



ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO

FACULTAD DE CIENCIAS

CARRERA FÍSICA

**“SÍNTESIS VERDE PARA LA PRODUCCIÓN DE ÓXIDO DE
GRAFENO REDUCIDO A PARTIR DE EXTRACTOS DE
POLIFENOL DERIVADOS DEL JENGIBRE Y LA CORTEZA DEL
EUCALIPTO”**

Trabajo de Integración Curricular

Tipo: Proyecto de Investigación

Presentado para optar al grado académico de:

FÍSICO

AUTOR: JESÚS ENRIQUE ANDRADE ANDRADE

DIRECTORA: Ing. GABRIELA VIVIANA TUBÓN USCA Ph.D

Riobamba-Ecuador

2022

©2022, Jesús Enrique Andrade Andrade

Se autoriza la reproducción total o parcial, con fines académicos, por cualquier medio o procedimiento, incluyendo la cita bibliográfica del documento, siempre y cuando se reconozca el Derecho de Autor.

Yo, JESÚS ENRIQUE ANDRADE ANDRADE, declaro que el presente Trabajo de Integración Curricular es de mi autoría y los resultados del mismo son auténticos. Los textos en el documento que provienen de otras fuentes están debidamente citados y referenciados.

Como autor asumo la responsabilidad legal y académica de los contenidos de este Trabajo de Integración Curricular; el patrimonio intelectual pertenece a la Escuela Superior Politécnica de Chimborazo.

Riobamba, 20 de mayo de 2022.




Jesús Enrique Andrade Andrade

C.I.060404070-9

ESCUELA SUPERIOR POLITÉCNICA DE CHIMBORAZO
FACULTAD DE CIENCIAS
CARRERA FÍSICA

El Tribunal del Trabajo de Integración Curricular certifica que: El Trabajo de Integración Curricular Tipo: Proyecto de Investigación, **SÍNTESIS VERDE PARA LA PRODUCCIÓN DE ÓXIDO DE GRAFENO REDUCIDO A PARTIR DE EXTRACTOS DE POLIFENOL DERIVADOS DEL JENGIBRE Y LA CORTEZA DEL EUCALIPTO** , realizado por el señor: **JESÚS ENRIQUE ANDRADE ANDRADE**, ha sido minuciosamente revisado por los Miembros del Tribunal del Trabajo de Integración Curricular, el mismo que cumple con los requisitos científicos, técnicos, legales, en tal virtud el Tribunal Autoriza su presentación.

	FIRMA	FECHA
Dr. Richard Wilians Pachacama Choca PRESIDENTE DEL TRIBUNAL	 -----	2022-06-16 -----
Ing. Gabriela Viviana Tubón Usca PhD. DIRECTORA DEL TRABAJO DE INTEGRACIÓN CURRICULAR	 -----	2022-06-16 -----
Biof. Rosa Ormaza Hugo Msc. MIEMBRO DEL TRIBUNAL	 -----	2022-06-16 -----

DEDICATORIA

Este trabajo es dedicado principalmente al niño que me antecedió, al que aún vive en mí, en este se refleja mi elección de vida, de cómo mi capacidad de asombro se mantiene y se mantendrá intacta, de cómo escogí el maravillarme por el mundo como vocación profesional. Lo dedico también, a todas las personas que hacen de mi vida una experiencia maravillosa, en especial a mi hermana, Ely que con su dulzura me recuerda cada día lo que realmente importa en la vida y a mis padres, Cecilia y Jesús, que siempre me han respaldado, bajo cualquier circunstancia me han apoyado.

“La razón por la que encaro al firmamento, es porque brazos cálidos cuidan mis pasos”

Jesús

AGRADECIMIENTO

Agradezco encarecidamente a mis amigos y maestros que han hecho de esta experiencia mucho más gratificante, compartimos pasiones y es por ello que hemos formado lasos que siempre recordaré con alegría. Agradezco también a Gaby Tubón quien me enseñó los diferentes matices de la investigación científica, los gustos y pesares que conforman la misma y gracias sobre todo por compartir el entusiasmo que hemos puesto en este trabajo.

Jesús

TABLA DE CONTENIDO

ÍNDICE DE TABLAS.....	x
ÍNDICE DE FIGURAS.....	xii
ÍNDICE DE GRÁFICOS.....	xiii
ÍNDICE DE ANEXOS.....	vi
ÍNDICE DE ABREVIATURAS.....	vi
RESUMEN.....	xviii
ABSTRACT.....	xviii
INTRODUCCIÓN.....	1

CAPÍTULO I

1. MARCO TEÓRICO REFERENCIAL	4
1.1. Antecedentes de la investigación	4
1.2. Bases teóricas	7
1.2.1. Nanomateriales	7
1.2.2. Grafeno y su historia	7
1.2.3. Propiedades del grafeno	9
1.2.3.1. Propiedades térmicas	9
1.2.3.2. Propiedades mecánicas	10
1.2.3.3. Propiedades ópticas	11
1.2.3.4. Propiedades químicas	12
1.2.3.5. Propiedades electrónicas	13
1.2.3.6. Propiedades eléctricas	14
1.2.3.7. Superficie específica teórica	15
1.2.3.8. Alta capacidad de adsorción	15
1.2.4. Métodos de sintetización	16
1.2.4.1. Enfoque Bottom-up	16
1.2.4.2. Enfoque Top down	18
1.2.5. Óxido de grafeno (GO)	21
1.2.5.1. Estructura	23
1.2.5.2. Propiedades	25
1.2.5.3. Síntesis de GO	25
1.2.6. Óxido de grafeno reducido (rGO)	27
1.2.6.1. Estrategias de reducción:	28

1.2.7.	<i>Agentes reductores nocivos</i>	30
1.2.7.1.	<i>Hidracina:</i>	30
1.2.7.2.	<i>Derivados del bromo</i>	31
1.2.7.3.	<i>Borohidruro de sodio</i>	31
1.2.8.	<i>Agentes reductores ecofriendly:</i>	32
1.2.8.1.	<i>Fenoles y polifenoles:</i>	32
1.2.9.	<i>Relación costo-producción</i>	33

CAPÍTULO II

2.	MARCO METODOLÓGICO	35
2.1.	Hipótesis y variables	35
2.1.1.	<i>Hipótesis general</i>	35
2.1.2.	<i>Hipótesis específicas</i>	35
2.2.	Identificación de variables	35
2.2.1.	<i>Variables independientes</i>	35
2.2.2.	<i>Variables dependientes</i>	35
2.3.	Operacionalización de las variables	36
2.4.	Matriz de consistencia	37
2.5.	Tipo y diseño de investigación	38
2.5.1.	<i>Tipo de investigación</i>	38
2.5.2.	<i>Diseño de investigación</i>	39
2.6.	Unidad de análisis	39
2.7.	Población de estudio	40
2.8.	Tamaño de muestra	40
2.9.	Método de muestreo	40
2.10.	Técnica de recolección de datos	40
2.10.1.	<i>Obtención de la corteza del eucalipto</i>	40
2.10.2.	<i>Obtención de la muestra de jengibre</i>	41
2.10.3.	<i>Pretratamiento de la muestra de corteza de eucalipto</i>	42
2.10.4.	<i>Pretratamiento de la muestra de jengibre</i>	42
2.10.5.	<i>Molienda de las muestras</i>	43
2.10.6.	<i>Síntesis de compuestos polifenólicos</i>	43
2.10.6.1.	<i>Síntesis del reactivo Folin-Ciocalteu</i>	43
2.10.6.2.	<i>Conteo de polifenoles por el método Folin-Ciocalteu</i>	44
2.10.6.3.	<i>Síntesis de polifenol a partir de la corteza del (Eucalyptus Globulus Labill)</i>	46
2.10.6.4.	<i>Síntesis de polifenol a partir del jengibre (Zingiber Officinale)</i>	47

2.10.6.5.	<i>Síntesis de óxido de grafeno (GO)</i>	48
2.10.6.6.	<i>Síntesis de óxido de grafeno reducido (rGO)</i>	49
2.10.7.	Caracterización de la materia prima	50
2.10.7.1.	<i>Contenido de la humedad</i>	50
2.10.7.2.	<i>Contenido de ceniza</i>	51
2.10.8.	Caracterizaciones del óxido de grafeno (GO) y del óxido de grafeno reducido (rGO)	51
2.10.8.1.	<i>Espectroscopía al infrarrojo</i>	51
2.10.8.2.	<i>Microscopía electrónica de barrido (SEM)</i>	52
2.10.8.3.	<i>Transmitancia óptica</i>	53

CAPÍTULO III

3.	RESULTADOS Y DISCUSIÓN	55
3.1.	Secado y molienda de las muestras	55
3.2.	Caracterización de la materia prima	56
3.3.	Polifenoles totales en las muestras	57
3.3.1.	<i>Curva de calibración</i>	57
3.3.2.	<i>Conteo de polifenoles totales en la muestra de jengibre y corteza de eucalipto</i>	58
3.3.3.	<i>Caracterización de los extractos de polifenol</i>	60
3.3.3.1.	<i>Microscopía electrónica de barrido (SEM) del extracto de polifenol</i>	60
3.3.3.2.	<i>Espectroscopía ultravioleta visible (UV-visible) de los extractos de polifenol.</i>	60
3.3.3.3.	<i>Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) de los extractos de polifenol</i>	62
3.3.3.4.	<i>Espectroscopía de rayos X (EDS) de los extractos de polifenol.</i>	66
3.3.4.	Características cualitativas previas del GO	67
3.3.4.1.	<i>Rendimiento del GO</i>	68
3.3.5.	Caracterización del GO	69
3.3.5.1.	<i>Microscopía electrónica de barrido (SEM) del GO</i>	69
3.3.5.2.	<i>Espectroscopía ultravioleta visible (UV-visible) del GO</i>	69
3.3.5.3.	<i>Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) del GO.</i>	71
3.3.5.4.	<i>Espectroscopía de rayos X (EDS) del GO</i>	72
3.4.	Ensayos preliminares para el rGO.	73
3.4.1.	<i>Rendimiento de las pruebas piloto</i>	73
3.4.2.	<i>Espectroscopía ultravioleta visible (UV-visible) de los rGO piloto</i>	74
3.4.3.	<i>Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) de los rGO piloto</i>	76
3.5.	Resultados y caracterización del rGO	78

3.5.1.	<i>Rendimiento del rGO.</i>	81
3.5.2.	<i>Características visuales previas del rGO</i>	80
3.5.3.	<i>Análisis estadístico del rendimiento del rGO</i>	82
3.5.4.	<i>Caracterización del rGO</i>	84
3.5.4.1.	<i>Microscopía electrónica de barrido (SEM) del rGO.</i>	84
3.5.4.2.	<i>Espectroscopía ultravioleta visible (UV-visible) rGO.</i>	86
3.5.4.3.	<i>Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) rGO.</i>	89
3.5.4.4.	<i>Espectroscopía de rayos X (EDS) del rGO.</i>	93
	CONCLUSIONES	96
	RECOMENDACIONES	98
	BIBLIOGRAFÍA	
	ANEXOS	

