Revista Internacional de Investigación e Innovación Tecnológica

Página principal: www.riiit.com.mx

Óxido de grafeno como aditivo estabilizante: efecto del grado de oxidación en mojabilidad, estabilidad térmica y dispersión

Graphene oxide as a stabilizing additive: effect of the oxidation degree on wettability, thermal stability, and dispersion

Flores-Oyervides, J.D., Farías-Cepeda, L.*, Sáenz-Galindo, A., Rosales Marines, L.
Universidad Autónoma de Coahuila, Facultad de Ciencias Químicas, Blvd. V. Carranza esq. José Cárdenas V., C.P. 25280, Saltillo, Coahuila, México. ORCID: https://orcid.org/0009-0005-2112-5122, https://orcid.org/0000-0001-7835-9628*, https://orcid.org/0000-0001-7554-7439, https://orcid.org/0000-0001-7365-9859.
davidflores@uadec.edu.mx; lorenafarias@uadec.edu.mx*; aidesaenz@uadec.edu.mx; lucero_rosales@uadec.edu.mx

Innovación tecnológica: Uso del óxido de grafeno con grado de oxidación controlado como aditivo estabilizante en sistemas dispersos, permitiendo modular su comportamiento interfacial, mojabilidad y estabilidad térmica sin el empleo de surfactantes moleculares convencionales.

Área de aplicación industrial: Aplicable en procesos industriales que requieran estabilización de emulsiones y dispersiones, tales como las industrias químicas, de materiales poliméricos, recubrimientos, adhesivos y formulaciones funcionales.

Recibido: 22 enero 2026
Aceptado: 20 marzo 2026

Abstract

This work evaluated the influence of the oxidation degree of graphene oxide on its structural, thermal, and interfacial properties in order to assess its performance as a stabilizing additive in dispersed systems. Graphene oxide was synthesized by a modified Hummers method, varying the reaction time to obtain samples with different oxidation degrees.

FTIR spectroscopy and X-ray diffraction confirmed the incorporation of oxygen-containing functional groups and structural changes associated with oxidation, without showing a strictly proportional relationship between reaction time and oxidation degree. Thermogravimetric analysis revealed differences in thermal stability among the samples, related to the content and nature of oxygen functional groups. Contact angle and surface free energy measurements indicated that oxidation degree affects water affinity and amphiphilic character, although no linear trend with reaction time was observed.

Dispersion tests in liquid–liquid systems showed that the interfacial behavior of graphene oxide depends on both oxidation degree and medium pH. In particular, the sample obtained after 3 h of oxidation (GO 3H) exhibited the most favorable behavior, with greater sensitivity to pH changes and better redistribution between phases. These results indicate that controlling the oxidation degree is a key parameter for tuning the interfacial properties of graphene oxide for potential use as a stabilizing material.

Keywords: graphene oxide, oxidation degree, surface free energy, wettability.

Resumen

En este trabajo se evaluó la influencia del grado de oxidación del óxido de grafeno sobre sus propiedades estructurales, térmicas e interfaciales, con el fin de analizar su desempeño como aditivo estabilizante en sistemas dispersos. El material se sintetizó mediante el método de Hummers modificado, variando el tiempo de reacción para obtener muestras con diferente grado de oxidación.

La caracterización por espectroscopía FTIR y difracción de rayos X confirmó la incorporación de grupos funcionales oxigenados y cambios estructurales asociados al proceso de oxidación, sin observarse una relación estrictamente proporcional entre el tiempo de reacción y el grado de oxidación. El análisis termogravimétrico mostró diferencias en la estabilidad térmica de las muestras, relacionadas con el contenido y naturaleza de los grupos oxigenados. Las mediciones de ángulo de contacto y energía libre superficial indicaron que el grado de oxidación modifica la afinidad por el agua y el carácter anfifílico del material, aunque sin seguir una tendencia lineal con el tiempo de reacción.

Las pruebas de dispersión en sistemas líquido–líquido mostraron que el comportamiento interfacial del óxido de grafeno depende tanto del grado de oxidación como del pH del medio. En particular, la muestra obtenida tras 3 h de oxidación (GO 3H) presentó el comportamiento más favorable, con mayor sensibilidad a los cambios de pH y mejor redistribución entre fases. Estos resultados indican que el control del grado de oxidación es un parámetro clave para ajustar las propiedades interfaciales del material.

Palabras clave: energía libre superficial, grado de oxidación, mojabilidad, óxido de grafeno.

1. Introducción

La estabilidad de emulsiones y sistemas coloidales es un aspecto fundamental en diversas aplicaciones industriales, ya que la elevada área interfacial generada en sistemas dispersos entre fases inmiscibles hace que los fenómenos interfaciales determinen el comportamiento del sistema (Ravera et al., 2021). La inestabilidad, manifestada a través de procesos como coalescencia, floculación o sedimentación, afecta directamente el desempeño y la reproducibilidad de estos sistemas (Ravera et al., 2021). Aunque los surfactantes se utilizan comúnmente para reducir la energía interfacial y facilitar la formación de dispersiones, su efectividad puede verse limitada por fenómenos de desorción y por la sensibilidad a las condiciones del medio (Ravera et al., 2021). Por ello, el control de la mojabilidad y de las

interacciones interfaciales resulta clave para el diseño de sistemas dispersos estables y reproducibles (Ribeiro et al., 2023).

