



**UNIVERSIDAD DE CONCEPCIÓN
FACULTAD DE INGENIERÍA
DEPARTAMENTO DE INGENIERÍA ELÉCTRICA**



**“CARACTERIZACIÓN ELECTROQUÍMICA DE HIDROGELES DE
ALGINATO CON ÓXIDO DE GRAFENO REDUCIDO MEDIANTE
TÉCNICA EIS Y VOLTAMETRÍA CÍCLICA”**

POR

Josefa Antonia Teresa Silva Vera

Informe Final Memoria de Título presentada a la Facultad de Ingeniería de la Universidad de
Concepción para optar al grado académico de Ingeniero/a Civil Biomédica

Profesores Guía
Esteban Pino Quiroga
Katherina Fernández Elgueta

Comisión
Luis Felipe Montoya Rendon

Agosto
Concepción
(Chile)

© 2024 Josefa Silva Vera

© 2024 Josefa Silva Vera

Se autoriza la reproducción total o parcial, con fines académicos, por cualquier medio o procedimiento, incluyendo la cita bibliográfica del documento.



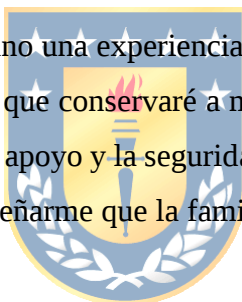
Agradecimientos

Personalmente, siempre me ha resultado difícil expresarme con los demás, pero en esta ocasión quiero transmitir mi agradecimiento a quienes me han acompañado a lo largo de este camino.

Quiero agradecer a mi familia de Talcahuano a mi tata, un viejito un poco mañoso que siempre se preocupó de que estuviera abrigada y no me faltara dinero para la micro, y a mi mamá, quien, a pesar de los caminos que nos ha llevado la vida, sé que siempre estará conmigo.

También quiero expresar mi gratitud a mi familia de San Pedro a mi prima Natalia, quien me brindó su apoyo y me enseñó que las personas buenas, con amor y dedicación, pueden lograr grandes cosas en la vida; y a mi tía Jenny, mi segunda mamá, por impulsarme y recordarme cada día lo fuerte y valiosa que soy. De todo corazón, estoy muy agradecida de que me hayan permitido vivir y compartir con ustedes en su hogar.

A mis amigos, que hicieron de este camino una experiencia más entretenida y cálida, Alan y Paulina les doy las gracias. Sé que son personas que conservaré a mi lado por mucho tiempo. A Rosario, mi mejor amiga, le agradezco por su cariño, apoyo y la seguridad de saber que no estoy sola y que puedo contar con ella para cualquier cosa y enseñarme que la familia uno la escoge y con ella encontré otro hogar.



A mis profesores guías, quienes me brindaron su apoyo durante todo este proceso: al profesor Esteban Pino, a la profesora Katherina Fernández, quien me permitió ser parte de su equipo en el laboratorio, y al profesor Luis Felipe.

A mi equipo de trabajo, que siempre se preocupó por mi bienestar y me brindó su apoyo.

Además, quiero dedicar parte de este trabajo a mi abuela, quien, donde quiera que esté siempre me ha protegido y a la persona más pura de corazón que con su sonrisa lograba calmar y alegrar mi día, a mi sobrina Anni.

Quisiera expresar mi más profundo agradecimiento a todas las personas que siempre creyeron en mí, especialmente cuando yo misma dudaba de mi capacidad para llegar hasta donde estoy hoy.

Resumen

En este proyecto investigativo se desarrollaron hidrogeles con biomateriales y biocompatibles destinados a favorecer la regeneración celular. Un hidrogel con base de alginato (ALG), calcio (Ca), tanino (TA) y óxido de grafeno reducido (rGO) con variaciones en sus concentraciones, fueron elaborados y analizados usando un potenciostato mediante una celda de trabajo de tres electrodos. Para evaluar su conductividad electroquímica mediante dos técnicas: voltametría cíclica (CV) y espectroscopia de impedancia (EIS).

Primero, se llevó a cabo una revisión bibliográfica para entender las técnicas utilizadas y el comportamiento de los materiales. Posteriormente, se prepararon muestras de hidrogel y se realizaron pruebas electroquímicas (EIS y CV) con el potenciostato para ajustar los parámetros necesarios. Con base en estas pruebas, se definió una metodología que incluyó la elaboración del hidrogel y la preparación de la solución de KI-H₂SO₄, con el propósito de conocer el comportamiento electroquímico, la capacidad de almacenamiento de carga y la impedancia de las muestras sumergidas en la celda de trabajo. Se realizaron entre 5 y 8 ciclos de voltamperometría cíclica y luego de 2 a 3 ciclos de pruebas de EIS.

Los datos obtenidos de ambas técnicas se analizaron para evaluar la conductividad electroquímica de los hidrogeles en función de las variaciones en las concentraciones de los componentes. Durante el estudio, se observó que las concentraciones de rGO tenían un impacto significativo en la respuesta electroquímica de los hidrogeles.

Los resultados indicaron que la muestra que contenía un 9% de rGO y 4.8% de TA presentó la mejor combinación en términos de baja resistencias. Específicamente, se obtuvieron valores de resistencias de R1: 31,62[Ω], R2: 26,19[Ω] y R4: 27,12[Ω]. Sin embargo, en cuanto a la capacitancia, esta muestra presentó valores más altos, con C3: 6,13 x10⁻⁶[F] y C3: 2,92x10⁻⁵[F]. Estos resultados sugieren que esta formulación no sólo es eficiente en la conducción de corriente, sino que también proporciona una alta capacidad de almacenamiento de carga. Además, se destacó como la más estable y precisa para aplicaciones electroquímicas.

Abstract

The objective of this research project was to develop hydrogels comprising biocompatible and bioactive materials to facilitate cellular regeneration. An alginate (ALG) hydrogel base was prepared with varying concentrations of calcium (Ca), tannin (TA), and reduced graphene oxide (rGO). The hydrogel was analyzed using a potentiostat with a three-electrode working cell. To assess their electrochemical conductivity through two techniques: cyclic voltammetry (CV) and electrochemical impedance spectroscopy (EIS).

Firstly, a review of the literature was conducted to gain an understanding of the techniques employed and the behavior of the materials. Subsequently, hydrogel samples were prepared, and electrochemical tests (EIS and CV) were conducted with the potentiostat to adjust the necessary parameters. Based on the tests, a methodology was devised, comprising the fabrication of the hydrogel and the preparation of the KI-H₂SO₄ solution. This methodology was designed to ascertain the electrochemical behavior, the capacity for charge storage and the impedance of the samples immersed in the working cell. Between five and eight cycles of cyclic voltammetry were conducted, followed by two to three cycles of EIS testing.

The data obtained from both techniques were analyzed to evaluate the electrochemical conductivity of the hydrogels in response to variations in component concentrations. The study revealed that rGO concentrations had a significant impact on the electrochemical response of the hydrogels.

The results indicated that the sample containing 9% rGO and 4.8% TA exhibited the optimal combination in terms of low resistance. Specifically, the resistance values obtained for R1, R2, and R4 were 31.62 Ω , 26.19 Ω , and 27.12 Ω , respectively. However, with regard to capacitance, this sample exhibited higher values, specifically C3: 6.13×10^{-6} [F] and C3: 2.92×10^{-5} [F]. These results suggest that this formulation is not only efficient in the conducting current but also provides a high charge storage capacity. Additionally, it was highlighted as the most stable and precise for electrochemical applications.

Tabla de contenidos

CAPÍTULO 1. INTRODUCCIÓN	11
1.1. INTRODUCCIÓN GENERAL	11
1.2. OBJETIVOS	12
1.2.1 <i>Objetivo General</i>	12
1.2.2 <i>Objetivos Específicos</i>	12
1.3. ALCANCES Y LIMITACIONES	13
1.4. METODOLOGÍA	13
1.5. TEMARIO	14
CAPÍTULO 2. BIOMATERIALES E HIDROGELES	15
2.1. INTRODUCCIÓN	15
2.2. BIOMATERIALES	15
2.3. HIDROGELES	15
2.4. ALGINATO - ALG	16
2.5. ÓXIDO DE GRAFENO REDUCIDO – RGO	17
2.6. TANINO – TA	18
2.7. CARBONATO DE CALCIO – CaCO_3	18
2.8. DISCUSIÓN	18
CAPÍTULO 3. CARACTERIZACIÓN ELECTROQUÍMICA	19
3.1. INTRODUCCIÓN	19
3.2. EQUIPAMIENTO	20
3.2.1 <i>Potenciostato</i>	20
3.2.2 <i>Celda electroquímica o de trabajo y sus componentes</i>	20
3.3. VOLTAMPEROMETRÍA	21
3.3.1 <i>Voltametría cíclica - CV</i>	21
3.4. ESPECTROSCOPIA DE IMPEDANCIA ELECTROQUÍMICA – EIS	23
3.5. DISCUSIÓN	25
CAPÍTULO 4. TRABAJO PREVIO	26
4.1. INTRODUCCIÓN	26
4.2. CARACTERIZACIÓN ELECTROQUÍMICA DE HIDROGELES PARA USO COMO APÓSITO EN EL TRATAMIENTO DE HERIDAS	26
4.3. DISCUSIÓN	31
CAPÍTULO 5. METODOLOGÍA EXPERIMENTAL	32
5.1. INTRODUCCIÓN	32
5.2. EQUIPO Y MATERIALES DE TRABAJO	32
5.3. PREPARACIÓN DE HIDROGEL	33
5.3.1 <i>Guía de materiales ALG/rGO/TA</i>	33
5.4. PREPARACIÓN DE EQUIPO	35
5.4.1 <i>Preparación de solución de trabajo</i>	35
5.4.2 <i>Preparación de electrodo</i>	36
5.4.3 <i>Preparación de potenciostato</i>	37
5.4.4 <i>Evaluación de hidrogeles</i>	37
5.5. DISCUSIÓN	38
CAPÍTULO 6. PRUEBAS Y RESULTADOS	39
6.1. INTRODUCCIÓN	39
6.1.1 <i>Primeras pruebas y análisis</i>	39
6.2. SOLUCIÓN DE KI – H_2SO_4	43
6.2.1 <i>Pruebas CV y análisis de muestras</i>	45
6.2.2 <i>Pruebas EIS y análisis de muestras</i>	48
6.3. DISCUSIÓN	57

CAPÍTULO 7. GLOSARIO.....	58
CAPÍTULO 8. REFERENCIAS.....	59
• ANEXO. PROTOCOLOS	63
8.1. PROTOCOLO SÍNTESIS DE ÓXIDO DE GRAFENO.....	63
8.2. PROTOCOLO SÍNTESIS DE REDUCCIÓN ÓXIDO DE GRAFENO	64
8.3. PROTOCOLO SÍNTESIS DE SOLUCIÓN KI.....	65
8.4. PROTOCOLO SÍNTESIS DE SOLUCIÓN KI – H ₂ SO ₄	66
8.5. PROTOCOLO DE CALIBRACIÓN POTENCIOSTATO GAMRY INTERFACE 1010E.....	67
8.6. VALIDACIÓN DE VALORES KKT.....	68
8.7. VALORES OBTENIDOS DE TÉCNICA EIS	70
8.8. DESBLOQUEO DEL POTENCIAL DEL KI COMO ADITIVO REDOX EN SUPERCONDENSADORES MEDIANTE LA MEJORA SINÉRGICA CON H ₂ SO ₄ COMO COELECTROLITO.	70
8.9. VALORES OBTENIDOS DE TÉCNICA CV	71



Lista de Tablas

Tabla 1 - Parámetros obtenidos de CV hidrogeles de ALG/rGO con 15 minutos de condicionamient	27
Tabla 2 - Parámetros obtenidos de CV hidrogeles de ALG/rGO/TA con 15 minutos de condicionamiento7	
Tabla 3 - Parámetros obtenidos de EIS hidrogeles de ALG/rGO 5% con 15 minutos de condicionamiento	29
Tabla 4 - Parámetros obtenidos de EIS hidrogeles de ALG/rGO 10% con 15 minutos de condicionamiento	29
Tabla 5 Composición de las muestras de hidrogel ALG con variaciones de rGO y TA	45
Tabla 6 Valores normalizados obtenidos de CV muestras hidrogeles ALG con solución de KI-H ₂ SO ₄	45
Tabla 7 Valores obtenidos de EIS muestras hidrogeles ALG con solución de KI-H ₂ SO ₄	50
Tabla 8 Goodness of FIT y KKT de muestras hidrogeles ALG con solución de KI-H ₂ SO ₄	51
Tabla 9 Valores obtenidos de EIS muestras hidrogeles ALG con solución de KI-H ₂ SO ₄ con sus errores respectivos	69
Tabla 10 Valores obtenidos de CV solución de KI-H ₂ SO ₄	70



Lista de Figuras

Figura 1 -Fases de cicatrización de la piel	11
Figura 2 - Método de análisis de las muestras de hidrogel	14
Figura 3 - Estructuras orgánicas de M y G de alginato de sodio (ALG) [13]	16
Figura 4 - Proceso de elaboración de grafito de rGO [18]	17
Figura 5 - Imagen referencial de potencióstato modelo Interface 1010E [29]	20
Figura 6 - Imagen referencial de una celda de trabajo con 3 electrodos	20
Figura 7- Imagen referencial de una gráfica voltametría cíclica [33]	22
Figura 8 - Imagen de voltamperograma cíclico La gráfica muestra las características de un voltamperograma cíclico [33]	22
Figura 9 - Imagen referencial de un circuito equivalente Randles [37]	24
Figura 10 - Imágenes representativas de gráfica de Nyquist (izquierda) y gráfica de Bode (derecha) [38]	24
Figura 11 - CV hidrogeles de ALG con rGO. Material sumergido por 15 minutos [39]	28
Figura 12 - CV de hidrogeles de ALG con rGO/TA. Material sumergido por 15 min. [39]	28
Figura 13 – EIS de hidrogeles de ALG con rGO 5% con adición de TA [39]	30
Figura 14– EIS de hidrogeles de ALG con rGO 10% con adición de TA [39]	30
Figura 15 Valores de ΔE en pruebas de CV realizadas en hidrogeles de ALG [39]	31
Figura 16– Equipo y materiales de trabajo	32
Figura 17 Proceso de Preparación muestra (A) concentración de material rGO en placa Petri, (B) mezcla de CaCO_3 y rGO en agitador, (C) vaso precipitado de 100ml con mezcla antes de iniciar el paso de agitación 24hrs	34
Figura 18 - Tabla de proporciones con concentraciones de rGO/TA para preparación de muestra de hidrogel de alginato	34
Figura 19 - Preparación muestras de hidrogel ALG Placas Petri con muestras restantes que no fueron colocadas en el horno a 45°C durante 48 horas.	34
Figura 20 - Celda de trabajo con electrodo WE con muestra de análisis sumergido en solución de $\text{KI-H}_2\text{SO}_4$ Imagen de la izquierda se observa electrodo preparado bajo dip coating para análisis, imagen de la derecha se observa el resto de la muestra sumergido en la solución.	36
Figura 21 - Celda de trabajo de tres electrodos sumergido en solución de $\text{KI-H}_2\text{SO}_4$	37
Figura 22 - Gráfica de Bode, técnica de EIS de solución KI puro con y sin muestras de hidrogel ALG [45] Curva de color azul corresponde al análisis solución con muestra, mientras que la curva de color rojo representa el análisis de solución sin muestra	40
Figura 23 Gráfica de Nyquist, técnica de EIS en pruebas con y sin ALG en solución KI puro [45]	41
Figura 24 Gráfica CV en pruebas con y sin ALG en solución KI puro [45]	42
Figura 25 Gráfica referenciales de CV en solución KI puro [40]	43
Figura 26 - Gráfica CV de solución de KI - H_2SO_4 [45]	44
Figura 27 Gráfica Normalizada de CV solución $\text{KI-H}_2\text{SO}_4$ vs CV de muestras 5, 7 y 9 [45]	46
Figura 28 Representación de circuito Randles [49] Rs: resistencia no polarizada, Rct: resistencia polarizada, Cdl: capacitor, Zw: constante de Warburg	48
Figura 29 Modelo de circuito modificado [45] Donde R1, R2 y R4 son resistencias, C3 y C5 son capacitores y W6 es la constante de Warburg	48
Figura 30 Modelo equivalente respecto al sistema electroquímico	49
Figura 31 Gráfica Nyquist de muestras 1, 2 y 3	53
Figura 32 Gráfica CV de muestra 1, 2 y 3	55
Figura 33 Gráfica Nyquist muestra 1 y 9	55

Figura 34	Chassis Ground del potencióstato Gamry [29]	67
Figura 35	Imagen referencial de placa de calibración [29]	67
Figura 36	Imagen referencial de caja de protección con placa de calibración [29]	67
Figura 37	Pasos para proceso de calibración con software Gamry Framework [45]	67



Capítulo 1. Introducción

1.1. Introducción General

En la actualidad, los avances en tecnología y su relación con la medicina han permitido innovar en tratamientos, terapias y cuidados de la salud. Esta memoria de título se centra específicamente en un método para el cuidado de la piel de los pacientes con problemas en su cicatrización, como los pacientes diabéticos, con el fin de promover una cicatrización rápida y segura.

La piel es uno de los órganos principales del cuerpo humano y desempeña diversas funciones, como la percepción de estímulos cutáneos y la protección de los órganos internos del mismo. [1]

Todos los seres vivos poseen naturalmente campos eléctricos endógenos, los cuales se generan internamente mediante procesos bioquímicos y bioeléctricos dentro de sus organismos. Estos campos son el resultado de la actividad eléctrica intrínseca de las células y tejidos del organismo. El proceso de curación de una herida corresponde a un campo eléctrico endógeno, ya que la piel pasa por 4 fases: coagulación, inflamación, proliferación y maduración, como se observa en la figura 1. En la última fase es donde se generan campos eléctricos que orientan y aceleran la regeneración celular. Esta fase tiene un periodo de 1 a 2 años, pero si después de 3 meses no se produce una mejora en la cicatrización, significa que el tejido puede tener alguna falla en las fases anteriores. [2]

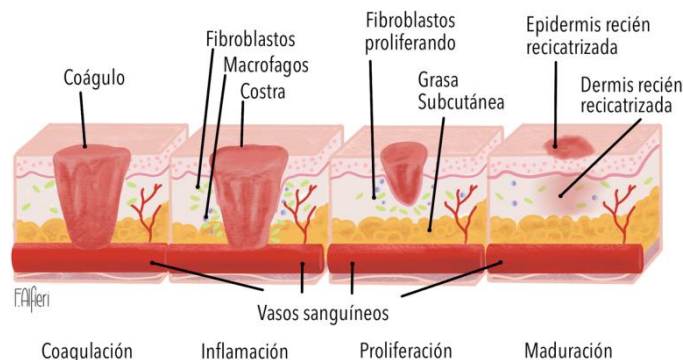


Figura 1 -Fases de cicatrización de la piel

Fase 1 coagulación, fase 2 inflamación, fase 3 proliferación y fase 4 maduración (de izquierda a derecha) [3]

Una de las innovaciones que aún se está investigando son los apósitos avanzados, especialmente para este proyecto, implica el uso de apósitos basados en un hidrogel. Estos geles poliméricos hidrofílicos forman una red tridimensional. Debido a su alta capacidad de absorción de agua y su similitud con el microambiente celular, son útiles para aplicaciones biomédicas debido a sus propiedades biológicas [4]. El alginato (ALG) se ha convertido en un biomaterial ampliamente utilizado en el cuidado de la

piel, especialmente en el tratamiento de heridas, gracias a los beneficios que ofrece, entre la propiedad antiinflamatoria, que ayuda en la fase dos de cicatrización, además es regulador del nivel pH en la piel, entre otras cosas.

Para la investigación y análisis de estos apósitos, es fundamental llevar a cabo ciertas pruebas mecánicas y/o electroquímicas para entender su comportamiento. Por esta razón, se implementaron las técnicas de espectroscopia de impedancia electroquímica (EIS) y voltametría cíclica (CV) mediante una celda de trabajo de 3 electrodos.

La voltametría cíclica (CV) es una técnica electroquímica versátil que proporciona información cualitativa sobre los procesos de transferencia de electrones, el comportamiento reversible o irreversible de la reacción, entre otros aspectos [5]. En cuanto a la espectroscopia de impedancia (EIS), es una técnica que implica la aplicación de una perturbación senoidal de potencial eléctrico de frecuencia variable al material estudiado y el registro de la respuesta en corriente dentro de una celda electroquímica [6].

Cabe destacar que parte de este trabajo es una contribución a la investigación del Fondecyt (Fondo Nacional de desarrollo científico y tecnológico) N° 1210770 Proyecto de investigación que consiste en el desarrollo de hidrogeles biocompatibles para favorecer la regeneración celular. Por lo tanto, es importante el desarrollo de terapias avanzadas para el cuidado de la piel, con el objetivo de mejorar la calidad de vida de los pacientes y promover una cicatrización eficiente y segura.

1.2. Objetivos

1.2.1 Objetivo General

Investigar el comportamiento electroquímico de hidrogeles de alginato conductivos con distintas concentraciones de rGO mediante técnicas de EIS y CV

1.2.2 Objetivos Específicos

- Analizar el comportamiento electroquímico de las muestras mediante la técnica EIS.
- Analizar el comportamiento electroquímico de las muestras mediante la técnica CV.
- Comparar los métodos de adquisición de datos para identificar posibles correlaciones.
- Desarrollar un protocolo detallado para la (EIS) y (CV), y así proporcionar una breve interpretación de los resultados obtenidos.

