



CARACTERIZACIÓN DE ÓXIDO DE GRAFENO SINTETIZADO MEDIANTE UN MÉTODO DE HUMMERS MODIFICADO

CHARACTERIZATION OF GRAPHENE OXIDE SYNTHESIZED THROUGH A MODIFIED HUMMERS METHOD

Wilson Navas-Pinto^{1,*},² , Duncan E. Cree³ , Lee D. Wilson⁴ ,
 Germán Omar Barrionuevo^{1,5} , Xavier Sánchez-Sánchez¹ , Héctor Calvopiña¹

Recibido: 08-10-2024, Recibido tras revisión: 25-03-2025, Aceptado: 27-03-2025, Publicado: 01-07-2025

Resumen

El óxido de grafeno ha despertado un creciente interés debido a sus propiedades únicas y potencialmente ajustables, las cuales abarcan aplicaciones que van desde la fabricación de materiales compuestos hasta el tratamiento de aguas. Por esta razón, se desarrolló un proceso de síntesis de óxido de grafeno basado en el método de Hummers con una reducción en la cantidad de ácido sulfúrico empleada. El material obtenido fue caracterizado mediante diferentes técnicas, incluyendo microscopía electrónica de barrido (MEB), espectroscopía infrarroja transformada de Fourier (IR-TF) y espectrometría fotoelectrónica por rayos X (XPS). Estas técnicas experimentales permitieron distinguir las diferencias morfológicas entre el óxido de grafeno sintetizado y el grafito utilizado como precursor. Adicionalmente, se determinó la composición química del polvo obtenido, así como la relación entre carbono y oxígeno, con el fin de evaluar su viabilidad para aplicaciones específicas. Se observó que la morfología del óxido de grafeno difiere significativamente de la del grafito de partida. En particular, el espesor de las láminas de óxido de grafeno se incrementó debido a la incorporación de grupos funcionales oxigenados en el plano basal.

Abstract

Graphene oxide (GO) has garnered significant interest due to its exceptional and tunable properties, which make it a promising candidate for a wide range of engineering applications, including composite material fabrication and water treatment. In this study, GO was synthesized from graphite flakes using a modified Hummers method involving a reduced amount of sulfuric acid. The resulting material was characterized using scanning electron microscopy (SEM), Fourier transform infrared spectroscopy (FTIR), and X-ray photoelectron spectroscopy (XPS). These techniques enabled a clear differentiation between the morphology of the synthesized GO and that of the original graphite. The GO exhibited a substantially altered structure, with increased thickness likely due to the incorporation of oxygen-containing functional groups on its basal plane.

^{1,*}Departamento de Ciencias de la Energía y Mecánica, Universidad de las Fuerzas Armadas ESPE, Quito, Ecuador
 Autor para correspondencia ✉: wmnava1@espe.edu.ec

²Departamento de Ingeniería Mecánica, University of Saskatchewan, Saskatoon, Canadá

³Departamento de Ingeniería Mecánica, McMaster University, Hamilton, Canadá

⁴Departamento de Química, University of Saskatchewan, Saskatoon, Canadá

⁵Departamento de Ingeniería, Universidad Católica de Uruguay, Montevideo, Uruguay

Forma sugerida de citación: W. Navas-Pinto, D. Cree, L. Wilson, G. Barrionuevo, X. Sánchez-Sánchez, y H. Calvopiña, "Caracterización de óxido de grafeno sintetizado mediante un método de Hummers modificado," *Ingenius, Revista de Ciencia y Tecnología*, N.º 34, pp. 31-42, 2025. DOI: <https://doi.org/10.17163/ings.n34.2025.03>.

El espectro FTIR del óxido de grafeno confirmó la presencia de diversos grupos funcionales, como el hidroxilo (-OH), carbonilo (C=O) y carboxilo (-COOH). Por su parte, la espectroscopía XPS reveló que la composición química del óxido de grafeno obtenido fue de 69,7 % de carbono y 29,9 % de oxígeno, con una traza mínima de azufre atribuida a los reactivos empleados durante el proceso de síntesis.

Palabras clave: óxido de grafeno, síntesis, grupos funcionales, FTIR, MEB, XPS

FTIR analysis confirmed the presence of characteristic functional groups such as hydroxyl, carbonyl, and carboxyl. XPS analysis revealed that the elemental composition of the synthesized GO consisted of approximately 69.7% carbon and 29.9% oxygen, with a trace amount of sulfur attributed to the reagents used in the synthesis. The observed changes in morphology and composition suggest the successful synthesis of GO with potential for functionalization and application in diverse engineering contexts.

Keywords: Graphene oxide, synthesis, functional groups, FTIR, SEM, XPS

1. Introducción

El óxido de grafeno (GO) consiste en un plano basal de carbono hexagonal, de un solo átomo de grosor, decorado con grupos funcionales oxigenados distribuidos aleatoriamente [1, 2], como se ilustra en la Figura 1. Estudios previos han reportado que el grosor del GO típicamente varía entre 0,7 y 1,6 nm [3, 4], mientras que sus dimensiones laterales pueden oscilar desde unos pocos nanómetros hasta varios micrómetros [1], [5].

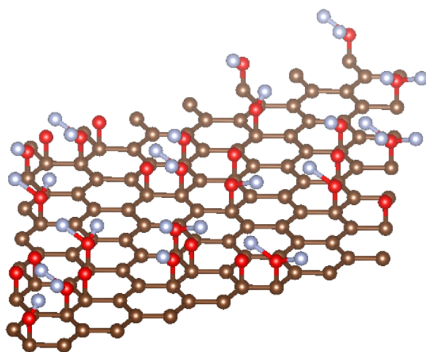


Figura 1. Representación esquemática de la estructura del óxido de grafeno (GO)

Numerosos estudios se han llevado a cabo para evaluar la viabilidad del óxido de grafeno (GO) en una amplia gama de aplicaciones, debido a su alta área superficial [6], sus propiedades mecánicas favorables [7, 8], la presencia de diversos grupos funcionales oxigenados [9–11], e, incluso, su potencial actividad antibacteriana [12–14]. Como resultado, se ha explorado el uso del GO en sensores electrónicos flexibles [15, 16], supercondensadores [17–19], sistemas de almacenamiento y conversión de energía [20, 21], dispositivos biomédicos [22, 23], materiales compuestos [24, 25], tecnologías de tratamiento de agua [26] y control de la actividad microbiana [27].

Por ejemplo, Liang et al. [16] desarrollaron sensores de humedad a base de óxido de grafeno reducido (RGO) y reportaron tiempos de respuesta y recuperación rápidos, atribuidos a la inhibición de la agregación de moléculas de agua debido a las características estructurales del RGO. De manera similar, Kerli et al. [17] sintetizaron compuestos de RGO/polianilina (PANI) dopados con plata y evaluaron su capacitancia específica, observando una mejora máxima del 17 % en comparación con materiales convencionales. Eftekhari et al. [21] investigaron la fabricación de membranas basadas en GO para almacenamiento de energía electroquímica, destacando la difusión superior de moléculas de agua a través del GO, lo que mejoró el rendimiento de la membrana en ambientes con electrolitos ácidos.

