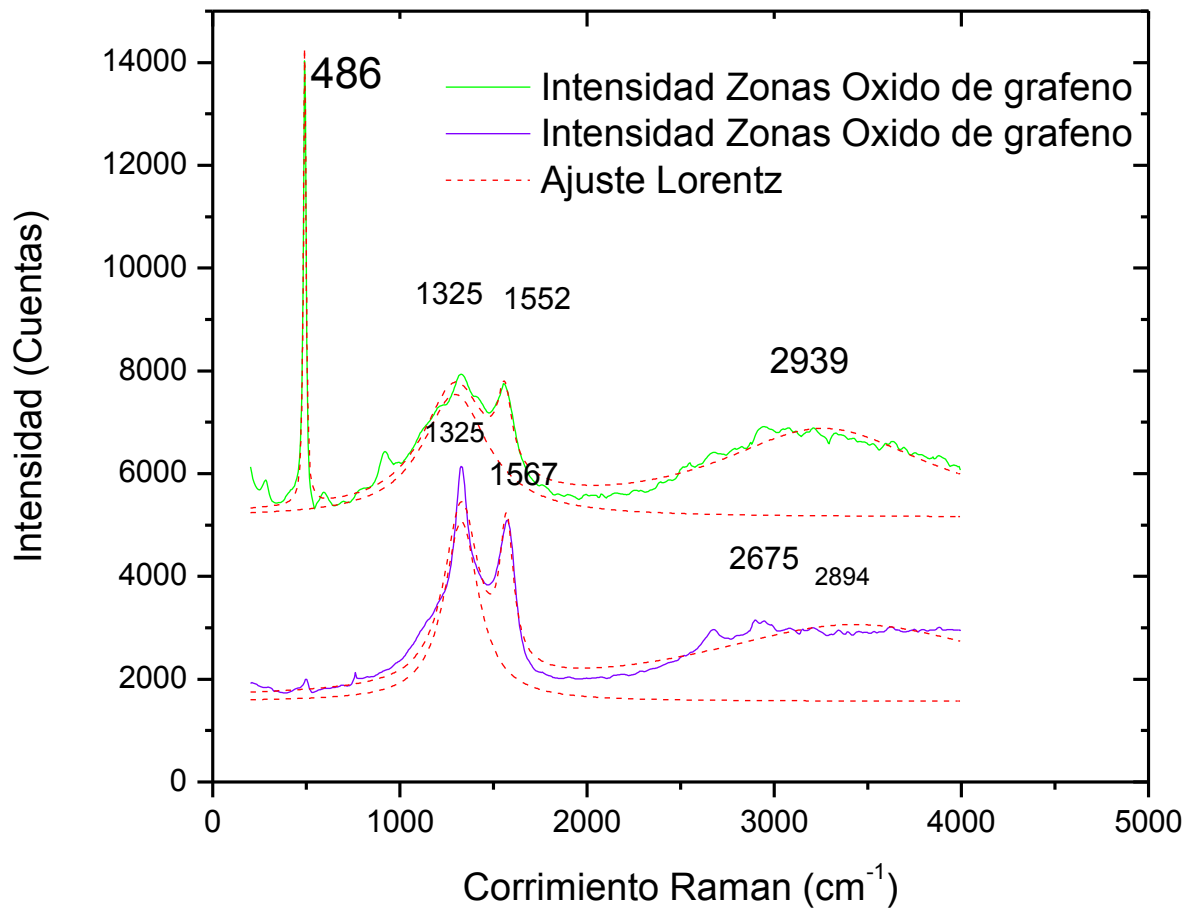


Figura 31. Espectros Raman de nuestras muestras consistentes con óxido de grafeno.