1.3. Alcances y Limitaciones

- i. Alcances:
 - a. Análisis de las muestras de hidrogel realizadas en el laboratorio de biomateriales.
 - b. Evaluación del comportamiento electroquímico mediante técnicas como EIS y CV.
 - c. Propuesta de aplicación de las muestras como apósitos de heridas basada en los resultados.
 - d. Desarrollo de un protocolo para la realización de pruebas con las muestras.
- ii. Limitaciones encontradas durante el proceso de desarrollo e investigación:
 - a. Disponibilidad limitada del equipo (potenciostato).
 - b. Restricciones de horario y acceso al laboratorio.
 - c. Tiempo requerido para la elaboración de cada muestra. (1 semana en total para elaboración del hidrogel)
 - d. Tiempo requerido para análisis de cada muestra (20 min por ciclo)

1.4. Metodología

Para este proyecto de tesis, se llevó a cabo inicialmente una revisión bibliográfica sobre los biomateriales ALG/TA/CaCO₃, óxido de grafeno reducido y las técnicas necesarias, EIS y CV, para su caracterización.

Es importante destacar que este proyecto cuenta con financiamiento nacional, bajo el N° 1210770, dado su carácter de investigación centrada en el desarrollo de hidrogeles biocompatibles destinados a promover la regeneración celular.

Por lo tanto, el objetivo principal de este trabajo es estudiar y desarrollar un apósito de hidrogel en el Laboratorio de Biomateriales, con el propósito de contribuir al avance en la ciencia y la tecnología biomédica. Se emplearán técnicas como EIS y la CV para analizar sus propiedades electroquímicas utilizando el método de celda de trabajo de 3 electrodos. Se compararon los datos obtenidos y se establecerá un protocolo para la medición y adquisición de datos.

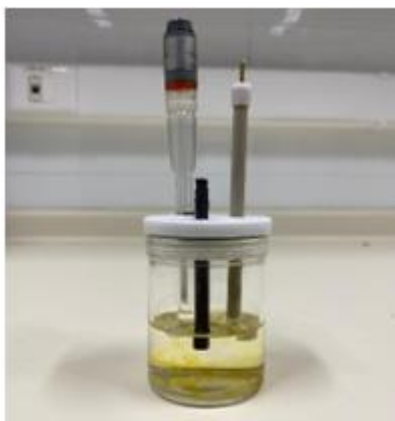


Figura 2 - Método de análisis de las muestras de hidrogel
La imagen corresponde una celda de trabajo con 3 electrodos bajo una solución de yoduro de potasio realizado en el laboratorio [7]

En la figura 2 se muestra la celda electroquímica de tres electrodos sumergida en una solución de yoduro de potasio (KI) antes de la ejecución de las técnicas de caracterización electroquímicas. La configuración de tres electrodos incluye el electrodo de trabajo, el electrodo de referencia y el contraelectrodo, cada uno desempeñando un papel crucial en la obtención de datos precisos y reproducibles. Esta disposición es fundamental para estudiar las propiedades electroquímicas de los materiales y evaluar su comportamiento bajo diferentes condiciones experimentales.

1.5. Temario

- (i) Capítulo 1: Introducción
- (ii) Capítulo 2: Biomateriales e Hidrogeles
- (iii) Capítulo 3: Caracterización electroquímica
- (iv) Capítulo 4: Trabajo previo
- (v) Capítulo 5: Metodología experimental
- (vi) Capítulo 6: Pruebas y resultados
- (vii) Capítulo 7: Referencias
- (viii) Capítulo 8: Anexos - Protocolos

Capítulo 2. Biomateriales e Hidrogeles

2.1. Introducción

A continuación, se presenta un análisis bibliográfico sobre los biomateriales, centrándose específicamente en los hidrogeles y su aplicación en el ámbito médico debido a sus propiedades biológicas. Este estudio destaca los materiales utilizados para la fabricación de los hidrogeles objeto de análisis, como el alginato (ALG), tanino (TA) y CaCO_3 , además de la inclusión del óxido de grafeno reducido (rGO) como material conductor.

2.2. Biomateriales

Los biomateriales son sustancias diseñadas para interactuar con sistemas biológicos con propósitos médicos o terapéuticos, ya sea como implantes temporales o permanentes en el cuerpo con el fin de promover la regeneración tisular [4].

Para clasificar un material como biomaterial, deben cumplirse dos criterios fundamentales el primero es la biocompatibilidad, que puede definirse como la capacidad de un biomaterial o sistema para realizar su función terapéutica sin provocar ningún efecto local o sistémico indeseable en el receptor o beneficiario. Y el segundo corresponde a la capacidad funcional de dicho material.

En el caso específico del hidrogel desarrollado, la capacidad funcional implica que este material debe ser capaz de mantener su integridad estructural, absorber fluidos, entre otras cosas, además de proporcionar un entorno favorable para la regeneración tisular. Por lo tanto, la selección de los materiales adecuados para la formulación del hidrogel debe tener en cuenta tanto la biocompatibilidad como la capacidad funcional para garantizar su eficacia y seguridad en aplicaciones biomédicas.

2.3. Hidrogeles

Los hidrogeles son biomateriales, geles poliméricos hidrofílicos formados por una red 3D, que debido a su elevada capacidad de absorción de agua y la gran similitud con el microambiente celular, puede ser elaborados utilizando una variedad de materiales, tanto naturales como sintéticos [8]. Estos materiales están demostrando ser altamente beneficiosos en el ámbito biomédico debido a sus propiedades biológicas. Desde una perspectiva física, una de las características más significativas de los hidrogeles es su capacidad de hinchamiento, que indica su capacidad de absorción y regula numerosas propiedades mecánicas superficiales [9], incluyendo el contenido de agua, la rigidez, la porosidad, las propiedades viscoelásticas y la biocompatibilidad para diversas aplicaciones [10].

Estas son algunas de las características que se analizan desde un enfoque mecánico. Debido a su facilidad de procesamiento y capacidad para incluir una amplia gama de agentes bioactivos, los hidrogeles se perfilan como apósitos ideales para heridas. Además de promover la cicatrización, cuando un hidrogel está sometido a una carga, los enlaces en este material se denominan reversibles o dinámicos. Estos enlaces reversibles son esenciales para que un hidrogel se recupere después de sufrir daños o el desarrollo de una grieta [11]. Por lo tanto, los hidrogeles también pueden respaldar y maximizar el potencial terapéutico de la piel o las células madre, y pueden acelerar la angiogénesis y la re-epitelización, así como favorecer la producción de una matriz extracelular [12].

En el caso específico del hidrogel desarrollado para este proyecto, los materiales seleccionados para su formulación son el alginato (ALG), el tanino (TA) y el calcio (CaCO_3). Estos materiales han sido elegidos cuidadosamente por sus propiedades biocompatibles y su capacidad para formar geles estables en condiciones fisiológicas.

2.4. Alginato - ALG

El alginato (ALG) es un polímero biocompatible, soluble en agua y renovable, habitualmente de origen vegetal extraído de algas pardas formado por un copolímero de unidades de ácido β -D-manurónico (M) enlazadas con unidades de ácido α -L-gulurónico (G) o producido mediante cultivo microbiano. En la figura 3 se observan las estructuras de las unidades M y G.

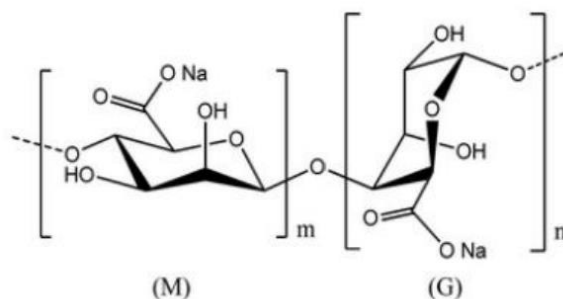


Figura 3 - Estructuras orgánicas de M y G de alginato de sodio (ALG) [13]

Para modificar la estructura del gel de alginato, se podría contemplar la adición de glicerol. Este compuesto proporciona flexibilidad a las moléculas de alginato, favoreciendo la formación de interacciones físicas [14] o bórax como agente de reticulación covalente, lo cual permitiría mejorar algunas propiedades del material como la maleabilidad. Para este estudio se utilizó bórax como agente de reticulación.

Este biomaterial ha demostrado un gran potencial en la creación de materiales biomédicos y clínicos en terapias avanzadas como la ingeniería tisular, biología celular, la liberación de fármacos y la generación de sustancias farmacéuticas debido a su eficiente actividad biológica y su gran capacidad fisicoquímica con un alto grado de control. Con el tiempo, se ha representado como el primer material de impresión válido y seguro desde el punto de vista clínico [15].

2.5. Óxido de grafeno reducido – rGO

El grafeno es una red de panal que consiste en una lámina bidimensional compuesta por átomos de carbono. Esta estructura electrónica conduce varias características únicas, como la alta conductividad y la resistividad térmica a altas temperaturas [16], puede ser producido a bajo costo debido a que proviene de la reducción de los derivados del grafito como el óxido de grafeno (GO) [17]. Como se observa en la figura 4 es un proceso de oxidación, exfoliación y reducción. En la sección de anexo está explicado todo el proceso de síntesis de este material.

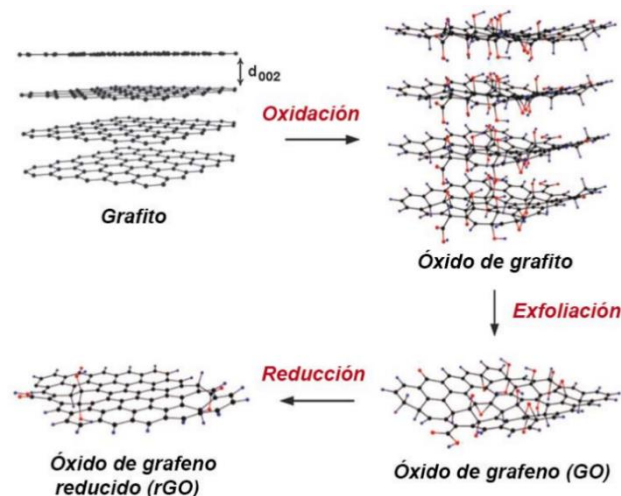


Figura 4 - Proceso de elaboración de grafito de rGO [18]

Este reactivo puede ser fácilmente reducido por agentes químicos, lo que resulta en la formación de óxido de grafeno reducido – rGO, conocido por su alta solubilidad en agua [19]. Cuando óxido o su reducción se incorpora en hidrogeles, surgen interacciones electroestáticas que desempeñan un papel crucial en la formación de enlaces iónicos reversibles, lo que estabiliza las estructuras [20] y tienen un impacto directo en la configuración de los hidrogeles. Además, este material encuentra aplicaciones en varios campos industriales incluyendo la medicina y biosensores, entre otros.

2.6. Tanino – TA

Los taninos son sustancias químicas orgánicas presentes en hojas, frutos inmaduros y corteza de árboles [21]. Sus propiedades antioxidantes encuentran aplicaciones en medicina y alimentación. Estudios recientes han destacado la actividad antioxidante de los taninos y sus efectos antibacterianos, siendo compuestos polifenólicos naturales [22], ya que es importante mantener los niveles bajos de las especies reactivas de oxígeno o ROS por los beneficiosos para proteger el tejido contra infecciones y estimular la cicatrización efectiva de heridas mediante la producción de señalización de células sobrevivientes.

2.7. Carbonato de Calcio – CaCO_3

El carbonato de calcio es un compuesto químico con la fórmula CaCO_3 . Es una de las sustancias más comunes en la tierra y se encuentra en diversas formas, desde la piedra caliza hasta el mármol y las conchas de organismos marinos [23]. La incorporación de este ingrediente al hidrogel se debe a la compatibilidad de este material con el alginato. El alginato, un polisacárido derivado de algas marinas, tiene la capacidad de formar geles en presencia de iones de calcio [24]. Cuando se mezcla con una solución que contiene carbonato de calcio, los iones de calcio reaccionan con el alginato, formando enlaces iónicos y creando una matriz de gel tridimensional. Esta matriz de gel es estable y útil en aplicaciones como la encapsulación de fármacos, la fabricación de apósitos para heridas y la impresión 3D de tejidos, entre otras cosas [25].

Los hidrogeles de alginatos de calcio, al absorber grandes cantidades de exudado producido por las bacterias en las heridas, proporcionan un ambiente óptimo que favorece la cicatrización [26] y la re-epitelización [27]. Además, estas propiedades beneficiosas hacen que los hidrogeles de alginato de calcio sean una opción prometedora en el tratamiento de heridas y en la ingeniería de tejidos.

2.8. Discusión

El estudio propuesto se centra en la investigación de biomateriales, específicamente en los hidrogeles y su aplicación en el ámbito médico debido a sus propiedades biológicas. Se resalta la importancia de los materiales utilizados en la fabricación de los hidrogeles, como el alginato (ALG), tanino (TA), Carbonato de calcio (CaCO_3) y óxido de grafeno reducido (rGO), seleccionados minuciosamente por sus propiedades biocompatibles y funcionales.

Los hidrogeles, polímeros hidrofílicos, se destacan por su capacidad de absorción de agua y su similitud con el microambiente celular, lo que permite su elaboración con una variedad de materiales.

Estos materiales están demostrando ser altamente beneficiosos en el ámbito biomédico debido a sus propiedades biológicas, incluyendo su capacidad de hinchamiento, que regula diversas propiedades mecánicas superficiales. Además, promueven procesos como la cicatrización, la re-epitelización y la producción de una matriz extracelular, lo que los convierte en una opción prometedora en la ingeniería de tejidos y el tratamiento de heridas.

La selección cuidadosa de los componentes de los hidrogeles se basa en su biocompatibilidad y capacidad para formar estructuras estables y funcionales en condiciones fisiológicas. Estos componentes no solo facilitan la cicatrización y la re-epitelización de heridas, sino que también ofrecen potencial en áreas como la encapsulación de fármacos, la fabricación de apósitos y la impresión 3D de tejidos.

Los estudios realizados respaldan la idea de que los hidrogeles son una opción viable y efectiva en el ámbito biomédico, lo que indica un futuro prometedor para su crecimiento y uso en la práctica clínica y la investigación médica. Es crucial continuar investigando y desarrollando en este campo para descubrir nuevas capacidades y aplicaciones de los hidrogeles que puedan beneficiar la salud y el bienestar de las personas.

Capítulo 3. Caracterización Electroquímica

3.1. Introducción

La electroquímica aborda las reacciones químicas que generan electricidad y también las que las requieran. Además, estudia los cambios vinculados al flujo de corriente eléctrica a través de la materia. Estas reacciones implican la transferencia de electrones, por lo que se denominan reacciones de oxidación-reducción o redox [28].

La caracterización electroquímica es un conjunto de técnicas y métodos utilizados para estudiar y analizar el comportamiento de sistemas electroquímicos, como celdas electroquímicas, materiales conductores, entre otros. Estas técnicas se basan en la medición de las respuestas eléctricas y químicas de estos sistemas cuando se someten a diferentes condiciones, como cambios en el potencial o la corriente eléctrica.

Para el estudio de este proyecto se utilizaron dos métodos diferentes de análisis. En este capítulo se profundizará en los métodos específicos que se emplearon para esta investigación a través de la descripción detallada de estos métodos y técnicas.

3.2. Equipamiento

3.2.1 Potenciostato

Un potenciostato es un instrumento electroquímico que controla la diferencia de potencial entre el electrodo trabajo (WE) y electrodo referencia (RE) mientras que mide el flujo de corriente entre el electrodo de trabajo (WE) y contraelectrodo CE. Además, este instrumento mantiene el potencial constante por lo cual permite un control y una mayor precisión en la reacción electroquímica.

Para este estudio, se trabajó con un potenciostato de la marca Gamry, modelo Interface 1010E, como se observa en la figura 5.



Figura 5 - Imagen referencial de potenciostato modelo Interface 1010E [29]

3.2.2 Celda electroquímica o de trabajo y sus componentes

El método de la celda de trabajo requiere el uso de tres electrodos, como se muestra en la figura 6, que es una imagen de referencia. En este estudio, se utilizó un electrodo de referencia (RE) de Ag/AgCl, seleccionado específicamente por su compatibilidad con la solución alcalina empleada. El contraelectrodo (CE) consiste en una barra de grafito, mientras que el electrodo de trabajo (WE) es de carbono vítreo (GC).

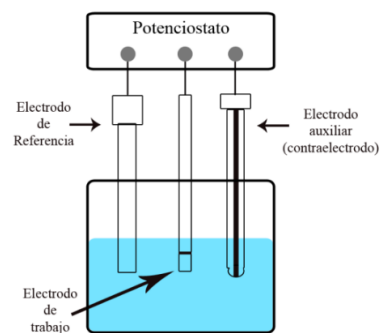


Figura 6 - Imagen referencial de una celda de trabajo con 3 electrodos

La imagen corresponde una celda de trabajo con 3 electrodos, uno de referencia (RE), de trabajo (WE) y el contraelectrodo (CE) [30]

En el electrodo de trabajo o WE es en donde se producen los cambios electroquímicos. La corriente circula entre el contraelectrodo y electrodo de trabajo a través de una solución electrolítica, que debe presentar muy baja resistencia, es decir, ser altamente conductora.

Por lo general el CE o contraelectrodo es un material inerte, en este caso se utilizó una barra de grafito para evitar cualquier tipo de polarización o cualquier reacción de este material ante la respuesta del electrodo WE. Finalmente, el electrodo de referencia o RE es quien controla la potencia del WE; este electrodo está conectado en un circuito de alta impedancia, por lo que la circulación de corriente a través del RE es mínima.

3.3. Voltamperometría

La voltamperometría es una técnica electroanalítica que se utiliza para estudiar la corriente eléctrica generada por una reacción electroquímica en función del potencial aplicado. En esta técnica, se aplica un potencial variable entre dos electrodos (el electrodo de trabajo y el electrodo de referencia) y se mide la corriente que fluye entre ellos. Esto permite obtener información sobre la cinética y termodinámica de la reacción electroquímica, así como sobre la cantidad y la naturaleza de las especies químicas presentes en la solución. La voltamperometría es usada tanto en la química inorgánica como en la bioquímica para el análisis de los procesos redox en distintos medios o en los procesos de transferencias de electrones entre electrodos [31].

Tanto la amperometría como la voltametría cíclica se utilizan para detectar ciertos tipos de partículas en una solución. Sin embargo, la voltametría mejora la selectividad en comparación con la amperometría en situaciones donde se trabajan con potenciales muy bajos. Mientras que la amperometría proporciona mediciones constantes, la voltametría requiere un ciclo de tiempo para completar una medida.

3.3.1 Voltametría cíclica - CV

La voltametría cíclica es una técnica analítica con una sensibilidad, selectividad, precisión y exactitud excepcionales. Este método ha facilitado el análisis y la investigación de las reacciones de transferencia de electrones, y su eficacia se ve potenciada mediante el uso de una celda electroquímica de tres electrodos [32].

Esta celda electroquímica con tres electrodos mide la corriente que circula a través del electrodo de trabajo cuando se le aplica un potencial con una forma triangular, como se ilustra en la figura 7 adjunta.

Este método analiza la respuesta del compuesto ante potenciales que van desde valores bajos hasta valores altos de forma periódica.

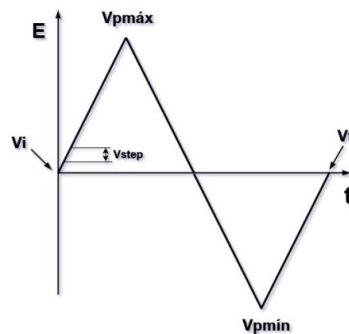


Figura 7- Imagen referencial de una gráfica voltametría cíclica [33]

Esta técnica consiste en aplicar una rampa de potencial al electrodo de trabajo hasta un valor pico máximo, para después invertir la dirección del barrido, regresando al valor inicial. Los parámetros que describen el barrido característico de esta técnica son: potencial inicial (V_i), potencial final (V_f), valor pico máximo (V_{pmax}), valor pico mínimo (V_{min}) y paso de potencial (V_{step}).

Los valores de corriente registrados por el potenciostato se emplean para construir el voltamperograma cíclico, representándolos en función del potencial aplicado, como se indica en la figura 8. Esto facilita la identificación de los procesos de oxidación y reducción de compuestos químicos dentro del rango de potenciales del barrido aplicado. Los intervalos de potencial se eligen considerando los valores en los que ocurren los procesos de oxidación o reducción controlados por difusión de uno o varios analitos [33].