ÍNDICE DE TABLAS

Tabla 1-2:	Operacionalización de Variables	36
Tabla 2-2:	Matriz de consistencia.	37
Tabla 3-2:	Diseño experimental de la investigación.	39
Tabla 4-2:	Síntesis del reactivo Folin-Ciocalteu.	44
Tabla 5-2:	Construcción de la recta de calibración.	44
Tabla 6-2:	Método para la extracción de polifenoles a partir de corteza de eucalipto.	46
Tabla 7-2:	Método para la extracción de polifenoles a partir del jengibre.	47
Tabla 8-2:	Método <i>Hummers</i> modificado para la síntesis de GO.	48
Tabla 9-2:	Método propuesto para la reducción del GO.	49
Tabla 10-2:	Método para determinar el contenido de humedad de las muestras tomadas.	50
Tabla 11-2:	Método para determinar el contenido de ceniza de las muestras tomadas.	51
Tabla 12-2:	Método para determinar grupos funcionales por espectroscopía de infrarrojo. ..	52
Tabla 13-2:	Proceso para el uso del SEM.	53
Tabla 14-2:	Método para medir la transmitancia de las muestras.	53
Tabla 1-3:	Masa de las muestras durante el secado, la molienda y tamizaje.	56
Tabla 2-3:	Composición química de la muestra de jengibre y corteza de eucalipto.	56
Tabla 3-3:	Fenoles totales en los extractos de jengibre y corteza de eucalipto.	58
Tabla 4-3:	Grupos funcionales presentes en el extracto de polifenol de la corteza de eucalipto.	63
Tabla 5-3:	Grupos funcionales presentes en el extracto de polifenol del jengibre.	65
Tabla 6-3:	Valores porcentuales del EDS en el extracto de polifenol del jengibre.	66
Tabla 7-3:	Rendimiento del GO obtenido.	68
Tabla 8-3:	Grupos funcionales presentes en el GO.	71
Tabla 9-3:	Valores porcentuales del EDS en GO.	72
Tabla 10-3:	Rendimiento del rGO piloto	74
Tabla 11-3:	Grupos funcionales presentes en el ensayo piloto rGO de eucalipto.	76
Tabla 12-3:	Grupos funcionales presentes en el ensayo piloto rGO de jengibre.	77
Tabla 13-3:	Rendimiento del rGO de los seis experimentos.	80
Tabla 14-3:	Varianza del rendimiento del rGO bajo el uso de extracto de polifenol de la corteza de eucalipto.	82
Tabla 15-3:	Varianza del rendimiento del rGO bajo el uso de extracto de polifenol del jengibre.	83
Tabla 16-3:	Grupos funcionales presentes en el rGO A.	89
Tabla 17-3:	Grupos funcionales presentes en el rGO F.	821

Tabla 18-3:	Valores porcentuales del EDS en rGO A18	93
Tabla 19-3:	Valores porcentuales del EDS en rGO A24.	94

ÍNDICE DE FIGURAS

Figura 1-1:	Grafeno con átomos de carbono con hibridación sp^2	8
Figura 2-1:	Conductividad térmica (experimental y teórica) de láminas de grafeno suspendidas con diferente número de capas.....	10
Figura 3-1:	(a) Transparencia del grafeno monocapa y bicapa ante la luz blanca. (b) Transparencia de 1, 2, 3 y 4 capas de grafeno sobre sustrato de Si.....	12
Figura 4-1:	Hibridación presente en el grafeno	13
Figura 5-1:	Representación de la dispersión electrónica del grafeno y sus puntos de Dirac.....	14
Figura 6-1:	Representación de la banda de valencia y de conducción de diferentes.....	14
Figura 7-1:	Superestructura del grafeno sobre Sic y su imagen obtenido mediante microscopía de barrido tunel (STM).....	17
Figura 8-1:	Proceso CVD para la obtención de láminas de grafeno.....	18
Figura 9-1:	Proceso de oxidación-exfoliación de GO a rGO.....	22
Figura 10-1:	Reacciones foto inducidas de diferentes niveles de GO representadas en su banda de conducción y valencia.....	23
Figura 11-1:	Modelos estructurales del GO.....	24
Figura 12-1:	Proceso de reducción del GO.....	27
Figura 13-1:	Reducción por el desplazamiento del grupo epóxido.....	29
Figura 1-2:	Mapa de la ubicación geográfica de la estación Tunshi-ESPOCH.....	41
Figura 2-2:	Muestra de jengibre <i>Zingiber Officinale</i>	42
Figura 1-3:	Análisis SEM del extracto de polifenol de la corteza del eucalipto.....	60
Figura 2-3:	Cambio de color en el óxido de grafito.....	67
Figura 3-3:	Análisis SEM del GO: A.- aumento a 10 μm y B.- aumento a 5 μm	69
Figura 4-3:	Experimentos A, B y C usando extracto de polifenol de la corteza de ucalipto	78
Figura 5-3:	Experimentos D, E y F usando extracto de polifenol del jengibre.....	79
Figura 6-3:	Características visuales del GO (A.-) y el rGO (B.-).....	81
Figura 7-3:	Análisis SEM del rGO A18: A.- aumento a 50 μm y B.- aumento a 20 μm	84
Figura 8-3:	Análisis SEM del rGO A24: A.- aumento a 50 μm y B.- aumento a 20 μm	85
Figura 9-3:	Comparación del análisis SEM del GO (A.-) y el rGO (B.-).....	85

ÍNDICE DE GRÁFICOS

Gráfico 1-3:	Curva de calibración para el estudio de concentración de polifenoles totales.	57
Gráfico 2-3:	Análisis UV-visible del extracto de polifenol de la corteza de eucalipto.	61
Gráfico 3-3:	Análisis UV-visible del extracto de polifenol del jengibre.	62
Gráfico 4-3:	Análisis FTIR del extracto de polifenol de la corteza de eucalipto.	63
Gráfico 5-3:	Análisis FTIR del extracto de polifenol del jengibre.	64
Gráfico 6-3:	Análisis EDS del extracto de polifenol del eucalipto.	66
Gráfico 7-3:	Análisis UV-visible del GO.	70
Gráfico 8-3:	Análisis FTIR del GO.	71
Gráfico 9-3:	Análisis EDS del GO.	72
Gráfico 10-3:	Análisis UV-visible del rGO piloto usando polifenol de eucalipto.	74
Gráfico 11-3:	Análisis UV-visible del rGO piloto usando polifenol de jengibre.	75
Gráfico 12-3:	Análisis FTIR del rGO piloto usando polifenol de eucalipto.	76
Gráfico 13-3:	Análisis FTIR del rGO piloto usando polifenol de jengibre.	77
Gráfico 14-3:	Análisis UV-visible del rGO A.	86
Gráfico 15-3:	Análisis UV-visible del rGO D.	87
Gráfico 16-3:	Análisis FTIR del rGO A.	89
Gráfico 17-3:	Análisis FTIR del rGO F.	91
Gráfico 18-3:	Análisis EDS del rGO A18.	93
Gráfico 19-3:	Análisis EDS del rGO A24.	94

ÍNDICE DE ANEXOS

- ANEXO A:** SECADO, MOLIENDA Y TAMIZAJE DE LAS MUESTRAS.
- ANEXO B:** EXTRACCIÓN DE POLIFENOLES DE LAS MUESTRAS.
- ANEXO C:** SÍNTESIS DEL GO MEDIANTE EL MÉTODO *HUMMERS* MODIFICADO
- ANEXO D:** CONTEO DE POLIFENOLES MEDIANTE EL MÉTODO *FOLIN CIOCALTEU*
- ANEXO E:** REDUCCIÓN DEL GO
- ANEXO F:** CANTIDAD DE CENIZA Y HUMEDAD
- ANEXO G:** ANÁLISIS UV-VISIBLE
- ANEXO H:** ANÁLISIS FTIR.
- ANEXO I:** ANÁLISIS SEM.
- ANEXO J:** ESPECTROS FTIR REALIZADOS.
- ANEXO K:** ESPECTROS UV-VISIBLE REALIZADOS.
- ANEXO L:** IMÁGENES SEM OBTENIDAS
- ANEXO M:** CÁLCULO DE LA HUMEDAD DE LAS MUESTRAS.
- ANEXO N:** CÁLCULO DE LA CANTIDAD DE CENIZA DE LAS MUESTRAS.
- ANEXO O:** CÁLCULO DE POLIFENOLES TOTALES.

ÍNDICE DE ABREVIATURAS

GO:	Óxido de grafeno reducido
rGO:	Óxido de grafeno reducido
MJ:	Masa de jengibre
ME:	Masa de corteza de eucalipto
KMnO₄:	Permanganato de potasio
NaNO₃:	Nitrato de sodio
CVD:	<i>Chemical vapor deposition</i> (Deposición en fase de vapor)
SEM:	<i>Scanning Electron Microscope</i> (Microscopia Electrónica de Barrido)
FTIR:	<i>Fourier transform infrared spectroscopy</i> (Espectroscopia Infrarroja por Transformada de Fourier)
UV-VIS:	<i>Ultraviolet-visible spectroscopy</i> (Espectroscopia ultravioleta-visible)
EDS:	<i>Energy-dispersive X-ray spectroscopy</i> (Dispersión de energía de rayos X)
STM:	Scanning tunneling microscope (Microscopía electrónica de túnel)
rGO A18:	Óxido de grafeno reducido usando polifenol de eucalipto a $920 \frac{\mu\text{g}}{\text{ml}}$ con un tiempo de acción de 18 h
rGO A20:	Óxido de grafeno reducido usando polifenol de eucalipto a $920 \frac{\mu\text{g}}{\text{ml}}$ con un tiempo de acción de 20 h
rGO A24:	Óxido de grafeno reducido usando polifenol de eucalipto a $920 \frac{\mu\text{g}}{\text{ml}}$ con un tiempo de acción de 24 h
rGO B18:	Óxido de grafeno reducido usando polifenol de eucalipto a $460 \frac{\mu\text{g}}{\text{ml}}$ con un tiempo de acción de 18 h
rGO B20:	Óxido de grafeno reducido usando polifenol de eucalipto a $460 \frac{\mu\text{g}}{\text{ml}}$ con un tiempo de acción de 20 h
rGO B24:	Óxido de grafeno reducido usando polifenol de eucalipto a $460 \frac{\mu\text{g}}{\text{ml}}$ con un tiempo de acción de 24 h
rGO C18:	Óxido de grafeno reducido usando polifenol de eucalipto a $110 \frac{\mu\text{g}}{\text{ml}}$ con un tiempo de acción de 18 h
rGO C20:	Óxido de grafeno reducido usando polifenol de eucalipto a $110 \frac{\mu\text{g}}{\text{ml}}$ con un tiempo de acción de 20 h
rGO C24:	Óxido de grafeno reducido usando polifenol de eucalipto a $110 \frac{\mu\text{g}}{\text{ml}}$ con un tiempo de acción de 24 h