Una vez erosionadas las muestras en una atmosfera de Argón pudimos eliminar la producción de óxidos de grafeno, por lo que se despejó la interrogante anterior confirmado que dichos óxidos se habían formado durante el proceso de erosión y no posteriormente, otro descubrimiento que resulto ser inesperado fue que al analizar bajo el microscopio las muestras erosionadas bajo atmosfera de argón encontramos la aparición de zonas que denominamos brillantes como puede verse en la figura 32, dichas zonas tenían una apariencia resplandeciente bajo el microscopio además de que parecían tener la capacidad de reflejar de manera intensa la luz y lucían totalmente diferentes físicamente a las llamadas

zonas oscuras identificadas en las muestras erosionadas en aire e identificadas anteriormente como *grafeno few layer* y óxido de grafeno.,

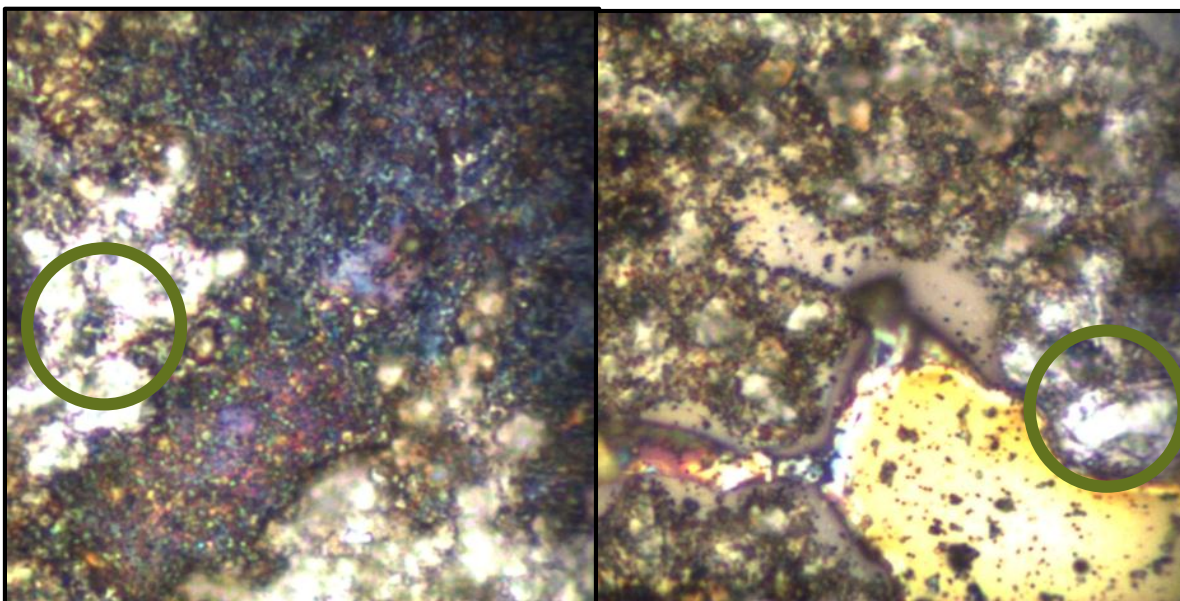


Figura 32. Zonas denominadas brillantes en muestras erosionadas en atmosfera de Argón.

Por otro lado no solo existían diferencias físicas considerables entre las denominadas zonas oscuras y zonas brillantes sino que su espectro Raman, mostrado en la figura 33, de estas últimas era totalmente diferente. Podemos identificar la aparición de una rama alrededor de  $1335\text{cm}^{-1}$  muy intenso y otro de menor intensidad en  $1584\text{cm}^{-1}$  que al consultar en la bibliografía y se puede considerar que es muy similar a los reportados por Diane S. Knight and William B. White, observados en la figura 34. para nano cristales de carbono. [29].

Por lo que podemos afirmar que no solo pudimos obtener grafeno de nuestras muestras sino que se logró sintetizar óxidos de grafeno y nanocristales de carbón, tan solo modificando la atmosfera en la que se realiza el proceso de erosión.