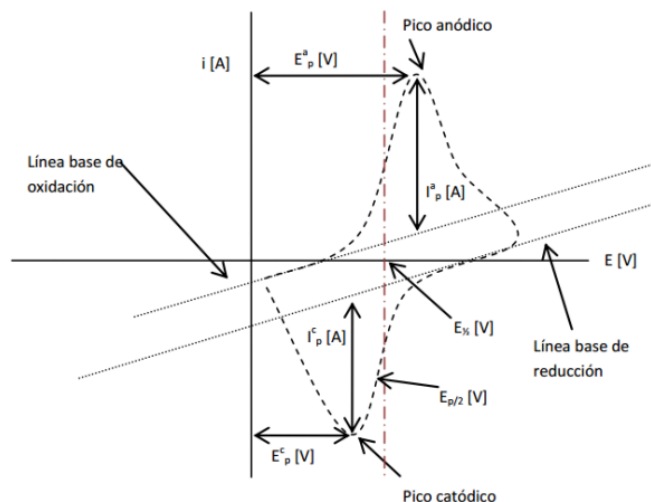


Figura 8 - Imagen de voltamperograma cíclico
La gráfica muestra las características de un voltamperograma cíclico [33]

donde:

- E_{cp} = potencial de pico catódico
- E_{ap} = potencial de pico anódico
- I_{cp} = intensidad de corriente de pico catódico
- I_{ap} = intensidad de corriente de pico anódico

Uno de los parámetros importantes obtenidos de esta representación es la reversibilidad de la reacción, para eso se miden los valores de I_{cp} e I_{ap} del voltagrama o voltamperograma y si estos son iguales significa que corresponde a una reacción reversible [34].

Principalmente, esta técnica se emplea para diagnósticos y para investigar procesos electroquímicos en condiciones específicas. Es una herramienta ampliamente utilizada en reacciones redox para analizar los mecanismos y velocidades de los procesos de oxidación y reducción.

3.4. Espectroscopia de impedancia electroquímica – EIS

La espectroscopia de impedancia electroquímica (EIS) es uno de los métodos electroquímicos más relevantes debido a su alta sensibilidad [35]. Esta técnica se emplea para medir la respuesta de un sistema cuando se le somete a una perturbación en estado estacionario, mediante la aplicación de una pequeña tensión o corriente al electrodo [36].

Existen dos categorías de EIS la faradaica y la no faradaica. La primera se manifiesta cuando ocurren reacciones redox, generando una impedancia que refleja las propiedades electroquímicas asociadas. Por otro lado, la EIS no faradaica implica una impedancia basada en corriente continua (CC), donde las características eléctricas se originan mediante la capacitancia de doble capa eléctrica, sin la participación directa de reacciones redox. La transferencia de electrones a través de las superficies de los electrodos se expresa como la corriente de Faradaica, que se aprovecha para el análisis cuantitativo [37].

Una celda electroquímica puede ser considerada como un circuito equivalente de resistencias y capacitores por lo que circula la misma corriente con la misma amplitud y ángulo de fase que en la celda bajo una excitación dada.

A. Celda Randles

Los datos obtenidos se representan en un diagrama de Nyquist y/o Bode con el propósito de ajustar la información experimental mediante un circuito equivalente. En primer lugar, el modelo más

recomendado es el de la celda de Randles, consiste en una resistencia en serie con un paralelo de resistencia más un capacitor, como se observa en la figura 9 a continuación:

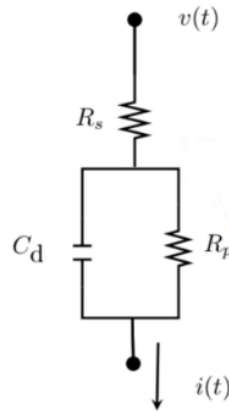


Figura 9 - Imagen referencial de un circuito equivalente Randles [37]

Donde:

R_s es la resistencia óhmica no compensada del medio entre el RE y el WE.

R_p es la resistencia de transferencia de carga (impedancia general va en paralelo a la C_d).

C_d es la capacitancia de doble capa de la interfaz.

B. Diagrama Nyquist y/o Bode

El gráfico de Nyquist como se mencionó anteriormente es una representación visual de los datos obtenidos de la celda Randles para analizar la variación de impedancia, para esto se puede visualizar de dos formas: un gráfico de Bode y el gráfico de Nyquist. En la figura 10 se presenta una imagen con gráficos representativos de ambos diagramas.

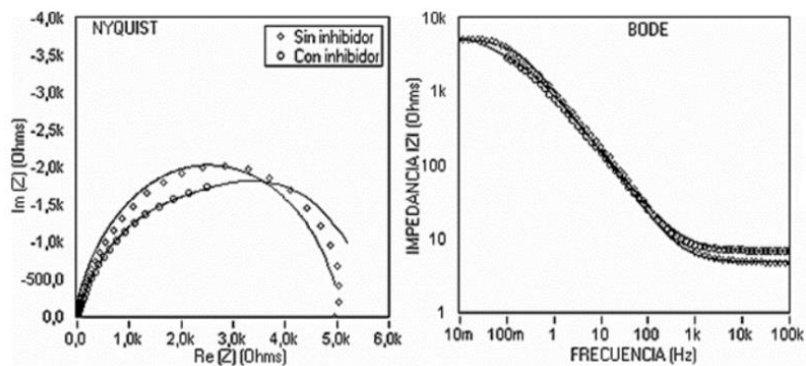


Figura 10 - Imágenes representativas de gráfica de Nyquist (izquierda) y gráfica de Bode (derecha) [38]

En la gráfica de Nyquist se representa la impedancia compleja Z en el eje real, que representa la parte resistiva de la impedancia (denominada $\text{Im}(|Z|)$), y el eje imaginario, que representa la parte capacitiva

de la impedancia (denominada $\text{Re}(Z)$). Generalmente, esta gráfica consiste en un semicírculo en la región de frecuencias más altas y una línea recta en la región de frecuencias más bajas. El diámetro del semicírculo indica la resistencia de transferencia de carga en la interfaz electrodo-electrolito (R_p), mientras que su posición en el eje real proporciona información sobre la resistencia del electrolito y la capacitancia de la doble capa eléctrica (C_d). En la figura 10 la representación gráfica de la izquierda corresponde a una gráfica de Nyquist, donde la curva es un semicírculo, por lo tanto, la mayoría de los datos se encuentran en frecuencias altas.

En cambio, la gráfica de Bode es una representación visual utilizada en análisis de sistemas y control de procesos para visualizar la respuesta de un sistema a diferentes frecuencias. Consiste en dos gráficas, una de amplitud y otra de fase en función de la frecuencia, en la figura 10 la representación gráfica de la derecha corresponde a una gráfica de amplitud en función de la frecuencia.

Para el análisis de datos de este proyecto, la técnica EIS se realizará con base en el análisis de la gráfica de Nyquist.

3.5. Discusión

La electroquímica, como disciplina científica, ofrece un extenso campo de estudio que abarca desde la comprensión de las reacciones químicas que generan electricidad hasta el análisis detallado de los sistemas electroquímicos en diferentes condiciones. En este estudio, se exploraron diversas técnicas electroquímicas para caracterizar muestras de hidrogel, centrándose en la voltametría cíclica y la espectroscopia de impedancia electroquímica.

Se decidió utilizar el dispositivo potencióstato, ya que permite controlar y medir el potencial aplicado a los electrodos en una celda electroquímica, facilitando la realización de experimentos bajo condiciones específicas. La celda electroquímica es fundamental en este estudio, ya que es un dispositivo que convierte la energía química en energía eléctrica, brindando un medio para investigar una amplia gama de reacciones redox.

Dentro de las técnicas de caracterización electroquímica, la voltametría cíclica destaca por su capacidad para explorar la cinética y termodinámica de las reacciones electroquímicas, mientras que la Espectroscopia de Impedancia Electroquímica (EIS) proporciona una visión detallada de la impedancia de un sistema en función de la frecuencia de la señal aplicada, revelando información valiosa sobre los procesos de transferencia de carga y difusión.

Capítulo 4. Trabajo Previo

4.1. Introducción

En el próximo capítulo, se examinó la investigación llevada a cabo por David Rojas [39], un ingeniero biomédico, quien, junto con el equipo del laboratorio de biomateriales, realizó un análisis de hidrogeles utilizando las técnicas de caracterización electroquímica descritas en el capítulo anterior. Se proporcionó una breve explicación y análisis de los resultados, así como del comportamiento de los materiales utilizados en los métodos aplicados.

4.2. Caracterización electroquímica de hidrogeles para uso como apósito en el tratamiento de heridas.

En la memoria de título elaborada por David Rojas [39], se llevó a cabo la caracterización electroquímica de hidrogeles utilizando tres materiales distintos (alginato, colágeno y nano celulosa) con variaciones en las concentraciones de rGO empleando las mismas técnicas mencionadas en el capítulo anterior, pero para la caracterización de su trabajo él utilizó una solución de KCl con una concentración de 0.1M, mientras que el par redox seleccionado es una mezcla de ferrocianuro de potasio trihidratado ($\text{K}_4\text{Fe}(\text{CN})_6 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$) y $\text{K}_3\text{Fe}(\text{CN})_6$ con una concentración equimolar de 5M.

Para este proyecto se utilizarán los hidrogeles de alginato en 9 concentraciones:

1. ALG Control (ALG)
2. ALG con 5% de rGO (ALG/rGO-5%)
3. ALG con 10% de rGO (ALG/rGO-10%).
4. ALG con 4,5% de TA (ALG/TA-4,5%)
5. ALG con 9% de TA (ALG/TA-9%)
6. ALG con 5% de rGO y 4,5% de TA (ALG/rGO-5%/TA-4,5%)
7. ALG con 5% de rGO y 9% de TA (ALG/rGO-5%/TA-9%)
8. ALG con 10% de rGO y 4,5% de TA (ALG/rGO-10%/TA-4,5%)
9. ALG con 10% de rGO y 9% de TA (ALG/rGO-10%/TA-9%)

La metodología aplicada por David se dividió en dos series. La primera serie de pruebas consistió en una serie consecutiva de cuatro ciclos de CV, mientras que la segunda serie consistió en una prueba de EIS seguido de tres ciclos de CV. Aproximadamente, cada prueba estuvo bajo un análisis durante 15 minutos.

A continuación, se presentan las tablas 1 y 2 que muestran los resultados obtenidos mediante (CV) de los hidrogeles de ALG con rGO y rGO/TA. En dichas tablas se incluyen los valores de los parámetros estudios: I_{ap} (corriente de peak anódico), I_{cp} (corriente de peak catódico) y ΔE (diferencia de potencial). Además, en las figuras 11 y 12 representan los ciclos CV de las muestras respectivamente.

Tabla 1 - Parámetros obtenidos de CV hidrogeles de ALG/rGO con 15 minutos de condicionamiento

Material	I_{ap} (μA)	I_{cp} (μA)	ΔE (mV)
ALG	27.73 ± 1.88	-37.5 ± 1.07	236.1 ± 11.31
ALG/rGO 5%	63.94 ± 6.85	-68.51 ± 6.05	131.1 ± 13.13
ALG/rGO 10%	74.71 ± 1.84	-83.51 ± 1.53	170.5 ± 9.51

Resultados promedio presentados junto a su desviación estándar

I_{ap} : corriente de peak anódico – I_{cp} : corriente de peak catódico – ΔE : diferencia de potencial entre peaks

Tabla 2 - Parámetros obtenidos de CV hidrogeles de ALG/rGO/TA con 15 minutos de condicionamiento

Material	I_{ap} (μA)	I_{cp} (μA)	ΔE (mV)
ALG/rGO 5% -TA - 4.5%	29.63 ± 9.81	-40.81 ± 6.71	451.7 ± 17.26
ALG/rGO 5% -TA - 9%	29.97 ± 8.83	-35.49 ± 5.37	430.8 ± 66.11
ALG/rGO 10% -TA -4.5%	63.39 ± 3.00	-67.78 ± 3.35	162.0 ± 11.33
ALG/rGO 10% -TA -9%	17.55 ± 14.9	-24.39 ± 7.79	560.1 ± 111.9

Resultados promedio presentados junto a su desviación estándar

I_{ap} : corriente de peak anódico – I_{cp} : corriente de peak catódico – ΔE : diferencia de potencial entre peak

Los resultados de CV expuestos en la Tabla 1 reflejan la relación entre ALG y rGO, siendo el rGO en solitario quien entrega niveles de corriente mayores ya que a mayor porcentaje de concentración de rGO se tienen corrientes mayores, como se observa en la figura 11.

Por otro lado, en la Tabla 2 se presenta la relación entre ALG/TA y rGO donde el material tanino-TA no demuestra ser favorable, porque al incorporar una mayor concentración de TA a la relación que previamente había sido con los mejor resultados (ALG/rGO 10%) esta provoca una disminución en los parámetros de corriente de oxidación (I_{ap}) y corriente de reducción (I_{cp}) y además presenta una diferencia de potencial mayor de todos los casos, es decir que tiene una velocidad de transferencia de electrones menor, que se observa en la figura 12, donde la curva de color rosa claro corresponde a la anteriormente descrito.

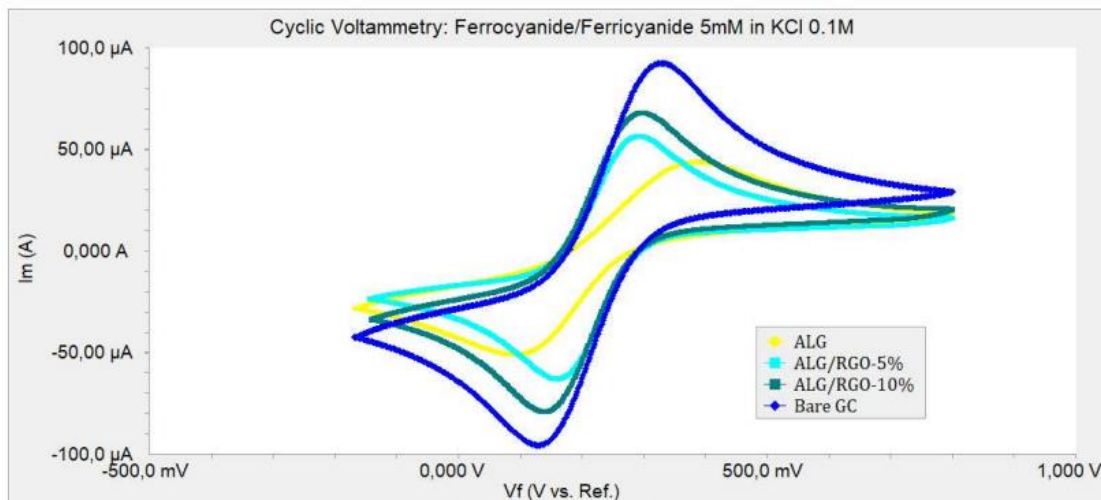


Figura 11 - CV hidrogeles de ALG con rGO. Material sumergido por 15 minutos [39]

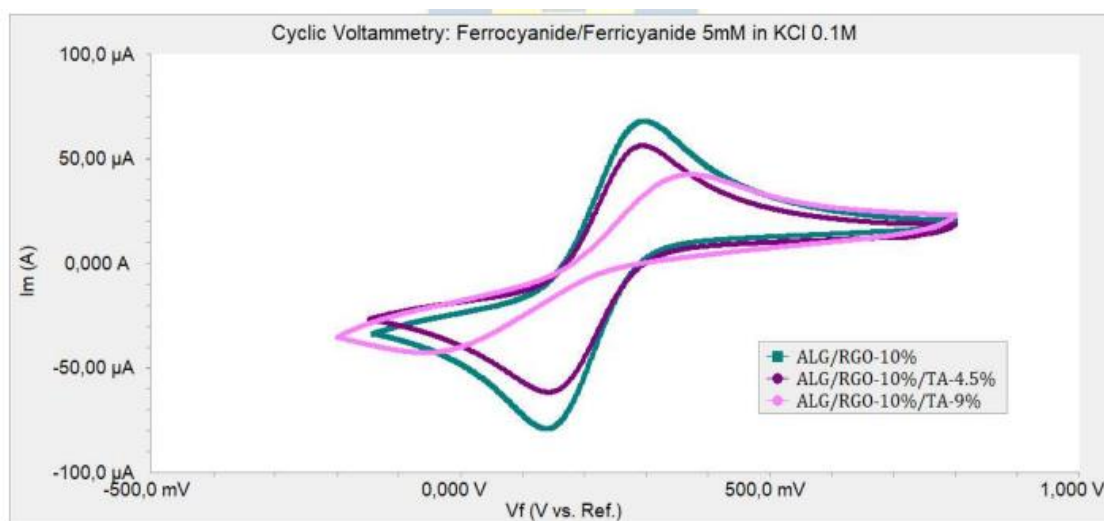


Figura 12 - CV de hidrogeles de ALG con rGO/TA. Material sumergido por 15 min. [39]

A continuación, se presentan las tablas 3 y 4 muestran los resultados obtenidos mediante EIS de los hidrogeles de ALG con rGO-5% con adición de TA y ALG/rGO-10% con adición de TA.

En dichas tablas se incluyen los valores de los parámetros: KKT (Kramer kronig), R_u (resistencia solución), R_p (resistencia de polarización) y Gof Coef (Goodness of FIT).

Además, en las figuras 13 y 14 representan las curvas de EIS de las muestras respectivamente.

Tabla 3 - Parámetros obtenidos de EIS hidrogeles de ALG/rGO 5% con 15 minutos de condicionamiento

Material	KKT	Ru (Ω)	Rp (Ω)	Gof Coef
ALG	6.26×10^{-7}	113.23 ± 1.10	2041 ± 402.5	2.38×10^{-4}
ALG/rGO 5%	8.47×10^{-6}	111.3 ± 2.87	445.4 ± 206.5	4.51×10^{-4}
ALG/rGO 5% -TA - 4.5%	2.31×10^{-6}	102.0 ± 4.42	3661 ± 1223	1.28×10^{-3}
ALG/rGO 5% -TA - 9%	6.47×10^{-6}	100.5 ± 8.46	3771 ± 861	5.05×10^{-3}

Resultados promedio presentados junto a su desviación estándar

KKT: Kramer kronig – Ru: resistencia solución – Rp: resistencia de polarización – Gof Coef: Goodness of FIT

Tabla 4 - Parámetros obtenidos de EIS hidrogeles de ALG/rGO 10% con 15 minutos de condicionamiento

Material	KKT	Ru (Ω)	Rp (Ω)	Gof Coef
ALG/RGO 10%	1.66×10^{-6}	87.60 ± 0.14	603.8 ± 75.21	4.66×10^{-4}
ALG/rGO 10% -TA -4.5%	1.19×10^{-6}	93.39 ± 3.30	1016 ± 82.5	1.33×10^{-3}
ALG/rGO 10% -TA -9%	2.90×10^{-6}	106.1 ± 0.86	4426 ± 1786	2.61×10^{-3}

Resultados promedio presentados junto a su desviación estándar

KKT: Kramer kronig – Ru: resistencia solución – Rp: resistencia de polarización – Gof Coef: Goodness of FIT

Los datos presentados en la tabla 3 ilustran la manera en que cambia la relación entre ALG/rGO y la inclusión de TA. Se evidencia que, al incrementar el porcentaje de TA, también aumenta el tamaño del semicírculo, lo que sugiere una mayor resistencia a la transferencia de cargas. Esto concuerda con lo observado en la voltametría cíclica anterior, como se detalla en la figura 12.

Por otro lado, en la figura 14, el material ALG/rGO-10%/TA-4.5% se desvía de la tendencia observada en los materiales con un 5% de rGO. Es relevante destacar que, aunque la KKT ofrece una mayor estabilidad en la obtención de los datos, con un orden de magnitud de 10^{-5} , el circuito equivalente seleccionado no modela de manera óptima el comportamiento de estos materiales, como se refleja en un coeficiente Gof con una magnitud significativamente alta, de 10^{-3} (ver tabla 4) siendo este el indicador que nos refleje fielmente la estructura del electrodo ante el agregado de TA al hidrogel.

A pesar de lo anterior, se observa que los materiales que solo contienen rGO poseen una Rp menor, lo cual es bueno, ya que se busca minimizar esta resistencia para obtener mediciones más precisas.