- rGO D18:** Óxido de grafeno reducido usando polifenol de jengibre a $110 \frac{\mu\text{g}}{\text{ml}}$ con un tiempo de acción de 18 h
- rGO D20:** Óxido de grafeno reducido usando polifenol de jengibre a $110 \frac{\mu\text{g}}{\text{ml}}$ con un tiempo de acción de 20 h
- rGO D24:** Óxido de grafeno reducido usando polifenol de jengibre a $110 \frac{\mu\text{g}}{\text{ml}}$ con un tiempo de acción de 24 h
- rGO E18:** Óxido de grafeno reducido usando polifenol de jengibre a $110 \frac{\mu\text{g}}{\text{ml}}$ con un tiempo de acción de 18 h
- rGO E20:** Óxido de grafeno reducido usando polifenol de jengibre a $110 \frac{\mu\text{g}}{\text{ml}}$ con un tiempo de acción de 20 h
- rGO E24:** Óxido de grafeno reducido usando polifenol de jengibre a $110 \frac{\mu\text{g}}{\text{ml}}$ con un tiempo de acción de 24 h
- rGO F18:** Óxido de grafeno reducido usando polifenol de jengibre a $110 \frac{\mu\text{g}}{\text{ml}}$ con un tiempo de acción de 18 h
- rGO F20:** Óxido de grafeno reducido usando polifenol de jengibre a $110 \frac{\mu\text{g}}{\text{ml}}$ con un tiempo de acción de 20 h
- rGO F24:** Óxido de grafeno reducido usando polifenol de jengibre a $110 \frac{\mu\text{g}}{\text{ml}}$ con un tiempo de acción de 24 h

RESUMEN

El objetivo de la presente investigación fue reducir óxido de grafeno (GO) usando polifenoles provenientes del jengibre (*Zingiber officinale*) y de la corteza del eucalipto (*Eucalyptus globulus*). Se realizó una extracción sólido-líquido usando etanol al 99%. Después se realizó un conteo de polifenoles mediante el método *Folin-Ciocalteu*, obteniendo 0,11 y 0,92 Eq. mg GAE/ml para el extracto de jengibre y corteza de eucalipto respectivamente. Se obtuvo GO mediante el método *Hummers* modificado, con un rendimiento del 94,3%. Posteriormente para la biorreducción del GO, se realizaron seis experimentos considerando tres concentraciones de polifenol de corteza de eucalipto 920, 460 y 110 µg/ml una concentración de 110 µg/ml de polifenol de jengibre y tres tiempos de contacto (18, 20 y 24 h) para cada muestra se usó 25 ml de GO. Se calculó el rendimiento del óxido de grafeno reducido (rGO) obteniendo un promedio de 20,5 mg. Para corroborar una dependencia del rendimiento del rGO a la concentración de polifenoles y al tiempo de acción se realizó un análisis ANOVA que en efecto indica la existencia de dicha dependencia. Finalmente, las muestras fueron sometidas a análisis de caracterización UV-visible, FTIR, EDS y SEM: el UV-visible demuestra un corrimiento al rojo pasando de un valor de 232 nm pertenecientes al GO a valores >270nm pertenecientes a los rGO. En el FTIR del GO se observó picos característicos, donde el más prominente fue el perteneciente a grupos hidroxilos mientras que, el análisis FTIR de las muestras de rGO se observó cómo la magnitud de los picos mencionados disminuía. En cuanto al análisis EDS se destaca como la presencia de oxígenos disminuyó por la reducción del GO obteniendo 40,85%, 26,19% y 17,46% para el GO, rGO A18 y rGO A24, respectivamente. Es así, que los polifenoles han actuado como un agente reductor ecológico eficiente.

Palabras clave: <BIORREDUCCIÓN>, <SÍNTESIS VERDE>, <ÓXIDO DE GRAFENO>, <ÓXIDO DE GRAFENO REDUCIDO>, <CORTEZA DE EUCALIPTO>, <JENGIBRE (*Zingiber officinale*)>, <POLIFENOLES>, <NANOMATERIALES>.



1633-DBRA-UTP-2022

ABSTRACT

The aim of this research was to reduce graphene oxide (GO) using polyphenols from ginger (*Zingiber officinale*) and eucalyptus (*Eucalyptus globulus*) bark. A solid-liquid extraction was performed using 99% ethanol. A polyphenol count was then performed using the *Folin-Ciocalteu* method, obtaining 0.11 and 0.92 Eq. mg GAE/ml for ginger extract and eucalyptus bark respectively. GO was obtained by the modified Hummers method, with a yield of 94.3%. Subsequently for GO bioreduction, six experiments were carried out considering three concentrations of eucalyptus bark polyphenol 920, 460 and 110 µg/ml a concentration of 110 µg/ml of ginger polyphenol and three contacttimes (18, 20 and 24 h) for each sample 25 ml of GO was used. The yield of reduced graphene oxide (rGO) was calculated and averaged 20.5 mg. To corroborate a dependence of the rGO yield on polyphenol concentration and time of action, an ANOVA analysis was performed, which indeed indicates the existence of such a dependence. Finally, the samples were subjected to UV-visible, FTIR, EDS and SEM characterisation analyses: UV-visible shows a red shift from a value of 232 nm belonging to GO to values >270nm belonging to rGO. In the FTIR of the GO, characteristic peaks were observed, where the most prominent was the one belonging to hydroxyl groups, while the FTIR analysis of the rGO samples showed how the magnitude of the peaks mentioned above decreased. As for the EDS analysis, the presence of oxygens decreased due to the reduction of GO, obtaining 40.85%, 26.19% and 17.46% for GO, rGO A18 and rGO A24, respectively. Thus, polyphenols have acted as an efficient ecological reducing agent.

Keywords: <BIOREDUCTION>, <GREEN SYNTHESIS>, <GRAPHENE OXIDE>, <REDUCED GRAPHENE OXIDE>, <EUCALYPTUS BARK>, <GINGER (*Zingiber officinale*)>, <POLYPHENOLS>, <NANOMATERIALS>.



Dra. Carmita Eulalia Rojas Castro. Mgs.

0602890469

1633-DBRA-UTP-2022

INTRODUCCIÓN

Identificación del problema:

Tras el descubrimiento del grafeno en el año 2004 hasta nuestros días, varios grupos de investigación han buscado métodos de producción que permitan su uso industrial, los cuales deben ser sencillos de ejecutar y económicos, sin dejar a un lado la calidad necesaria en su constitución estructural. El método de reducción química cumple con estos criterios, este método elimina los grupos funcionales de oxígeno del plano basal del óxido de grafeno (GO) este producto es conocido como óxido de grafeno reducido (rGO) (Chua y Pumera, 2013, p. 292). El rGO presenta propiedades similares al grafeno en su estado puro, por esta razón es ampliamente usado para aplicaciones particulares como una alternativa económica y eficiente, al uso del grafeno monocapa (Tarcan et al., 2020, p. 2).

A pesar de las ventajas ya mencionadas existe un inconveniente importante que requiere solución. El método de reducción química usa agentes reductores altamente peligrosos tanto para el humano como para el medio ambiente (Manchala et al., 2019, p. A) por su naturaleza corrosiva, tóxica e incluso explosiva (Chu et al., 2016, p. 32). Los compuestos usados más comunes son la hidracina, el borohidruro de sodio, hidrato de hidracina y la dimetilhidracina (Stankovich et al., 2007, p. 1564). Acorde a esto, se han desarrollado varias alternativas atractivas que utilizan agentes reductores ecológicos que además de mitigar riesgos de contaminación son sustancialmente más económicos (Manchala et al., 2019, p. A). Entre las propuestas más destacables está el uso de compuestos polifenólicos los cuales están presentes en el jengibre como en la corteza del árbol eucalipto (Vecchio et al., 2016, p. 52).

Justificación de la investigación:

Se desarrollará óxido de grafeno reducido (rGO) usando reductores naturales que permitan reducir el impacto negativo en el medio ambiente y que representen una alternativa eficiente y económica. Uno de ellos será la corteza del eucalipto ya que su extracto es rico en compuestos polifenólicos (Wang et al., 2012, p. 17), su extracción como su procesamiento son bastante sencillos puesto que el árbol del eucalipto es abundante en todos los continentes menos en la Antártica. Se propone utilizar otro agente reductor derivado del extracto de jengibre. Se obtendrá óxido de grafeno (GO) a partir del método de *Hummers* modificado, después se procederá a reducirlo mediante los agentes reductores propuestos en este estudio. Una vez conseguido el producto, rGO, realizaremos una caracterización que nos permita analizar su morfología, así como sus propiedades. En este proceso se usará espectroscopía FTIR, UV-visible y SEM, para la caracterización de las muestras. Por último, se comparará el producto encontrado con los resultados previos publicados en investigaciones que indican las propiedades cualitativas del grafeno en su estado puro. De esta manera, evaluaremos el potencial uso industrial del método propuesto tanto en eficiencia como en su calidad.

Objetivos de la investigación

Objetivo general

Producir óxido de grafeno reducido a partir de extractos de polifenol derivados del jengibre y la corteza del eucalipto.

Objetivos específicos

- Obtener óxido de grafeno a partir del método de *Hummers* modificado.
- Extraer polifenol de la corteza de eucalipto y del jengibre para su posterior uso como agente reductor.
- Obtener óxido de grafeno reducido mediante el uso de los agentes reductores extraídos.

CAPÍTULO I

1. MARCO TEÓRICO REFERENCIAL

1.1. Antecedentes de la investigación

El grafeno es conocido como el material del futuro, distinción otorgada por sus propiedades peculiares como también por sus innumerables aplicaciones. Su popularidad se ha incrementado exponencialmente en las últimas décadas. Entre los años 1986 y 2018 más de 103 000 artículos científicos relacionados directa o indirectamente con el grafeno, se han registrado en la base de datos de Scopus (Tiwari et al., 2018, p. 3). Sin embargo, la concepción teórica del grafeno proviene de la primera mitad del siglo XX. Los análisis teóricos para una capa única de grafito (ahora grafeno) fueron desarrollados por primera vez por P. R. Wallace, en el año 1940. Fue la primera comprensión teórica sistemática de las propiedades electrónicas de las capas de grafito 3D y capas de grafeno en 2D (Tiwari et al., 2018, p. 5).

En el 1958, Hummers WS y Offeman RE desarrollaron un método de oxidación por reacción del grafito, usando intercambiadores de aniones y cationes resinosos, luego estos eran secados al vacío, produciendo por primera vez óxido de grafito puro. Sin embargo, sus esfuerzos no estaban enfocados en el estudio estructural del óxido de grafito, sino más bien a su aplicación como disolvente. Años después, en 1962, gracias al uso de microscopía electrónica de transmisión (TEM), los químicos Hofmann y Boehm lograron observar por primera vez óxido de grafeno reducido (rGO) de una sola capa. Proporcionando así un importante apoyo experimental-teórico de la existencia de una capa atómica de dos dimensiones (Tiwari et al., 2018, p. 6).