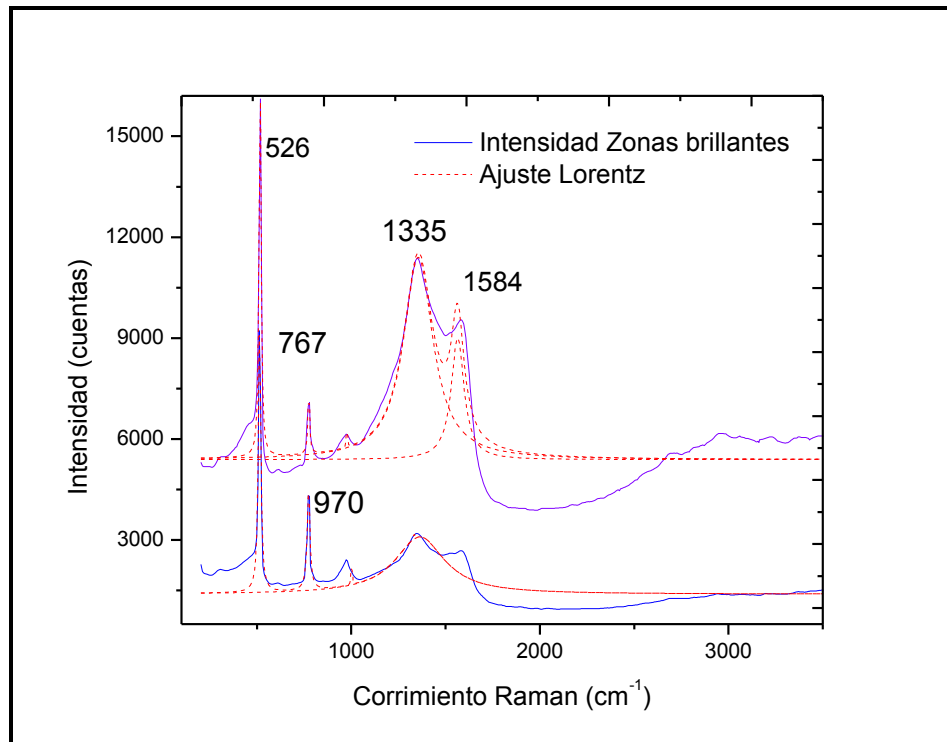


Figura 33. Espectro Raman de las zonas denominadas brillantes.

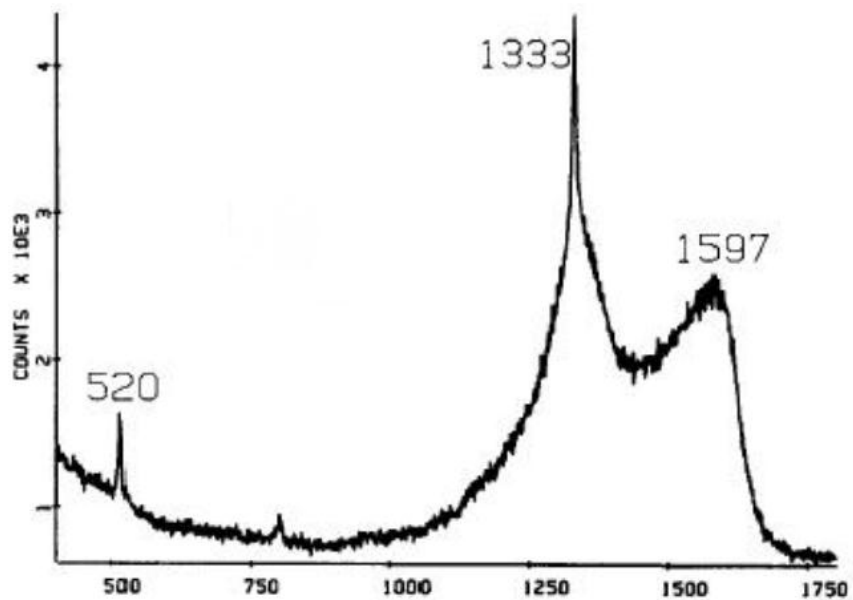


Figura 34. Espectros Raman de varias películas de diamante sobre sustratos de silicio.

La siguiente tabla nos ayudará a resumir de una manera más clara la información sobre nuestros resultados:

		<i>D</i>		<i>G</i>		<i>2D</i>		<i>G+D</i>	
		<i>Corrimiento Raman(cm<sup>-1</sup>)</i>	<i>λ(nm)</i>	<i>Corrimiento Raman(cm<sup>-1</sup>)</i>	<i>λ (nm)</i>	<i>Corrimiento Raman(cm<sup>-1</sup>)</i>	<i>λ(nm)</i>	<i>Corrimiento Raman(cm<sup>-1</sup>)</i>	<i>λ(nm)</i>
<i>Reportados en la bibliografía</i>	Grafeno (Rao et al)	1350	532.38	1583	532.45	2699	532.76	2947	532.84
	Óxido de Grafeno	1352	532.38	1581	532.45	2694	532.75	2940	532.84
	Nano cristales de carbono	1333	532.38	1597	532.45				
<i>Resultados propios</i>	Grafeno	1304	532.37	1508	532.45	2894	532.82	2953	532.83
	Óxido de Grafeno	1337	532.38	1580	532.44	2686	532.76	2936	532.83
	Nanocristales de carbono	1335	532.37	1584	532.44				
<i>λ (Longitud de onda) de excitación 532nm</i>									