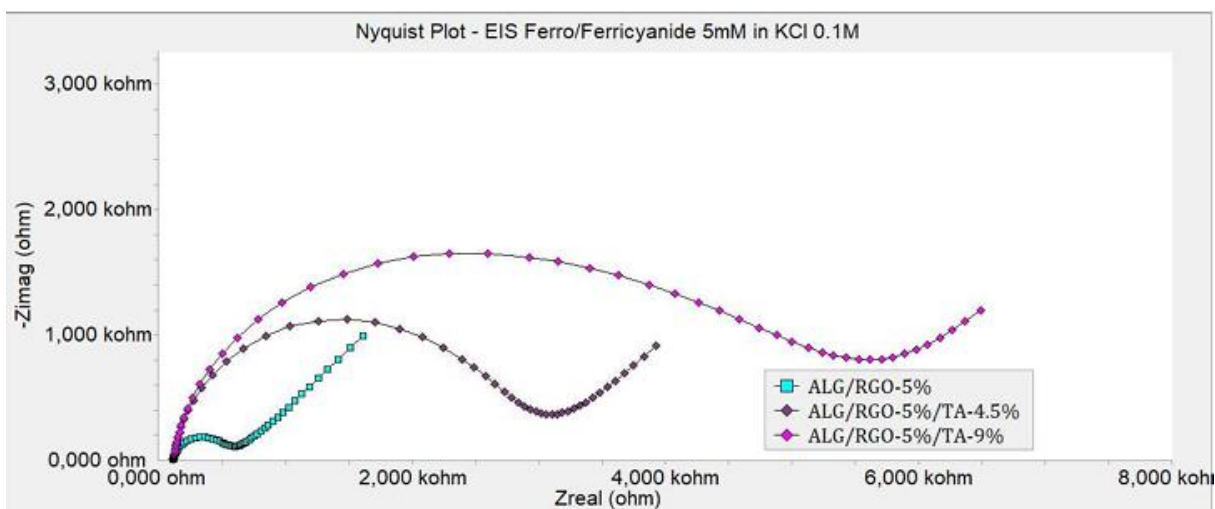


Figura 13 – EIS de hidrogeles de ALG con rGO 5% con adición de TA [39]

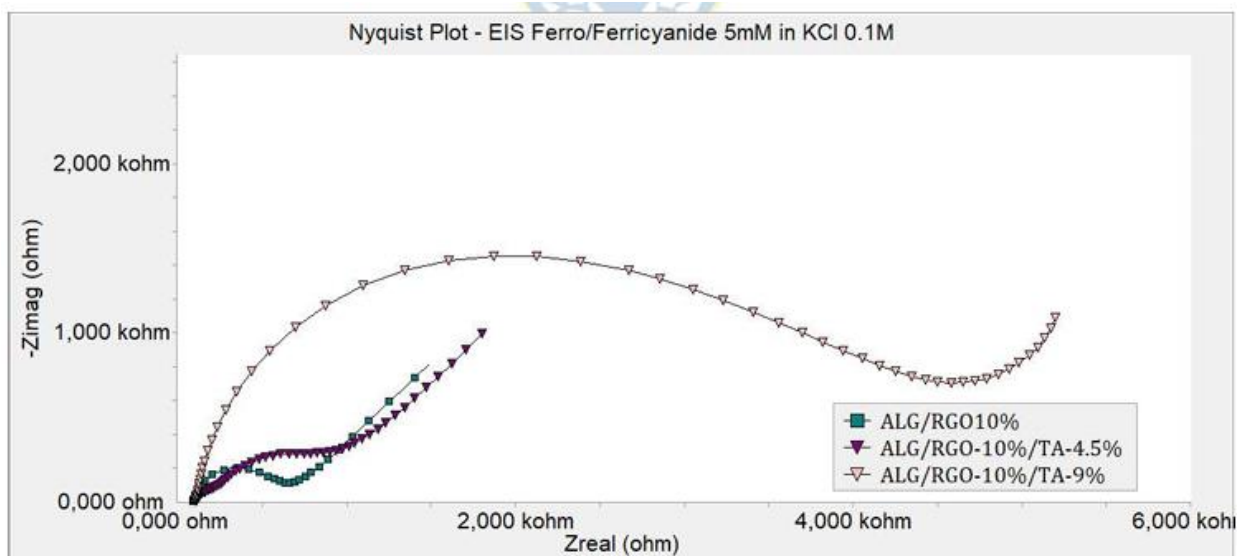


Figura 14– EIS de hidrogeles de ALG con rGO 10% con adición de TA [39]

La figura 15 muestra un gráfico de barras que representa los valores de ΔE_p (distancia entre I_{ap} e I_{cp}), de los materiales analizados GC , ALG y ALG/TA con variaciones en sus concentraciones.

Se observa que al aumentar la concentración porcentual de TA, el valor del potencial incrementa, siendo la muestra ALG/RGO 5% tiene el menor valor de potencial , en cambio ALG/TA 9% y ALG/RGO 10%/TA 9% presentan los valores más altos.

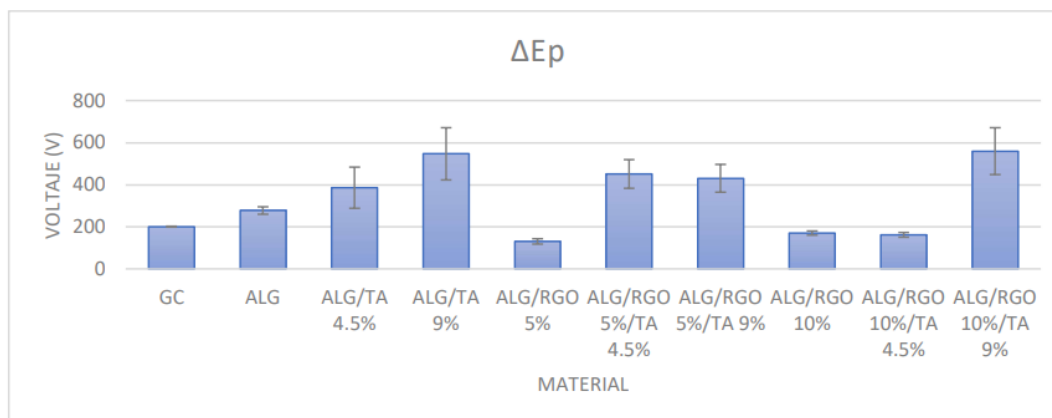


Figura 15 Valores de ΔE en pruebas de CV realizadas en hidrogeles de ALG [39]

4.3. Discusión

En el estudio investigativo realizado por David Rojas, se exploró la caracterización electroquímica de hidrogeles de alginato con rGO y TA para su uso como apósitos en el tratamiento de heridas.

La caracterización electroquímica reveló que el rendimiento del hidrogel mejoró con el aumento de la concentración de rGO, mostrando mayores corrientes de pico anódico (I_{ap}) y catódico (I_{cp}), como se observa en la Tabla 1 y Figura 11. Sin embargo, la incorporación de TA no demostró ser favorable, ya que aumentó la resistencia a la transferencia de electrones, lo que se traduce en una mayor diferencia de potencial (ΔE) y menores peak de corrientes, como se ilustra en la Tabla 2 y Figura 12.

Además, los resultados de EIS mostraron que la inclusión de TA en los hidrogeles de ALG/rGO incrementa los valores en la resistencia (R_p), sugiriendo una mayor transferencia de carga. Esto se justifica con los resultados obtenidos por CV, donde se observó una menor distancia entre los peak de las curvas al aumentar la concentración de TA (ver figura 12).

En conclusión, los hidrogeles de alginato con rGO sin la adición de TA mostraron un mejor desempeño electroquímico, destacándose como candidatos prometedores para el desarrollo de apósitos para heridas debido a su menor resistencia y mayor capacidad de transferencia de carga.

Capítulo 5. Metodología Experimental

5.1. Introducción

En el presente capítulo se detallarán los procedimientos y métodos utilizados en el estudio, centrándose en la descripción del equipo y materiales empleados, así como en el proceso de preparación del hidrogel. Se brindará una guía detallada sobre la selección y uso de los materiales ALG/rGO/CaCO₃/TA, abordando aspectos específicos de su preparación y manejo. Además, se proporcionarán instrucciones paso a paso para la preparación del equipo necesario, incluyendo la solución de trabajo, el electrodo y el potenciostato. Por último, se describe el proceso de preparación y evaluación de las muestras, con el fin de garantizar la precisión y reproducibilidad de los resultados obtenidos.

5.2. Equipo y materiales de trabajo

Para llevar a cabo las técnicas descritas en el capítulo 3, se utilizó:

- Un potenciostato de la marca Gamry modelo Interface 1010E
- Una celda de trabajo que consta de (ver figura 16):
 - Un electrodo de referencia de Ag/AgCl.
 - Un contraelectrodo en forma de barra de grafito.
 - Un electrodo de trabajo de GC.



Figura 16 Equipo y materiales de trabajo

La imagen de la izquierda corresponde a un electrodo de referencia de Ag/AgCl, la imagen central un electrodo de trabajo de GC y la imagen de la derecha una barra de grafito (contraelectrodo) [29]

Los materiales para la creación del hidrogel son aquellos descritos en el capítulo 2. Estos fueron manipulados siguiendo una pauta de elaboración que especifica las concentraciones en porcentaje y miligramos de los componentes. Es importante señalar que, durante el proceso de producción, las únicas concentraciones que presentan variaciones son las del óxido de grafeno reducido (rGO) y el

tanino (TA). Para simplificar el análisis, se optó por mantener constante la cantidad de los demás materiales en cada muestra

5.3. Preparación de Hidrogel

Se desarrolló un procedimiento detallado para la fabricación del hidrogel de alginato (ALG), que incluye instrucciones paso a paso y medidas correspondientes para su preparación. Se emplearon los materiales mencionados previamente en diferentes concentraciones.

5.3.1 Guía de materiales ALG/rGO/TA

En este protocolo, se describen paso a paso las instrucciones escritas por Gabriela Ortega para la preparación del hidrogel, desde la mezcla de los componentes hasta el secado final. Importante hay que destacar que caso paso presenta las unidades exactas de cada material y las condiciones de procesamiento necesarias para obtener los mismos resultados al momento de reproducir dicho hidrogel y así garantizar la obtención del material y su alta calidad con propiedades óptimas para su aplicación en diversas áreas de investigación. A continuación, se describen los pasos a seguir y la figura 17 corresponde al proceso de elaboración del hidrogel y en la figura 18 están las cantidades porcentuales y microgramo (mg) de los materiales, además en la figura 19 se observan los restos de las 9 muestras realizadas:

- 1) Agregar 42 ml de agua MilliQ a un vaso de precipitado de 100 ml.
- 2) Agregar 4 ml de glicerina en agitación.
- 3) Agregar 37 mg de CaCO_3 junto con el TA (proporciones variables según el material) en agitación.
- 4) Agregar rGO en agitación (proporciones variables según el material)
- 5) Sonicar con hielo durante 1 hora y media.
- 6) Agregar 1g de ALG y mantener en agitación durante 24 horas.
- 7) Pasadas las 24 horas, agregar 6 ml de bórax 4%.
- 8) Sonicar durante 20 minutos para eliminar burbujas de aire.
- 9) Depositar el hidrogel en una placa Petri y secar en horno a 45°C por 48 horas. Ir cambiando la sílica cada 24 horas.

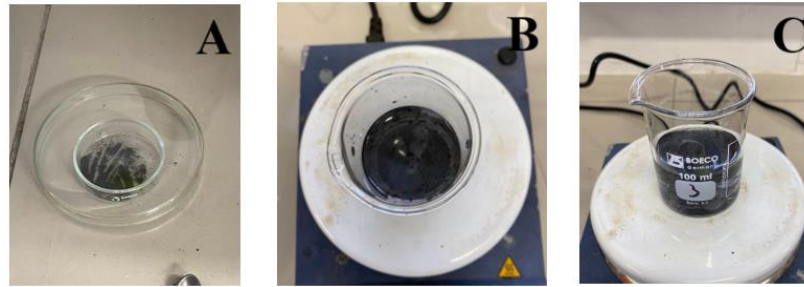


Figura 17 Proceso de Preparación muestra
(A) concentración de material rGO en placa Petri, (B) mezcla de CaCO₃ y rGO en agitador, (C) vaso precipitado de 100ml con mezcla antes de iniciar el paso de agitación 24hrs

	0%TA		4.8%TA		9%TA	
	Masa		Masa		Masa	
0%rGO	CaCO3	37 mg	CaCO3	37 mg	CaCO3	37 mg
	Alginato	1000 mg	Alginato	1000 mg	Alginato	1000 mg
	rGO	0 mg	rGO	0 mg	rGO	0 mg
	TA	0 mg	TA	52,28571429 mg	TA	102,5604 mg
4,8%rGO	CaCO3	37 mg	CaCO3	37 mg	CaCO3	37 mg
	Alginato	1000 mg	Alginato	1000 mg	Alginato	1000 mg
	rGO	52,28571 mg	rGO	55,0619469 mg	rGO	57,74478 mg
	TA	0 mg	TA	55,0619469 mg	TA	108,2715 mg
9%rGO	CaCO3	37 mg	CaCO3	37 mg	CaCO3	37 mg
	Alginato	1000 mg	Alginato	1000 mg	Alginato	1000 mg
	rGO	102,5604 mg	rGO	108,2714617 mg	rGO	113,8171 mg
	TA	0 mg	TA	57,74477958 mg	TA	113,8171 mg

Figura 18 Tabla de proporciones con concentraciones de rGO/TA para preparación de muestra de hidrogel de alginato



Figura 19 Preparación muestras de hidrogel ALG
Placas Petri con muestras restantes que no fueron colocadas en el horno a 45°C durante 48 horas.

5.4. Preparación de equipo

5.4.1 Preparación de solución de trabajo

Para este estudio, se optó por seleccionar un electrolito diferente al utilizado por David Rojas, ya que se descubrió que el electrolito previamente empleado alteraba el rendimiento del material tanino (TA). Por lo tanto, se decidió sustituirlo y realizar un estudio bibliográfico previo. Una de las investigaciones revisadas, desarrollada por [40] Ishita Ishita, Priyanka Sahoo, Pradeep Kumar Sow, Richa Singhal, *“Unlocking the potential of KI as redox additive in supercapacitor through synergistic enhancement with H₂SO₄ as a co-electrolyte”*, se observó la reversibilidad y el comportamiento de almacenamiento de carga de los grupos activos unidos al material del electrodo.

Se ha demostrado que la adición de yoduro de potasio (KI) como aditivo redox a un electrolito acuoso (EE) también afecta el rendimiento de las células de supercondensadores. Los electrolitos desempeñan un papel crucial en la capacidad de producir una carga alta y en su capacidad para penetrar en los poros del electrodo, lo que aumenta la capacitancia específica [41] y mejora significativamente la capacidad de almacenamiento de carga en un supercondensador o condensador electroquímico se considera un dispositivo de almacenamiento de energía prometedor debido a sus propiedades excepcionales, como capacidad de carga y descarga rápida, alta densidad de potencia, ciclo de vida prolongado, respeto al medio ambiente y seguridad [42], es decir son dispositivos de almacenamiento de energía que respaldan la eficiencia energética.

Los electrolitos acuosos (EE) actúan como coelectrolitos en los sistemas KI-EE, y pueden inhibir o promover las reacciones redox, así como influir en la cinética y conductividad de la solución [40].

Se ha investigado que el ácido sulfúrico (H₂SO₄) como electrolito (EE) demuestra tener propiedades que aumentan la capacitancia en un supercondensador.

Se elaboró un protocolo que detalla el procedimiento para la preparación de una solución de yoduro de potasio (KI) al 1M, equivalente a 16.768g de KI, y una solución de ácido sulfúrico (H₂SO₄) al 1 M, equivalente a 5.611 ml de H₂SO₄. Es importante seguir cuidadosamente cada paso del protocolo y tomar las precauciones necesarias al manipular reactivos químicos, especialmente el ácido sulfúrico, que es altamente corrosivo, revisar en sección anexo 8.3.

5.4.2 Preparación de electrodo

Para aplicar este material al electrodo de trabajo, se emplea comúnmente un proceso conocido como recubrimiento por inmersión o dip coating [43]. Este método es ampliamente utilizado para depositar capas delgadas, ya sean monocapas o multicapas. El proceso consta de cuatro etapas principales: preparación de la solución, sumersión del objeto a recubrir, retirada del objeto de la solución y secado [44].

1. **Preparación de la Solución:** Se prepara una solución líquida que contiene el material de recubrimiento deseado, detalle de la preparación de la solución en sección anexo.
2. **Sumersión del Objeto:** El electrodo GC que se va a recubrir se sumerge completamente en la solución o muestra. Es importante que la inmersión sea uniforme y controlada para lograr un recubrimiento homogéneo, para esto se recomienda que la solución se mantenga en agitación durante esta etapa.
3. **Retirada del objeto:** Después de la inmersión, el electrodo se retira lentamente del líquido. A medida que se eleva, el exceso de líquido gotea y se escurre, dejando una capa uniforme en la superficie del objeto.
4. **Secado:** El electrodo recubierto se introduce en un horno a 45°C - 50°C durante 30 minutos para que la capa de recubrimiento se endurezca y adhiera correctamente a la superficie y facilitar la formación del hidrogel, la figura 20 se observa cómo debe quedar la muestra en el electrodo.

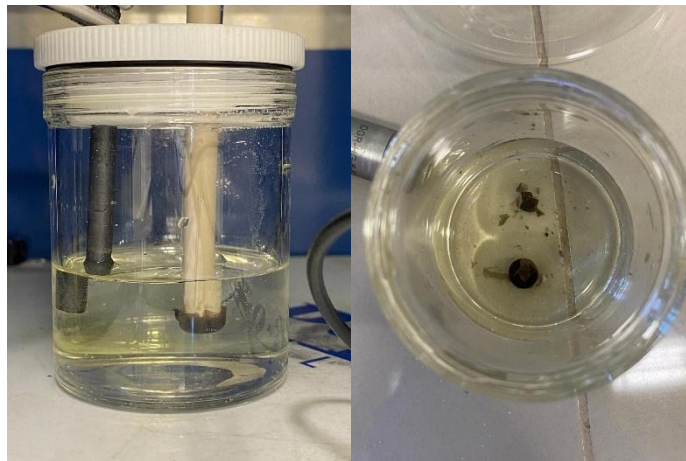


Figura 20 Celda de trabajo con electrodo WE con muestra de análisis sumergido en solución de $\text{KI-H}_2\text{SO}_4$
Imagen de la izquierda se observa electrodo preparado bajo dip coating para análisis, imagen de la derecha se observa el resto de la muestra sumergido en la solución.

5.4.3 Preparación de potenciostato

Para analizar las muestras de hidrogel de alginato, se llevarán a cabo en una celda de trabajo conectada a un potenciostato Gamry Interface 1010E. Sin embargo, antes de realizar dicho análisis, es crucial calibrar el equipo. En la sección de anexo 8.4 se explica detalladamente el proceso de calibración.

5.4.4 Evaluación de hidrogeles

Una vez calibrado el equipo, el electrodo de referencia GC con la muestra y la solución de KI-H₂SO₄ preparada, se completa la celda de trabajo, es decir se llena con la solución el vaso de la celda con aproximadamente 30 o 40 ml (medir) de solución y se introducen los electrodos hasta el límite que estén sumergidos. Luego se conectan los cables que le corresponde a cada electrodo:

- RE (Ag/AgCl): cable blanco
- WE (Carbono vítreo): cable verde y cable azul
- CE (Grafito): cable rojo y cable naranja

En la figura 21 se observa la celda después de finalizar una serie de pruebas de CV.



Figura 21 - Celda de trabajo de tres electrodos sumergido en solución de KI-H₂SO₄

5.5. Discusión

En este capítulo se detalla sobre el equipo, materiales y procedimientos utilizados en el estudio. Se detallan los instrumentos empleados, como el potenciostato Gamry Interface 1010E, y los componentes de la celda de trabajo, como el electrodo de referencia de Ag/AgCl, el contraelectrodo de grafito y el electrodo de trabajo de GC. Además, se describe el proceso de preparación del hidrogel de alginato, incluyendo las instrucciones paso a paso y las concentraciones de los materiales utilizados. Se discute la importancia de la elección del electrolito en el estudio y se proporciona un protocolo detallado para la preparación de la solución de yoduro de potasio (KI) y ácido sulfúrico (H_2SO_4), que fue una de las grandes diferencias respecto a la investigación previa que se realizó en el capítulo anterior. Al realizar este cambio de solución se debieron hacer una serie de pruebas extras previas al análisis con las muestras para tener una calibración del equipo bajo esta nueva solución con el electrolito escogido, puesto que se debió estudiar los nuevos parámetros bajo los cuales se van a trabajar. Por lo tanto, se realizó un estudio más profundo del electrolito y su comportamiento, como referencia nos basamos en un estudio que libera el potencial del KI como aditivo redox en supercondensadores mediante una mejora sinérgica con H_2SO_4 como coelectrolito [40].

También se explica el proceso de recubrimiento por inmersión utilizado para aplicar el hidrogel al electrodo de trabajo, así como la preparación y evaluación de muestras en la celda de trabajo conectada al potenciostato.

Capítulo 6. Pruebas y resultados

6.1. Introducción

Para explorar y entender las propiedades de los hidrogeles analizados, se emplearon una serie de técnicas electroquímicas. Estas técnicas son fundamentales para caracterizar los materiales y evaluar su potencial en aplicaciones específicas. Inicialmente, se utilizó la voltametría cíclica en una solución de KI – H₂SO₄ como primer paso en el proceso de caracterización. Esta técnica permitió observar las reacciones redox y la capacidad de almacenamiento de carga de los hidrogeles. Además, se aplicó la espectroscopia de impedancia electroquímica (EIS) para obtener una visión más completa de las propiedades de las muestras.

La combinación de estas técnicas permite eficiencia y estabilidad en las mediciones electroquímicas de los hidrogeles.

6.1.1 Primeras pruebas y análisis

La fase inicial de esta investigación comprendió la realización de las primeras pruebas de análisis. La primera de estas pruebas se llevó a cabo utilizando una solución de 1M de yoduro de potasio - KI. Para ello, se siguió un protocolo meticuloso para preparar una solución de 100 ml con dicha concentración, que está en la sección anexo 8.3.

El análisis inicial fue una serie de pruebas que incluyeron dos ciclos de circuito abierto (OC), dos ciclos de voltametría cíclica (CV) y un ciclo de espectroscopia de impedancia electroquímica (EIS)

Para establecer valores de referencia, se decidió lo siguiente:

- OC: 500 [s]
- CV: 0.5[V]
- EIS: 0 [V]

La primera prueba se realizó utilizando una celda de trabajo con una solución de KI de 1M sin muestra. Luego se repitió el proceso, pero en este caso la solución de KI de 1M más una muestra de hidrogel de ALG al 9% de rGO y 4.5% TA.

En la figura 22 se muestra la representación gráfica de la técnica de EIS en pruebas con y sin ALG en solución KI puro. En esta figura, la curva de color azul corresponde al análisis realizado con muestra, mientras que la curva de color rojo representa el análisis sin muestra.