No sería hasta el año 2004, que los científicos Andre K. Geim y Konstantin S. Novoselov de la Universidad de Manchester en Inglaterra, obtuvieron una monocapa grafeno, mediante la exfoliación mecánica de una muestra de grafito pegada en cinta adhesiva (Novoselov et al., 2004, p. 667). Este descubrimiento les permitió ganar el premio Nobel en el año 2010. En la actualidad se han realizado trabajos destacados sobre la producción del grafeno a granel, permitiendo las primeras aplicaciones tecnológicas, de un costo relativamente sostenible. Hasta el momento el mercado mundial del grafeno es atendido principalmente por óxido de grafeno (GO), nanoplaquetas de grafeno y grafeno de pocas capas. A pesar del gran avance que se ha obtenido, el grafeno aún se enfrenta a problemas de costo de producción (Tiwari et al., 2018, p. 6).

El grafeno es único, entre los nanomateriales en términos de nano y microestructuración, este es tratado como un material semimetálico, sus propiedades conductoras de calor y electricidad sustentan su rendimiento extraordinario para aplicaciones tecnológicas. En los últimos años se han desarrollado varios prototipos de fabricación avanzada en los campos de ingeniería, ciencia

espacial, biomédica, medicina y energía sostenible (Tiwari et al., 2018, p. 4). El grafeno combina su gran superficie específica con una excepcional conductividad eléctrica, siendo apropiado para procesos de almacenamiento de electricidad, para la creación de baterías, además de poder almacenar gas en especial el hidrógeno que tendrá grandes implicaciones como la “Energía del futuro”

Hoy en día, el mayor reto de la investigación del grafeno es la obtención de métodos de síntesis que tengan un costo suficientemente bajo para la producción industrial del grafeno. Tanto gobiernos como empresas privadas, conscientes del gran impacto que tendrá en la sociedad la adaptación de este nanomaterial, han hecho importantes inversiones: Se estipula que el valor del mercado del grafeno en Estados Unidos, para el año 2024 será alrededor de 58,9 mil millones de dólares, mientras que China, que es el país con mayor solicitud de patentes para la tecnología del grafeno, ha destinado 14,3 mil millones en investigación y desarrollo. En cuanto Europa gracias al consorcio *Graphene Flagship* se han financiado 1000 millones de euros para la investigación del grafeno, siendo España y Alemania quienes lideran estas investigaciones (Nguyen et al., 2020, p. 2). Este gran interés por el desarrollo del grafeno además, del gran sustento económico, permite que cada vez sea más accesible el uso de este material a escalas industriales, a la vez que se hallan nuevas aplicaciones que prometen disrupciones tecnológicas en varios campos.

El método más prometedor en cuanto relación producción-costeo sin duda es la síntesis de óxido de grafeno (GO) sin embargo, muchas de sus propiedades se ven mermadas por su naturaleza estructural, es así que para rescatar en gran medida dichas propiedades se suele hacer un proceso de reducción al GO obteniendo así óxido de grafeno reducido (rGO) el cual posee propiedades similares al grafeno monocapa. Existen múltiples maneras de obtener rGO, una de las maneras más comunes es mediante el método de la reducción química. Este método es bastante eficiente y además relativamente económico en comparación a otros métodos. El punto débil de este método es el uso de agentes reductores contaminantes que son peligrosos para los humanos como para el medio ambiente.

Debido a esto varios esfuerzos de grupos de investigación se han enfocado en producir rGO de manera masiva, económica y no contaminante. Una de las iniciativas que se acopla a estos requerimientos es el uso de agentes reductores resultantes del procesamiento de ingredientes naturales. De acuerdo a la investigación de Khan et al. (2015, p. 2) donde se propuso utilizar extractos de raíces de *Salvadora pérsica* L. (*miswak*) como un agente biorreductante para sintetizar rGO; las raíces de *S. pérsica* L. fueron obtenidas en la región del Sur de Arabia Saudita. En primer lugar, obtuvieron 200 mg de GO dispersado en 40 ml de agua destilada, luego el producto se lo sometió a un proceso de sonicación durante 30 min obteniendo hojas de rGO. La suspensión fue tomada en un matraz de fondo redondo y se lo montó en un condensador de enfriamiento a 100 °C. Luego se añadió 10 ml del extracto de raíz en la suspensión, esta mezcla procedió a agitarse durante 24 h a una temperatura de 98 °C. El polvo conseguido de rGO por filtración fue lavado

con agua desionizada varias veces para eliminar residuos de extracto de raíz. Khan et al. (2015, p. 3) indican que el proceso de reducción del GO sigue una ruta ecológica al usar un agente biorreductor del extracto de raíz de *S. persica* L. (*miswak*) que además de ser significativamente más económico tiene rendimientos similares al uso de agentes reductores sintéticos, proponiendo así su uso potencial de producción a gran escala, para obtener nanohojas de grafeno sin dispersantes.

Bajo el mismo enfoque *eco-friendly* Bhattacharya et al. (2017, p. 26681) han investigado la idoneidad del uso del Aloe vera (AV) como agente reductor verde para la reducción de GO. De manera análoga la extracción de polifenol a partir del Aloe vera, requirió un proceso de lavado, secado y trituración, de manera análoga *Salvadora persica* L. En cuanto a la reducción del GO se añadió 80 ml de agua destilada junto a 0,04 g de polvo del GO, luego se produjo una suspensión durante 30 min, mediante un proceso de ultrasonido. Este proceso varió la concentración de masa del agente reductor de AV en 3, 7.5 y 12 g en 10 ml de agua desionizada y luego se agitó durante 10 min. Una vez agregado la solución de AV al GO suspendido, se sometió a un proceso de reflujo durante 24 h. a 95 °C, a continuación, el producto se centrifugo a aproximadamente 3000 rpm. El polvo que se obtuvo se lavó varias veces con agua destilada, luego con etanol y se secó al aire libre. Bhattacharya et al. (2017, p. 26681) concluyeron que una vez usado el AV como agente reductor verde para la reducción de rGO se obtuvo una eficiencia significativa en la reducción de aproximadamente 73%, han concluido que el papel de los azúcares como de anthaquinonas fueron componentes fundamentales en la reducción del GO, bajo aplicaciones específicas del rGO obtenido se exhibió capacidades de adsorción rápida y cinética de adsorción notables. Fundamentando así, el uso de su método como un potencial candidato para la producción industrial verde, sostenible y económica de rGO.

Los estudios de Haghighi et al. (2013, p. 3) implican el uso de agua de rosas como un agente reductor y estabilizador *eco-friendly* para la reducción química de óxido de grafeno (GO) y la síntesis de nanohojas de rGO. La obtención de GO se realizó mediante el método de Hummers modificado, después, para la obtención de rGO, se agregó 10 ml de agua de rosas a un 12% al GO suspendido luego, se sometió a ultrasonidos durante 30 min. Después el producto se transfirió a una autoclave revestido de teflón calentado a 95 °C durante 5 h. Así mismo al igual de los casos ya mencionados el rGO obtenido se lavó varias veces con agua destilada. Tras un proceso de caracterización similar a los ejemplos mencionados previamente, Haghighi et al. (2013, p. 3) concluyeron con la obtención exitosa de rGO en un medio acuoso utilizando agua de rosas como un agente reductor y estabilizador verde de propiedades eficientes que facilita la tasa de transferencia de electrones de una sonda redox en la interfaz del electrodo modificado. Así que el rGO encontrado mostró ser un excelente electrocatalítico que podría tener aplicaciones importantes en el campo de la biotecnología.

Por estos antecedentes, el trabajo de titulación presentado se enfoca en sintetizar y caracterizar rGO obtenido mediante el uso de polifenoles como agentes bioreductores provenientes del jengibre y la corteza del árbol de eucalipto. Este proyecto de titulación buscará un método económico, *ecofriendly* y eficiente en la obtención de rGO que rescate protocolos simples (como los usados en las investigaciones presentadas) y el uso de instrumentación evidentemente más accesible. De esta manera nuestro enfoque podrá permitir la investigación de aplicaciones futuras del rGO a partir de bioreductores y su posible aplicación industrial.

1.2. Bases teóricas

1.2.1. Nanomateriales

En términos generales un material puede ser considerado como nanomaterial, si sus cualidades morfológicas son menores a $1\ \mu\text{m}$ o al menos una de sus dimensiones está a esta escala (Pokropivny et al., 2007, p. 16). Áreas de la ciencia como son: la física, la química, las nanoestructuras, nanofísica y nanoquímica enfocan sus esfuerzos e intereses en los nanomateriales debido a sus propiedades, las cuales están relacionadas entre sí en gran medida por su gran superficie específica (Superficie por unidad de masa, medida aplicada a sólidos con granos o partículas) (CCRSERI, 2009, p. 1).

Los nanomateriales presentan cualidades internas y externas, relacionadas a sus propiedades. Entre las cualidades internas, se estudia su punto de fusión y ebullición, conductividad térmica y eléctrica, su suavidad o dureza, por nombrar algunas. Estas propiedades se tratan como un problema de mecánica clásica causados por efecto del tamaño (Pokropivny et al., 2007, p. 30). En cuanto a sus propiedades externas, las cuales relacionan al material con su entorno, tenemos la longitud de onda irradiante, longitud de cribado, longitud coherente, y la interacción proveniente de campos eléctricos, magnéticos y de temperatura, que afectan al nanomaterial (Pokropivny et al., 2007, p. 9). Estas relaciones producen efectos cuánticos inesperados, relacionados con la cuantización de la electroconductividad, también debido a estados cuánticos adicionales consecuencia de su baja dimensión, causado por su magnetorresistencia (Pokropivny et al., 2007, p. 9).

1.2.2. Grafeno y su historia

El grafeno es un material de disposición semejante a un panal, formado tan solo por átomos de carbón (Allen et al., 2010, p. 132). El grafeno es un alótropo del carbono, un teselado hexagonal plano, formado por la unión de enlaces covalentes a partir de la superposición de híbridos sp^2 de carbonos enlazados (Li et al., 2016, p. 1). Este material se considera un nanomaterial de dos dimensiones, debido a que su cadena de carbonos se extiende a su largo y ancho, siendo su espesor tan solo de un carbono. Además, debido a su periodicidad y a su estructura hexagonal ordenada,

se considera al grafeno como un cristal de dos dimensiones (Allen et al., 2010, p. 132).

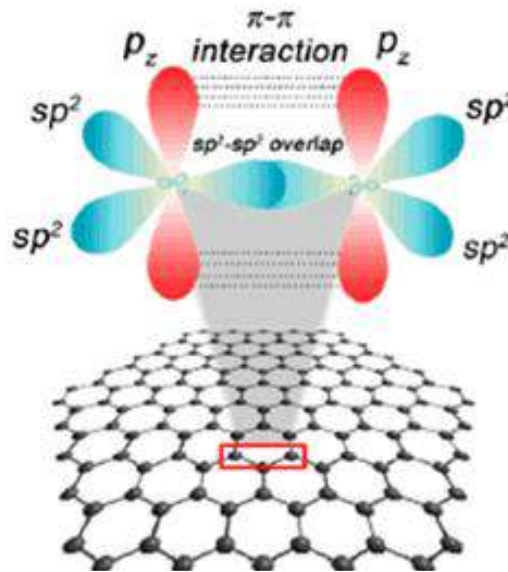


Figura 1-1: Grafeno con átomos de carbono con hibridación

Fuente: Lee, 2019, p. 952.