El GO también se ha incorporado en matrices poliméricas a bajas concentraciones, lo que ha dado como resultado en propiedades mecánicas mejoradas

en comparación con muestras de polímeros puros [24]. En aplicaciones biomédicas, el GO ha demostrado potencial para promover la regeneración del tejido periodontal y reducir la inflamación cuando se integra en andamios de colágeno [23]. Además, las membranas basadas en GO han sido evaluadas para la filtración de agua, donde su incorporación en quitosano mejoró tanto la permeabilidad al agua como las propiedades de rechazo de colorantes [26]. En cuanto a la actividad antimicrobiana, Yu et al. [27] evaluaron la efectividad de distintas soluciones de GO en el control de la proliferación de *Streptococcus mutans* y encontraron que el tamaño de partícula del GO influía directamente en la eficacia antimicrobiana.

La síntesis del óxido de grafeno (GO) implica un proceso de oxidación fuerte en el cual las escamas de grafito son tratadas con diversos agentes oxidantes como materias primas [11], [28]. Este procedimiento da lugar a la formación de óxido de grafito, a partir del cual se obtiene posteriormente el GO mediante un paso de exfoliación o sonicación que separa las capas individuales para obtener un material de una sola capa [21], [29].

Las propiedades mecánicas del GO dependen en gran medida de sus condiciones de síntesis, las cuales influyen en su estructura, grado de oxidación, composición química y relación carbono-oxígeno (C/O). Varios estudios han reportado el comportamiento mecánico del GO monocapa; por ejemplo, su resistencia a la tracción ha sido medida en aproximadamente 77 ± 20 MPa, y su módulo elástico se encuentra en el rango de 150 a 250 GPa [2], [30]. En comparación, el grafeno prístino presenta propiedades mecánicas significativamente superiores, con una resistencia a la tracción que varía entre 50 y 60 GPa y un módulo elástico cercano a 1 TPa [31].

A pesar de su resistencia mecánica relativamente menor, el GO presenta una reactividad química superior debido a la presencia de grupos funcionales en su plano basal, lo que lo hace altamente susceptible a la unión con otros materiales. Esta reactividad facilita el desarrollo de materiales compuestos e híbridos avanzados [32, 33].

El GO ha sido sintetizado utilizando diversos métodos, que difieren principalmente en el tipo y la concentración de los agentes oxidantes empleados [34–38], como se ilustra en la Figura 2.

En 1859, Brodie [34] realizó el primer intento documentado de oxidar grafito. Para este propósito, se preparó una solución utilizando una proporción 3:1 de clorato de potasio (KClO_3) y ácido nítrico (HNO_3), la cual fue agitada mecánicamente con una cantidad medida de grafito. Una vez obtenida una mezcla homogénea, la solución se calentó a 60°C y se agitó continuamente durante 72 horas o hasta que cesó la evolución de vapores amarillos. Tras la reacción, se llevaron a cabo múltiples etapas de lavado mediante

la adición de agua desionizada y el decantado de la mezcla para eliminar cualquier resto de reactivos no reaccionados. La sustancia resultante, inicialmente denominada ácido gráfitico, se encontró parcialmente soluble en agua desionizada, pero insoluble tanto en agua pura como en soluciones ácidas.

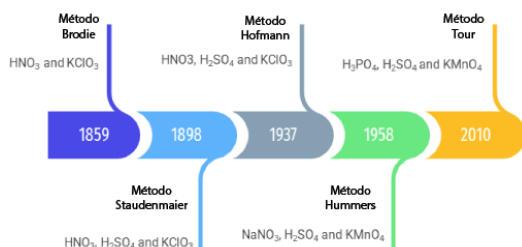


Figura 2. Línea de tiempo de los métodos de síntesis de GO y sus correspondientes agentes oxidantes

Staundemaier [35] reportó un método alternativo para la síntesis de óxido de grafeno (GO) mediante la incorporación de ácido sulfúrico (H₂SO₄) a la solución original desarrollada por Brodie. En este procedimiento, se agitó una mezcla de H₂SO₄ y ácido nítrico (HNO₃) en una proporción volumétrica de 1:3, hasta observar la emisión de vapores. La mezcla fumante se añadió posteriormente a escamas de grafito, las cuales se mantuvieron en un baño de hielo y se agitaron durante 30 minutos. Luego, se agregó clorato de potasio (KClO₃) de manera gradual para evitar un aumento brusco de la temperatura. La solución se transfirió a condiciones ambientales y se agitó continuamente durante 96 horas adicionales. Finalmente se realizaron varias etapas de decantación y lavado utilizando ácido clorhídrico (HCl) y agua desmineralizada, con el fin de eliminar cualquier sobrenadante.

De manera similar, Hofmann y König [36] llevaron a cabo un proceso de oxidación en escamas de grafito, introduciendo la variación de temperatura como un parámetro clave durante la síntesis. Inicialmente, se preparó una solución compuesta por ácido sulfúrico (H₂SO₄) y ácido nítrico (HNO₃) en una proporción volumétrica de 1:3, la cual se colocó en un baño de hielo para suprimir la evolución de gases. Luego, se añadieron gradualmente las escamas de grafito, manteniendo una agitación continua durante toda la etapa de enfriamiento. Posteriormente, se incorporó lentamente el clorato de potasio (KClO₃) durante un periodo de aproximadamente 30 minutos. La mezcla resultante fue sometida a agitación magnética durante 96 horas a temperatura ambiente. Finalmente, se añadió una solución de ácido clorhídrico (HCl) al 5 % en volumen para eliminar los iones sulfato residuales, seguida de varias etapas de lavado con agua desionizada.

En 1958, Hummers y Offeman [37] introdujeron un método directo para sintetizar óxido de grafeno (GO), utilizando ácido sulfúrico (H₂SO₄), nitrato de

sodio (NaNO₃) y permanganato de potasio (KMnO₄) como agentes oxidantes. En este procedimiento, un vaso de precipitados se colocó en un baño de hielo antes de añadir 100 g de escamas de grafito, 50 g de NaNO₃ y 2,3 litros de H₂SO₄ concentrado. La mezcla se agitó vigorosamente hasta obtener una dispersión homogénea. Posteriormente, se añadió gradualmente 300 g de KMnO₄, manteniendo la temperatura por debajo de 20 °C. La mezcla de reacción se transfirió luego a un baño de aceite a 35 °C y se agitó durante 30 minutos.

A continuación, se añadió 4,6 litros de agua desmineralizada, lo que provocó una efervescencia vigorosa y elevó la temperatura a aproximadamente 98 °C. Luego, se añadieron 14 litros de una solución compuesta de agua tibia y peróxido de hidrógeno (H₂O₂) al 3 %, con el fin de neutralizar cualquier agente oxidante residual. Los pasos finales consistieron en lavar repetidamente con agua desionizada, seguidos de centrifugación y secado al vacío de la pasta resultante a 40 °C.

En 2010, Marcano et al. [38] desarrollaron una ruta de síntesis modificada para el óxido de grafeno (GO), basada en el método de Hummers. En este enfoque, se incrementó la cantidad de permanganato de potasio (KMnO₄) y la reacción se llevó a cabo utilizando una mezcla volumétrica 9:1 de ácido sulfúrico (H₂SO₄) y ácido fosfórico (H₃PO₄). Esta modificación suprimió efectivamente la generación de vapores peligrosos y permitió la obtención de GO con un mayor contenido de oxígeno.