Tabla 1. Comparación de las bandas de vibración obtenidos por Espectroscopia de Raman.



Por último se buscó caracterizar nuevamente mediante AFM nuestras muestras sin embargo la superficie no permitía dicha medición pues existían valles y crestas muy pronunciadas producidas por la erosión por lo que tuvimos que esperar para realizar dicha caracterización, de la imagen de la figura 35 podemos observar que existieron cambios considerables en la superficie de la muestra, aparecieron un mayor número de valles que los observados en la imagen de la superficie previa a la erosión, lo que podría denotar la aparición de capas de material en la superficie.

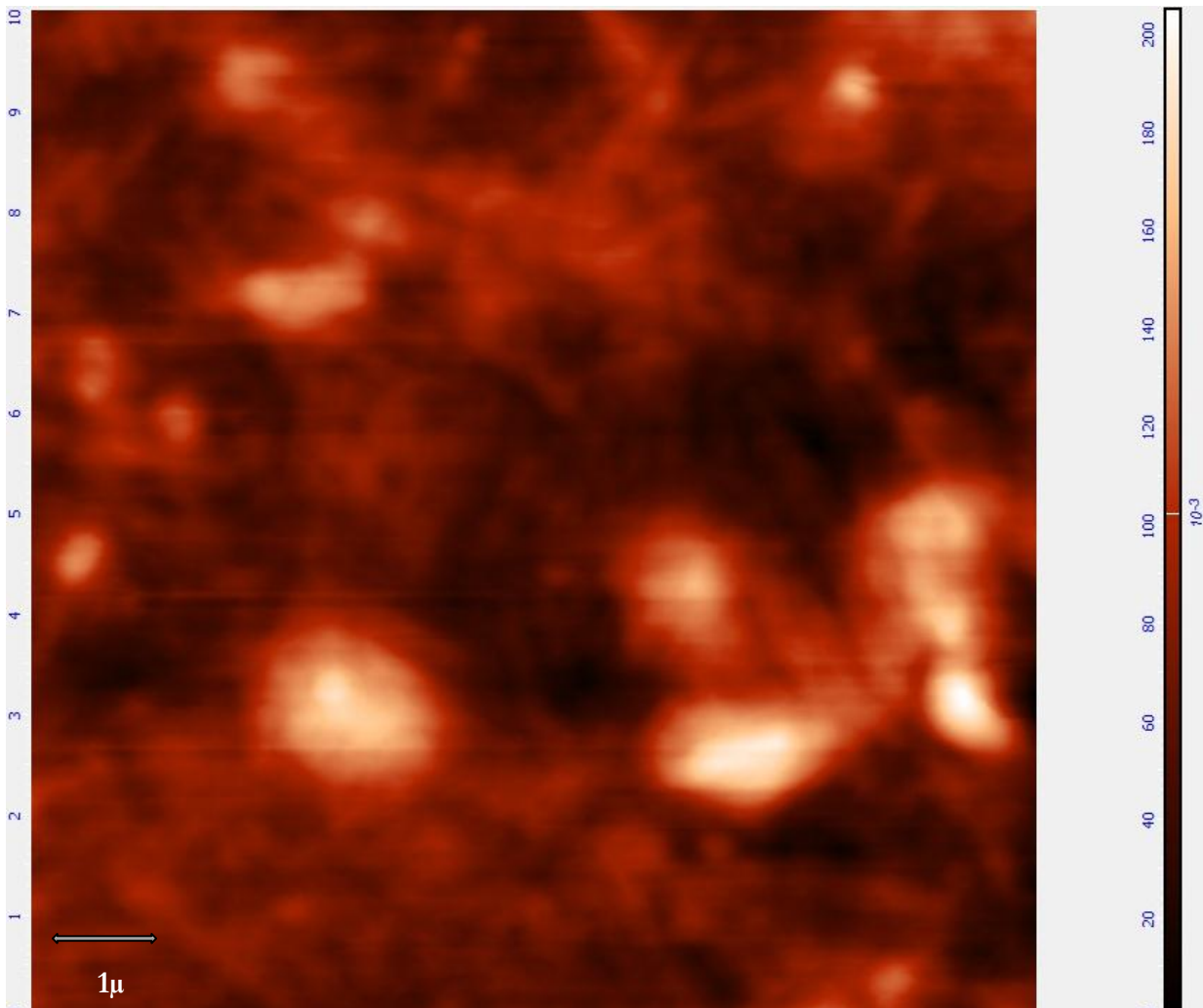


Figura.35 Imagen mediante el microscopio de fuerza atómica de nuestra muestra erosionada

Como último paso para confirmar los cambios estructurales en la muestra erosionada se completó el esquema de caracterizaciones programadas con la Difracción de Rayos X (XRD), donde se obtuvo el siguiente difractograma:

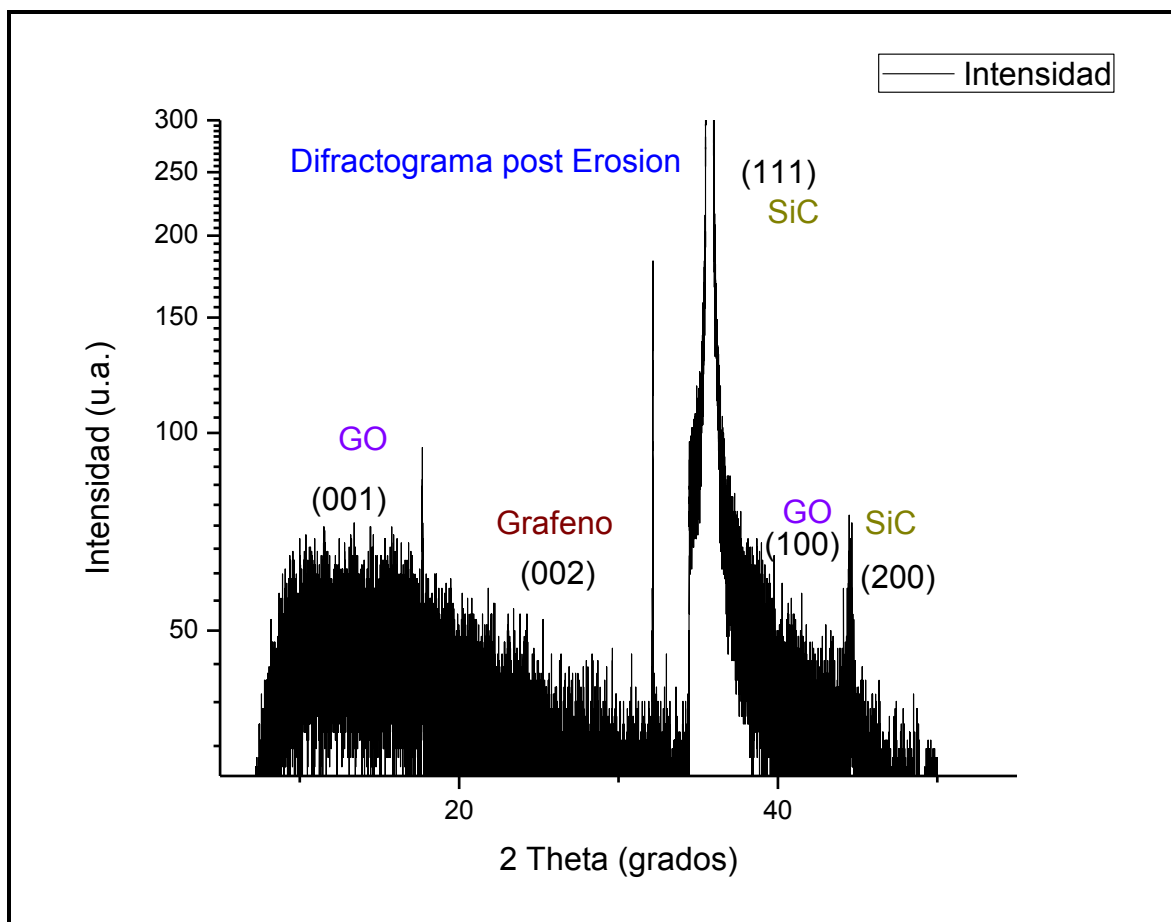


Fig.36.Difractograma de la muestra después de la erosión.