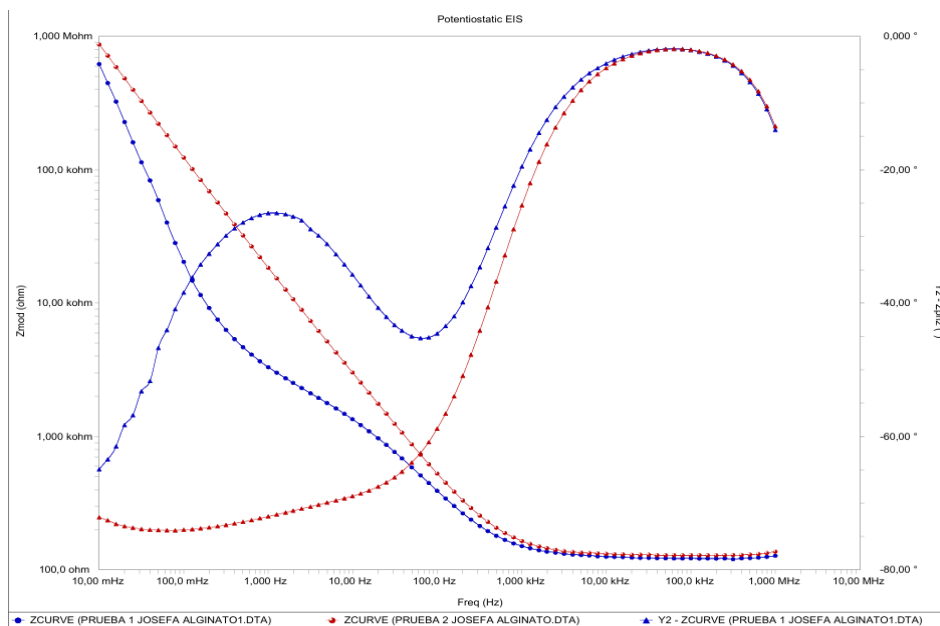


Figura 22 - Gráfica de Bode, técnica de EIS de solución KI puro con y sin muestras de hidrogel ALG [45]
Curva de color azul corresponde al análisis solución con muestra, mientras que la curva de color rojo representa el análisis de solución sin muestra

Es importante recordar lo discutido en capítulos anteriores sobre la técnica de EIS. Esta técnica se compone de dos gráficas principales: la de Bode y la de Nyquist. En la gráfica de Bode, se presentan dos sub gráficas, una que muestra la amplitud y otra que muestra la fase en función de la frecuencia. En esta representación, la curva con puntos triangulares refleja la relación entre la fase y la frecuencia, mientras que la curva con puntos circulares representa la relación entre la amplitud y la frecuencia. Los diagramas de Bode representan Z y el ángulo de fase trazados contra la frecuencia (Hz) en una escala logarítmica. Se dice que el ángulo de fase para un capacitor puro, F es -90° , mientras que para una resistencia es cero [46]. Se observa que para el caso de la curva de bode para la muestra de ALG al 9% de rGO y 4.5% TA, esta tiene un desfase de -64.93° , que es superior a un desfase de -71.51° , que corresponde a la curva sin muestra. En términos electroquímicos, un menor desfase sugiere que el hidrogel introduce menos impedancia capacitiva en el sistema, lo cual puede estar relacionado con una mayor conductividad iónica del hidrogel comparada con el medio sin hidrogel. Pero como se mencionó anteriormente para el análisis de esta técnica, nos basaremos en los resultados de la gráfica de Nyquist. Para esta prueba, los resultados se observan en la figura 23 donde, nuevamente, la curva de color azul corresponde al análisis sin muestra, en cambio, la curva de color rojo al análisis con muestra de alginato. Para comprender el diagrama de Nyquist previamente debemos entender:

- **Componentes resistivos y reactivos:** la parte real representa la parte resistiva de la impedancia, mientras que la parte imaginaria representa la parte reactiva.

Por ejemplo, si tomamos un punto de la curva (4 K Ω , 6 K Ω), 4 K Ω representa la parte resistiva de la impedancia, mientras que la parte imaginaria 6 K Ω representa la parte reactiva. Además, al ser ambos valores positivos, esta parte de la curva sería inductiva si es positiva, y en el caso de ser negativa, sería capacitiva.

- **Localización en el plano complejo:** continuando con el ejemplo anterior, el punto ($x = 4 \text{ K}\Omega$, $y = 6 \text{ K}\Omega$) puede estar dentro o fuera del círculo unitario, lo que indica si la impedancia es predominantemente inductiva o capacitiva. Si está dentro del círculo unitario, la parte reactiva es inductiva (negativa); si está fuera, es capacitiva (positiva).

Según un análisis realizado al texto "*Impedance Spectroscopy Theory Experiment and Applications Wiley*" al trazar la parte imaginaria (Z'') contra la parte real (Z') en el plano complejo, si el punto resultante está dentro del círculo unitario, esto se debe a que los valores de Z'' son negativos, lo cual es característico de la impedancia de un componente capacitivo. Por otro lado, si los valores de Z'' fueran positivos, indicarían un comportamiento inductivo [46].

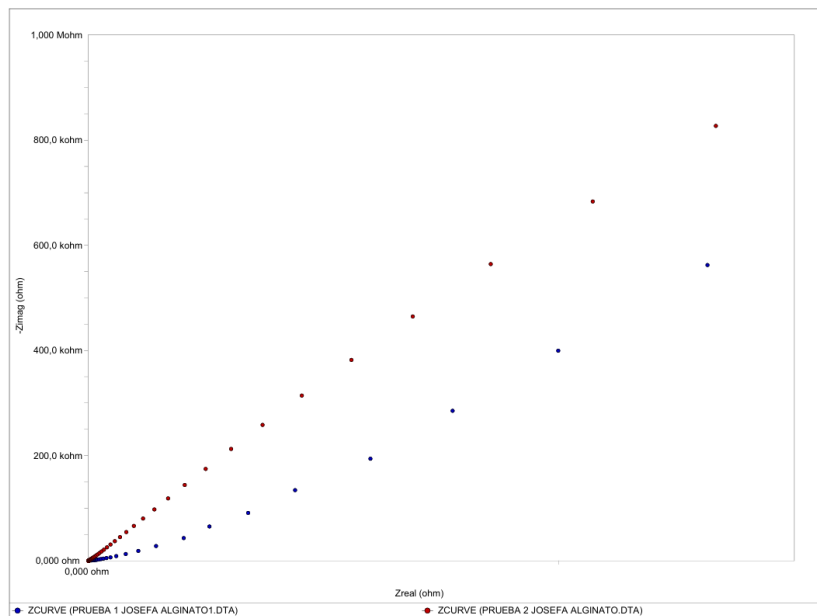


Figura 23 Gráfica de Nyquist, técnica de EIS en pruebas con y sin ALG en solución KI puro [45]

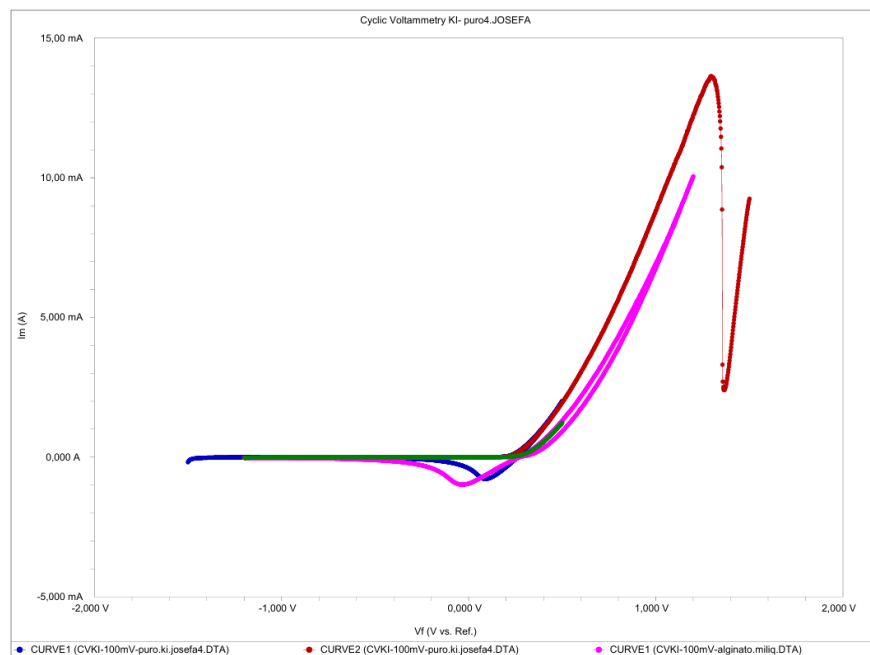


Figura 24 Gráfica CV en pruebas con y sin ALG en solución KI puro [45]

La figura 24 muestra la curva de voltametría cíclica obtenida del análisis en celda de trabajo de la solución de KI puro a una concentración de 1M, representada por los colores rojo y azul. Por otro lado, la curva de color rosado y verde representan de la curva del electrodo bajo la muestra de ALG/rGO/TA.

Como se observa en ambas curvas, los valores de corriente comienzan a ascender aproximadamente desde los 0.4V. A diferencia de la solución de KI puro, en el análisis de KI más muestra de alginato (curva rosada), no alcanza el potencial máximo (peak anódico), en lugar de descender para luego generar una línea base de reducción, sólo retrocede, cerrando así el ciclo generado. Por otro lado, la curva generada solo por el KI puro (curva roja), al llegar al peak anódico, descende, pero tampoco genera la curva esperada que se tiene como referencia (ver figura 25), es por esto por lo que se decide tener que evaluar la solución y realizar una nueva concentración de electrolito para las siguientes pruebas, ya que al igual que la prueba con muestra de hidrogel, esta solución tampoco logró completar el ciclo. Además, se decidió evaluar los parámetros al cual se realizó el análisis.

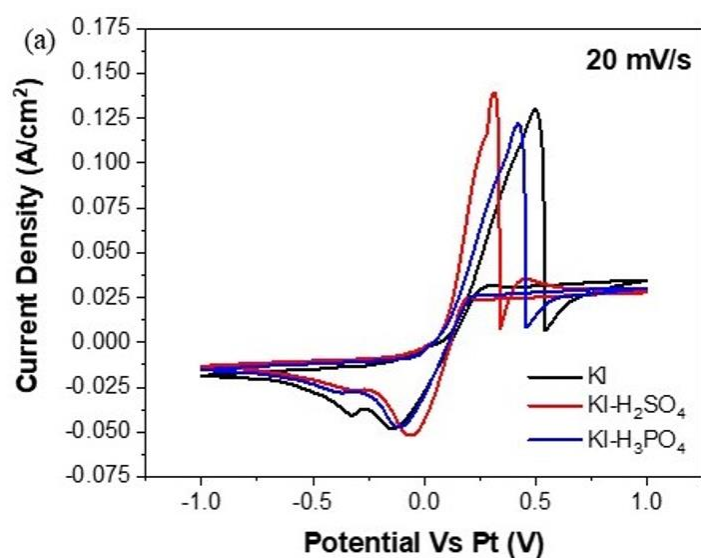


Figura 25 Gráfica referenciales de CV en solución KI puro [40]

6.2. Solución de KI – H₂SO₄

Durante el análisis previo de la solución de yoduro de potasio puro (KI) al 1M, como se observa en la figura 24, se notó que su comportamiento no coincidía con lo esperado según la referencia bibliográfica (ver la figura 25). Por esta razón, se decidió añadir una concentración de 1M de ácido sulfúrico a la solución de KI, dado que esto mejora significativamente su capacidad de almacenamiento de carga [42]. Se ha detallado un protocolo exhaustivo para la preparación de esta solución en la sección de anexos (véase el anexo 8.4).

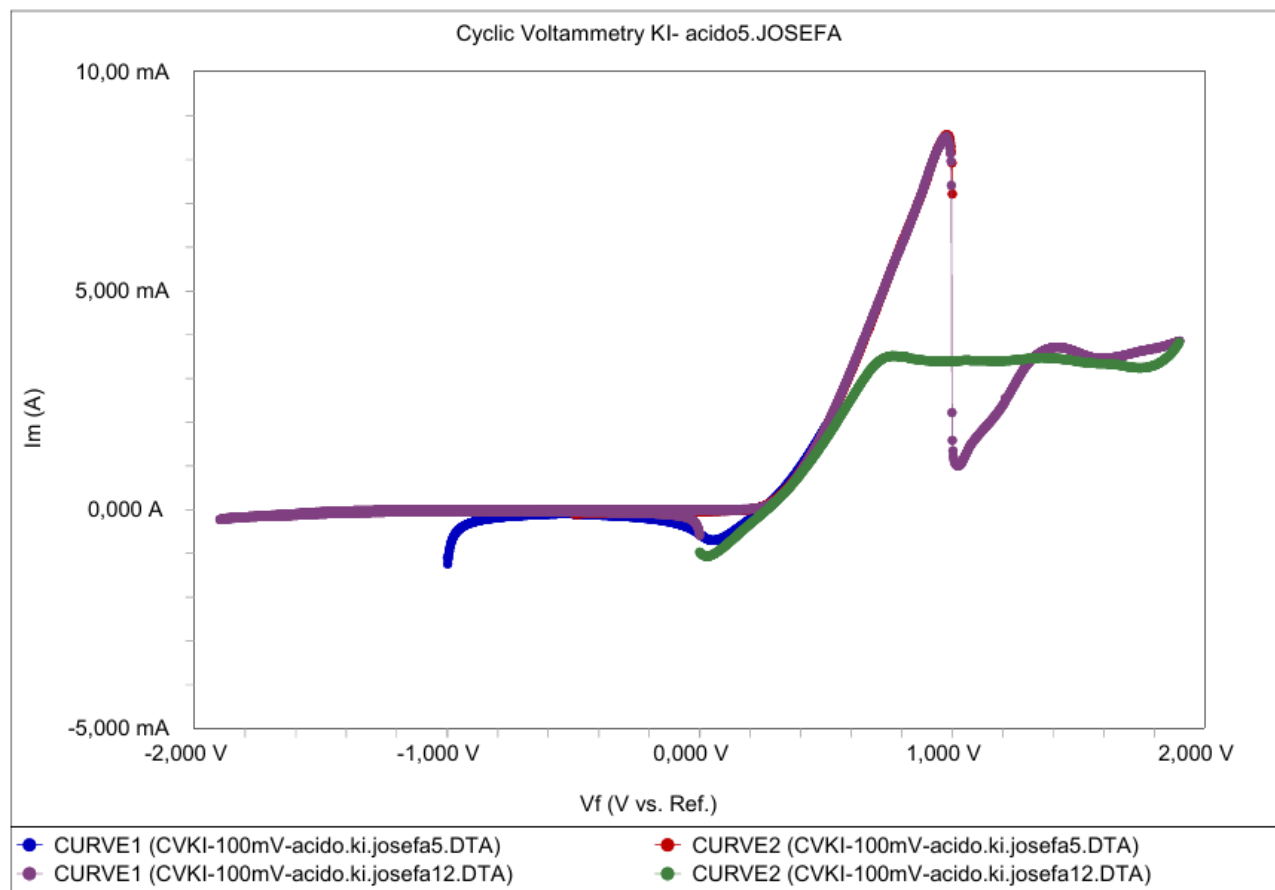


Figura 26 - Gráfica CV de solución de KI - H₂SO₄ [45]

La CURVE 1 de la figura 26 corresponde al resultado de la prueba de CV de la solución de yoduro de potasio (KI) con la adición de ácido sulfúrico (H₂SO₄), ambas a una concentración de 1M. Para obtener esta gráfica, se tomó como referencia la figura 25, y a diferencia de las gráficas anteriores, esta imagen es la que se asemeja más a la referencia. Los resultados mostraron una corriente catódica normalizada (Norm Ic) de -0,7295 A/(V/s) y una corriente anódica normalizada (Norm Ia) de 0,1706 A/(V/s). El potencial catódico (Vfc) fue de -0,9843 V mientras que el potencial anódico (Vfa) alcanzó 0,9779 V, resultando en una diferencia de potencial (ΔE) de 1,9622 V. Se puede observar en la figura 26 que la curva de CURVE 2 no se parece en absoluto a lo esperado. Sin embargo, esto se debe a los parámetros establecidos durante el escaneo de la gráfica. La obtención de la gráfica en la imagen 26 confirma la calibración tanto de la solución como del equipo, lo que permite realizar el análisis de la muestra utilizando la nueva solución.

6.2.1 Pruebas CV y análisis de muestras

A diferencia de las primeras pruebas que se sometieron al inicio para el análisis de las muestras de hidrogel se establecieron nuevos parámetros y se eliminó la prueba inicial de OC.

Para el análisis del ciclo CV se establecieron los siguientes parámetros:

- Initial E = 0 [V] vs E_{ref}
- Scan Limit 1 = -0.9 [V] vs E_{ref}
- Scan Limit 2 = 1.9 [V] vs E_{ref}
- Final E = 0[V] vs E_{ref}

Con Scan Rate (barridos) entre 20 [mV/s] y 50 [mV/s] y solo realizando un 1 ciclo, dando un periodo de toma de cada prueba de más o menos 1 a 2 minutos por ciclo. Además, para facilitar el análisis y pruebas se enumeraron las muestras en base a su composición (véase en tabla 5)

Tabla 5 Composición de las muestras de hidrogel ALG con variaciones de rGO y TA

Material hidrogel ALG	Muestra
0% rGO – 0% TA	1
0% rGO – 4,8% TA	2
0% rGO – 9% TA	3
4,8% rGO – 0% TA	4
4,8% rGO – 4,8% TA	5
4,8% rGO – 9% TA	6
9% rGO – 0% TA	7
9% rGO – 4,8% TA	8
9% rGO – 9% TA	9

Tabla 6 Valores normalizados obtenidos de CV muestras hidrogeles ALG con solución de KI-H₂SO₄

Muestra	Norm Ic [A/(V/s)]	Norm Ia [A/(V/s)]	Vfc [V vs Ref]	Vfa [V vs Ref]	ΔE
1	-0.0008034	0,1054	-0,202	0,6021	0,8041
2	-0.0006178	0,1774	-0,3521	0,498	0,8501
3	-0,01327	0,1896	-0,9743	0,542	1,5162
4	-0,21660	0,0668	-0,538	0,624	1,162
5	-0.03015	0,1263	-0,336	1,512	1,848
6	-0,04698	0,1269	-0,4241	1,344	1,7681
7	-0.04152	0,0988	-0,5241	1,504	2,0281
8	-0,07561	0,1348	-0,08012	0,682	0,76212
9	-0,05161	0,1593	-0,6102	1,760	2,3702

Norm Ic: corriente catódica normalizada – Norm Ia: corriente anódica normalizada – Vfc: potencial catódico
Vfa: potencial anódico – ΔE: diferencia de potenciales.

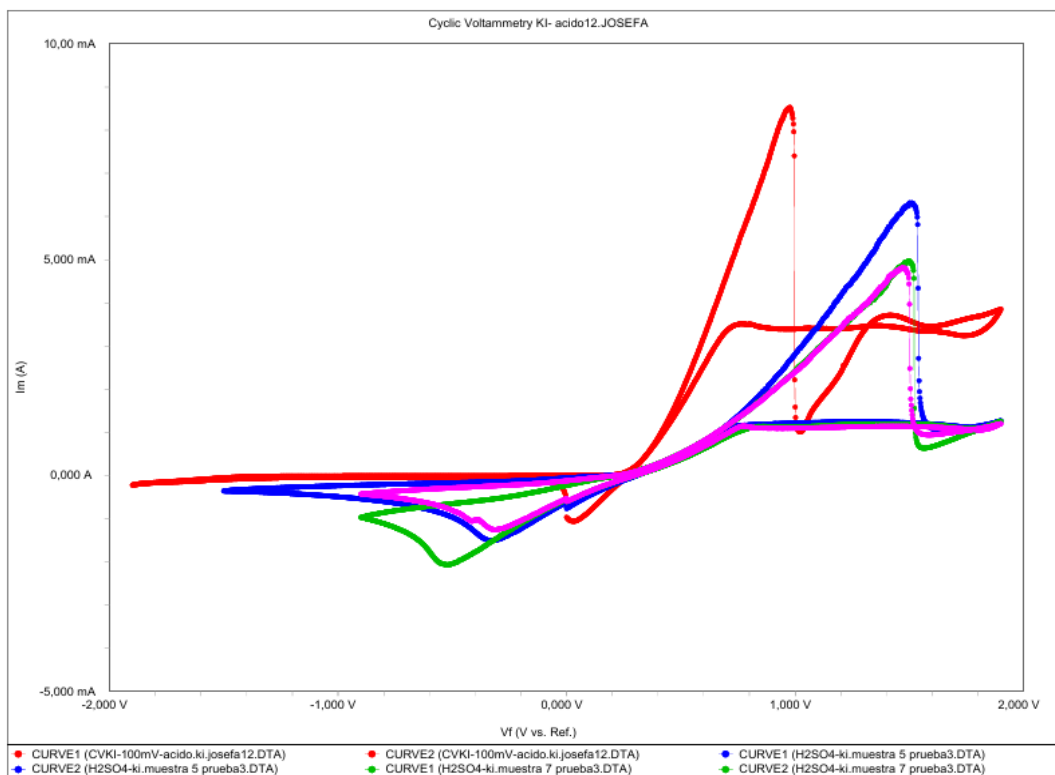


Figura 27 Gráfica Normalizada de CV solución KI-H₂SO₄ vs CV de muestras 5, 7 y 9 [45]

En la figura 27 se observan varios ciclos de voltametría cíclica (CV) realizados para diferentes muestras. El eje x representa el potencial (V vs Ref), y el eje y representa la corriente (Im, A). Cada curva está representada por los siguientes colores:

- Curva color rojo: solución KI-H₂SO₄
- Curva color azul: muestra 5 (4,8% rGO – 4,8% TA)
- Curva color verde: muestra 7 (9% rGO – 0% TA)
- Curva color rosado: muestra 9 (9% rGO – 9% TA)

La curva con mayor amplitud o peak anódico corresponde a la curva de la solución (curva color rojo), lo que indica que el sistema tiene una alta conductividad y capacidad de transferencia de carga.