Además de los métodos convencionales, se han explorado varios enfoques novedosos para sintetizar polvo de óxido de grafeno (GO). Por ejemplo, Chen et al. [39] propusieron una versión modificada del método de Hummers, en la cual se excluyó el nitrato de sodio (NaNO₃) de la mezcla de reacción para prevenir la formación de gases nitrogenados potencialmente tóxicos. Este protocolo alternativo oxidó eficazmente el grafito, obteniendo resultados comparables a los obtenidos con el método original de Hummers.

Dada la extensa investigación dedicada a la síntesis de óxido de grafeno (GO) a partir de grafito y sus posibles aplicaciones en futuras tecnologías de ingeniería, este estudio se centra en la caracterización y el análisis morfológico del polvo de GO sintetizado mediante un método modificado de Hummers. Se llevó a cabo una caracterización exhaustiva del material resultante utilizando microscopía electrónica de barrido (SEM), espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) y espectroscopía de fotoelectrones emitidos por rayos X (XPS).

2. Materiales y métodos

2.1. Materiales

El polvo de grafito (malla 325, 99,9995 % base metálica) fue obtenido de Thermo Scientific Chemicals. El permanganato de potasio (KMnO_4), el nitrato de sodio (NaNO_3) y el ácido sulfúrico concentrado (H_2SO_4) fueron suministrados por Fisher Chemical TM. Todos los reactivos se utilizaron tal como fueron recibidos, sin purificación adicional.

2.2. Síntesis de GO

El óxido de grafeno (GO) fue sintetizado utilizando un método modificado de Hummers, en el cual se redujo la cantidad de ácido sulfúrico (H_2SO_4) para minimizar el contenido residual de azufre en el producto final. El procedimiento comenzó con la adición de 5 g de polvo de grafito, 2.5 g de nitrato de sodio (NaNO_3) y 105 mL de H_2SO_4 concentrado a un vaso de precipitados. La cantidad de ácido sulfúrico se disminuyó en aproximadamente un 10% con respecto al método original de Hummers [37], con el fin de evaluar el grado en el que esta modificación reduce la presencia de azufre residual en el GO sintetizado [40].

La mezcla resultante se agitó magnéticamente durante 45 minutos hasta obtener una solución homogénea. Luego se colocó en un baño de hielo y se agitó durante una hora adicional. Posteriormente, se añadió gradualmente 15 g de permanganato de potasio (KMnO_4), manteniendo agitación continua y control preciso de la temperatura para evitar un incremento brusco. La solución se transfirió luego a un baño de agua fría a aproximadamente 15 °C y se agitó durante otros 30 minutos, añadiendo hielo según fuera necesario para mantener la temperatura por debajo de 20 °C.

A continuación, la mezcla de reacción se colocó en un baño de agua caliente (aproximadamente 35 °C) y se añadieron lentamente 230 mL de agua desionizada en pequeñas porciones. Tras la adición completa, la solución se transfirió a un baño de aceite a 98 °C y se agitó durante 20 minutos. Luego, se incorporaron 400 mL de agua destilada, lo que provocó un cambio visible de color de marrón oscuro a marrón claro, manteniendo la agitación durante 20 minutos adicionales. Posteriormente, se añadieron 50 mL de peróxido de hidrógeno (H_2O_2) para finalizar la reacción. Finalmente, la suspensión se agitó a temperatura ambiente durante 12 horas para completar el proceso de oxidación, ver la figura 3.

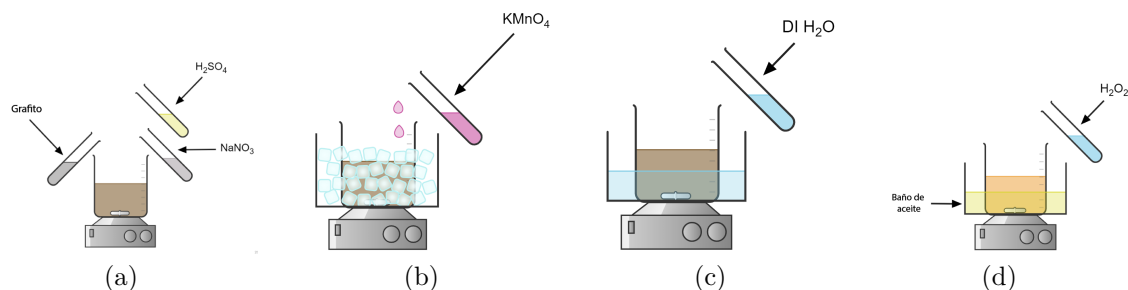


Figura 3. Representación esquemática del proceso de síntesis de GO. a) Etapa inicial que involucra la adición de los reactivos principales. b) Etapa en baño de hielo, durante la cual se introduce gradualmente el permanganato de potasio. c) Adición de agua desionizada a la mezcla de reacción. d) Etapa final con la adición de peróxido de hidrógeno para completar el proceso de oxidación

Una vez completada la síntesis, se llevó a cabo un proceso de purificación en múltiples etapas con el objetivo de eliminar los productos químicos no reaccionados y asegurar la pureza adecuada del óxido de grafeno (GO) sintetizado.

Cada etapa inicial de purificación consistió en la adición de 500 mL de agua desionizada, seguida de agitación durante 60 minutos. La suspensión se dejó reposar hasta permitir la sedimentación de las partículas, y el sobrenadante fue cuidadosamente decantado.

Esta etapa se repitió cuatro veces, durante las cuales se observó un oscurecimiento progresivo de la solución.

Posteriormente, se añadieron 200 mL de una solución de ácido clorhídrico (HCl) al 30 % (v/v) y se agitó durante 60 minutos. Tras la decantación del sobrenadante, se incorporaron 200 mL de etanol ($\text{C}_2\text{H}_5\text{OH}$), con agitación durante una hora adicional antes de una nueva decantación.

Finalmente, se realizaron dos ciclos de lavado con 400 mL de agua desionizada en cada uno, completando así el proceso de purificación.

La solución purificada se vertió en placas de Petri para formar películas delgadas de aproximadamente 1-2 mm de grosor, las cuales fueron secadas en un horno de vacío a 30 °C hasta obtener membranas só-

lidas. Estas membranas fueron molidas manualmente y tamizadas mediante un tamiz de 100 mallas para asegurar una distribución uniforme del tamaño de partícula. El rendimiento de cada lote de síntesis varió entre 6,8 y 7,2 g de polvo de GO, con ligeras variaciones atribuibles a pérdidas no intencionales durante la eliminación del sobrenadante.

2.3. Caracterización de GO

Para confirmar la síntesis exitosa del polvo de óxido de grafeno (GO), se emplearon diversas técnicas de caracterización. La espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) se utilizó para evaluar la presencia de grupos funcionales característicos [41, 42]. Con este propósito, tanto el polvo de grafito inicial como el GO sintetizado fueron analizados mediante un espectrómetro infrarrojo Bio-RAD FTS-40 [43], utilizando una proporción peso a peso de 1:10 con bromuro de potasio (KBr).

Adicionalmente, se aplicó microscopía electrónica de barrido (SEM) para comparar la morfología de los dos materiales. Las imágenes SEM fueron adquiridas mediante un microscopio JEOL JSM-6010 LV operando a un voltaje de aceleración de 10 kV. Las dimensiones de las partículas se determinaron con software de procesamiento de imágenes y análisis estadístico, obteniendo así el tamaño promedio de partícula.