Como alternativa a los surfactantes convencionales, las emulsiones tipo Pickering corresponden a sistemas dispersos estabilizados por partículas sólidas adsorbidas en la interfaz entre fases inmiscibles, en lugar de moléculas anfifílicas (Ribeiro et al., 2023; H. Zhao et al., 2022). Estas partículas forman una capa interfacial alrededor de las gotas dispersas, lo que proporciona una barrera física que dificulta procesos de coalescencia y contribuye a una mayor estabilidad del sistema (Ribeiro et al., 2023). A diferencia de los surfactantes, las partículas sólidas presentan una adsorción interfacial altamente estable, lo que reduce significativamente la desorción y confiere una mayor resistencia frente a cambios en las condiciones del medio (Lv et al., 2023; H. Zhao et al., 2022). Como resultado, las emulsiones Pickering suelen exhibir una estabilidad superior y una mayor estabilidad interfacial, lo que ha impulsado su uso en una amplia gama de aplicaciones donde se requiere un control confiable de la dispersión y una estabilidad prolongada (Liu *et al*., 2025; Yang *et al*., 2017). Estudios recientes han señalado, además, que las emulsiones Pickering estabilizadas con óxido de grafeno no solo ofrecen ventajas en términos de estabilidad interfacial, sino que también constituyen una plataforma versátil para la preparación de materiales funcionales, debido a la combinación entre la adsorción interfacial del GO y sus propiedades estructurales y químicas superficiales (Liu et al., 2025).

El óxido de grafeno (GO) ha emergido como un material de interés para sistemas interfaciales debido a su estructura bidimensional laminar y a la presencia de diversos grupos funcionales oxigenados distribuidos tanto en el plano basal como en los bordes de las láminas (Huang et al., 2025). Esta combinación estructural confiere al GO un carácter anfifílico, asociado a regiones hidrofílicas ricas en grupos oxigenados y dominios grafíticos relativamente hidrofóbicos, lo que favorece su interacción con diferentes fases líquidas (Huang et al., 2025; L. Zhao et al., 2023). Como consecuencia, el GO puede adsorberse en interfaces líquido–líquido y comportarse como un material superficialmente activo, mostrando la capacidad de estabilizar dispersiones y emulsiones sin recurrir a surfactantes moleculares convencionales (Wang et al., 2021). Estas características han motivado el estudio del GO como un candidato funcional en sistemas dispersos, particularmente en aplicaciones donde el control de la mojabilidad y de las interacciones interfaciales resulta determinante para la estabilidad y el desempeño de los sistemas dispersos (Huang et al., 2025).

A pesar del amplio interés en el óxido de grafeno, este material no puede considerarse químicamente definido, ya que su estructura y composición dependen de manera significativa del método de síntesis y de las condiciones de oxidación empleadas. Estudios fundamentales han demostrado que el GO presenta una distribución heterogénea de grupos funcionales oxigenados —principalmente epóxidos, hidroxilos y grupos carboxílicos— localizados tanto en el plano basal como en los bordes de las láminas, dando lugar a un material intrínsecamente polidisperso (Huang et al., 2025). La extensión de la oxidación, así como la severidad del proceso, influyen directamente en la preservación del marco carbonado y en la densidad de defectos estructurales, los cuales pueden incrementarse bajo condiciones de sobre oxidación (Karnis et al., 2024). Como consecuencia, el grado de oxidación del GO afecta de manera directa sus propiedades fisicoquímicas, incluyendo su dispersabilidad, comportamiento

interfacial y reactividad química, lo que ha sido ampliamente reconocido como una de las principales fuentes de variabilidad en los sistemas basados en GO (Smith *et al*., 2019). Esta falta de estandarización dificulta el establecimiento de relaciones claras entre estructura y desempeño, resaltando la necesidad de evaluar de forma sistemática el efecto del grado de oxidación en aplicaciones específicas.

El objetivo de este trabajo es evaluar la influencia del grado de oxidación del óxido de grafeno, obtenido mediante la variación del tiempo de reacción en un método de oxidación química, sobre propiedades relevantes para su uso como aditivo estabilizante. En particular, se analizan los efectos del grado de oxidación en la mojabilidad, el comportamiento térmico y la capacidad de dispersión del material en sistemas líquido–líquido. Mediante este enfoque, se busca establecer relaciones entre las condiciones de síntesis del óxido de grafeno y su comportamiento interfacial bajo diferentes condiciones del medio, particularmente el pH, con el fin de aportar criterios para su selección y uso en aplicaciones de estabilización de sistemas dispersos.

2. Materiales y equipos

2.1 Materiales

El óxido de grafeno (GO) se sintetizó a partir de hojuelas de grafito como material precursor (99%, Asbury Carbons, Estados Unidos). Para el proceso de oxidación química se emplearon ácido sulfúrico concentrado (H_2SO_4, 98–99 %, EMSURE, Alemania), permanganato de potasio ($KMnO_4$, Sigma-Aldrich), ácido fosfórico (H_3PO_4, Sigma-Aldrich) y peróxido de hidrógeno (H_2O_2, 30%, Jalmek, México), los cuales se utilizaron sin purificación adicional.

Para la preparación de los sistemas líquido – líquidos utilizados en las pruebas de dispersión, se emplearon metil metacrilato (MMA, 99%, Sigma-Aldrich) y acrilato de butilo (BuA, 99%, Sigma-Aldrich), los cuales fueron purificados previamente mediante lavado con una solución acuosa de hidróxido de sodio al 10% m/m. En todos los experimentos se utilizó agua destilada.