En base a una investigación de las propiedades electroquímicas del electrolito, se demostró que el aumento de la conductividad y capacidad de transferencia de carga de la solución H₂SO₄ se debía a la adición de KI, demostrando una mayor capacidad de velocidad [47], así mismo presentó una menor resistencia de transferencia de carga y mayor conductividad, todo debido a la contribución de las reacciones redox del KI. Sin embargo, al incorporar las muestras a la solución, los peak anódicos se

redujeron. Esto podría deberse a una resistencia interna. Continuando con la idea del artículo anterior describe cómo la introducción de materiales en el electrolito puede cambiar la dinámica de la transferencia de carga, para el caso de su investigación en el caso de KI-H₂SO₄-PVA, la adición de KI no solo proporciona un camino para las reacciones redox, sino que también aumenta la concentración de iones del electrolito, mejorando la conductividad [47] . Pero, para nuestro caso la incorporación de otros materiales, como el rGO y TA, podría introducir resistencia interna adicional que afecta la transferencia de carga. Debemos recordar también que la investigación de David Rojas que señala que al incorporar TA no demostró ser favorable, ya que aumentó la resistencia a la transferencia de electrones [39].

Además, como se observa en la tabla 6 y en la figura 27, la curva rosada, que corresponde a la muestra con mayor concentración de rGO y TA, es la más pequeña. Por lo tanto, se podría deducir que uno de los materiales, en este caso el rGO, concluye su reducción cuando interactúa con la solución KI-H₂SO₄.

La solución de KI-H₂SO₄ facilita las reacciones redox en sistemas electroquímicos proporcionando precisión en las mediciones electroquímicas. Según un estudio se midió el rendimiento electroquímico del rGO, se analizó el comportamiento de este material después de agregar diferentes hidratos de hidrazina, un agente reductor fuerte, y se utiliza en la reducción de óxidos metálicos en la investigación de supercapacitores. Y se observó que a medida que la cantidad de hidrato de hidrazina aumentaba, este dañó levemente la estructura del grafeno, y la capacitancia específica del grafeno después de la reducción disminuyó levemente [48].

6.2.2 Pruebas EIS y análisis de muestras

Se plantearon las pruebas tanto de voltametría cíclica (CV) como de espectroscopia de impedancia (EIS) con modificaciones en los parámetros de medición. Además, se decidió realizar la prueba de circuito abierto (OC) previo a la toma de datos de EIS.

Para el análisis del ciclo EIS se establecieron los siguientes parámetros:

- Initial Freq = 100k [Hz]
- Final Freq = 1 [Hz]
- AC Current = 0,0001 [A rms]

Después de una serie de pruebas, se determinó que la frecuencia inicial de 100 kHz, es adecuada para observar los efectos de la resistencia que puede generar la solución con electrolito. Por otro lado, la corriente debe ser un valor relativamente baja para obtener mayor sensibilidad y precisión en los resultados. Además, anteriormente se había decidido utilizar un circuito equivalente tipo Randles, como se observa en la fig. 28, para el análisis de los datos. Sin embargo, optó por modificarlo. En la fig. 29 se tiene la representación del nuevo modelo de circuito, debido a que las gráficas de Nyquist presentaron diferencias, las cuales serán comentadas en la sección de discusión.

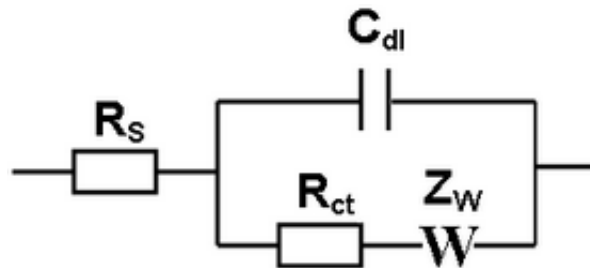


Figura 28 Representación de circuito Randles [49]

R_s : resistencia no polarizada, R_{ct} : resistencia polarizada, C_{dl} : capacitor, Z_w : constante de Warburg

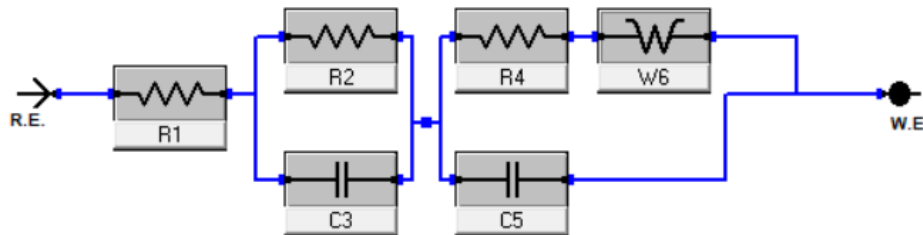


Figura 29 Modelo de circuito modificado [45]

Donde R_1 , R_2 y R_4 son resistencias, C_3 y C_5 son capacitores y W_6 es la constante de Warburg

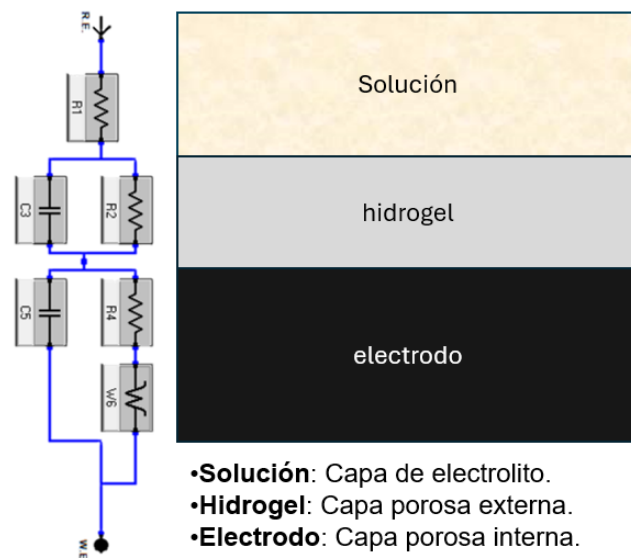


Figura 30 Modelo equivalente respecto al sistema electroquímico

En la figura 30 anterior el circuito equivalente se puede modelar respecto al sistema electroquímico entre capas para una mejor interpretación.

La primera capa corresponde a la de la solución o electrolito, que en el circuito equivalente se representa con la $R1$. La segunda capa es la capa porosa externa, que es la interfaz entre el hidrogel y el sistema. Aquí, el hidrogel actúa como una capa que modifica la difusión. En el circuito equivalente, esta capa se representa con la resistencia $R2$ y capacitor $C3$. Finalmente, tenemos la capa porosa interna, que corresponde al electrodo en el sistema, donde ocurren las reacciones electroquímicas principales. La representación equivalente de la última sección incluye la resistencia $R4$, el capacitor $C5$ y el elemento de Warburg $W6$

Tabla 7 Valores obtenidos de EIS muestras hidrogeles ALG con solución de KI-H2SO4

M	R1[Ω]	R2[Ω]	R4[Ω]	C3[F]	C5[F]	W6 [S*s ^{1/2}]
1	20,79	30,70	22,82	23,82 3x10 ⁻⁶	6,710x10 ⁻⁶	53,90 x10 ⁻³
2	1,671x10 ⁻³	119,1	12,68	3,884x 10 ⁻⁶	97,82x10 ⁻⁹	28,03 x10 ⁻³
3	14,14	109,2	32,61	11,52x10 ⁻⁶	5,629x10 ⁻⁶	20,25 x10 ⁻³
4	33,51	90,10	111,5	6,770x10 ⁻⁶	56,82x10 ⁻⁶	7,607x10 ⁻⁶
5	421,8	624,1	6,202 x10 ³	9,721x10 ⁻⁶	9,602x10 ⁻⁶	724,7x10 ⁻⁶
6	277,1	72,97	226,9	5,496x10 ⁻⁶	7,753x10 ⁻⁶	9,720x10 ⁻³
7	445,7	2,264x10 ⁶	96,99	3,565x10 ³	4,876x10 ⁻⁶	46,54x10 ⁻³
8	31,62	26,19	27,12	6,129x10 ⁻⁶	2,92 x 10 ⁻⁵	0,07234
9	354,0	19,14x10 ³	4,757x10 ³	90,73	5,299x10 ⁻⁶	0,05183

R1–R2-R4: resistencias – C3 y C5: capacitor —W6: Elemento de Warburg

La tabla 7 corresponde a los valores de las resistencias, capacitores y el elemento de Warburg correspondiente a las pruebas de las muestras analizadas.

Para determinar cuál de las muestras tiene los mejores valores combinados de resistencias y capacitores, evaluaremos tanto las resistencias (R1, R2, R4) como los capacitores (C3, C5) y el elemento de Warburg (W6)

La muestra 2 (0% rGO – 4,8% TA) tiene los valores más bajos de R1 y R4, aunque su valor en R2 que es relativamente alto, en cambio la muestra 8 (9% rGO – 4,8% TA) tiene el valor más bajo en R2. Se puede observar, en resumen, que las primeras muestras, las que no tienen ningún porcentaje de rGO, son las que tienen menores resistencias. Esto se debe a la presencia del tanino como material oxidante y la ausencia del rGO como material reductor.

Para el caso de los valores de capacitores, la muestra 7 (9% rGO – 0% TA) tiene el valor más alto de C3 y la muestra 9 (9% rGO – 9% TA) tiene el mayor valor en C3 y C5.

Ocorre lo contrario respecto a las muestras anteriores, las muestras con mayor concentración de rGO tienen los capacitores más altos, siendo un caso particular la muestra 9, que tiene la cifra mayor para el C3, pero intermedio para el C5. Se podría deducir que esto se debe a la presencia del 9% de concentración de TA en la muestra.

Para el caso del elemento de Warburg (W6) la muestra 4 es la que nos indica un valor más bajo, es decir proporciona una menor impedancia difusional.

Entonces para determinar la combinación ideal entre (resistencia, capacitor y elemento de Warburg) la muestra 8 (9% rGO – 4,8% TA) es la que tiene mejores cifras.

1. Tiene un valor razonablemente bajo de R1 (31.62 Ω) y el valor más bajo de R2 (26.19 Ω).
2. Tiene valores de capacitancia relativamente altos con C3 (6.129 x 10⁻⁶ F) y C5 (29.2 x 10⁻⁶ F).
3. Tiene un valor de W6 de 0.07234 S*s^{1/2}, que es intermedio.

Tabla 8 Goodness of FIT y KKT de muestras hidrogeles ALG con solución de KI-H2SO4

MUESTRA	Gof	KKT
0% rGO – 0% TA	6,657x10 ⁻³	193,6 x 10 ⁻⁶
0% rGO – 4,8% TA	8,436x10 ⁻³	69,59 x 10 ⁻⁶
0% rGO – 9% TA	12,51 x10 ⁻³	437,7x10 ⁻⁶
4,8% rGO – 0% TA	3,173x10 ⁻³	51,20 x 10 ⁻⁶
4,8% rGO – 4,8% TA	4,413x10 ⁻³	1,562x10 ⁻³
4,8% rGO – 9% TA	231,7x10 ⁻⁶	2,413x10 ⁻⁵
9% rGO – 0% TA	3,402x10 ⁻⁴	1,836x10 ⁻⁵
9% rGO – 4,8% TA	0,156x10 ⁻⁴	1,348x10 ⁻⁵
9% rGO – 9% TA	3,341x10 ⁻⁴	1,926x10 ⁻⁵

Gof: Goodness of Fit, KKT: Kramer Kronig

La tabla 7 corresponde a los valores de Gof o valores de bondad del ajuste, corresponde a la medida que permite interpretar si los datos experimentales se ajustan al modelo teórico propuesto. Para ello una de las formas que se tiene para evaluar estos resultados es por medio del chi- cuadrado reducido. Entonces para que el modelo indique un buen ajuste debe tener un valor cercano al 1.

Respecto a lo indicado anteriormente el mejor valor de Gof de todas las muestras analizadas corresponde a la muestra 8 con un valor de 0,156x10⁻⁴, por lo tanto, se puede indicar que el ajuste del modelo es preciso, el modelo equivalente es de confianza y validez del análisis de impedancia.

Por otro lado, tenemos la transformación de Kramer kronig o KKT que es una herramienta matemática que permite la validez de los datos de impedancia. En la sección anexo sección 8.6 se explicará con

mayor detalle el análisis de validación que sugieren un sistema estable, causal y lineal y que el ajuste del modelo del circuito equivalente es el adecuado.

En la figura 30 anterior el circuito equivalente se puede modelar respecto al sistema electroquímico entre capas para una mejor interpretación.

La primera capa corresponde a la de la solución o electrolito, que en el circuito equivalente se representa con la $R1$. La segunda capa es la capa porosa externa, que es la interfaz entre el hidrogel y el sistema. Aquí, el hidrogel actúa como una capa que modifica la difusión. En el circuito equivalente, esta capa se representa con la resistencia $R2$ y capacitor $C3$. Finalmente, tenemos la capa porosa interna, que corresponde al electrodo en el sistema, donde ocurren las reacciones electroquímicas principales. La representación equivalente de la última sección incluye la resistencia $R4$, el capacitor $C5$ y el elemento de Warburg $W6$.

A continuación, en la figura 31 se observan las curvas de Nyquist de las muestras 1, 2 y 3, y en la figura 33 se muestra la gráfica de Nyquist de la muestra 1 vs la muestra 9. Además, la figura 32 refleja las gráficas CV de las mismas muestras anteriores a modo de comparación e interpretación del proceso redox que ocurre en el sistema. Para interpretar una gráfica de Nyquist primero debemos tener en cuenta los ejes del gráfico:

- Eje X (Z real, ohm): Representa la parte real de la impedancia, que está asociada con la resistencia del sistema.
- Eje Y ($-Z$ imag, ohm): Representa la parte imaginaria de la impedancia, que está asociada con los elementos capacitivos del sistema

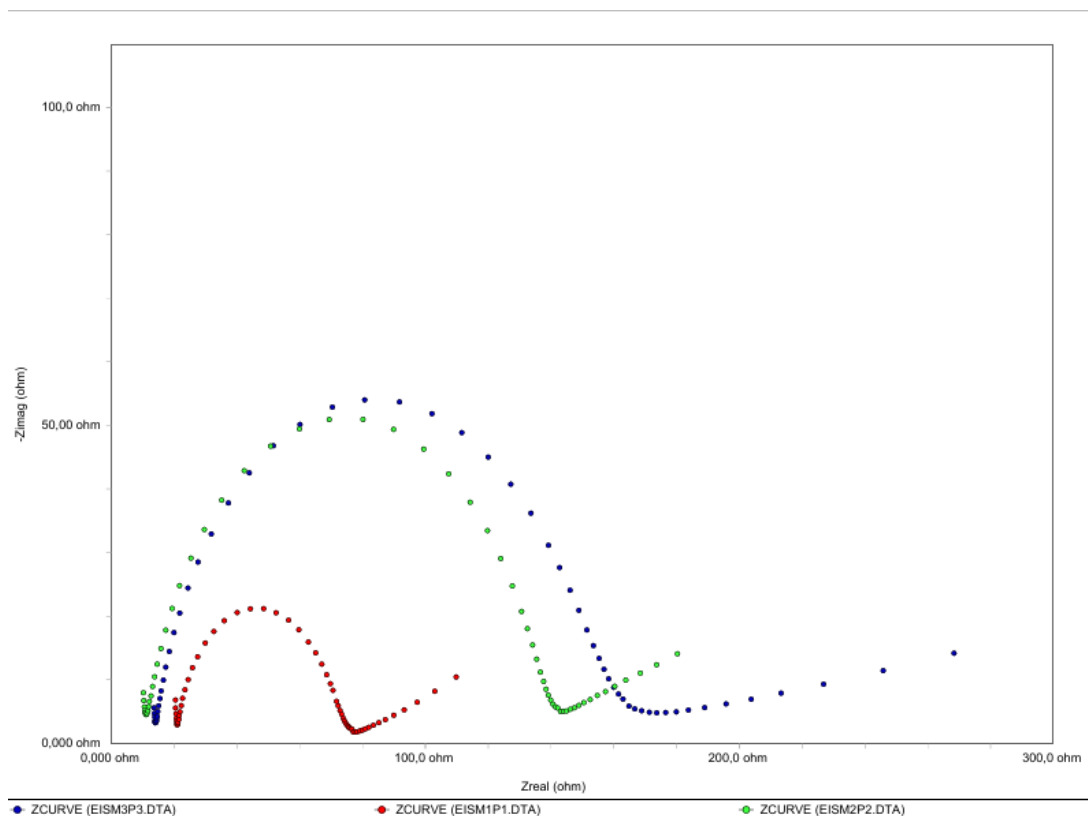


Figura 31 Gráfica Nyquist de muestras 1, 2 y 3

Se puede observar en la figura 31 la gráfica de Nyquist de las primeras muestras analizadas:

Muestra	Composición	Color gráfico
Muestra 1	0% rGO – 0% TA	Curva roja
Muestra 2	0% rGO – 4,8% TA	Curva verde
Muestra 3	0% rGO – 9% TA	Curva azul

La muestra 3 es la que tiene mayor impedancia, ya que indica una mayor resistencia de transferencia de carga y menor conductividad (correspondiente al semicírculo mayor), caso contrario con la muestra 1 que tiene menor impedancia y conductividad (correspondiente al semicírculo menor) de la figura 34.

Por lo tanto, los resultados sugieren que el sistema representado por la curva roja tiene la mejor conductividad electroquímica, mientras que el sistema representado por la curva azul tiene la peor conductividad. La curva verde representa un sistema con características intermedias.

Muestra	Composición	Color gráfico
Muestra 1	0% rGO – 0% TA	Curva verde
Muestra 2	0% rGO – 4,8% TA	Curva rosada
Muestra 3	0% rGO – 9% TA	Curva azul

Debemos recordar que las características de estas gráficas, los peak anódicos son los que ocurren en la parte positiva del eje potencial, es el indicador del proceso oxidativo. En cambio, los peak catódicos son los que ocurren en la parte negativa del eje potencial, y nos indican el proceso de reducción.

Entonces respecto a la breve explicación anterior la muestra 2 es la que presenta mayor peak anódico, por lo tanto, puede indicar dos cosas: una mayor cantidad del material electroactivo y/o una mayor eficiencia en el proceso redox.

Al comparar las 3 curvas de las muestras 1, 2 y 3 se puede observar que los peak entre ellos son similares y lo que indica la consistencia del proceso redox. Aunque las curvas muestran peak definidos, la falta de simetría y separación de estos nos indica una reacción no reversible. Según Bard y Faulkner, un sistema completamente reversible, los peak de oxidación y reducción deberían ser completamente simétricos y estar ubicados en el mismo potencial, una leve separación entre ellos [50]. Esto puede deberse a muchos factores externos, entre ellos la cinética de la reacción o la presencia de reacciones secundarias. Una lenta cinética en la transferencia de electrones puede limitar la reversibilidad de la reacción, y además la presencia de reacciones secundarias puede afectar la curva cíclica [50]. Estas razones podrían también explicar por qué la gráfica de Nyquist de la figura 36 para la muestra 9 está significativamente alejada respecto a la curva de la muestra 1, indicando diferencias en la impedancia electroquímica y los procesos involucrados.