Asimismo, se realizó espectroscopía de fotoelectrones emitidos por rayos X (XPS) para evaluar el grado de oxidación en las muestras de GO mediante la relación carbono/oxígeno (C/O). Las mediciones se llevaron a cabo con un sistema Kratos AXIS Supra equipado con un monocromador Al K- α (1486,66 eV), operando a un voltaje de aceleración de 15 kV y una corriente de emisión de 15 mA. Se registraron barridos generales en el rango de 0-1200 eV, con un tamaño de paso de 1 eV y una energía de paso de 160 eV. Los espectros obtenidos fueron analizados con el software CASA XPS.

La densidad del polvo de GO se midió utilizando un picnómetro de gas de helio Micromeritics AccuPyc 1340. Antes del análisis, el equipo fue calibrado mediante una esfera de acero inoxidable de volumen conocido (VC), colocada en la cámara de muestras. Luego, se pesó el polvo de GO (m_S) y se introdujo en la cámara, que fue llenada con helio hasta alcanzar una presión de 110 MPa (P_2). Simultáneamente, se colocó una segunda esfera de acero con volumen conocido (VR) en la cámara de referencia y se registró su presión (P_1). El volumen de la muestra fue calculado mediante la Ecuación (1), y el procedimiento se repitió cinco veces para garantizar la precisión. Los valores reportados corresponden al promedio de estas mediciones.

$$V_S = V_C - V_R \left(\frac{P_1}{P_2} - 1 \right) \quad (1)$$

Finalmente, la densidad del polvo de GO se calculó utilizando la Ecuación (2).

$$\rho_{GO} = \frac{m_S}{V_S} \quad (2)$$

3. Resultados y discusión

3.1. Análisis espectral FTIR

Los espectros FTIR tanto del polvo de grafito crudo como del óxido de grafeno (GO) sintetizado se presentan en la Figura 4. El espectro del grafito (gris claro) muestra una absorbancia casi constante entre 0,75 y 1, sin picos prominentes, lo cual indica la naturaleza químicamente inerte del grafito [44, 45]. En contraste, el espectro FTIR del GO exhibe varias bandas de absorción características, lo que confirma la presencia de diversos grupos funcionales oxigenados en el plano basal del material [9], [46].

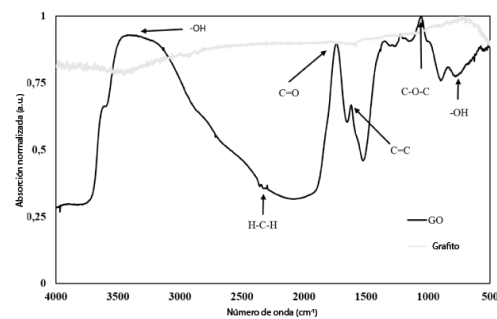


Figura 4. Espectros FTIR de grafito y polvo de GO

Una amplia banda de absorción centrada alrededor de 3300 cm^{-1} corresponde a la vibración de estiramiento $C-OH$, lo que evidencia la presencia de grupos hidroxilo [46, 47]. La banda próxima a 2300 cm^{-1} se asocia con las vibraciones de estiramiento CH_2 [48]. Un pico bien definido, observado aproximadamente a 1700 cm^{-1} , se atribuye a la vibración de estiramiento $C=O$, indicativa de grupos carbonilo [44], [47]. De forma similar, el pico alrededor de 1600 cm^{-1} se relaciona con las vibraciones de estiramiento $C=C$ [47], [49]. La banda de absorción en torno a 1050 cm^{-1} está asociada con los modos de estiramiento $C-O$ y $C-C$ [45], mientras que la banda próxima a 700 cm^{-1} corresponde a la flexión fuera del plano $O-H$ [48, 49].

3.2. Análisis SEM

La Figura 5a muestra la micrografía SEM del polvo de grafito recibido sin modificaciones, con una ampliación de $500\times$, mientras que la Figura 5b presenta la micrografía del óxido de grafeno (GO) molido, obtenido

bajo las mismas condiciones. Las partículas de grafito exhiben estructuras de tamaño uniforme con superficies lisas. En contraste, la muestra de GO presenta una distribución más amplia de tamaños de partícula, que varía aproximadamente entre 60 y 200 μm .

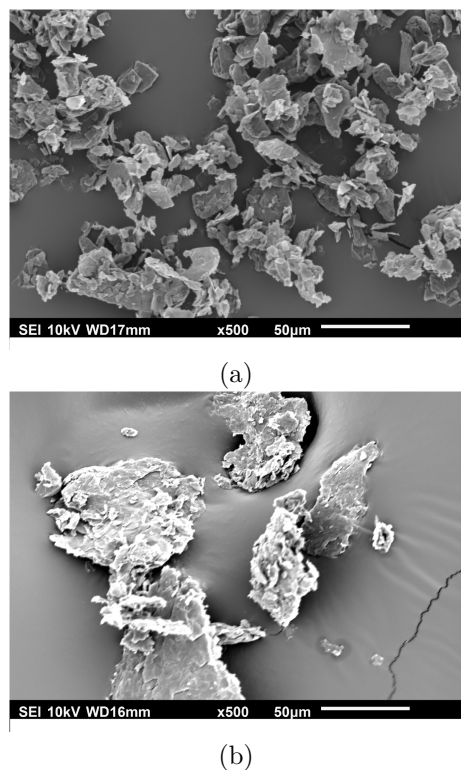


Figura 5. Micrografías SEM a) polvo de grafito 500 $\times$, b) GO sintetizado 500 $\times$

Además, las partículas de GO muestran morfologías superficiales más irregulares y rugosas en comparación con el grafito prístino. El incremento observado en el grosor de las partículas de GO probablemente se atribuye a la incorporación de grupos funcionales oxigenados en el plano basal del material [5], [50, 51].

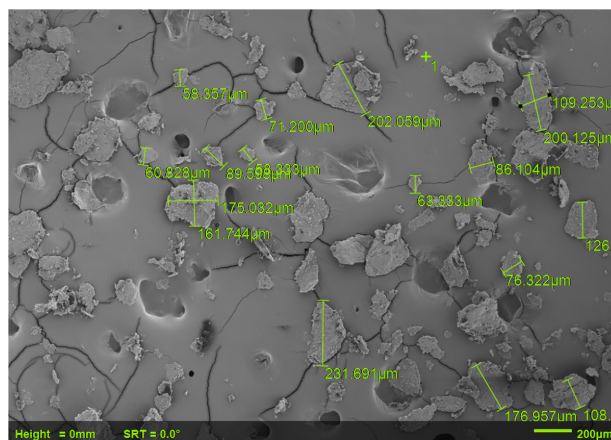


Figura 6. Micrografía SEM de GO a 60 $\times$ de magnificación, utilizada para el análisis del tamaño de partículas

Numerosos estudios han evaluado la influencia del tamaño de las partículas de refuerzo en las propiedades mecánicas de los materiales compuestos [52, 53]. Para determinar el tamaño promedio de las partículas del óxido de grafeno (GO) sintetizado, se analizó una imagen de microscopía electrónica de barrido (SEM) capturada a una magnificación de 60 $\times$, como se muestra en la Figura 6. Se midieron las dimensiones de todas las partículas visibles, y el histograma correspondiente a la distribución del tamaño de partícula se presenta en la Figura 7.

Con base en las mediciones realizadas, el tamaño promedio de las partículas se estimó en $86,44 \pm 11,44 \mu\text{m}$.