2.2 Equipos

La síntesis del GO se llevó a cabo utilizando un baño ultrasónico Branson modelo Bransonic M1800H (Estados Unidos), con una frecuencia de operación de 40 kHz y una potencia ultrasónica de 70 W, en combinación con un sistema de agitación magnética y un sistema de calentamiento con control de temperatura.

La caracterización estructural y química del GO se realizó mediante espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) con accesorio de reflectancia total atenuada (ATR), utilizando un espectrómetro PerkinElmer Frontier (Estados Unidos), en un rango de medición de 4000 a 650 cm^{-1}, y difracción de rayos X (XRD), utilizando un difractómetro PANalytical Empyrean (Países Bajos) operado a 40 kV y 30 mA, con tubo de Cu y radiación Cu Kα (λ = 1.5406 Å). El comportamiento térmico de las muestras se evaluó mediante análisis termogravimétrico (TGA), utilizando un equipo PerkinElmer (Estados Unidos) con software Pyris, en un intervalo de 30 a 800 °C, a una velocidad de calentamiento de 20 °C/min, bajo atmósfera de nitrógeno (20 mL/min) y cambio a oxígeno (20 mL/min) a partir de 600 °C.

Las propiedades interfaciales del material se analizaron mediante mediciones de ángulo de contacto, y el comportamiento de dispersión se evaluó a través de pruebas en un sistema de emulsión compuesto por MMA–BuA, agua y óxido de grafeno.

3. Métodos experimentales

3.1 Síntesis del óxido de grafeno con diferente grado de oxidación

El GO se sintetizó a partir de hojuelas de grafito mediante procedimiento adaptado por Morales-Acosta *et al.* (2019), basado en una variante del método de Hummers modificado. Inicialmente, 1 g de grafito se dispersó en una mezcla de 5 mL de H_3PO_4 y 23 mL de H_2SO_4 bajo tratamiento ultrasónico, seguido de la adición gradual de 3 g de permanganato de potasio bajo agitación magnética a 300 rpm y control de temperatura, manteniendo la reacción por debajo de 10°C mediante baño de hielo, de acuerdo con el método de referencia. El procedimiento experimental se realizó bajo condiciones de seguridad apropiadas, utilizando equipo de protección personal y campana de extracción, debido al manejo de ácidos concentrados y agentes oxidantes. Asimismo, la adición de los reactivos se llevó a cabo de manera controlada para minimizar riesgos asociados a la reacción.

Con el fin de obtener GOs con diferente grado de oxidación, se mantuvieron constantes las condiciones de síntesis descritas en la literatura y únicamente se varió el tiempo de reacción, evaluándose tres intervalos distintos (3, 6 y 12 h). Una vez finalizado el proceso de oxidación, la reacción se detuvo mediante la adición de 14 mL de peróxido de hidrógeno al 3%, después de agregar 26 mL de agua desionizada, y las suspensiones obtenidas se lavaron repetidamente con agua hasta alcanzar un pH cercano a la neutralidad (≈7). Los lavados se realizaron por centrifugación a 3500 rpm durante 20 min. Posteriormente, las muestras se secaron en estufa a aproximadamente 70 °C durante 24 h, obteniéndose los diferentes materiales de GO.

3.2 Caracterización estructural y química

La presencia de grupos funcionales oxigenados en las muestras de GO se evaluó mediante FTIR, utilizando un accesorio de reflectancia total atenuada (ATR). Los espectros obtenidos permitieron identificar las principales bandas asociadas a enlaces característicos de los grupos funcionales introducidos durante el proceso de oxidación.

La estructura cristalina y los cambios en el espaciamiento interlaminar del material se analizaron mediante difracción de rayos X (XRD). Los patrones de difracción se registraron bajo condiciones de operación constantes, permitiendo comparar las modificaciones estructurales inducidas por los diferentes tiempos de oxidación.

3.3 Análisis termogravimétrico

El comportamiento térmico de las muestras de GO se estudió mediante análisis termogravimétrico (TGA), registrando la variación de masa en función de la temperatura. Los análisis se realizaron utilizando un analizador termogravimétrico PerkinElmer Pyris, en un intervalo de temperatura de 30 a 800 °C, con una rampa de calentamiento de 20 °C/min. Inicialmente, el ensayo se llevó a cabo bajo atmósfera de nitrógeno con un flujo de 20 mL/min, realizándose posteriormente un cambio a atmósfera de oxígeno con el mismo flujo al alcanzar temperaturas superiores a 600 °C. Esta técnica se empleó para evaluar la estabilidad térmica del material y la influencia del grado de oxidación en los procesos de descomposición asociados a la eliminación de grupos funcionales oxigenados.

3.4 Evaluación de mojabilidad

La mojabilidad de las diferentes muestras de GO se evaluó mediante mediciones de ángulo de contacto. Los ensayos se realizaron

utilizando un analizador de superficie Krüss Mobile Surface Analyzer, empleando agua destilada como líquido de prueba, a temperatura ambiente, y analizando las imágenes mediante el método de la tangente. A partir de estas mediciones se analizó la afinidad superficial del material, relacionando el comportamiento observado con el grado de oxidación obtenido en cada caso.