Para tener una comprensión adecuada del grafeno, a continuación, se presentan los hechos más relevantes en el estudio de este material: La idea generalizada del grafito laminar fue planteada a mediados del siglo XVI (Geim, 2012, p. 2). Años posteriores en 1947 se realizaron varios estudios teóricos por parte de Wallace, J en el año 1956 (Khordar, 2019, p.1) y G.Semenoff en el año 1984 (Semenoff, 1984, p. 2449). Aunque todos los estudios aseguraban la posibilidad de la existencia de una sola lámina de grafito como una red 2D compuesta por átomos de carbono, obtener grafeno de manera experimental no se creía posible. En el año 2004, Geim y Novoselov mediante un proceso rudimentario de exfoliación mecánica obtuvieron una monocapa de átomos de carbón, lo que hoy se conoce como grafeno, este descubrimiento les valió el premio nobel en física del año del 2010 (Gerstner, 2010, p. 836). Años después varios materiales bidimensionales fueron encontrados entre ellos el disulfuro de molibdeno y el nitruro de boro.

Estructuras derivadas del grafeno, como son el GO y el rGO eran propuestas teóricas desde el año 1840. Uno de los estudios pioneros por parte de Schafhaeutl presentaba la inserción de un metal alcalino entre las láminas de carbono, además de procesos de exfoliación del grafito mediante el uso de ácido nítrico y ácido sulfúrico (Malik et al., 2010, p. 2139). Años después se presentaron propuestas para la obtención de GO, entre los más destacables están los estudios de Brodie en 1859, Staudenmair en 1899 y Hummers en el año 1958 (Majalca, 2018, p. 34-35). En 1962, Boehm reportó por primera vez, una estructura de carbón lamelar que contenía una cantidad de hidrógeno y oxígeno, este proceso se realizó mediante reducción química de dispersiones del GO, esto se realizó en medios alcalinos diluidos con hidracina, sulfuro de hidrógeno y sales de hierro (Dreyer

et al., 2010, p. 9338). La primera vez que se acuñó el término “grafeno” fue en el año 1986 por parte de Boehm, a partir de aquí varios estudios han buscado métodos económicos y eficientes para poder hacer accesible esta tecnología, a la vez año tras año se han encontrado varias aplicaciones cada vez más específicas en el uso del grafeno, el GO y el rGO.

1.2.3. Propiedades del grafeno

El grafeno ha recibido una atención considerable por parte de la comunidad científica, no solo por ser uno de los materiales más delgados y resistentes estudiado, sino que también posee propiedades físicas y químicas singulares. Siendo estas características las que hacen del grafeno el material más prometedor en contextos científicos e industriales. A continuación, se presenta las propiedades de mayor relevancia del grafeno (Li, et al., 2016, p. 6640):

1.2.3.1. Propiedades térmicas

La transferencia de calor en el grafeno es mediante vibraciones en su red cristalina. Los átomos más energéticos vibran más y transfieren su energía aquellos átomos lindantes con menor energía. Esta propagación de ondas en la red atómica es conocida como fonones, corpúsculos de energía cuantizada (Kong et al., 2009, p. 1). El grafeno presenta una conducción térmica singular, superando con creces al cobre y a la plata. Esta propiedad le permite disipar el calor y a la vez soportar intensas corrientes eléctricas sin calentarse. Su conductividad térmica es de (2000-5300) $\frac{W}{mK}$ (Baladín et al., 2008, p. 902). El límite superior de este rango es alcanzado en muestras isotópicamente purificadas (0,01% ^{13}C) de dimensiones grandes (Chen et al., 2012, p. 203). Esta cualidad le permite al grafeno, aplicaciones potenciales para la gestión térmica que serán fundamentales en la electrónica moderna, gracias a los beneficios otorgados al disipar el calor y optimizar la función electrónica (Balandin et al. 2008, p. 902). Bajo condiciones de operación de circuitos típicos es posible una disipación significativa, a la vez de un aumento en la temperatura de dispositivos de grafeno (Kim et al. 2009, p. 706)

Es importante señalar que la transferencia de calor en el eje z es sustancialmente inferior en cuanto a sus otras dimensiones, su conductividad es aproximadamente de $6 \frac{W}{mK}$ a temperatura ambiente; esto es debido a las interacciones interplanares débiles por parte de las fuerzas de Van der Waals que se dan en esta dirección. (Nika et al., 2012, p. 6). Varios modelos atribuyen un valor más elevado de conductividad térmica, relacionado con el tamaño de la lámina de grafeno, de manera que su conductividad aumenta cuando las dimensiones laterales son de varias micras. Como indica el modelo de Gruneisen, las dispersiones de fonones son producidas por las posiciones defectivas y

también por los bordes de las láminas (Ghosh et al., 2009, p. 2). De igual manera existe una influencia por la presencia de defectos que impiden el movimiento de fonones en las características morfológicas del grafeno: defectos en la red, espesor o números de capas, la existencia de sustratos e incluso los métodos de medida suman errores que impiden este efecto. (Chen et al., 2011, p. 322)

Es posible inferir que el grafeno multicapa presenta una disminución en su conductividad térmica, en efecto, entre más capas de grafeno sean apiladas su conductividad disminuye, aunque hasta 10 capas de grafeno, se presentan valores elevados de conductividad. Como se observa en la figura 2-1 cuando el número de capas es mayor que cuatro, los valores de conductividad térmica se sitúan por debajo de los valores registrados por el grafito. Generalmente los materiales grafénicos constituidos por menos de 10 capas tienen valores cercanos a los $2000 \frac{W}{mK}$ a lo largo de su plano XY (Balandin, 2011, p. 569).

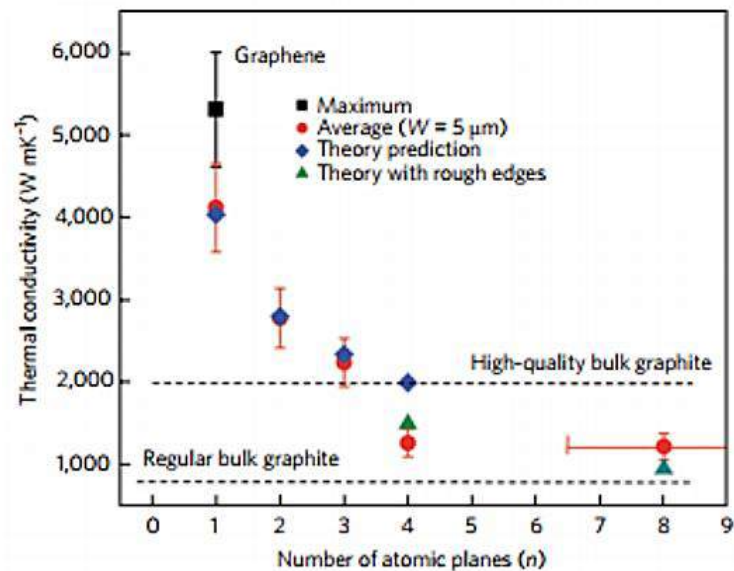


Figura 2-1: Conductividad térmica (experimental y teórica) de láminas de grafeno suspendidas con diferente número de capas (**n**)

Fuente: Balandin, 2011, p. 575.

1.2.3.2. Propiedades mecánicas

Las propiedades mecánicas de los sólidos cristalinos, como el grafeno, son controlados principalmente por las características morfológicas de su red cristalina prístina, así como por los defectos estructurales (Shen et al., 2014, p. 3255). Las interacciones de tipo átomo-átomo se relacionan con las propiedades elásticas, mientras que la resistencia del material o su fuerza depende del contenido de defectos (Hirth et al., 1983, p. 476), dichos defectos son más comunes en escalas macro mientras que en sólidos a escala nano es menos común, incluso algunos ejemplos singulares de

nanomateriales no presentan defectos, esto conlleva a propiedades mecánicas de mayor aplicabilidad (Zhu et al. 2010, p. 735). Habitualmente es posible encontrar muestras de grafeno de gran calidad prácticamente libres de defectos, gracias a métodos de alto costo y de bajo rendimiento como la deposición en fase vapor (CVD).

Uno de los principales estudios sobre las propiedades mecánicas del grafeno, donde se midió el módulo elástico y la fuerza de una lámina de grafeno, se llevó a cabo por parte de los investigadores Gong et al. (2010, p. 2694) quienes obtuvieron como resultado un módulo de Young equivalente a 1 TPa y una fuerza intrínseca de 130 GPa, los valores obtenidos de manera experimental están en el rango que presentan los valores teóricos, 1.05 TPa para el módulo de Young y 110 GPa para la fuerza intrínseca (Ovid'ko, 2013, p. 2). En cuanto a las propiedades elásticas y de resistividad mecánica, una monocapa de grafeno presenta cualidades superiores a cualquier material antes estudiado. Investigaciones sobre su relación fuerza-desplazamiento y tensión-deformación demostraron una rigidez de $340 \frac{N}{m}$ (Newtons por metro) y $-690 \frac{N}{m}$, respectivamente. Además, que su resistencia a la rotura es de $42 \frac{N}{m}$, estos estudios fueron realizados en una lámina monocapa de grafeno sin defectos (Lee, et al., 2008, p. 385). Consecuentemente, estas cantidades corresponden a un módulo de Young equivalente a 1 TPa (terapascal), siendo 100 veces más fuerte y resistente que el acero.

En el caso de las láminas de GO, varios estudios teóricos han asignado un valor de módulo elástico de 207 ± 23 GPA cuando el espesor de la capa en estudio es de 0,7 nm. (Suk et al., 2010, p. 6561). En cuanto a los estudios teóricos del rGO, Gómez-Navarro et al. (2008, p. 2045) presentan un valor de 0,25 TPa para su módulo elástico, además presenta una facilidad de torsión en zonas elásticas debido a su alta flexibilidad.

1.2.3.3. Propiedades ópticas

La estructura única del grafeno posee una elevada transparencia óptica en todo el rango de longitud de onda percibida por el ojo humano, además, de un rango considerable en la zona ultravioleta. El grafeno monocapa es altamente transparente debido a que transmite el 97,7 % de la luz visible (Nair et al., 2008, p. 1308). Cuando una monocapa de grafeno es transferida a una oblea de silicio junto con una capa de dióxido de silicio de aproximadamente 300 nm, el grafeno tiende a volverse invisible. El silicio es usado también para detectar el número de capas de grafeno debido a los cambios de color en las variaciones del espesor. Como se puede apreciar en la figura 3-1 la transparencia del grafeno monocapa y bicapa ante la intensidad de la luz blanca. Además en la parte (b) se puede distinguir una imagen óptica de hojas de grafeno de una, dos, tres y cuatro capas sobre una capa de 285 nm de SiO₂ en un sustrato de Si (Park et al., 2011, p. 3019).