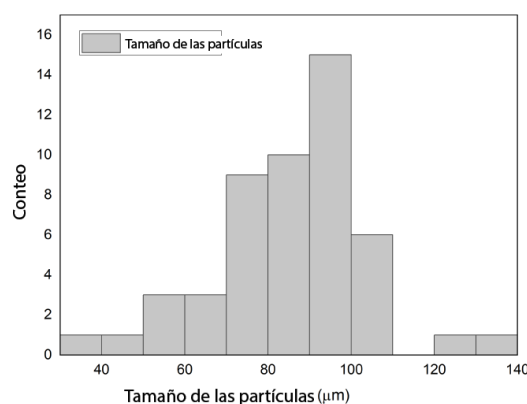


Figura 7. Histograma que muestra la distribución del tamaño de las partículas de GO

3.3. Análisis XPS

Las Figuras 8a y 8b presentan los espectros de espectroscopía de fotoelectrones emitidos por rayos X (XPS) del grafito original y del óxido de grafeno (GO) sintetizado, respectivamente. En el caso del grafito, se observa un pico prominente a aproximadamente 283 eV correspondiente al nivel C1s. La composición elemental de la muestra de grafito se determinó en un 99 % de carbono y 1 % de oxígeno. El contenido relativamente elevado de oxígeno, en comparación con la hoja de datos del proveedor, se atribuye a la exposición a condiciones atmosféricas antes del análisis [54].

En contraste, el espectro del GO exhibe varios picos distintivos. Además del pico C1s, se identifican señales asociadas con el oxígeno en torno a 520 eV y 980 eV, correspondientes a las transiciones O1s y OKLL, respectivamente. La composición elemental del GO sintetizado fue de aproximadamente 69,7 % de carbono, 29,9 % de oxígeno y una traza de azufre (0,4%), resultando en una relación carbono/oxígeno (C/O) de 2,3. Este valor se encuentra dentro del rango reportado en la literatura, que típicamente oscila entre 1,8 [10] y

2,77 [55] para GO sintetizado mediante variantes del método de Hummers.

Se adquirieron escaneos de alta resolución con un tamaño de paso de 50 meV para caracterizar en mayor detalle el óxido de grafeno (GO) sintetizado, como se ilustra en la Figura 9. Los espectros fueron deconvolucionados utilizando el software CASA XPS, revelando cuatro picos prominentes localizados aproximadamente en 284, 286, 288, 289 eV. Estos picos corresponden, respectivamente, a carbono hibridado sp^2 $C = C$, grupos epóxido/hidroxilo, funcionalidades carbonilo y carboxilatos.

Es importante destacar que los tres últimos picos representan átomos de carbono enlazados a grupos funcionales oxigenados, los cuales en conjunto constituyen aproximadamente el 47 % del contenido total de carbono en la muestra de GO. En contraste, el primer pico corresponde a átomos de carbono enlazados exclusivamente a otros átomos de carbono.

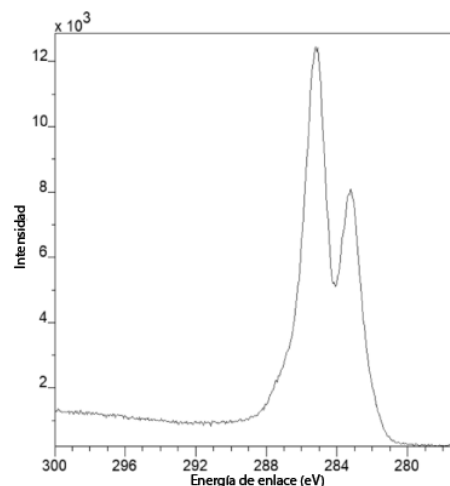


Figura 9. Espectro XPS de alta resolución del GO sintetizado

3.4. Medición de densidad

La muestra de óxido de grafeno (GO) se pesó, obteniéndose una masa constante de 4,775 g en cinco mediciones repetidas. Tras la determinación del volumen, la densidad del polvo de GO sintetizado se calculó en $2,084 \pm 0,03 \text{ g/cm}^3$.

4. Conclusiones

En este estudio, el óxido de grafeno (GO) fue sintetizado con éxito mediante un método modificado de Hummers, y el material resultante fue caracterizado exhaustivamente para evaluar su potencial en aplicaciones de ingeniería. Las principales conclusiones son las siguientes:

El óxido de grafeno (GO) puede ser sintetizado utilizando distintos métodos que emplean variadas proporciones de agentes oxidantes. El método de Hummers es uno de los más utilizados; sin embargo, su dependencia del ácido sulfúrico concentrado suele generar contaminación por trazas de azufre en el producto final. Para mitigar este problema, el presente estudio adoptó un protocolo de síntesis modificado, en el cual se redujo la cantidad de ácido sulfúrico en aproximadamente un 10 %.

El espectro FTIR del GO sintetizado mostró bandas de absorción características en 3300, 2300, 1700, 1600, 1050 y 700 cm^{-1} confirmando el éxito del proceso de oxidación. Estos picos corresponden, respectivamente, a grupos hidroxilo (-OH), vibraciones de estiramiento CH_2 , grupos carbonilo ($\text{C}=\text{O}$), enlaces $\text{C}=\text{C}$, grupos carboxilato ($\text{O}-\text{O}-\text{C}$) y flexión fuera del plano O-H.

El análisis SEM reveló diferencias morfológicas pronunciadas entre el grafito prístino y el GO sintetizado. El GO presentó una superficie más irregular y rugosa,

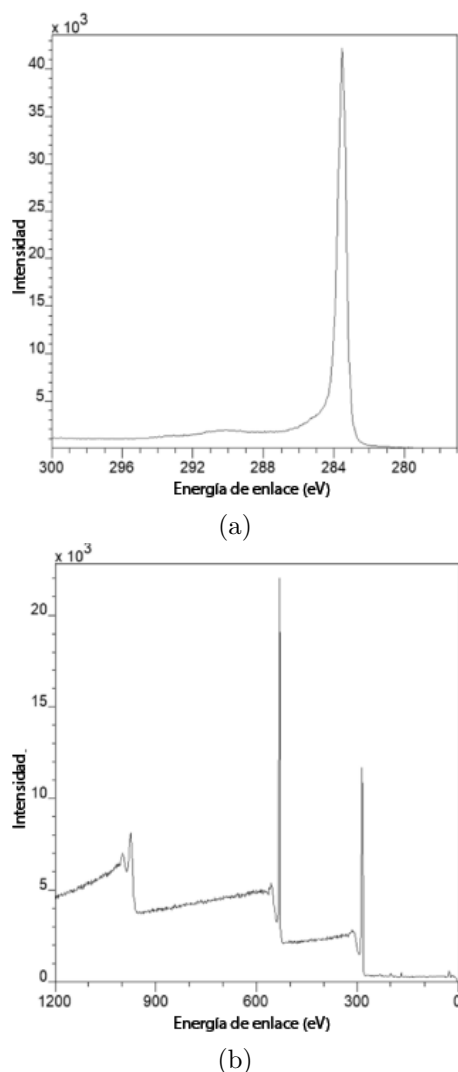


Figura 8. Espectros XPS de a) grafito y b) GO sintetizado

junto con un aumento en el grosor, atribuible a la incorporación de grupos funcionales oxigenados. El análisis elemental por XPS indicó una composición de aproximadamente 69,7 % de carbono, 29,9 % de oxígeno y 0,4 % de azufre, con una relación carbono/oxígeno (C/O) de 2,3.