3.5 Pruebas de dispersión en sistemas líquido – líquido

El comportamiento de dispersión del GO se evaluó mediante pruebas en un sistema de emulsión compuesto por una fase orgánica (MMA–BuA) y una fase acuosa. El sistema líquido – líquido se preparó con una proporción 25% MMA – 25% BuA – 50% H_2O, incorporando las diferentes muestras de óxido de grafeno como aditivo estabilizante en una misma concentración para todos los ensayos.

Las dispersiones se prepararon adicionando el GO al sistema y se evaluó de manera visual la distribución del material entre las fases, así como la estabilidad del sistema con el tiempo. Estas pruebas permitieron analizar de forma cualitativa la influencia del grado de oxidación del GO de grafeno en su comportamiento interfacial y en su capacidad para actuar como aditivo estabilizante en sistemas dispersos.

4. Resultados y discusión

4.1 Caracterización química y estructural

Los espectros FTIR del grafito (Gr) y de los GOs con diferente grado de oxidación (GO 3H, GO 6H y GO 12H) se presentan en la Figura 1. En el caso de los materiales oxidados, se observan bandas características asociadas a la incorporación de grupos funcionales oxigenados, incluyendo una banda alrededor de 1710 cm^{-1} atribuida a la vibración de estiramiento del enlace C=O de grupos carboxílicos, así como señales en la región de 1045–1145 cm^{-1} asociadas a enlaces C–O de grupos éter, alcohol y –COH. Adicionalmente, se observa una banda ancha alrededor de 3400 cm^{-1}, característica de grupos hidroxilo (–OH). En contraste, el espectro FTIR del grafito no presenta bandas asociadas a grupos oxigenados, lo que confirma la oxidación efectiva del material precursor (Dimiev & Tour, 2014; Moazzeni et al., 2025). La evolución de las bandas FTIR no mostró una tendencia estrictamente lineal con el incremento del tiempo de oxidación, particularmente entre 3 y 6 h. Este comportamiento puede atribuirse a la naturaleza heterogénea del óxido de grafeno, así como a la superposición espectral y a la posible redistribución o transformación de grupos funcionales oxigenados durante el proceso de oxidación.

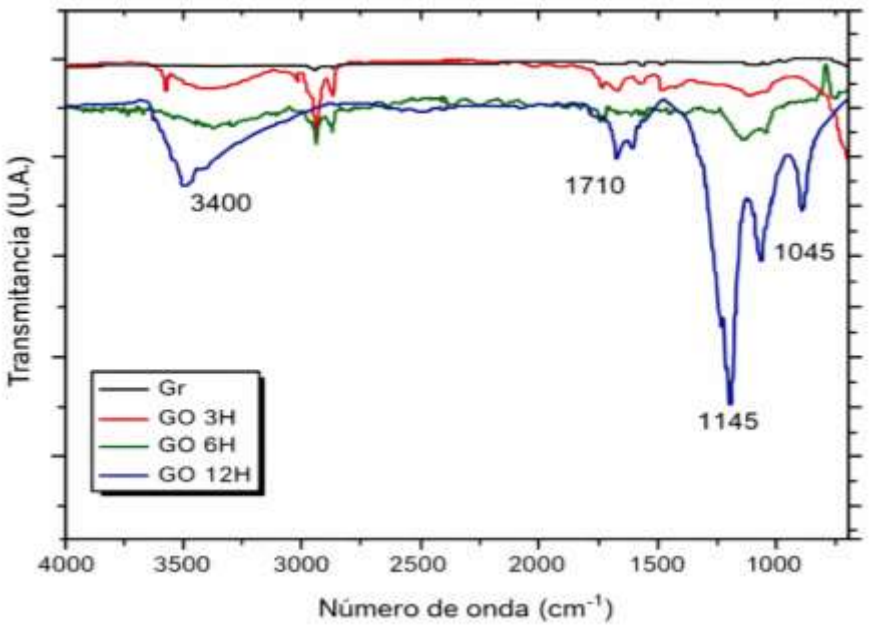


Figura 1. *Espectros FTIR del grafito y de los GOs con diferente grado de oxidación.*

Los difractogramas de rayos X correspondientes al grafito y a los diferentes óxidos de grafeno se muestran en la Figura 2. El grafito presenta el pico característico a 2θ ≈ 26°, correspondiente al plano (002). En los materiales oxidados aparece un nuevo pico en el intervalo de 9–11° a 2θ, asociado a la estructura laminar expandida del GO. Sin embargo, en todos los GOs también se detecta la presencia del pico del grafito, lo cual ha sido previamente reportado y se asocia a una oxidación incompleta del material (Shojaeenezhad *et al*., 2017).