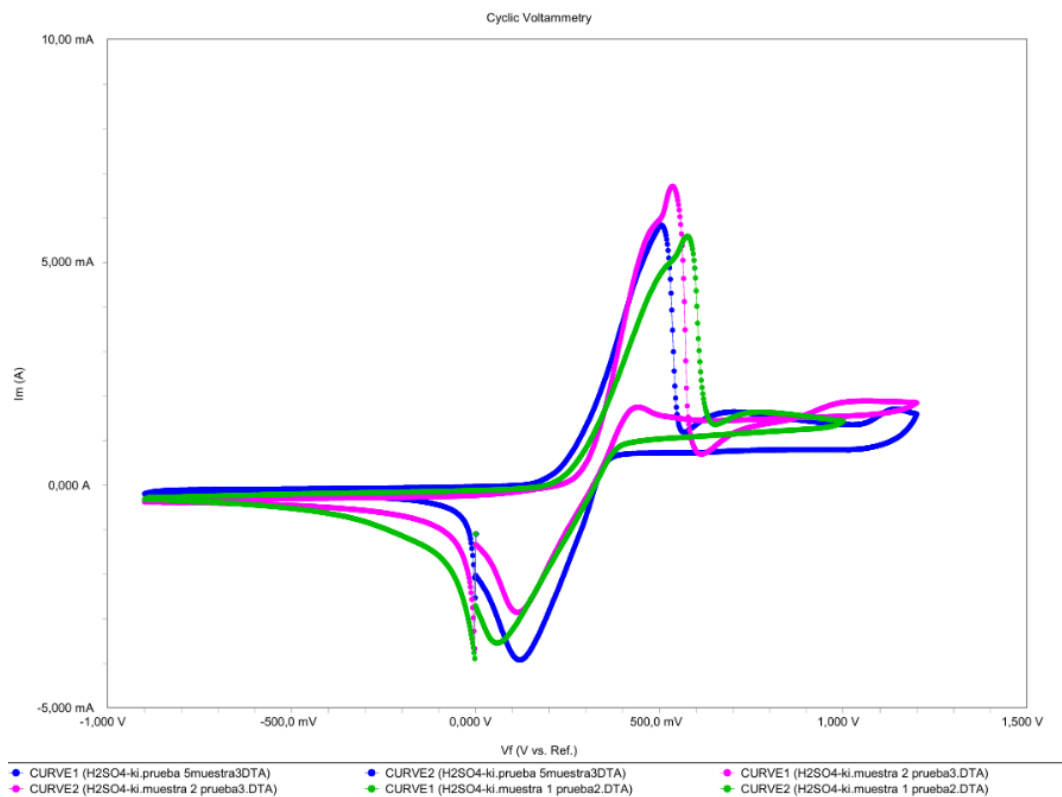


Figura 32 Gráfica CV de muestra 1, 2 y 3

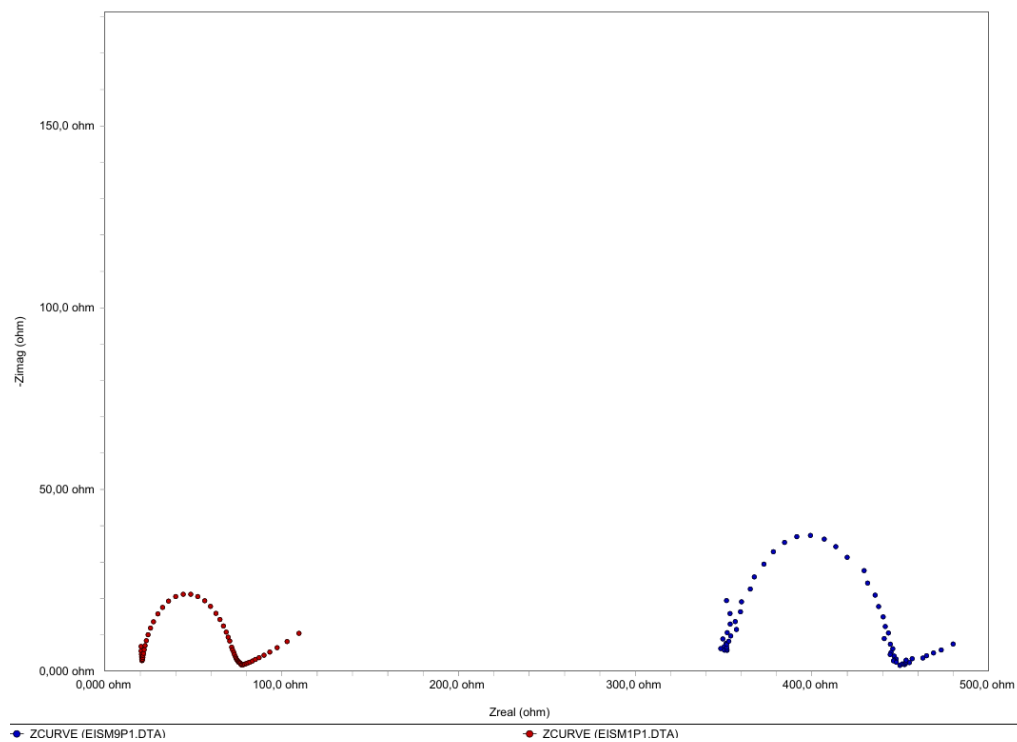


Figura 33 Gráfica Nyquist muestra 1 y 9

En la figura 33 se muestra la gráfica de Nyquist de la muestra 1 vs la muestra 9

Muestra	Composición	Color gráfico
Muestra 1	0% rGO – 0% TA	Curva roja
Muestra 9	9% rGO – 9% TA	Curva azul

Como se explicó anteriormente esta figura tiene dos ejes, uno real (eje X) e imaginario (eje Y). Se ve claramente una diferencia en la forma de los semicírculos entre ambas curvas, para el caso de la curva azul, el semicírculo es mucho más grande, indicando una alta resistencia, además este se extiende aproximadamente desde los 300 Ω hasta 500 Ω . En cambio, la curva roja tiene un semicírculo menor, indicando una menor resistencia y extensión en el eje X, el cual sugiere una mayor conductividad.

Por lo tanto, a modo de interpretación la curva azul, que corresponde a la muestra con mayor concentración de los materiales (TA y rGO) tiene una mayor impedancia, lo cual nos indica una mayor resistencia, por lo tanto, es menor conductiva. Pero la curva roja, que corresponde a la muestra con menor concentración de materiales tiene una menor resistencia y es más conductiva.

Entonces a modo de interpretación de resultados donde las últimas figuras y las tablas de valores, las muestras que tiene una reversibilidad limitada, ya que todas las muestras tienen una diferencia de potencial superior, entre los peak anódicos y catódicos. Electroquímicamente la mayoría de las muestras tienen una corriente superior en los peak anódicos, sugiriendo una tendencia hacia el proceso de oxidación.

Si buscamos la muestra más estable y precisa dado ambas técnicas realizadas, esta corresponde la muestra 8 que tiene un 4.8% de TA y 9% de rGO, parece ser óptima para mejorar las propiedades electroquímicas del hidrogel. El tanino actúa como un agente estabilizador y antioxidante, mientras que el óxido de grafeno reducido proporciona conductividad y capacidad de almacenamiento de carga.

6.3. Discusión

En este capítulo se presentan y analizan los resultados obtenidos de una serie de pruebas electroquímicas realizadas en hidrogeles. Estas pruebas se realizaron utilizando técnicas como la voltamperometría cíclica (CV) y la espectroscopia de impedancia electroquímica (EIS) con el objetivo de caracterizar las propiedades electroquímicas de los hidrogeles y evaluar su potencial en aplicaciones específicas.

Las pruebas preliminares se realizaron utilizando una solución de yoduro de potasio (KI) 1M combinada con ácido sulfúrico (H_2SO_4) 1M. Las pruebas incluyeron ciclos de circuito abierto (OC), ciclos de voltametría cíclica (CV) y ciclos de espectroscopia de impedancia electroquímica (EIS).

En base a una investigación de las propiedades electroquímicas del electrolito, se demostró que el aumento de la conductividad y capacidad de transferencia de carga de la solución H_2SO_4 se debía a la adición de KI. Sin embargo, los resultados mostraron diferencias significativas entre las soluciones que contienen hidrogeles en comparación con la solución sin muestras, por ejemplo, al incorporar las muestras a la solución, los peak anódicos se redujeron. Esto pudo deberse a muchos factores externos, entre ellos la cinética de la reacción o la presencia de reacciones secundarias.

Las pruebas realizadas permitieron identificar diferencias significativas en las propiedades electroquímicas de los hidrogeles analizados. A través de estas pruebas se comprobó que las muestras con mayor concentración de los materiales (TA y rGO) tiene una mayor impedancia, lo cual nos indica una mayor resistencia, por lo tanto, es menor conductiva.

Como fue el caso de la muestra 8, hidrogel con un 4.8% de TA y un 9% de rGO, se destacó como la muestra más estable y precisa en términos de rendimiento electroquímico, presentando un balance favorable entre resistencia, capacitancia y reversibilidad. Estos resultados proporcionan una base sólida para futuras investigaciones y aplicaciones de hidrogeles en sistemas electroquímicos.

Capítulo 7. Glosario

ALG	Alginato
CaCO ₃	Carbonato de calcio
CV	Voltametría cíclica
EE	Electrolito acuoso
EIS	Espectroscopia de impedancia
GC	Carbono vítreo
GO	Óxido de grafeno
Gof	Coeficiente de ajuste del Goodness of Fit
H ₂ SO ₄	Ácido sulfúrico
Iap	Corriente anódica
Icp	Corriente catódica
KI	Yoduro de potasio
KKT	Kramer Kronig
M	Molalidad
MiliQ	Agua purificada (Tipo II)
rGO	Reducción de óxido de grafeno
Rp	Resistencia de polarización
Ru	Resistencia de la solución
TA	Tanino
V	Volts
ΔE	Diferencia de potencial

Capítulo 8. Referencias

- [1] Y. Oshida y T. Miyazaki, *Biomaterials and Engineering for Implantology: In Medicine and Dentistry*, 2022.
- [2] P. N. Salgado, «, «Caracterización de conductividad de hidrogeles utilizando el método de 4 puntas,» Concepción, 2022.
- [3] G. Zárate, «Medfinis,» Noviembre 2020. [En línea]. Available: <https://www.medfinis.cl/img/manuales/Cicatrizacionfpdfv3.pdf>.
- [4] A. RAMIREZ, J. L. BENÍTEZ y L. y. R. D. G. ROJAS DE ASTUDILLO, «Materiales polímeros de tipo hidrogeles: revisión sobre su caracterización mediante ftir, dsc, meb y met,» 2016. [En línea]. Available: http://ve.scielo.org/scielo.php?script=sci_arttext&pid=S0255-69522016000200002.
- [5] E. F. B, «Revista de química,» Diciembre 1995. [En línea]. Available: <https://revistas.pucp.edu.pe/index.php/quimica/article/view/5564/5560>.
- [6] D. Romero Fogue, «Estudio de la Problemática de Congelación de Cítricos en el Sector Agroalimentario mediante la Técnica de Espectroscopía de Impedancias Electroquímicas y Diseño del Circuito Equivalente Sensor Eléctrico: Aplicación en Pomelos,» Universitat Politècnica de Valencia, España, 2020.
- [7] M. DropSens, «Screen-printed electrodes,» [En línea]. Available: https://www.dropsens.com/en/screen_printed_electrodes_pag.html. [Último acceso: Abril 2024].
- [8] K. R. Kus, «E.S. Wound Dressings – A Practical Review,» *Wound Care and Healing*, vol. 9, p. 298–308, 2020.
- [9] J. Y. a. Z. S. R. Bai, «Fatigue of Hydrogel ", *European Journal of Mechanics- A/solids*, vol. 74, pp. 337-370, 2019.
- [10] A. R. E.-H. B. J. M. C. R. a. B. H. R. d. G. N. E. Gonzalez, «Estudio de la capacidad de absorción en hidrogeles semi-interpenetrados de poliacrilamida/polo(hidroxibutirato-co-hidroxivalerato),» *Revista Colombiana de Química*, vol. 47, pp. 5-12, 2018.
- [11] S. Pereira, «Caracterización Mecánica de Hidrogeles compuestos,» Repositorio Biblioteca UdeC, Concepción.
- [12] J. a. L. J. a. Z. y. J. K. a. L. J. a. L. Su, «Hydrogel Preparation Methods and Biomaterials for Wound Dressing,» *Life*, vol. 11, n° 1016, 2021.
- [13] Y. O. B.a, E. R. Pichilingue y A. C. Valderrama Negrón, «Extracción y caracterización del alginato de sodio de la macroalga *Macrocystis pyrifera*,» *Revista de la Sociedad Química del Perú*, vol. 86, n° 3, 2020.
- [14] R. Rodriguez, «Grafenos procesables en fase líquida con características optimizadas mediante el control microscópico de su estructura,» *Digital.csic*, 2014.
- [15] R. S. a. A. S. A. A. Hurtado, «El alginato y sus inmensas aplicaciones industriales ", *Revista Iberoamericana Interdisciplinar de Métodos Modelización y Simulación*, vol. 12, n° ISSN 1888-8550, pp. 137-149, 2020.
- [16] A. M. S. ., a. B. A. A. Z. M. Masoud, «Synthesis and characterization of bio-nanocomposites: Functionalization of graphene oxide with a biocompatible amino acid,» *Hybrid Advances*, vol. 3, p. 100070, 2023.

- [17] A. y. S. G. S. y. D. l. C. H. W. J. y. C. S. R. Castro Beltrán, «Obtención de grafeno mediante la reducción química del óxido de grafito,» *REPOSITORIO ACADÉMICO DIGITAL*, vol. 52, pp. 34-42, 2011.
- [18] A. M. L. S. Z. B. L. a. L. S. A. T. Smith, «Synthesis, properties, and applications of graphene oxide/reduced graphene oxide and their nanocomposite,» *Nano Materials Science*, vol. 1, nº 1, pp. 31-47, 2019.
- [19] G. C. J. P. a. J. Y. L. J. Yi, «Graphene oxide-incorporated hydrogels for biomedical applications », *Polymer Journal*, vol. 52, nº 8, pp. 823-837, 2020.
- [20] O. University, *Oxford Dictionary Of Science*, New York: © Market House Books Ltd, 2010.
- [21] W. H. X. F. a. A. G. Zhenkai Tong, «Biological Function of Plant Tannin and Its Application in Animal Health» *Frontiers in Veterinary Science*, vol. 8, 2022.
- [22] L.-F. M. C. B. P.-H. P. Comino-Sanz IM, «The Role of Antioxidants on Wound Healing: A Review of the Current Evidence,» *A Review of the Current Evidence. J Clin Med*, 2021.
- [23] R. I. Q. N. J. A. B. A. Al Omari MM, «Calcium Carbonate,» *Profiles Drug Subst Excip Relat Methodol*, vol. 41, pp. 31-132, 2016.
- [24] C. C. Gatica, «PREPARACIÓN DE FILMS DE COMPLEJO POLIELECTROLITO QUITOSANO - ALGINATO Y COMPARACIÓN DE SUS PROPIEDADES MECÁNICAS Y,» Santiago , 2005.
- [25] R. S. y. Á. S.-A. Alejandro Hurtado, «El alginato y sus inmensas aplicaciones industriales », *Universidad Católica de Valencia*, 2020.
- [26] E. L. B. M. T. V. D. Luciane da Silva Pinheiro, «Use of hydrocolloid and calcium alginate in the treatment of skin lesions », *Rev Bras Enferm*, pp. 760-770, 2013.
- [27] D. J. B. P. Roberto, «Uso de alginato de Calcio en heridas exudativas e infectadas con exposición de fascia, músculo, Tendón y hueso,» *IMBIOMED la ciencia biomédica es parte del éxito*, vol. 13, nº 5, 1999.
- [28] A. U. S. Olaya, «Diseño y desarrollo de sensores y biosensores,» *UNIVERSIDAD DE BUENOS AIRES*, Buenos Aires, 2018.
- [29] Gamry, «Gamry instruments,» [En línea]. Disponible en: <https://www.gamry.com/potentiostats/interface-1010e-potentiostat/>.
- [30] S. R. Pinedo, «Sistema portátil y reconfigurable para análisis,» *CENTRO DE INVESTIGACIÓN Y DE ESTUDIOS AVANZADOS*, Ciudad de México, 2017.
- [31] J. Anaya Aranda, «Optimización, diseño y desarrollo hardware de un potenciostato para la adquisición de señales electroquímicas,» *UNIVERSIDAD AUTÓNOMA DE MADRID ESCUELA POLITÉCNICA SUPERIOR*, Madrid, 2019.
- [32] N. N. a. P. Parthasarathy, «A comparative study on electrochemical behavior of various electrolytes by cyclic voltammetry: GCE as electrode material,» *Materials Today: Proceedings*, nº 2214-7853, 2023.
- [33] S. R. Pinedo, «Sistema portátil y reconfigurable para análisis,» *CENTRO DE INVESTIGACIÓN Y DE ESTUDIOS AVANZADOS*, Ciudad de México, 2017.
- [34] C. Schaller, «Voltamperometría cíclica,» de *Estructura y Reactividad en Química Orgánica, Biológica e Inorgánica V: Reactividad en Química Orgánica, Biológica e Inorgánica 3*, Libre Texts, Ed., College of Saint Benedict/Saint John's University, pp. 1.11.1-1.11.3.
- [35] Y. Z. J. Huang, «5.2.2.3 Electrochemical Impedance Spectroscopy,» de *Materials Corrosion and Protection*, De Gruyter, 2018.

- [36] X. Z. a. L. Shi, «Chapter 9 - Electrochemistry,» de *Nano-Inspired Biosensors for Protein Assay with Clinical Applications*, Elsevier, 2019, pp. 209-236.
- [37] Y. K. G. Rodríguez, «Implementación de un prototipo para la realización de la técnica de,» Instituto Tecnológico de Costa Rica, Cartago, 2018.
- [38] E. a. F. O. a. V. E. a. O. C. Barrera, «Simulación de funciones de transferencia para espectroscopia de impedancia electroquímica,» *Revista de la Sociedad Colombiana de Física*, vol. 38, pp. 1331-1334, 2006.
- [39] D. A. R. Cruz, «Caracterización electroquímica de hidrogeles para su uso como apósito en el,» Universidad de Concepción, Concepción, 2023.
- [40] I. I. a. P. S. a. P. K. S. a. R. Singhal, «Unlocking the potential of KI as redox additive in supercapacitor through synergistic enhancement with H₂SO₄ as a co-electrolyte,» *Electrochimica Acta*, vol. 451, p. 142286, 2023.
- [41] E. T. a. A. P. a. R. F. a. A. a. R. T. a. A. a. A. a. D. Yusra, «The effect of potassium iodide (KI) addition to aqueous-based electrolyte (sulfuric acid/H₂SO₄) for increase the performance of supercapacitor cells,» *Materials Today: Proceedings*, vol. 44, pp. 3241-3244, 2021.
- [42] K. V. S. a. R. { . Selvan, «Improved electrochemical performances of reduced graphene oxide based supercapacitor using redox additive electrolyte,» *Carbon*, vol. 90, pp. 260-273, 2015.
- [43] L. G. D. M. y. J. M. David Leal, «Diseño y construcción de un sistema automatizado para la elaboración de películas delgadas, por el método de inmersión,» *Revista de la Facultad de Ingeniería Universidad Central de Venezuela*, vol. 26, n° 1, pp. 143-148, 2011.
- [44] J. C. C. L. A. A. C. H. & L. H. D. Morales Gomero, «Síntesis y caracterización de películas de (WO₃) en vía sol-gel mediante técnica de recubrimiento por inmersión,» *Revista de la Sociedad Química del Perú*, vol. 83, n° 4, pp. 420-436, 2017.
- [45] G. Framework, *Gamry Echem Analyst*, 2024.
- [46] E. & M. J. R. Barsoukov, «Frontmatter» de *Impedance Spectroscopy: Theory, Experiment, and Applications*, Wiley-Interscience, 2005, p. 606.
- [47] Y. Xie y Lu, Lu, « Electrochemical properties of KI-modified and H₂SO₄-protonated polyvinyl alcohol gel polymer electrolyte applied for activated carbon paper electrode,» *Journal of Sol-Gel Science and Technology*, vol. 110, n° 2, pp. 594-605, 2024.
- [48] L. Yang, L. Zhang, X. Jiao, Y. Qiu y W. Xua, «The electrochemical performance of reduced graphene oxide prepared from different types of natural graphites.,» *Royal Society Of Chemistry*, vol. 11, n° 4042, 2021.
- [49] W. Commons, «wikimedia,» 14 Agosto 2007. [En línea]. [Último acceso: 2024].
- [50] A. J. Bard and L. R. Faulkner, «ELECTROCHEMICAL METHODS Fundamentals and Applications,» de *ELECTROCHEMICAL METHODS Fundamentals and Applications*, United States of America, John Wiley & Sons, Inc. , 2001, p. 850.
- [51] G. Transmerquim, «Hoja de datos de seguridad Yoduro de potasio,» 2014.
- [52] F. d. Q. -. C. d. p. Civil, «Hoja de datos de seguridad de sustancias químicas Ácido Sulfúrico,» 2016.
- [53] J. a. P. W. a. B. J. Fidler, «A potentiostat based on a voltage-controlled current source for use with amperometric gas sensors,» *IEEE Transactions on Instrumentation and Measurement*, vol. 41, n° 2, pp. 308-310, 1992.
- [54] Z. Z. L. J. W. X. Ye Q, «Screen-printed electrode-based biosensors modified with functional nucleic acid probes and their applications in this pandemic age: a review,» *Anal Methods*, vol. 14, n° 31, pp. 2961-2975, 2022.

- [55] E. C.-R. H. N. y. C. D.-M. R. Torres, «Screen- Printed Electrode-Based Sensors for food spoilage control : bacteria and biogenic amines detection,» *Biosensors*, vol. 10, n° 10, p. 139, 2020.
- [56] O. Karhu, P. Kansil y I. Kuorinka, «Correcting working postures in industry: A practical method for analysis ", *Applied Ergonomics*, vol. 8, n° 4, pp. 199-201, 1977.

● Anexo. Protocolos

A continuación, se presentan los protocolos de algunos materiales utilizados durante este proyecto.