Los espectros XPS de alta resolución mostraron que aproximadamente el 47 % de los átomos de carbono en el GO sintetizado están enlazados a grupos funcionales oxigenados, mientras que el resto permanece unido exclusivamente a otros átomos de carbono dentro de la estructura del grafeno.

La presencia de grupos funcionales oxigenados mejora el potencial del GO para formar enlaces químicos con matrices poliméricas, especialmente aquellas que contienen grupos epóxidos, contribuyendo así a mejorar el rendimiento mecánico de los compuestos resultantes. Además, el tamaño de partícula del GO sintetizado sugiere su idoneidad como agente de refuerzo en materiales compuestos.

Finalmente, la densidad del polvo de GO sintetizado, determinada mediante picnometría de gas helio, fue de $2,084 \pm 0,03 \text{ g/cm}^3$.

Rol de autores

- **Wilson Navas-Pinto:** curación de datos, análisis formal, investigación, metodología, redacción-borrador original.
- **Duncan E. Cree:** conceptualización, análisis formal, adquisición de financiación, administración de proyecto, provisión de recursos, supervisión, validación, redacción-revisión y edición.
- **Lee D. Wilson:** conceptualización, análisis formal, adquisición de financiación, administración de proyecto, provisión de recursos, supervisión, validación, redacción-revisión y edición.
- **Germán Omar Barrionuevo:** curación de datos, metodología, investigación, software, visualización, redacción-borrador original.
- **Xavier Sánchez-Sánchez:** análisis formal, provisión de recursos, desarrollo de software, metodología, validación, visualización, redacción-borrador original.
- **Héctor Calvopiña:** metodología, administración de proyecto, desarrollo de software, visualización, redacción-borrador original, redacción-revisión y edición.

Referencias

- [1] K. Gao, *Graphene Oxide: Reduction Recipes, Spectroscopy, and Applications*. Springer International Publishing, 2015. [Online]. Available: <https://doi.org/10.1007/978-3-319-15500-5>
- [2] J. W. Suk, R. D. Piner, J. An, and R. S. Ruoff, "Mechanical properties of monolayer graphene oxide," *ACS Nano*, vol. 4, no. 11, pp. 6557–6564, Oct. 2010. [Online]. Available: <https://doi.org/10.1021/nm101781v>
- [3] S. Stankovich, D. A. Dikin, R. D. Piner, K. A. Kohlhaas, A. Kleinhammes, Y. Jia, Y. Wu, S. T. Nguyen, and R. S. Ruoff, "Synthesis of graphene-based nanosheets via chemical reduction of exfoliated graphite oxide," *Carbon*, vol. 45, no. 7, pp. 1558–1565, Jun. 2007. [Online]. Available: <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2007.02.034>
- [4] M. Moazzami Gudarzi and F. Sharif, "Enhancement of dispersion and bonding of graphene-polymer through wet transfer of functionalized graphene oxide," *Express Polymer Letters*, vol. 6, no. 12, pp. 1017–1031, 2012. [Online]. Available: <http://dx.doi.org/10.3144/expresspolymlett.2012.107>
- [5] K. A. Mkhoyan, A. W. Contryman, J. Silcox, D. A. Stewart, G. Eda, C. Mattevi, S. Miller, and M. Chhowalla, "Atomic and electronic structure of graphene-oxide," *Nano Letters*, vol. 9, no. 3, pp. 1058–1063, Feb. 2009. [Online]. Available: <https://doi.org/10.1021/nl8034256>
- [6] W. Zięba, K. Jurkiewicz, A. Burian, M. Pawlyta, S. Boncel, G. S. Szymański, J. Kubacki, P. Kowalczyk, K. Krukiewicz, A. Furuse, K. Kaneko, and A. P. Terzyk, "High-surface-area graphene oxide for next-generation energy storage applications," *ACS Applied Nano Materials*, vol. 5, no. 12, pp. 18 448–18 461, Dec. 2022. [Online]. Available: <http://dx.doi.org/10.1021/acsanm.2c04281>
- [7] X. Mu, X. Wu, T. Zhang, D. B. Go, and T. Luo, "Thermal transport in graphene oxide – from ballistic extreme to amorphous limit," *Scientific Reports*, vol. 4, no. 1, Jan. 2014. [Online]. Available: <https://doi.org/10.1038/srep03909>
- [8] X. Shen, X. Lin, J. Jia, Z. Wang, Z. Li, and J.-K. Kim, "Tunable thermal conductivities of graphene oxide by functionalization and tensile loading," *Carbon*, vol. 80, pp. 235–245, Dec. 2014. [Online]. Available: <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2014.08.062>
- [9] Z. Li, R. J. Young, R. Wang, F. Yang, L. Hao, W. Jiao, and W. Liu, "The role of functional groups on graphene oxide in epoxy nanocomposites," *Polymer*, vol. 54, no. 21, pp. 5821–5829, Oct. 2013. [Online]. Available: <https://doi.org/10.1016/j.polymer.2013.08.026>