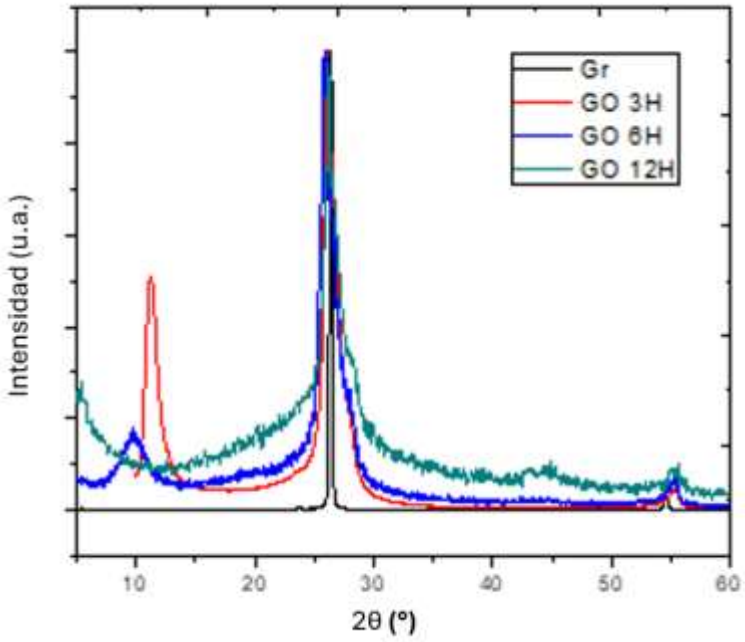


Figura 2. *Difractogramas de rayos X del Gr y de los GOs con diferente grado de oxidación.*

Adicionalmente, el difractograma de GO 3H presenta un pico de mayor intensidad en la región de bajo ángulo, lo que indica una mayor presencia de dominios oxidados con espaciamiento interlaminar expandido en comparación con GO 6H y GO 12H. Este resultado sugiere que, a tiempos de reacción más cortos, puede coexistir material con un alto grado de oxidación junto con regiones grafíticas no completamente oxidadas, lo que se traduce en una estructura más heterogénea. La ausencia de una expansión progresiva del espaciamiento interlaminar con el aumento del tiempo de oxidación sugiere que el proceso no sigue una relación estrictamente lineal. Aunque tiempos de reacción mayores favorecen la oxidación, también pueden inducir reordenamiento estructural, generación de defectos o incluso colapso parcial de las láminas durante el secado, lo que limita la separación interlaminar observable por DRX/XRD aún bajo condiciones de síntesis similares.

Con base en la relación de intensidades entre los picos del GO y del grafito (I_GO/I_Gr), se evaluó de manera semicuantitativa el grado de oxidación de los materiales (Tabla 1).

Tabla 1. *Relación entre las intensidades de los picos del óxido de grafeno y del grafito (I_GO/I_Gr).*

Muestra	I_GO/I_Gr
GO 3H	0.51
GO 6H	0.18
GO 12H	0.34

Nota: los valores de la relación I_GO/I_Gr corresponden a una sola medición por muestra; por lo tanto, no fue posible estimar una incertidumbre experimental basada en réplicas. Los datos se presentan con carácter semicuantitativo.

En general, un mayor valor de esta relación indica un mayor grado de oxidación; no obstante, no se observa una relación proporcional directa entre el tiempo de reacción y el grado de oxidación, lo que sugiere que la cinética del proceso no depende únicamente del tiempo, sino también de factores estructurales del grafito precursor y de la difusión del agente oxidante dentro de las láminas.

4.2 Análisis termogravimétrico

Los termogramas correspondientes al grafito y a los diferentes GOs se presentan en la Figura 3. El grafito muestra una pérdida de masa significativa únicamente a temperaturas superiores a 600 °C, asociada a la descomposición del material carbonoso. En contraste, los óxidos de grafeno presentan múltiples etapas de pérdida de masa.

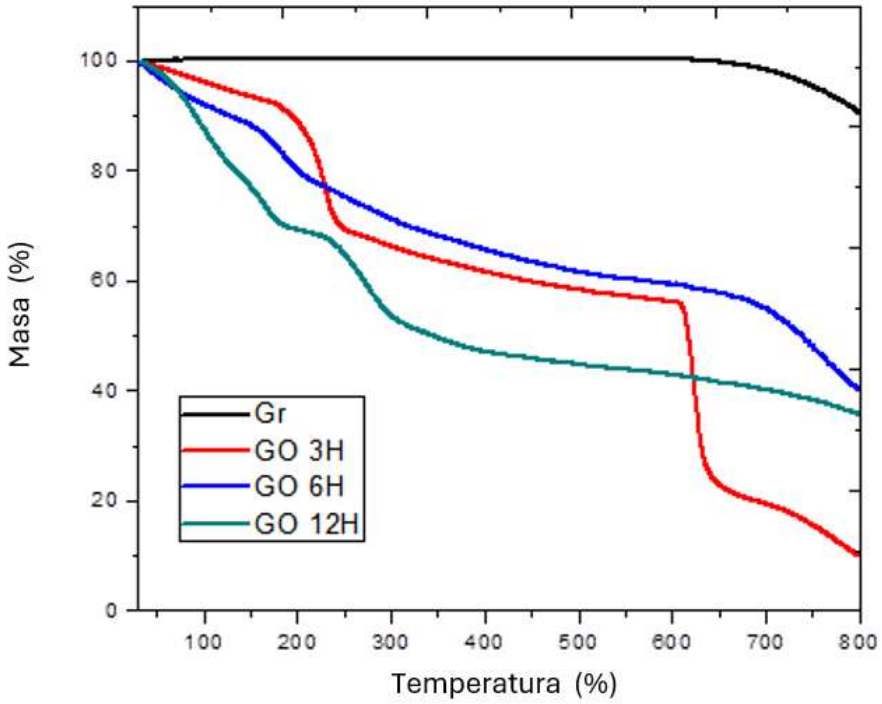


Figura 3. *Análisis termogravimétrico del grafito y de los diferentes óxidos de grafeno.*

La primera pérdida, observada alrededor de 100 °C, se atribuye a la eliminación de agua físicamente adsorbida. Una segunda pérdida, entre aproximadamente 100 y 200 °C, se asocia a la descomposición de grupos funcionales oxigenados débilmente enlazados, mientras que una tercera etapa, entre 200 y 450 °C, corresponde a la eliminación de grupos oxigenados más estables y al inicio de la degradación de la estructura carbonosa. Este comportamiento concuerda con lo reportado previamente para materiales basados en óxido de grafeno (Dimiev & Tour, 2014; Farivar *et al.*, 2021).