8.1. Protocolo síntesis de óxido de grafeno

Síntesis de óxido de grafeno por método de Hummer Modificado

Materiales y equipos

- Ácido sulfúrico, 97-99% H_2SO_4
- Ácido fosfórico, 85% H_3PO_4
- Grafito
- Permanganato de potasio
- Peróxido de hidrógeno, H_2O_2 50% 60 vol.
- Agua Milli Q
- Etanol

Preparación

Síntesis

- Sobre una placa calefactora se coloca un vaso precipitado de 500ml con agitador magnético. A este se le adicionaron 30 ml de H_3PO_4 y 270 ml de H_2SO_4 . Esta mezcla tiene un aumento de temperatura alrededor de los 40°C .
- La mezcla de ácidos concentrados se deja en agitación hasta que la temperatura baje de 25°C a 27°C
- Agregar 2.25g de grafito lentamente hasta la disolución completa.
- Posterior a eso adiciona lentamente 13.5g de KMnO_4 .
- Una vez que la solución está homogénea se aplica en un rango de temperatura $40-45^\circ\text{C}$ por 2hrs. (Se recomienda cubrir la placa Petri)
- Una vez transcurrido el tiempo se deja enfriar hasta la temperatura más baja posible, en un baño de agua hielo.
- Para detener la oxidación se debe añadir peróxido de hidrógeno 60 vol. (Este se añade gota a gota hasta completar un total de 55 ml. El indicador de que la oxidación se ha detenido por completo es el cambio de color de negro a verde oscuro. El volumen total añadido no puede superar los 60 ml)

Centrifugado y lavado

- Una vez que la solución se encuentra a temperatura ambiente y ya no presenta espuma, se vierte en los vasos de 220ml de la centrífuga de manera tal que esté balanceado el volumen. Centrifugar a 5000 rpm por 20 min, temperatura 15°C .
- El sobrenadante de la centrifugación corresponde a los excedentes de ácido, verter cuidadosamente al contenedor de desechos corrosivos ácidos.
- Al precipitado se le adiciona HCl 10% V/V el que corresponde al primer lavado, para que esto sea eficiente se debe agitar con una bagueta de vidrio el precipitado, buscando re suspender este en el solvente. Centrifugar nuevamente.

- Si el sobrenadante de esta centrifugación presenta tonalidad violeta repetir el lavado de HCl 10% v/v, en caso contrario continuar con los lavados correspondientes.
- Desechar el sobrenadante en desechos corrosivos ácidos.
- El segundo lavado corresponde a agua milli Q, re suspender el precipitado de manera que todo quede en contacto con agua. Centrifugar nuevamente.
- Se repite la cantidad de lavados que sean necesarias.
- Luego se cambia el rotor de 5000rpm a 11000 rpm.
- Centrifugar la solución a 9000 rpm por 20 min a 15°C, repetir 3 veces,
- Analizar si es necesario seguir lavando, tomando 5 ml de sobrenadante y probar mediante AgNO_3 la ausencia de cloruros. (precipitado blanco indica la presencia de estos por lo que es necesario seguir lavando)
- Con la ausencia de cloruros, se procede al siguiente lavado, que corresponde al de etanol.
- Retirar, homogeneizar y centrifugar a 9000 rpm 20 min a 15°C. Desechar sobrenadante en envase de residuos orgánicos inflamables.
- Lavar con agua milli Q, suspender, homogeneizar y centrifugar. Repetir hasta que no existan restos de etanol. (mínimo 3 veces)

Diálisis

- Una vez finalizados los lavados, el óxido de grafeno se deposita en bolsas de diálisis (12 KDA), previamente hidratadas con agua milli Q.
- Dejar en diálisis por 3 días en un vaso precipitado 5L cambiando el agua milli Q cada 24 hrs.
- Las soluciones ya dializadas se traspasan a los vasos del equipo Labconco Liofilizador.
- Depositar los frascos sellados, en el baño criogénico (-40°C) y dejar congelar por al menos 2hrs.
- Liofilizar por 3 días.
- Retirar y pesar usando mascarilla y luego guardar.

8.2. Protocolo síntesis de reducción óxido de grafeno

Síntesis de reducción óxido de grafeno

Materiales

Medir 400 ml de agua (H_2O) y agregar 0.48 de TRIS.

Introducir dos gotas de ácido clorhídrico (HCl) para reducir el pH a 9.

Incorporar la dopamina y verificar que el pH alcance 8.5.

Agregar óxido de grafeno y agitar enérgicamente para lograr una homogeneidad media.

Someter la mezcla a sonicación durante 30 minutos para mejorar la homogeneidad.

Calentar la mezcla durante 24 horas.

Filtrar la solución resultante.

Realizar un lavado cuidadoso del filtrado.

Someter la solución a un proceso de diálisis durante 3 días.

8.3. Protocolo síntesis de solución KI

Objetivo: Preparar una mezcla de solución con una concentración de 1M de yoduro de potasio (KI) en 100 ml de solvente.

Materiales:

- Reactivo KI (yoduro de potasio)
- Balanza analítica
- Vaso precipitado de 100 ml
- Agua destilada

Procedimiento:

- Utilizando una balanza analítica, pese la cantidad requerida de KI según las especificaciones del experimento.
- Para preparar una solución de 1M en 100 ml de solvente, calcule la masa necesaria de KI utilizando su peso molecular. Dado que el peso molecular del KI es de 166.01 g/mol, se deben pesar 16.7687 g de KI en un vaso precipitado de 100 ml.
- Coloque el vaso precipitado en la balanza analítica y añada cuidadosamente la cantidad medida de KI.
- Agregue agua destilada al vaso precipitado hasta alcanzar un volumen total de 100 ml.
- Agite suavemente la mezcla con una varilla de vidrio hasta que el KI esté completamente disuelto y la solución esté homogénea.
- Verificar visualmente que la solución esté homogénea, sin presencia de partículas sólidas.

Almacenamiento:

- Etiquetar adecuadamente el vaso precipitado con la identificación de la solución
- Almacenar la solución en condiciones adecuadas según las instrucciones del reactivo utilizado. Se cubre completamente la solución de yoduro de potasio con papel aluminio para evitar que este cambio de color, ya que es fotosensible y con la exposición al aire, se vuelve amarillo debido a la liberación de yodo [51].

Precauciones:

Utilice equipo de protección personal durante la manipulación de productos químicos.

Manipule los reactivos en un área bien ventilada para evitar la inhalación de vapores o aerosoles.

8.4. Protocolo síntesis de solución KI – H₂SO₄

Síntesis Mezcla de Solución KI – H₂SO₄

Objetivo: Preparar una mezcla de solución con una concentración de 1M de yoduro de potasio (KI) y 1M de H₂SO₄ en 100 ml de solvente.

Material:

- Balanza analítica
- Vaso precipitado de 100 ml
- Matraz aforado de 100 ml
- Pipeta volumétrica de 5 ml
- Pipeta volumétrica de 1 ml
- Varilla de agitación
- Guantes de seguridad
- Gafas de protección

Reactivos:

- Yoduro de potasio (KI)
- Ácido sulfúrico concentrado (H₂SO₄)
- Agua destilada

Procedimiento:

- Utilizando una balanza analítica, pese la cantidad requerida de KI según las especificaciones del experimento.
- Para preparar una solución de 1M en 100 ml de solvente, calcule la masa necesaria de KI utilizando su peso molecular.
- Dado que el peso molecular del KI es de 166.01 g/mol, se deben pesar 16.768g de KI en un vaso precipitado de 100 ml.
- Agregar 30 ml de agua destilada al vaso precipitado que contiene el KI y agitar suavemente para disolver completamente el sólido.
- En otro vaso precipitado de 100 ml, medir con precisión 5.611 ml de ácido sulfúrico concentrado (H₂SO₄) [52] utilizando la pipeta volumétrica de 5 ml y otra de 1 ml.
- Con extrema precaución y utilizando los equipos de protección adecuados (guantes y gafas), agregar lentamente el ácido sulfúrico al vaso precipitado que contiene el KI disuelto. Agitar suavemente para mezclar los reactivos.
- Luego, transferir la solución resultante al matraz aforado de 100 ml.
- Llenar el matraz aforado con agua destilada hasta la marca de aforo de 100 ml. Asegurarse de que la solución esté completamente mezclada agitando suavemente el matraz.
- Verificar visualmente que el menisco de la solución esté alineado con la marca de aforo.
- Una vez preparada la solución, etiquetar el matraz aforado adecuadamente con la concentración y envolver el matraz con papel aluminio para proteger de la luz directa la solución.

Almacenamiento

- Se cubre completamente la solución de yoduro de potasio con papel aluminio para evitar que este cambio de color, ya que es fotosensible y con la exposición al aire, se vuelve amarillo debido a la liberación de yodo [51].

Precauciones

- Utilice equipo de protección personal durante la manipulación del reactivo, es decir delantal y guantes.
- Manipule los reactivos en un área bien ventilada para evitar la inhalación de vapores o aerosoles.

8.5. Protocolo de calibración potencióstato Gamry Interface 1010E

1. Se debe conectar el terminal de tierra del chasis, indicado con una flecha roja en la parte posterior del potencióstato en la figura 34 , a una conexión a tierra confiable y conocida.



Figura 34 Chassis Ground del potencióstato Gamry [29]

2. Luego se conectan los cables por color a placa de calibración de $2\text{k}\Omega$ como se observa en la figura 35.



Figura 35 Imagen referencial de placa de calibración [29]

3. Se coloca la celda ficticia dentro de la caja de protección para calibración, se cierra y se conecta el cable de tierra flotante negro del cable de la celda al poste de conexión a tierra del blindaje, como se observa en la figura 36.



Figura 36 Imagen referencial de caja de protección con placa de calibración [29]

4. Una vez finalizada las conexiones se abre el software Gamry Framework, se selecciona Experimento > Utilidades > Calibrar instrumento, en la figura 37 se observa paso a paso cómo

abrir el software y realizar la calibración del equipo. Finalmente se selecciona el modelo del potenciostato a trabajar, y luego se selecciona el botón de opción para el tipo de calibración y se hace clic en el botón aceptar.

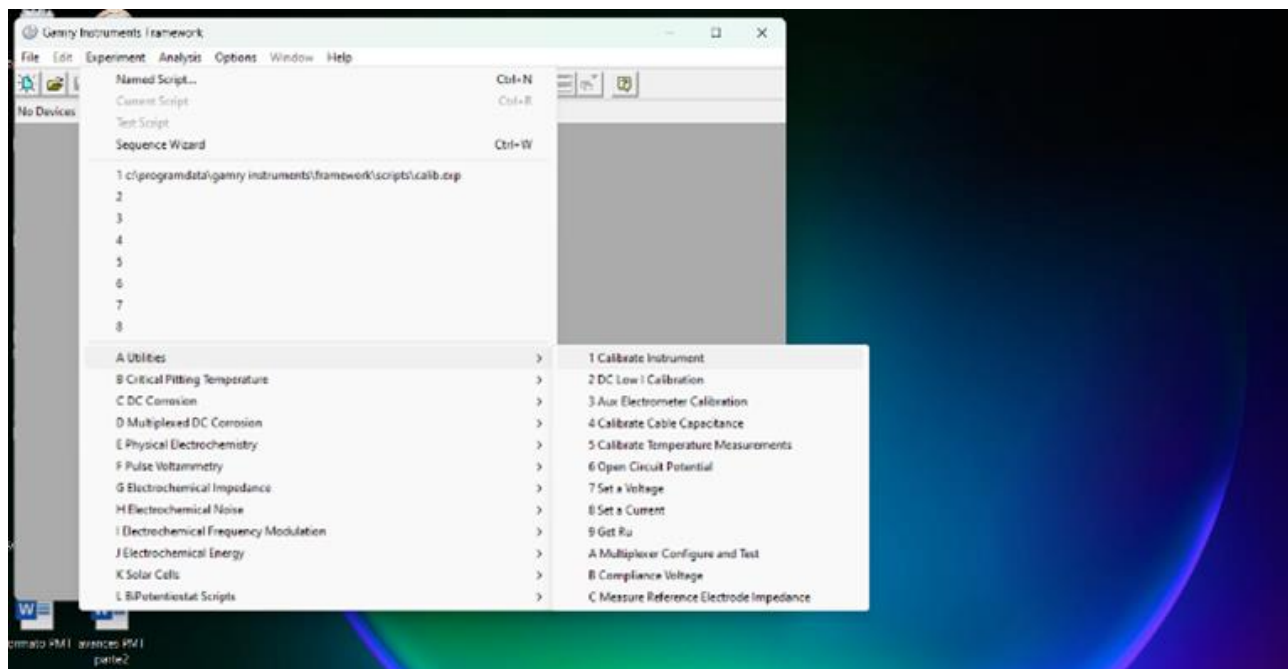


Figura 37 Pasos para proceso de calibración con software Gamry Framework [45]

8.6. Validación de valores KKT

KKT	
$193,6 \times 10^{-6}$	0,0001936
$69,59 \times 10^{-6}$	0.00006959
$437,7 \times 10^{-6}$	0.0004377
$51,20 \times 10^{-6}$	0.0000512
$1,562 \times 10^{-3}$	0.0015620
$2,413 \times 10^{-5}$	0.00002413
$1,836 \times 10^{-5}$	0.00001836
$1,348 \times 10^{-5}$	0.00001348
$1,926 \times 10^{-5}$	0.00001926

Para evaluar si los valores son válidos, primero debemos asegurar el error relativo de los datos experimentales. Para esta evaluación, se debe comparar cada valor con un umbral del 5% (0.05).

Primero transformamos los valores anteriores de notación científica a valores decimales. Luego, se comparan los valores convertidos si son inferiores al umbral del 5%.

A modo de conclusión todos los valores son mucho más inferiores que el umbral del 5% por lo que estos sugieren que los datos experimentales son consistentes con un sistema causal, estable y lineal y que el ajuste del modelo de circuito equivalente es adecuado.

8.7. Valores obtenidos de técnica EIS

Tabla 9 Valores obtenidos de EIS muestras hidrogeles ALG con solución de KI-H₂SO₄ con sus errores respectivos

M	R1[Ω]	R2[Ω]	R4[Ω]	C3[F]	C5[F]	W6 [S*s ^{1/2}]
1	20,79 ± 177,3x10 ⁻³	30,70 ± 2,715	22,82 ± 2,746	23,82 3x10 ⁻⁶ ± 4,355x10 ⁻⁶	6,710x10 ⁻⁶ ± 330,7x10 ⁻⁹	53,90 x10 ⁻³ ± 3,710x10 ⁻³
2	1,671x10 ⁻³ ± 874,2x10 ⁻³	119,1 ± 867,6x10 ⁻³	12,68 ± 811,1x10 ⁻³	3,884x 10 ⁻⁶ ± 45,56x10 ⁻⁹	97,82x10 ⁻⁹ ± 13,86x10 ⁻⁹	28,03 x10 ⁻³ ± 1,714x10 ⁻³
3	14,14 ± 126,0x10 ⁻³	109,2 ± 2,449	32,61 ± 2,372	11,52x10 ⁻⁶ ± 636,3x10 ⁻⁹	5,629x10 ⁻⁶ ± 171,4x10 ⁻⁹	20,25 x10 ⁻³ ± 1,206x10 ⁻³
4	33,51 ± 247,3x10 ⁻³	90,10 ± 2,838	111,5 ± 3,099	6,770x10 ⁻⁶ ± 136,6 x 10 ⁻⁹	56,82x10 ⁻⁶ ±4,037 x10 ⁻⁶	7,607x10 ⁻⁶ ± 269,7x10 ⁻⁶
5	421,8 ± 2,530	624,1 ± 54,94	6,202 x10 ³ ± 90,88	9,721x10 ⁻⁶ ± 399,1x10 ⁻⁹	9,602x10 ⁻⁶ ± 293,5x10 ⁻⁹	724,7x10 ⁻⁶ ± 667,4x10 ⁻⁶
6	277,1 ± 1,999	72,97 ± 27,50	226,9 ± 26,19	5,496x10 ⁻⁶ ±859,3x10 ⁻⁹	7,753x10 ⁻⁶ ± 1,847x10 ⁻⁶	9,720x10 ⁻³ ± 2,814x10 ⁻³
7	445,7 ± 3,066	2,264x10 ⁶ ± 600x10 ¹⁸	96,99 ± 5,004	3,565x10 ³ ± 185,3x10 ⁶	4,876x10 ⁻⁶ ± 629,3x10 ⁻⁹	46,54x10 ⁻³ ± 38,54x10 ⁻³
8	31,62 ± 0,2608	26,19 ± 3,174	27,12 ± 3,128	6,129x10 ⁻⁶ ± 3,22x10 ⁻⁷	2,92 x 10 ⁻⁵ ± 7,023x10 ⁻⁷	0,07234 ± 7,052x10 ⁻³
9	354,0 ± 2,433	19,14x10 ³ ±63,04x10 ¹⁵	4,757x10 ³ ± 271,3x10 ⁶	90,73 ± 4,064	5,299x10 ⁻⁶ ± 5,88x10 ⁻⁷	0,05183 ± 0,392x10 ⁻³

R1–R2–R4: resistencias – C3 y C5: capacitor —W6: Elemento de Warburg

Los valores que se encuentran después del signo (±) corresponde al margen de error que tiene cada parámetro.

8.8. Desbloqueo del potencial del KI como aditivo redox en supercondensadores mediante la mejora sinérgica con H₂SO₄ como coelectrolito.

En este trabajo investigativo desarrollado por Ishita y Priyanka Sahoo [40] , se observó que la incorporación de reacciones farádicas rápidas y reversibles a través de grupos redox activos unidos al material del electrodo puede conducir a una mayor capacidad de almacenamiento de carga. Para demostrar esta interacción, primero escogieron los materiales, que fueron tres electrolitos de uso común H₂SO₄ (ácido), Na₂SO₄ (neutro) y KOH (básico), además de KI (yoduro de potasio). Luego realizaron mediciones electroquímicas bajo una celda de tres electrodos: un disco de GC como electrodo de trabajo (WE), cables de platino como electrodo auxiliar (CE) y pseudoelectrodos de referencia (RE). La respuesta electroquímica en la celda de tres electrodos se evaluó utilizando espectroscopia de impedancia electroquímica (EIS) y voltamperometría cíclica (CV). (Para el desarrollo de esta investigación se utilizaron las mismas técnicas de medición)

Los resultados mostraron que la utilización máxima del potencial del KI mejora el almacenamiento de carga se logra con EE ácido (H_2SO_4) lo que de otro modo no se logra con los EE básicos (KOH) o neutros (Na_2SO_4).

8.9. Valores obtenidos de técnica CV

Tabla 10 Valores obtenidos de CV solución de KI- H_2SO_4

Muestra	Norm Ic [A/(V/s)]	Norm Ia [A/(V/s)]	Vfc [V vs Ref]	Vfa [V vs Ref]	ΔE
Solución KI - H_2SO_4	-0,7295	0,1706	-0,9843	0,9779	1,9622

Norm Ic: Corriente catódica normalizada – Norm Ia: Corriente anódica normalizada – Vfc: Potencial catódico
Vfa: potencial anódico – ΔE : diferencia de potencial

UNIVERSIDAD DE CONCEPCIÓN – FACULTAD DE INGENIERÍA

RESUMEN DE MEMORIA DE TÍTULO

Departamento Departamento de Ingeniería Eléctrica
Carrera Ingeniería Civil Biomédica
Nombre del memorista Josefa Antonia Teresa Silva Vera
Título de la memoria CARACTERIZACIÓN ELECTROQUÍMICA DE HIDROGELES DE ALGINATO CON ÓXIDO DE GRAFENO REDUCIDO MEDIANTE TÉCNICA EIS Y VOLTAMETRÍA CÍCLICA

Fecha de la presentación oral: 28 de agosto 2024

Profesor(es) Guía Esteban Pino Q. y Katherina Fernández E.
Profesor(es) Revisor(es) Luis Felipe Montoya R.
Concepto :
Calificación :

Resumen

En este proyecto investigativo se desarrollaron hidrogeles con biomateriales y biocompatibles destinados a favorecer la regeneración celular. Un hidrogel con base de alginato (ALG), calcio (Ca), tanino (TA) y óxido de grafeno reducido (rGO) con variaciones en sus concentraciones, fueron elaborados y analizados usando un potenciostato mediante una celda de trabajo de tres electrodos. Para evaluar su conductividad electroquímica

mediante dos técnicas: voltametría cíclica (CV) y espectroscopia de impedancia (EIS).

Primero, se llevó a cabo una revisión bibliográfica para entender las técnicas utilizadas y el comportamiento de los materiales. Posteriormente, se prepararon muestras de hidrogel y se realizaron pruebas electroquímicas (EIS y CV) con el potenciostato para ajustar los parámetros necesarios. Con base en estas pruebas, se definió una metodología que incluyó la elaboración del hidrogel y la preparación de la solución de KI-H₂SO₄, con el propósito de conocer el comportamiento electroquímico, la capacidad de almacenamiento de carga y la impedancia de las muestras sumergidas en la celda de trabajo. Se realizaron entre 5 y 8 ciclos de voltamperometría cíclica y luego de 2 a 3 ciclos de pruebas de EIS.

Los datos obtenidos de ambas técnicas se analizaron para evaluar la conductividad electroquímica de los hidrogeles en función de las variaciones en las concentraciones de los componentes. Durante el estudio, se observó que las concentraciones de rGO tenían un impacto significativo en la respuesta electroquímica de los hidrogeles.

Los resultados indicaron que la muestra que contenía un 9% de rGO y 4.8% de TA presentó la mejor combinación en términos de baja resistencia. Específicamente, se obtuvieron valores de resistencias de R1: 31,62[Ω], R2: 26,19[Ω] y R4: 27,12[Ω]. Sin embargo, en cuanto a la capacitancia, esta muestra presentó valores más altos, con C3: 6,13 x10⁻⁶[F] y C3: 2,92x10⁻⁵[F]. Estos resultados sugieren que esta formulación no sólo es eficiente en la conducción de corriente, sino que también proporciona una alta capacidad de almacenamiento de carga. Además, se destacó como la más estable y precisa para aplicaciones electroquímicas.