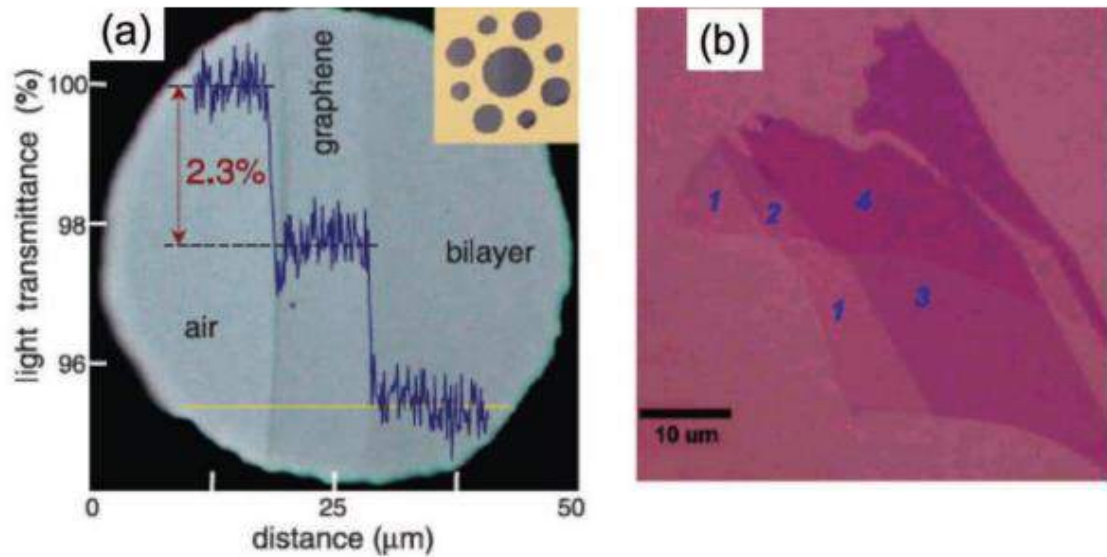


Figura 3-1: (a) Transparencia del grafeno monocapa y bicapa ante la luz blanca.
 (b) Transparencia de 1, 2, 3 y 4 capas de grafeno sobre substrato de Si

Fuente: Tovar, 2017, p.28.

Las transiciones electrónicas entre estados del tipo π y π^* en el grafeno producen un máximo de absorbanza en el espectro ultravioleta (270nm). El uso de voltaje permite modular en gran medida las transiciones ópticas en el grafeno, lo que potencialmente permitirá la creación de objetos ópticos basados en este material (Xu et al., 2020, p. 5)

1.2.3.4. *Propiedades químicas*

El grafeno y los materiales derivados del mismo son capaces de reaccionar con una gran variedad de sustancias. La reactividad de estos materiales depende de su estructura, además de su densidad electrónica (Loh et al., 2010, p. 2279). Cabe recalcar que esta reactividad se presenta con mayor intensidad en los materiales grafénicos y sus derivados como es el caso del GO y de rGO, si consideramos el caso del grafeno prístino o en su estado puro, su estructura morfológica estable inhibe su reactividad. A pesar de esto, procesos de obtención de grafeno como el crecimiento epitaxial, donde se forma un enlace covalente de tipo carbono-carbono, induce ciertas propiedades electrónicas y de transporte, permitiendo a las láminas de grafeno un comportamiento de un material cuasi metálico a uno semiconductor, al reducir su conductividad (Bekyarova et al., 2009, p. 1336).

1.2.3.5. Propiedades electrónicas

El grafeno posee tres orbitales híbridos sp^2 dos orbitales $2s$, $2p_x$, $2p_y$ los cuales poseen enlaces del tipo σ ubicados en el plano xy , y un orbital fuera del plano $2p_z$ que posee enlaces del tipo π , el cual se encuentra deslocalizado con electrones por encima y por debajo de la red del grafeno, tal como se muestra en la figura 4-1. Los enlaces de tipo σ son fuertes y forman un esqueleto direccional que determina la estructura hexagonal cristalina del grafeno, por otro lado, los enlaces de tipo π son relativamente débiles (Sarkar et al., 2014, p. 79).

Bajo el principio de exclusión de Pauli, los enlaces de tipo σ están en una banda de valencia alejada del nivel de Fermi, mientras que la conjugación del enlace tipo π y la deslocalización electrónica permite una facilidad en la dinámica de los portadores de carga, regulando así las propiedades electrónicas del material grafénico (Manjarrés et al., 2011, p. 86).

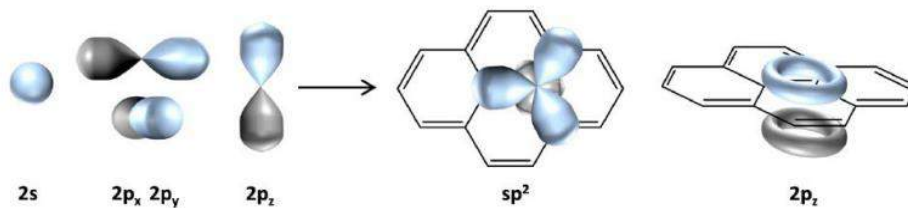


Figura 4-1: Hibridación presente en el grafeno

Fuente: Tovar, 2017, p. 6.

En cuanto a la estructura de las bandas electrónicas del grafeno. La banda de valencia es conformada por la combinación de orbitales tipo π enlazados, mientras que la banda de conducción se forma con la combinación de orbitales tipo π^* no enlazados. Estas dos bandas se tocan en seis puntos, los cuales reciben el nombre de puntos de Dirac (Drewniak, et al., 2016, p. 10). La estructura electrónica de las bandas de valencia y de conducción suelen ser representadas por dos conos simétricos los cuales se tocan en el punto de Dirac, esto ocurre para energías menores a 1 eV. (Stankovich, et al., 2006, p. 286), como se muestra en la figura 5-1.

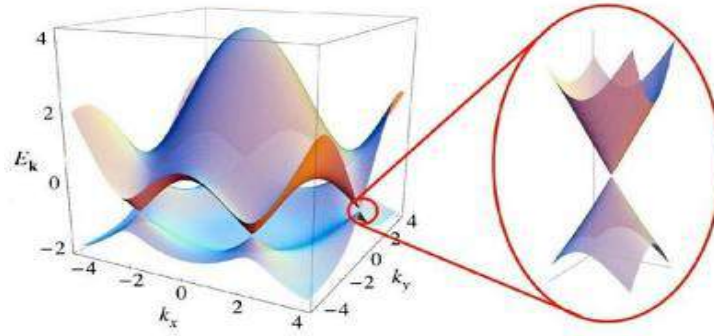


Figura 5-1: Representación de la dispersión electrónica del grafeno y sus puntos de Dirac

Fuente: Tovar, 2017, p. 8.

1.2.3.6. Propiedades eléctricas

A pesar de que el carbono es un elemento no metálico, por ende, es un mal conductor eléctrico, el grafeno posee propiedades de conducción eléctrica. El grafeno se comporta como un semiconductor GAP (la banda de valencia y de conducción, tiene una separación corta) (Bautista y Reboredo, 2018, p. 192). Esto permite controlar las propiedades electrónicas en un conductor mediante la aplicación de un voltaje, siendo modulados continuamente entre electrones y huecos en altas concentraciones y con gran movilidad incluso bajo condiciones ambientales (Novoselov et al., 2004, p. 667). Gracias al nivel energético de Fermi (nivel más alto de energía de un material) se puede evidenciar las propiedades eléctricas del grafeno. En la figura 6-1, se puede distinguir la banda de valencia de color rosado y la banda de conducción de color morado, en esta representación se observa la naturaleza conductora de diferentes materiales.

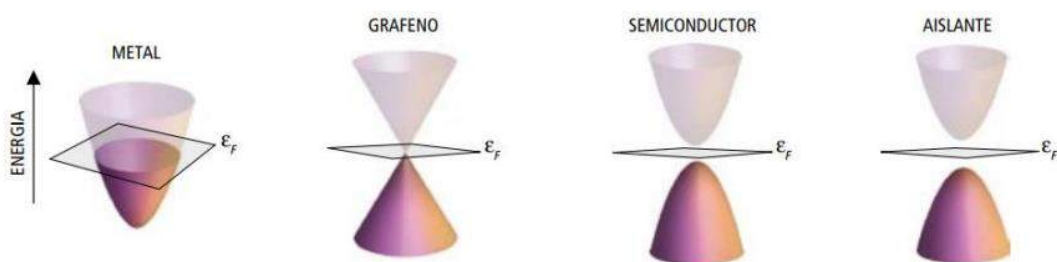


Figura 6-1: Representación de la banda de valencia y de conducción de diferentes

Fuente: Villaro, 2017, p. 31.

Existen claras diferencias entre los materiales conductores, semiconductores y aislantes; la brecha energética es mayor entre menos conductor es un material, consecuentemente la conducción eléctrica es menor. El caso del grafeno en particular muestra como los vértices de los conos se

tocan en el nivel de Fermi, y de esta manera no existe una brecha energética significativa, los electrones tendrán una facilidad de movimiento permitiendo pasar de una banda a otra, este comportamiento es semejante a los semiconductores (Rodríguez González et al., 2008, p. 43). Debido a la hibridación atómica, en una lámina de grafeno existe un electrón perpendicular al plano xy de los orbitales enlazados del tipo sp^2 . Esto causa una deslocalización que crea una nube de electrones paralela al plano.

Estudios realizados en el grafeno monocapa han evidenciado un efecto de Hall cuántico anómalo. Este efecto se denota cuando se pasa corriente por un material y a la vez se aplica un campo magnético perpendicular, de esta manera se mide la diferencia de potencial, esto permite determinar la densidad de carga de los portadores como su signo. Este estudio muestra una linealidad entre la resistencia de Hall y el campo magnético. Cuando las escalas son a nivel nano se presentan efectos cuánticos y la linealidad mencionada no existe, en cambio existe una dependencia de la temperatura y el campo magnético. La naturaleza del grafeno en particular, produce un comportamiento de sus partículas semejante a los fermiones de Dirac (partículas sin masa), consecuentemente existirá una cuantización equivalente a $\frac{1}{2}$ en lugar de 1 en la conductividad de Hall. (Rodríguez González et al., 2008, p. 18).

1.2.3.7. Superficie específica teórica

La superficie teórica de tan solo una hoja de grafeno monocapa es de $2630 \frac{m^2}{g}$ la cual es sustancialmente más elevada que aquellas mediciones de área superficial de los carbonos activados obtenido tras el método BET (determinación la superficie de un sólido basándose en la adsorción de un gas inerte) (Zhu, et al., 2010, p. 427).

1.2.3.8. Alta capacidad de adsorción

El grafeno tiene una alta capacidad de absorción para moléculas orgánicas e inorgánicas. Permitiendo aplicaciones en varios modos de funcionalización, incluyendo la unión no covalente (adsorción) de nanopartículas e incluso moléculas. Esta facultad es atractiva para la construcción de detectores químicos basados en grafeno, pues su nivel de sensibilidad alcanzado permitirá que el grafeno detecte varias moléculas individuales absorbidas. (Lazar et al., 2013, p. 6372).