Las diferencias observadas en la magnitud de las pérdidas de masa entre los distintos GOs reflejan variaciones en el contenido de grupos funcionales, confirmando que el grado de oxidación influye directamente en la estabilidad térmica del material. En particular, la muestra GO 3H presenta una caída de masa más pronunciada en las etapas asociadas a la descomposición de grupos oxigenados, lo que sugiere una mayor concentración de especies funcionales menos estables térmicamente y una estructura más heterogénea en comparación con GO 6H y GO 12H.

4.3 Propiedades interfaciales: mojabilidad y energía libre superficial

Las imágenes de ángulo de contacto para el grafito y los diferentes óxidos de grafeno se muestran en la Figura 4. El grafito presenta un ángulo de contacto de 99.83°, característico de una superficie hidrofóbica. En contraste, los óxidos de grafeno presentan valores menores a 90°, con ángulos de 78.73°, 88.75° y 87.06° para GO 3H, GO 6H y GO 12H, respectivamente. Esta disminución del ángulo de contacto indica un aumento en la afinidad por el agua, atribuible a la incorporación de grupos funcionales polares durante el proceso de oxidación (Yilbas *et al.*, 2018).

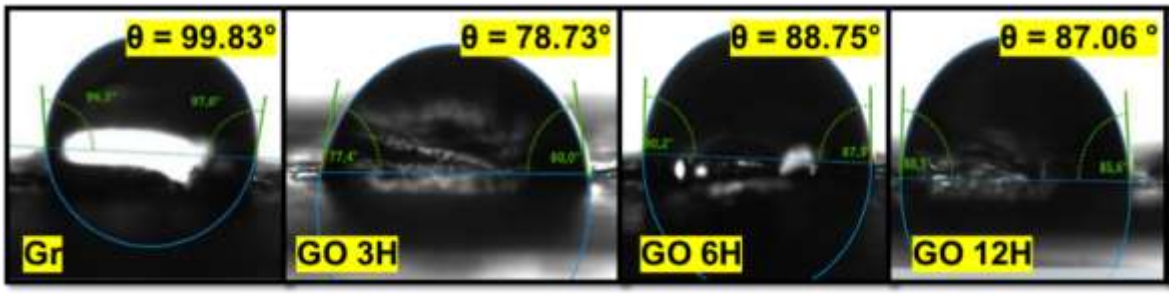


Figura 4. *Imágenes del ángulo de contacto de gotas de agua sobre Gr y GOs con diferente grado de oxidación.*

La Tabla 2 presenta los valores de energía libre superficial (SFE) calculados para el grafito y los GOs, utilizando diiodometano como líquido de prueba para el cálculo de la energía libre superficial. El grafito presenta una SFE de 46.52 mN/m, mientras que los óxidos de grafeno muestran valores variables en función del grado de oxidación. En particular, GO 3H presenta el valor más bajo de SFE, lo que se asocia a un mayor contenido de grupos funcionales y a un carácter anfifílico más pronunciado. En el caso de GO 6H, la medición con diiodometano fue excluida durante el procesamiento de los datos, lo que sugiere una interacción limitada entre la superficie del material y el líquido de prueba, impidiendo una determinación confiable de la energía libre superficial. Estos resultados son consistentes con el comportamiento térmico observado por TGA, donde GO 3H presentó la mayor pérdida de masa asociada a grupos oxigenados.

Tabla 2. *Energía libre superficial del grafito y de los óxidos de grafeno.*

Muestra	Energía libre superficial (mN/m)
Gr	46.52 ± 2.53
GO 3H	37.86 ± 1.65
GO 6H	N.D.
GO 12H	43.38 ± 2.02

4.4 Comportamiento de dispersión y estabilidad coloidal

La Figura 5 muestra el efecto del pH en la estabilidad coloidal del óxido de grafeno en un sistema MMA–BuA/H_2O (25%–25%–50%), empleando GO 3H y GO 12H, seleccionados con base en los resultados previos de caracterización. Se observa que el comportamiento interfacial del GO depende significativamente del pH del medio, lo cual se atribuye a la ionización de los grupos oxigenados presentes en los bordes y la superficie de las láminas.