Como puede observarse (Fig.36) existen picos entre  $2\theta = 11^\circ$  y  $17^\circ$  correspondientes con el plano (001) de óxidos de grafeno, al igual que en  $2\theta = 43^\circ$  correspondiente al plano (200). De igual manera podemos observar una señal cercana a  $2\theta = 25^\circ$  consistente con grafeno en el plano (002), además se mantienen los picos alrededor de  $2\theta = 35^\circ$  (111) y  $45^\circ$  (200).

# CONCLUSIONES

Podemos concluir que gracias al proceso de erosión por arco eléctrico de carburo de silicio es posible obtener diferentes estructuras de carbón como son nano hojas de grafeno *few layers*, y óxidos de grafeno.

Al cambiar a atmosfera de Argón nuestro experimento se eliminó los óxidos de grafeno y se observó la aparición de nanocristales de carbón en la superficie.

Nuestra investigación concluye que el método de obtención presentado permite producir nanohojas de grafeno *few layers* de una manera relativamente sencilla, además de que podría fácilmente extrapolarse con muestras de mayor tamaño, lo cual proporcionaría una alternativa viable para lograr la elaboración de grafeno a gran escala, lo cual se ha perseguido desde hace algún tiempo.

# BIBLIOGRAFÍA

1. Ma. Guadalupe Méndez Medrano, H. C. Rosu y L. A. Torres González. (2012). Grafeno: El alótropo más prometedor del carbono, *Acta Universitaria UG*, Vol. 22 N. 3.
2. A. C. Ferrari,<sup>1</sup> J. C. Meyer, V. Scardaci, C. Casiraghi,<sup>1</sup> M. Lazzeri, F. Mauri,<sup>3</sup> S. Piscanec, D. Jiang, K. S. Novoselov, S. Roth y A. K. Geim. (2006). Raman Spectrum of Graphene and Graphene Layers, *Physical Review Letters*
3. Wikipedia, la enciclopedia libre. <https://es.wikipedia.org/wiki/Grafeno>.
4. Kim K.S., Zhao Y., Jang H., Lee S.Y., Kim J.M., Kim K.S., Ahn J. H., Kim P., Choi J. Y. y Hong B.H. (2009). Large scale pattern growth of graphene films for stretchable transparent electrodes, *Nature* 457, 706-710.
5. Sutter P.W., Flege J. I. and Sutter E.A. (2008). Epitaxial graphene on ruthenium, *Nat. Mater.*
6. Reina, X. T. Jia, J. Ho, D. Nezich, H. B. Son, V. Bulovic, M. S. Dresselhaus y J. Kong, (2009). Large area, few-layer graphene films on arbitrary substrates by chemical vapor deposition, *Nano lett.*, 9, 30.
7. W. Z. Li, S. S. Xie, L. X. Qian, B. H. Chang, B. S. Zou, W. Y. Zhou, R. A. Zhao y G. Wang, (1996). Large-Scale Synthesis of Aligned Carbon Nanotubes, *Science*.
8. Stankovich S., Piner R.D., Chen X., Wu N., Nguyen S.T. y Ruoff R.S.(2005), Stable aqueous dispersions of graphitic nanoplatelets via the reduction of exfoliated graphite oxide in the presence of poly(sodium 4 styrenesulfonate), *Journal of Materials Chemistry*.
9. Li D., Muller M.B., Gilje S., Kaner R.B. y Wallace G.G. (2008). Processable aqueous dispersions of graphene nanosheets, *Nanotechnology*, 3 (2), 101-105.