- [10] C. Botas, P. Álvarez, P. Blanco, M. Granda, C. Blanco, R. Santamaría, L. J. Romasanta, R. Verdejo, M. A. López-Manchado, and R. Menéndez, "Graphene materials with different structures prepared from the same graphite by the hummers and brodie methods," *Carbon*, vol. 65, pp. 156–164, Dec. 2013. [Online]. Available: <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2013.08.009>
- [11] R. K. Singh, R. Kumar, and D. P. Singh, "Graphene oxide: strategies for synthesis, reduction and frontier applications," *RSC Advances*, vol. 6, no. 69, pp. 64993–65011, 2016. [Online]. Available: <https://doi.org/10.1039/C6RA07626B>
- [12] S. Jaworski, B. Strojny-Cieślak, M. Wierzbicki, M. Kutwin, E. Sawosz, M. Kamaszewski, A. Matuszewski, M. Sosnowska, J. Szczepaniak, K. Daniluk, A. Lange, M. Pruchniewski, K. Zawadzka, M. Łojkowski, and A. Chwalibog, "Comparison of the toxicity of pristine graphene and graphene oxide, using four biological models," *Materials*, vol. 14, no. 15, p. 4250, Jul. 2021. [Online]. Available: <https://doi.org/10.3390/ma14154250>
- [13] P. Kumar, P. Huo, R. Zhang, and B. Liu, "Antibacterial properties of graphene-based nanomaterials," *Nanomaterials*, vol. 9, no. 5, p. 737, May 2019. [Online]. Available: <https://doi.org/10.3390/nano9050737>
- [14] N. Mushahary, A. Sarkar, F. Basumatary, S. Brahma, B. Das, and S. Basumatary, "Recent developments on graphene oxide and its composite materials: From fundamentals to applications in biodiesel synthesis, adsorption, photocatalysis, supercapacitors, sensors and antimicrobial activity," *Results in Surfaces and Interfaces*, vol. 15, p. 100225, May 2024. [Online]. Available: <https://doi.org/10.1016/j.rsurfi.2024.100225>
- [15] S. Wang, H. Yan, H. Zheng, Y. He, X. Guo, S. Li, and C. Yang, "Fast response humidity sensor based on chitosan/graphene oxide/tin dioxide composite," *Sensors and Actuators B: Chemical*, vol. 392, p. 134070, Oct. 2023. [Online]. Available: <https://doi.org/10.1016/j.snb.2023.134070>
- [16] T. Liang, W. Hou, J. Ji, and Y. Huang, "Wrinkled reduced graphene oxide humidity sensor with fast response/recovery and flexibility for respiratory monitoring," *Sensors and Actuators A: Physical*, vol. 350, p. 114104, Feb. 2023. [Online]. Available: <https://doi.org/10.1016/j.sna.2022.114104>
- [17] S. Kerli, S. Bhardwaj, W. Lin, and R. K. Gupta, "Silver-doped reduced graphene oxide/Pani composite synthesis and their supercapacitor applications," *Journal of Organometallic Chemistry*, vol. 995, p. 122725, Aug. 2023. [Online]. Available: <https://doi.org/10.1016/j.jorganchem.2023.122725>
- [18] S. Nagarani, G. Sasikala, M. Yuvaraj, S. Balachandran, R. Dhilip Kumar, and M. Kumar, "Cost effective, metal free reduced graphene oxide sheet for high performance electrochemical capacitor application," *Materials Science and Engineering: B*, vol. 284, p. 115852, Oct. 2022. [Online]. Available: <https://doi.org/10.1016/j.mseb.2022.115852>
- [19] S. Nagarani, J.-H. Chang, M. Yuvaraj, S. Balachandran, M. Kumar, and S. Kanimozhi, "Well-organized metal-free chemically reduced graphene oxide sheets as electrocatalysts for enhanced oxygen reduction reactions in alkaline media," *Materials Letters*, vol. 357, p. 135705, Feb. 2024. [Online]. Available: <https://doi.org/10.1016/j.matlet.2023.135705>
- [20] J. A. Arévalo, J. E. Alfonso, O. J. Suárez, J. J. Olaya, and L. C. Moreno-Aldana, "Growth and physical-chemical characterization of manganese oxide and graphene-manganese oxide films for potential applications in energy store devices," *Results in Materials*, vol. 22, p. 100574, Jun. 2024. [Online]. Available: <https://doi.org/10.1016/j.rinma.2024.100574>
- [21] A. Eftekhari, Y. M. Shulga, S. A. Baskakov, and G. L. Gutsev, "Graphene oxide membranes for electrochemical energy storage and conversion," *International Journal of Hydrogen Energy*, vol. 43, no. 4, pp. 2307–2326, Jan. 2018. [Online]. Available: <https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2017.12.012>
- [22] A. Joy, G. Unnikrishnan, M. Megha, M. Haris, J. Thomas, A. Deepti, P. Baby Chakrapani, E. Kolanthalai, and S. Muthuswamy, "A novel combination of graphene oxide/palladium integrated polycaprolactone nanocomposite for biomedical applications," *Diamond and Related Materials*, vol. 136, p. 110033, Jun. 2023. [Online]. Available: <https://doi.org/10.1016/j.diamond.2023.110033>
- [23] A. M. Sindi, "Applications of graphene oxide and reduced graphene oxide in advanced dental materials and therapies," *Journal of Taibah University Medical Sciences*, vol. 19, no. 2, pp. 403–421, Apr. 2024. [Online]. Available: <https://doi.org/10.1016/j.jtumed.2024.02.002>
- [24] A. Loeffen, D. E. Cree, M. Sabzevari, and L. D. Wilson, "Effect of graphene oxide as a reinforcement in a bio-epoxy composite," *Journal of Composites Science*, vol. 5, no. 3, p. 91, Mar. 2021. [Online]. Available: <https://doi.org/10.3390/jcs5030091>

- [25] J. Zhou, Z. Yao, Y. Chen, D. Wei, Y. Wu, and T. Xu, "Mechanical and thermal properties of graphene oxide/phenolic resin composite," *Polymer Composites*, vol. 34, no. 8, pp. 1245–1249, Jun. 2013. [Online]. Available: <http://dx.doi.org/10.1002/pc.22533>
- [26] L. Yang, F. Jia, Z. Juan, D. Yu, L. Sun, Y. Wang, L. Huang, and J. Tang, "Bioinspired graphene oxide nanofiltration membranes with ultrafast water transport and selectivity for water treatment," *FlatChem*, vol. 36, p. 100450, Nov. 2022. [Online]. Available: <https://doi.org/10.1016/j.flatc.2022.100450>
- [27] C.-H. Yu, G.-Y. Chen, M.-Y. Xia, Y. Xie, Y.-Q. Chi, Z.-Y. He, C.-L. Zhang, T. Zhang, Q.-M. Chen, and Q. Peng, "Understanding the sheet size-antibacterial activity relationship of graphene oxide and the nano-bio interaction-based physical mechanisms," *Colloids and Surfaces B: Biointerfaces*, vol. 191, p. 111009, Jul. 2020. [Online]. Available: <https://doi.org/10.1016/j.colsurfb.2020.111009>
- [28] H. L. Poh, F. Šaněk, A. Ambrosi, G. Zhao, Z. Sofer, and M. Pumera, "Graphenes prepared by Staudenmaier, Hofmann and Hummers methods with consequent thermal exfoliation exhibit very different electrochemical properties," *Nanoscale*, vol. 4, no. 11, p. 3515, 2012. [Online]. Available: <https://doi.org/10.1039/C2NR30490B>
- [29] N. Zaaba, K. Foo, U. Hashim, S. Tan, W.-W. Liu, and C. Voon, "Synthesis of graphene oxide using modified Hummers method: Solvent influence," *Procedia Engineering*, vol. 184, pp. 469–477, 2017. [Online]. Available: <https://doi.org/10.1016/j.proeng.2017.04.118>
- [30] C. Gómez-Navarro, M. Burghard, and K. Kern, "Elastic properties of chemically derived single graphene sheets," *Nano Letters*, vol. 8, no. 7, pp. 2045–2049, Jun. 2008. [Online]. Available: <https://doi.org/10.1021/nl801384y>
- [31] K. Cao, S. Feng, Y. Han, L. Gao, T. Hue Ly, Z. Xu, and Y. Lu, "Elastic straining of free-standing monolayer graphene," *Nature Communications*, vol. 11, no. 1, Jan. 2020. [Online]. Available: <https://doi.org/10.1038/s41467-019-14130-0>
- [32] S. Stankovich, D. A. Dikin, G. H. B. Dommett, K. M. Kohlhaas, E. J. Zimney, E. A. Stach, R. D. Piner, S. T. Nguyen, and R. S. Ruoff, "Graphene-based composite materials," *Nature*, vol. 442, no. 7100, pp. 282–286, Jul. 2006. [Online]. Available: <https://doi.org/10.1038/nature04969>
- [33] M. Mehrabi Kooshki and A. Jalali-Arani, "High performance graphene oxide/epoxy nanocomposites fabricated through the solvent exchange method," *Polymer Composites*, vol. 39, no. S4, Feb. 2018. [Online]. Available: <https://doi.org/10.1002/pc.24803>
- [34] B. Collins Brodie, "XIII. On the atomic weight of graphite," *Philosophical Transactions of the Royal Society of London*, vol. 149, pp. 249–259, Dec. 1859. [Online]. Available: <https://doi.org/10.1098/rstl.1859.0013>
- [35] L. Staudenmaier, "Verfahren zur Darstellung der Graphitsäure," *Berichte der deutschen chemischen Gesellschaft*, vol. 31, no. 2, pp. 1481–1487, May 1898. [Online]. Available: <https://doi.org/10.1002/cber.18980310237>
- [36] U. Hofmann and E. König, "Untersuchungen über graphitoxyd," *Zeitschrift für anorganische und allgemeine Chemie*, vol. 234, no. 4, pp. 311–336, Dec. 1937. [Online]. Available: <https://doi.org/10.1002/zaac.19372340405>
- [37] W. S. Hummers and R. E. Offeman, "Preparation of graphitic oxide," *Journal of the American Chemical Society*, vol. 80, no. 6, pp. 1339–1339, Mar. 1958. [Online]. Available: <https://doi.org/10.1021/ja01539a017>
- [38] D. C. Marcano, D. V. Kosynkin, J. M. Berlin, A. Sinitskii, Z. Sun, A. Slesarev, L. B. Alemany, W. Lu, and J. M. Tour, "Improved synthesis of graphene oxide," *ACS Nano*, vol. 4, no. 8, pp. 4806–4814, Jul. 2010. [Online]. Available: <https://doi.org/10.1021/nn1006368>
- [39] J. Chen, B. Yao, C. Li, and G. Shi, "An improved Hummers method for eco-friendly synthesis of graphene oxide," *Carbon*, vol. 64, pp. 225–229, Nov. 2013. [Online]. Available: <https://doi.org/10.1016/j.carbon.2013.07.055>
- [40] Y. Zhu, G. Kong, Y. Pan, L. Liu, B. Yang, S. Zhang, D. Lai, and C. Che, "An improved Hummers method to synthesize graphene oxide using much less concentrated sulfuric acid," *Chinese Chemical Letters*, vol. 33, no. 10, pp. 4541–4544, Oct. 2022. [Online]. Available: <https://doi.org/10.1016/j.cclet.2022.01.060>
- [41] G. Surekha, K. V. Krishnaiah, N. Ravi, and R. Padma Suvarna, "FTIR, Raman and XRD analysis of graphene oxide films prepared by modified Hummers method," *Journal of Physics: Conference Series*, vol. 1495, no. 1, p. 012012, Mar. 2020. [Online]. Available: <http://dx.doi.org/10.1088/1742-6596/1495/1/012012>