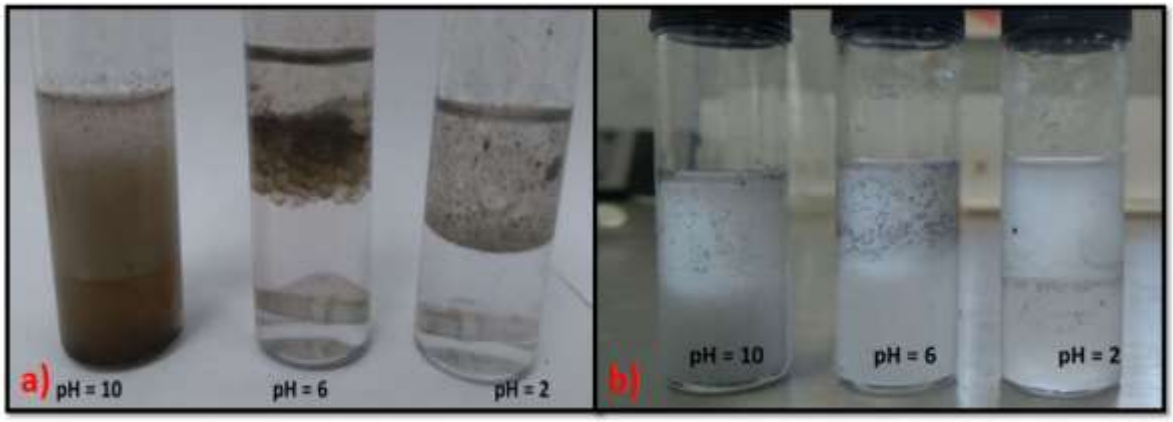


Figura 5. *Imágenes de los sistemas formados por MMA–BuA/H_2O (25%–25%–50%) utilizando: a) GO 3H y b) GO 12H como agente estabilizante.*

En medios ácidos, el GO tiende a migrar preferentemente hacia la fase orgánica, mientras que en medios alcalinos presenta mayor afinidad por la fase acuosa. Este comportamiento se explica por la protonación y desprotonación de los grupos funcionales oxigenados, lo que modula el carácter anfifílico del material y su distribución interfacial, en concordancia con lo reportado por (Kim *et al.*, 2010). Adicionalmente, se observa una diferencia clara entre el comportamiento de GO 3H y GO 12H, atribuible a su distinto grado de oxidación. El GO 3H, con mayor contenido de grupos funcionales oxigenados, presenta una respuesta interfacial más sensible a los cambios de pH, reflejada en una redistribución más marcada entre las fases orgánica y acuosa. En contraste, el GO 12H muestra un comportamiento interfacial menos pronunciado, asociado a una menor afinidad diferencial entre fases, lo que sugiere una modificación en su carácter anfifílico como consecuencia del proceso de oxidación. Los resultados de esta sección se presentan en términos cualitativos y comparativos, de acuerdo con el alcance experimental del estudio.

5. Conclusiones

En este trabajo se evaluó el efecto del grado de oxidación del óxido de grafeno sobre sus propiedades estructurales, térmicas e interfaciales, con énfasis en su desempeño como aditivo estabilizante. Los resultados obtenidos muestran que la oxidación del grafito conduce a la incorporación de grupos funcionales oxigenados y a modificaciones estructurales que no dependen de manera estrictamente proporcional del tiempo de reacción.

Entre las condiciones evaluadas, la muestra GO 3H presentó el comportamiento interfacial más favorable, caracterizado por una mayor afinidad por el agua, una respuesta más sensible a los cambios de pH y una mayor capacidad de redistribución entre fases, lo que la posiciona como la condición de oxidación más adecuada para su uso como aditivo estabilizante.

El análisis termogravimétrico evidenció que el grado de oxidación influye directamente en la estabilidad térmica del material, mientras que las mediciones de ángulo de contacto y energía libre superficial confirmaron un aumento en la afinidad por el agua y en el carácter anfifílico del óxido de grafeno. Asimismo, las pruebas de dispersión en sistemas líquido–líquido demostraron que el comportamiento interfacial del material depende tanto de su grado de oxidación como de las condiciones del medio, particularmente del pH.

Desde el punto de vista de transferencia tecnológica, los resultados obtenidos permiten identificar al óxido de grafeno como un aditivo con potencial para su incorporación en emulsiones lubricantes/refrigerantes empleadas en procesos industriales. En particular, la muestra GO 3H mostró el comportamiento más prometedor, por lo que podría considerarse como base para el diseño de formulaciones orientadas a aplicaciones en manufactura, maquinado y sistemas de lubricación técnica. Aunque los resultados presentados corresponden a una etapa preliminar, constituyen un punto de partida relevante para el escalamiento experimental y la evaluación de desempeño en entornos productivos reales.

En conjunto, los resultados confirman que el control del grado de oxidación del óxido de grafeno es un factor clave para ajustar sus propiedades interfaciales y su desempeño como estabilizante en sistemas dispersos, aportando criterios útiles para su selección en aplicaciones tecnológicas.

Agradecimientos

Se agradece a la Secretaría de Ciencia, Humanidades, Tecnología e Innovación por el apoyo económico otorgado a través de la beca de Doctorado en Ciencia y Tecnología de Materiales, la cual hizo posible el desarrollo del presente trabajo. Asimismo, se agradece al Posgrado de Maestría en Ciencia y Tecnología Química de la Universidad Autónoma de Coahuila por el respaldo académico y las facilidades brindadas durante las etapas iniciales de formación que contribuyeron a la realización de este proyecto.

Conflicto de intereses

Los autores declaran que no tienen conflictos de intereses financieros ni personales que pudieran haber influido en los resultados o en la interpretación de los datos presentados en este trabajo.