10. Athanasios B. Bourlinosa, Vasilios Georgakilasa, , Radek Zborilb, Theodore A. Steriotisc, Athanasios K. Stubosd y Christos Trapalisa, (2009). Aqueous-phase exfoliation of graphite in the presence of polyvinylpyrrolidone for the production of water-soluble graphenes. *Solid State Communications*.
11. S. De, P.J. King, M. Lotya, A. O'Neill, E. M. Doherty, Y. Hernandez, G. Duesberg y J. N. Coleman. (2010) Flexible, transparent, conducting films of randomly stacked graphene from surfactant-stabilized, oxide-free graphene dispersions. *Small*
12. Y. Hernandez, V. Nicolosi, M. Lotya, F. M. Blighe, Z. Y. Sun, S. De, I. T. McGovern, B. Holland, M. Byrne, Y. K. Gun'ko, J. J. Boland, P. Niraj, G. Duesberg, S. Krishnamurthy, R. Goodhue, J. Hutchison, V. Scardaci, A. C. Ferrari y J. N. Coleman (2008), *Nature nanotech*, 3, 563
13. Dominika Teklinska, Kinga Kosciwicz, Kacper Grodecki, Mateusz Tokarczyk, Grzegorz Kowalski, Wlodzimierz Strupinski, Andrzej Olszyna y Jacek Baranowski, Epitaxial graphene perfection vs. SiC substrate quality.(2011), *Central European Journal of Physics*
14. C. Faugeras, A. Nerrière, M. Potemski, A Mahmood, E. Dujardin,C. Berger , y W. A. de Heer. (2007) Few-layer graphene on SiC, pyrolytic graphite, and graphene: A Raman scattering study.
15. Wikipedia, la enciclopedia libre. [https://es.wikipedia.org/wiki/Carburo\\_de\\_silicio](https://es.wikipedia.org/wiki/Carburo_de_silicio))
16. Houyem Abderrazak and Emna Selmane Bel Hadj Hmida (2011). Silicon Carbide: Synthesis and Properties, Properties and Applications of Silicon Carbide, Prof. Rosario Gerhardt (Ed.), ISBN: 978-953-307-201-2.
17. Vadim Siklitsky, <http://www.ioffe.ru/SVA/NSM/Semicond/SiC/>
18. Francisco Miguel Morales Sánchez. (2003). Desarrollo de sustratos de carburo de silicio mediante carburización e implantación iónica de silicio monocristalino
19. Binnig G, Quate CF, Gerber C. Atomic Force Microscope. *Physical Review Letters*, 56, 930, 1986.

20. M. Schuster and N. Herres, An Introduction to High-Resolution X-Ray Diffractometry
21. S. Nakashima y H. Harima. (1997) Raman Investigation of SiC Polytypes. *phys. stat. sol.*
22. Ado Jorio, Riichiro Saito, Gene Dresselhaus, y Mildred S. Dresselhaus. Raman spectroscopy in graphene related systems. (2011). WILEY-VCH Verlag GmbH & Co. KGaA, Boschstr. 12, 69469 Weinheim, Germany
23. Mark Wall, The Raman Spectroscopy of Graphene and the Determination of Layer Thickness. Thermo Fisher Scientific, Madison, WI, USA
24. A. C. Ferrari y J. Robertson. (2000) Interpretation of Raman spectra of disordered and amorphous carbon. *Physical Review B*, Vol. 61, Num. 20
25. A. C. Ferrari, J. C. Meyer, V. Scardaci, C. Casiraghi, M. Lazzeri, F. Mauri, S. Piscanec, D. Jiang, K. S. Novoselov, S. Roth, y A. K. Geim. (2006) Raman Spectrum of Graphene and Graphene Layers. *Physical Review Letters*.
26. A. Cuesta, P. Dhamelincourt, J. Laureyns, A. Martinez-Alonso, y J. M. D. Tazcón (1994) Raman Microprobe Studies on Carbon Materials. *Carbon*, Vol. 32, No. 8,
27. Isaac Childres, Luis A. Jauregui, Wonjun Park, Helin Cao, and Yong P. Chen. Raman Spectroscopy of Graphene and Related Materials
28. Pena Benites, Rodríguez González V.; Martínez Orozco, R. D. (2010) Síntesis y caracterización del óxido de grafeno. *Memorias veranos de la ciencia región centro*.
29. Diane S. Knight y William B. White. (1988). Characterization of diamond films by Raman spectroscopy. *J. Mater. Res.*, Vol. 4, No. 2