1.2.4. Métodos de Sintetización

1.2.4.1. Enfoque Bottom-up

Estos métodos parten de una estructura molecular nanométrica, y promueven su unión con otras, formando grafeno. Su obtención tiene cualidades sustancialmente relevantes como alternativa de producción industrial, debido a que se basa en la carbonización de precursores orgánicos mediante tratamientos térmicos, siendo un método bastante eficiente (Poniatowska, et al., 2019, p. 319). Los métodos más utilizados en cuanto al aprovechamiento *bottom-up* son:

- *Crecimiento epitaxial en sustratos de SiC*

Mediante un proceso de grafitización a altas temperaturas se obtiene grafeno epitaxial. El uso de SiC es común en este método, mediante un proceso de evaporación de los átomos provenientes del cristal del silicio y un procedimiento parcial de grafitización de la lámina superior cuando los átomos de carbono se reorganicen. Este proceso implica la desorción de átomos mediante energía térmica expuesta en la superficie del carburo de silicio (GrapheneSquare, 2020, p. 2). Esto se realiza a una presión de vapor del carbono relativamente baja comparada al átomo del silicio. Consecuentemente, la temperatura alta del silicio se desorbe del sustrato y este tendrá solo átomos de carbono formando capas ordenadas de grafeno (Barua et al., 2020, p. 54). En condiciones de ultravacío, se favorece el proceso de descomposición térmica. Además, el grafeno epitaxial de SiC ha mostrado una débil antilocalización y una alta movilidad independiente de la temperatura comparado al grafeno obtenido por procesos de exfoliación (Barua et al., 2020, p. 54). Los átomos de silicio se subliman a temperatura de (1100-3650)°C, produciendo una superficie carbonosa de gran estabilidad, los átomos excedentes forma estructuras sp^2 . Este procedimiento permite la producción de nanotubos de carbón. Otra técnica *bottom-up* que usa la descomposición a temperaturas altas de ciertos hidrocarburos y sustratos metálicos es la de CVD (*chemical vapor deposition*) (Navarro et al., 2007, p. 3501).

El proceso de sublimación del silicio suele ocurrir a temperaturas altas y a bajas condiciones de ultra alto vacío. En la actualidad se emplea atmosferas específicas que ayuda a la uniformidad de la lámina de grafeno obtenida (Yazdi, et al., 2016, p. 53). La descomposición térmica ocurrida en este proceso suele ser auto-limitante, lo que implica obtener capas de diferentes espesores en un mismo cristal de SiC (Bonaccorso, et al., 2012, p. 565).

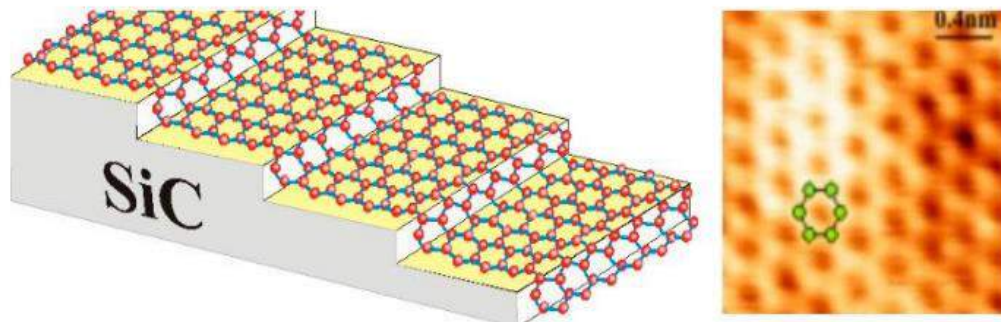


Figura 7-1: Superestructura del grafeno sobre SiC y su imagen obtenido mediante microscopía de barrido tunel (STM)

Fuente: Villaro, 2017, p. 78.

Este método es ampliamente usado debido a que no requiere de una etapa de transferencia de la lámina a otro sustrato, la naturaleza de SiC es semiconductor, lo que facilita la fabricación de dispositivos electrónicos.

- *Deposición química de vapor (CVD)*

La deposición química de vapor (CVD) produce grafeno a partir de pequeños precursores moleculares de carbono mediante crecimiento molecular, a la vez que mediante un proceso de crecimiento epitaxial utiliza diferentes catalizadores de sustrato y parámetros de crecimiento, con el fin de controlar el número de capas de grafeno (GrapheneSquare, 2020, p. 1). Este método *bottom-up* permite la síntesis directa de grafeno creando láminas de gran superficie, de pocas capas, sobre sustratos de láminas metálicas como el cobre. Estas láminas de cobre son transferidas a una superficie dieléctrica (GrapheneSquare, 2020, p.1). La obtención de grafeno mediante el método de deposición química de vapor (CVD) implica dos pasos: la pirolisis del precursor de donde se obtiene el carbono y la obtención de los átomos de carbono disociados, que consecuentemente, formarán el grafeno (Barua et al., 2020, p. 54).

El producto es depositado sobre un sustrato a altas temperaturas, usando precursores moleculares que se descomponen y recombinan. En este método se reacciona en una cámara de vacío, una mezcla de gases hidrocarbonados que dan lugar a una capa delgada. Como sustrato normalmente se escoge un metal de transición como es el níquel o el cobre, la capa obtenida se deposita sobre el sustrato. Cuando el sustrato comienza a enfriarse produce una migración hacia la superficie y así se forma una lámina de grafeno. Este proceso tiene una alta calidad y permite un mejor potencial en la producción en masa del grafeno de alta pureza, siendo un candidato prometedor para convertirse en una tecnología de carácter comercial.

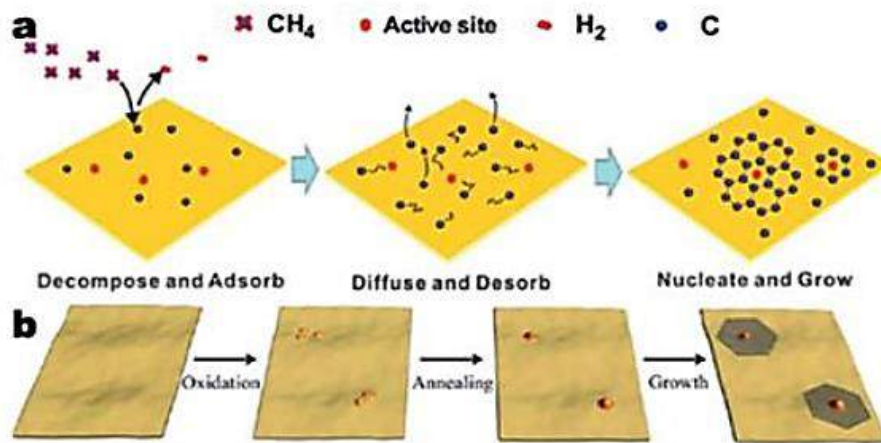


Figura 8-1: Proceso CVD para la obtención de láminas de grafeno

Fuente: Villaro, 2017, p. 75.

1.2.4.2. Enfoque Top Down

Estos métodos parten de la exfoliación del grafito o sus derivados para obtener materiales grafénicos. Los métodos *top-down* parten de una estructura macro y reducen el espesor del material alcanzando una escala nano.

El precursor comúnmente usado es el grafito, al tener las láminas de grafeno superpuestas, enlazadas mediante interacciones de Van der Waals débiles, esto facilita enormemente la obtención de grafeno mediante el método *top-down*. Este proceso somete al grafito a una ruptura de dichos enlaces, liberando las láminas de grafeno.

Estos métodos producen grafeno mediante: la exfoliación del grafito a granel, la exfoliación del grafito en su fase líquida, el uso de ultrasonidos para intercalación del grafito, mediante la oxidación del grafito o la exfoliación de óxido de grafeno usando ultrasonidos en un proceso de reducción que permite restaurar sus propiedades electrónicas, lo que es conocido como óxido de grafeno reducido (rGO). GrapheneSquare (2020, p. 1).

- Método de obtención físico

El grafeno resultante del grafito por el método de exfoliación directa presenta una calidad cristalina alta, debido a su alta conductividad eléctrica y menos concentración de defectos estructurales en el cristal. Proceso como el pelado repetido de grafeno pilórico permite la obtención de capas atómicamente finas y de calidad alta (Novoselov et al., 2004, p. 667), sin embargo, su rendimiento productivo es insuficiente para una aplicación industrial. Usualmente, el producto suele contaminarse de impurezas orgánicas, además, de tener un bajo control en el número de

capas de grafeno, lo cual potencialmente limita el aprovechamiento de su transparencia óptica para aplicaciones específicas (GrapheneSquare, 2020, p. 1).

En su proceso de obtención por exfoliación mecánica se suele usar un disolvente como el diclorobenceno y se lo aplica en periodos de cinco minutos mediante el uso de ultrasonido generando así las láminas de grafeno dispersas (Bunch et al., 2005, p. 287). Su principal inconveniente radica en los periodos largos de tiempo sometidos a ultrasonido, esto produce láminas de bajas dimensiones laterales que a la vez presentan defectos en su estructura. En el proceso de sonicación del grafito, se debe usar disolventes y soluciones acuosas de carácter tensioactivo. En este proceso, las capas de grafito se rompen permitiendo una eficiencia mayor en la exfoliación produciendo nanohojas de grafeno de alta calidad (Tubon et al., 2019, p. 377). Aunque su mayor problema radica en su limitada escalabilidad y el alto costo de producción que conlleva.

- Método de obtención químico

Este método involucra la interacción molecular de las láminas de grafito. Convenientemente este proceso implica una reducción de tiempos y una reducción considerable en procesos ultrasónicos, lo que permite láminas de grafeno de mayores dimensiones y con menos defectos a diferencia de otros métodos. Los métodos de obtención química son de gran utilidad para generar láminas de óxido de grafeno (GO), comúnmente se suele obtener mediante el método de Hummers (Mohanty, et al., 2010, p. 226) el cual desarrolla oxidación fuerte de grafito.

Este método suele producir grafeno multicapa en formas de escamas (GrapheneSquare, 2020, p. 1). La mayoría de las láminas obtenidas por medio de la exfoliación de tipo electroquímica suelen ser de gran superficie y de una calidad relativamente alta (Su et al., 2011, p. 2333). Este método puede producir copos de grafeno a un coste relativamente bajo, no obstante, presenta una alta impureza.

- Modificación química del grafeno

La funcionalización hace referencia a la modificación de ciertos materiales con el fin de brindar nuevas propiedades a un material que sirvan para realizar tareas especializadas. El grafeno puede ser químicamente modificado al introducir grupos funcionales a la cadena principal del grafeno. Este proceso se consigue manipulando el tamaño de las hojas del grafeno y adaptando el tipo y la densidad de los grupos funcionales en el grafeno (Strankowski et al., 2016, p. 3). Al agregar grupos funcionales las propiedades físicas, químicas, ópticas y electrónicas del grafeno se modifican:

- Funcionalización del grafeno

Al someter una muestra de grafeno a un proceso de funcionalización, se debe tener en cuenta los siguientes factores:

El grafeno puede presentar diferente composición elemental, forma y tamaño, dependiendo del método de síntesis que se use. Por ende, cada muestra requerirá un proceso de funcionalización específico dependiendo de los propósitos de la investigación.

La aparición de defectos en menor o mayor cantidad depende del método de síntesis. Es evidente que el grafeno en su estructura siempre presenta, impurezas o fluctuaciones del plano o aristas (Yan et al., 2012, p. 99). El método de funcionalización escogido deberá evitar empeorar la estructura, caso contrario el producto esperado podría diferir de los requerimientos del investigador.