Bibliografía

Dimiev, A. M., & Tour, J. M. (2014). Mechanism of Graphene Oxide Formation. *ACS Nano*, *8*(3), 3060-3068. https://doi.org/10.1021/nn500606a

Farivar, F., Lay Yap, P., Karunagaran, R. U., & Losic, D. (2021). Thermogravimetric Analysis (TGA) of Graphene Materials: Effect of Particle Size of Graphene, Graphene Oxide and Graphite on Thermal Parameters. *C*, *7*(2), 41. https://doi.org/10.3390/c7020041

Huang, X., Zhao, W., Khalilov, F., & Xu, N. (2025). Graphene Oxide: Preparation and Medical Research. *Materials*, *18*(12), 2855. https://doi.org/10.3390/ma18122855

Karnis, I., Krasanakis, F., Sygellou, L., Rissanou, A. N., Karatasos, K., & Chrissopoulou, K. (2024). Varying the degree of oxidation of graphite: Effect of oxidation time and oxidant mass. *Physical Chemistry Chemical Physics*, *26*(13), 10054-10068. https://doi.org/10.1039/D3CP05268K

Kim, J., Cote, L. J., Kim, F., Yuan, W., Shull, K. R., & Huang, J. (2010). Graphene Oxide Sheets at Interfaces. *Journal of the American Chemical Society*, *132*(23), 8180-8186. https://doi.org/10.1021/ja102777p

Liu, M., Zhu, W., & Wang, H. (2025). Materials Prepared via Pickering Emulsions Stabilized by Graphene Oxide: Overview and Prospects. *Materials*, *18*(20), 4790. https://doi.org/10.3390/ma18204790

Lv, H., Wang, Z., An, J., Li, Z., Shi, L., & Shan, Y. (2023). Preparation and Emulsifying Properties of Carbon-Based Pickering Emulsifier. *Processes*, *11*(4), 1070. https://doi.org/10.3390/pr11041070

Moazzeni, A., Riyahi Madvar, H., Hamedi, S., & Kordrostami, Z. (2025). Controlled oxidation levels in graphene oxide to achieve forming-free and analog resistive switching in RRAM. *Scientific Reports*, *15*(1), 45074. https://doi.org/10.1038/s41598-025-32232-2

Morales-Acosta, D., Flores-Oyervides, J. D., Rodríguez-González, J. A., Sánchez-Padilla, N. M., Benavides, R., Fernández-Tavizón, S., & Mercado-Silva, J. A. (2019). Comparative methods for reduction and sulfonation of graphene oxide for fuel cell electrode applications. *International Journal of Hydrogen Energy*, *44*(24), 12356-12364.

https://doi.org/10.1016/j.ijhydene.2019.02.091

Ravera, F., Dziza, K., Santini, E., Cristofolini, L., & Liggieri, L. (2021). Emulsification and emulsion stability: The role of the interfacial properties. *Advances in Colloid and Interface Science*, *288*, 102344. https://doi.org/10.1016/j.cis.2020.102344

Ribeiro, A., Lopes, J. C. B., Dias, M. M., & Barreiro, M. F. (2023). Pickering Emulsions Based in Inorganic Solid Particles: From Product Development to Food Applications. *Molecules*, *28*(6), 2504. https://doi.org/10.3390/molecules28062504

Shojaeenezhad, S. S., Farbod, M., & Kazeminezhad, I. (2017). Effects of initial graphite particle size and shape on oxidation time in graphene oxide prepared by Hummers' method. *Journal of Science: Advanced Materials and Devices*, *2*(4), 470-475. https://doi.org/10.1016/j.jsamd.2017.09.003

Smith, A. T., LaChance, A. M., Zeng, S., Liu, B., & Sun, L. (2019). Synthesis, properties, and applications of graphene oxide/reduced graphene oxide and their nanocomposites. *Nano Materials Science*, *1*(1), 31-47. https://doi.org/10.1016/j.nanoms.2019.02.004

Wang, B., Liu, Q., Fan, Z., Liang, T., Tong, Q., & Fu, Y. (2021). Fabrication of PDMS/GA Composite Materials by Pickering Emulsion Method and Its Application for Oil-Water Separation. *Energies*, *14*(17), 5283. https://doi.org/10.3390/en14175283

Yang, Y., Fang, Z., Chen, X., Zhang, W., Xie, Y., Chen, Y., Liu, Z., & Yuan, W. (2017). An Overview of Pickering Emulsions: Solid-Particle Materials, Classification, Morphology, and Applications. *Frontiers in Pharmacology*, *8*, 287. https://doi.org/10.3389/fphar.2017.00287

Yilbas, B. S., Ibrahim, A., Ali, H., Khaled, M., & Laoui, T. (2018). Hydrophobic and optical characteristics of graphene and graphene oxide films transferred onto functionalized silica particles deposited glass surface. *Applied Surface Science*, *442*, 213-223. https://doi.org/10.1016/j.apsusc.2018.02.176

Zhao, H., Yang, Y., Chen, Y., Li, J., Wang, L., & Li, C. (2022). A review of multiple Pickering emulsions: Solid stabilization, preparation, particle effect, and application. *Chemical Engineering Science*, *248*, 117085. https://doi.org/10.1016/j.ces.2021.117085

Zhao, L., Shu, M., Chen, H., Shi, K., & Li, Z. (2023). Preparation of graphene oxide–stabilized Pickering emulsion adjuvant for Pgp3 recombinant vaccine and enhanced immunoprotection against Chlamydia Trachomatis infection. *Frontiers in Immunology*, *14*, 1148253. https://doi.org/10.3389/fimmu.2023.1148253