- [42] Rattana, S. Chaiyakun, N. Witit-anun, N. Nuntawong, P. Chindaudom, S. Oaew, C. Kedkeaw, and P. Limsuwan, "Preparation and characterization of graphene oxide nanosheets," *Procedia Engineering*, vol. 32, pp. 759–764, 2012. [Online]. Available: <https://doi.org/10.1016/j.proeng.2012.02.009>
- [43] M. Sabzevari, D. E. Cree, and L. D. Wilson, "Mechanical properties of graphene oxide-based composite layered-materials," *Materials Chemistry and Physics*, vol. 234, pp. 81–89, Aug. 2019. [Online]. Available: <https://doi.org/10.1016/j.matchemphys.2019.05.091>
- [44] L.-L. Tan, W.-J. Ong, S.-P. Chai, and A. R. Mohamed, "Reduced graphene oxide-TiO₂ nanocomposite as a promising visible-light-active photocatalyst for the conversion of carbon dioxide," *Nanoscale Research Letters*, vol. 8, no. 1, Nov. 2013. [Online]. Available: <https://doi.org/10.1186/1556-276X-8-465>
- [45] D. Galpaya, M. Wang, G. George, N. Motta, E. Wacławik, and C. Yan, "Preparation of graphene oxide/epoxy nanocomposites with significantly improved mechanical properties," *Journal of Applied Physics*, vol. 116, no. 5, Aug. 2014. [Online]. Available: <https://doi.org/10.1063/1.4892089>
- [46] E. Aliyev, V. Filiz, M. M. Khan, Y. J. Lee, C. Abetz, and V. Abetz, "Structural characterization of graphene oxide: Surface functional groups and fractionated oxidative debris," *Nanomaterials*, vol. 9, no. 8, p. 1180, Aug. 2019. [Online]. Available: <https://doi.org/10.3390/nano9081180>
- [47] F. Ren, G. Zhu, P. Ren, Y. Wang, and X. Cui, "In situ polymerization of graphene oxide and cyanate ester-epoxy with enhanced mechanical and thermal properties," *Applied Surface Science*, vol. 316, pp. 549–557, Oct. 2014. [Online]. Available: <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2014.07.159>
- [48] M. S. A. Sher Shah, A. R. Park, K. Zhang, J. H. Park, and P. J. Yoo, "Green synthesis of biphasic tio₂-reduced graphene oxide nanocomposites with highly enhanced photocatalytic activity," *ACS Applied Materials Interfaces*, vol. 4, no. 8, pp. 3893–3901, Jul. 2012. [Online]. Available: <https://doi.org/10.1021/am301287m>
- [49] I. O. Faniyi, O. Fasakin, B. Olofinjana, A. S. Adekunle, T. V. Oluwasusi, M. A. Eleruja, and E. O. B. Ajayi, "The comparative analyses of reduced graphene oxide (RGO) prepared via green, mild and chemical approaches," *SN Applied Sciences*, vol. 1, no. 10, Sep. 2019. [Online]. Available: <https://doi.org/10.1007/s42452-019-1188-7>
- [50] S. Kwon, K. E. Lee, H. Lee, S. J. Koh, J.-H. Ko, Y.-H. Kim, S. O. Kim, and J. Y. Park, "The effect of thickness and chemical reduction of graphene oxide on nanoscale friction," *The Journal of Physical Chemistry B*, vol. 122, no. 2, pp. 543–547, Oct. 2017. [Online]. Available: <https://doi.org/10.1021/acs.jpcc.7b04609>
- [51] S. Gadipelli and Z. X. Guo, "Graphene-based materials: Synthesis and gas sorption, storage and separation," *Progress in Materials Science*, vol. 69, pp. 1–60, Apr. 2015. [Online]. Available: <https://doi.org/10.1016/j.pmatsci.2014.10.004>
- [52] S.-Y. Fu, X.-Q. Feng, B. Lauke, and Y.-W. Mai, "Effects of particle size, particle/matrix interface adhesion and particle loading on mechanical properties of particulate-polymer composites," *Composites Part B: Engineering*, vol. 39, no. 6, pp. 933–961, Sep. 2008. [Online]. Available: <https://doi.org/10.1016/j.compositesb.2008.01.002>
- [53] S. Siraj, A. H. Al-Marzouqi, M. Z. Iqbal, and W. Ahmed, "Impact of micro silica filler particle size on mechanical properties of polymeric based composite material," *Polymers*, vol. 14, no. 22, p. 4830, Nov. 2022. [Online]. Available: <https://doi.org/10.3390/polym14224830>
- [54] L. H. Grey, H.-Y. Nie, and M. C. Biesinger, "Defining the nature of adventitious carbon and improving its merit as a charge correction reference for XPS," *Applied Surface Science*, vol. 653, p. 159319, Apr. 2024. [Online]. Available: <https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2024.159319>
- [55] R. Al-Gaashani, A. Najjar, Y. Zakaria, S. Mansour, and M. Atieh, "XPS and structural studies of high quality graphene oxide and reduced graphene oxide prepared by different chemical oxidation methods," *Ceramics International*, vol. 45, no. 11, pp. 14 439–14 448, Aug. 2019. [Online]. Available: <https://doi.org/10.1016/j.ceramint.2019.04.165>