La reactividad química del grafeno suele ser baja, debido principalmente en la estabilidad de los enlaces tipo σ , los lazos son covalente apolares, los cuales no reaccionan con otras especies (Yan et al., 2012, p. 99). La funcionalización del grafeno podrá afectar a su reactividad, de esta manera podrá ser un material más susceptible a interacciones con solventes orgánicos.

El grafeno suele ser insoluble en ciertos disolventes orgánicos, pero es fácil agregarlo a soluciones acuosas. Al introducir grupos funcionales en el grafeno se puede mejorar su solubilidad e interacciones con otros materiales. La funcionalización para propósitos prácticos es de tipo covalente y no covalente.

La funcionalización de tipo covalente o funcionalización química: procede del enlace covalente entre la capa de grafeno y los grupos funcionales en estudio. Es decir la hibridación de la matriz carbonosa de sp^2 a sp^3 . Este tipo de funcionalización es recurrente en los átomos ubicados en el borde de la matriz de átomos de grafeno, dichos átomos adoptan geometrías tetraédricas uniéndose a elementos de hidrógeno (Yan et al., 2012, p. 100). En caso de existir alguna curvatura en el plano del grafeno produce estados con mayor reactividad.

La funcionalización de tipo no covalente o funcionalización física: se basa en proceso de adsorción. Este efecto es producido por los efectos de las fuerzas de Van der Waals y los enlaces del tipo π . Este tipo de funcionalización suele ser más usado debido a que no destruye la matriz del grafeno, ni cambia sus propiedades y características fundamentales. El grafeno puede funcionalizarse con ciertos metales de transición, moléculas e iones, mediante reacciones de complejación o adsorción que transfiere carga eléctrica (Yan et al., 2012, p. 100). Este efecto provoca en el grafeno la formación de grupos funcionales donantes de electrones sin cambiar la hibridación de tipo π ni la dispersión de electrones. Este proceso produce cambios en el nivel de Fermi, a la banda de conducción o a la banda de valencia en dependencia de que si el ión es donante o dopante.

1.2.5. Óxido de grafeno (GO)

La concepción del GO y rGO, como estructuras semejantes al grafeno, existía desde el año 1840, Schafhaeutl había reportado que la inserción de elementos ácidos o metales alcalinos entre las láminas del carbono y que el uso de ácidos sulfúricos o nítricos en un proceso de exfoliación del grafito, podría producir GO (Tiwari et al., 2018, p. 9). Años después en 1859, el británico Brodie, fundamentándose en las investigaciones de Schafhaeutl, pudo caracterizar el peso molecular del grafito modificado por ácidos fuertes y oxidantes, uno de ellos es aún usado $KClO_3$ (Tiwari et al., 2018, p. 9), su investigación concluyó en la intercalación de capas de grafito, la posible oxidación química de la superficie de dichas capas y la formación de GO, como lo conocemos.

El GO son capas individuales de grafeno decoradas con grupos funcionales (Park y Ruoff, 2008, p. 10). Este material está descrito como un arreglo de carbonos a manera de panal de abeja ondulado, que estructuralmente está conformado por grupos funcionales de oxígeno reactivos (Dreyer et al., 2010, p. 228), en su plano basal posee grupos funcionales epoxi e hidróxilos, mientras que sus bordes son parcialmente ocupados por estructuras de carbonilos y cetonas. Este material es eléctricamente aislante debido a la interrupción de la hibridación sp^2 . Sin embargo, su reactividad química permite recuperar facultades de conducción eléctrica, restaurando la red π - π en procesos de reducción (Dreyer et al., 2010, p. 233). Durante la oxidación la estructura del grafito se mantiene, no obstante, pierde parcialmente su carácter aromático. En la figura 9-1 se puede apreciar los grupos funcionales que alteran al GO. La dispersión del GO suele ser más estable en medios acuosos (Hummers, et al., 1958, p. 1). El espacio interlaminar aumenta de 0.3 nm a 1.23 nm si se utiliza una solución de 0.05 N de NaOH (Geim, 2009, p. 1532).

Teniendo en cuenta que el grafito es el alótropo más estable del carbono en cuanto a condiciones de presión y temperatura, además su estructura está compuesta por la apilación de láminas de grafeno superpuestas, los átomos en estas láminas forman redes hexagonales unidas con enlaces covalentes. Es evidente que la oxidación del grafito como método de obtención de GO es de los procesos más eficientes para obtener dicho material.

La modificación de la superficie del grafito es un proceso químico para la obtención de GO, rGO y materiales similares. El proceso de funcionalización de la superficie del grafito, disminuye las fuerzas interplanares, las mismas que producen un apilamiento lamelar, en consecuencia las capas obtenidas pueden ser exfoliadas fácilmente bajo proceso de sonicación, procesos térmicos entre otros, de manera sencilla. (Gracia-Espino et al., 2014, p. 6626).

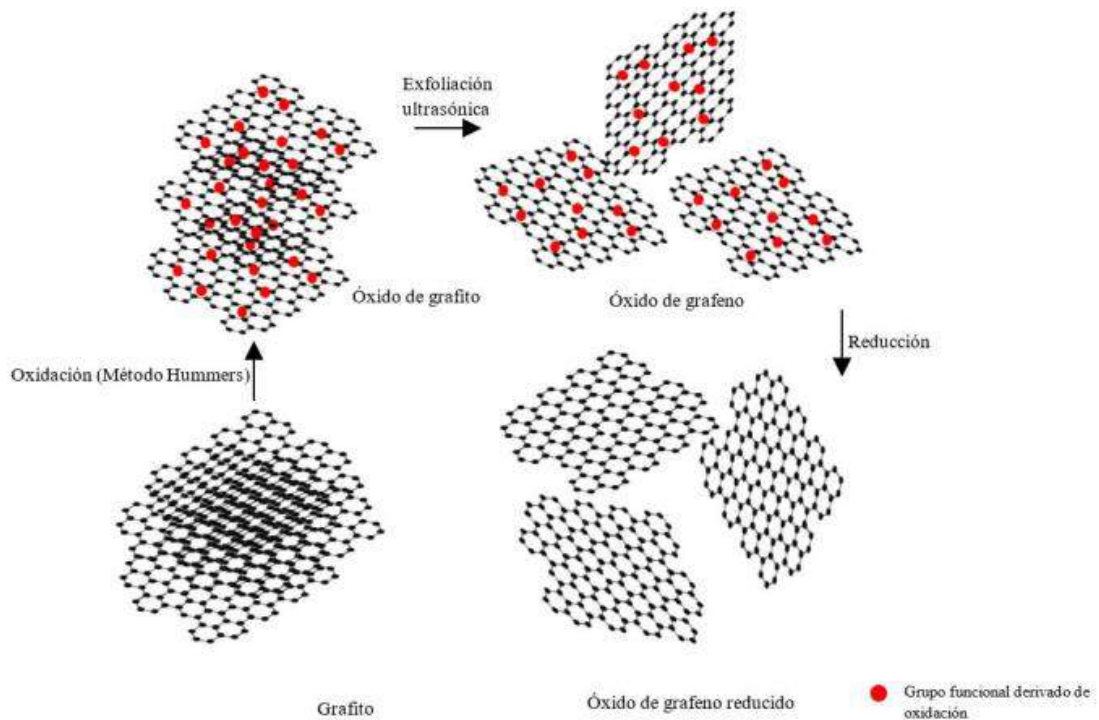


Figura 9-1: Proceso de oxidación-exfoliación de GO a rGO

Fuente: Mata, 2020, p. 25.

Para la exfoliación del grafito se utiliza choques térmicos a altas temperaturas, aproximadamente a 1000 °C, en este proceso las láminas gráficas se separan y se elimina la volatilización de los componentes orientados del GO, promoviendo una orientación unidireccional de las láminas. Las monocapas de grafeno presentan una alta superficie específica, suele formar aglomerados irreversibles buscando recuperar la configuración gráfica resultante de la interacción tipo $\pi - \pi$ y las interacciones de la fuerza de Van der Waals (Bunch et al., 2007, p. 490). Este efecto se ve mitigado al someter a un proceso de funcionalización al grafeno en consecuencia, el grafeno consigue la mayoría de las propiedades específicas de las láminas individuales.

El GO, compuesto por enlaces híbridos de carbono enlazado a grupos que contienen oxígenos mediante uniones covalentes, presenta una mezcla de enlaces de tipo π en hibridación sp^2 y enlaces de tipo σ mediante hibridación sp^3 , los cuales actúan como barreras transportadoras de cargas (Lu et al., 2013, p. 1). Consecuentemente, el GO puede ser usado como un material aislante, semiconductor o conductor, dependiendo su relación entre los enlaces sp^3 y sp^2 (Wang et al., 2012, p. 111). Naturalmente el GO actúa como un aislante eléctrico, debido a su desorden estructural en los enlaces entre carbonos e hidrógenos sp^3 , lo que provoca un daño en los enlaces π de la red conductiva (Chen et al., 2012, p. 8). La conductividad eléctrica puede ser restaurada mediante procesos de reducción, obteniendo rGO (Gómez-Navarro, et al., 2007, p. 2045).

La concentración de grupos funcionales del GO determina la posición de la capa de valencia según indica la figura 10-1, en una relación de equivalencia, mientras mayor es la densidad de grupos funcionales la banda de valencia será más positiva y su poder oxidativo será mayor, sin embargo este efecto produce que la energía de la banda prohibida se incremente. Este efecto es indeseable porque es necesario una longitud de onda relativamente corta para producir un efecto de foto-excitación (Xie et al., 2013, p. 11).

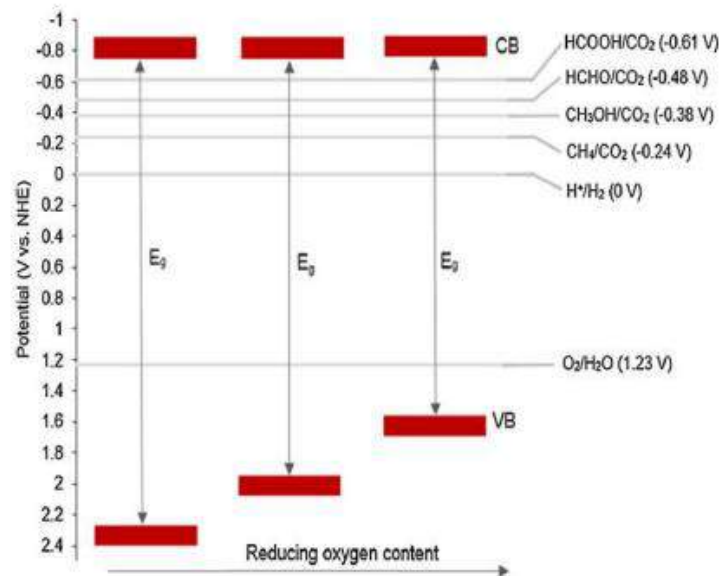


Figura 10-1: Reacciones foto inducidas de diferentes niveles de GO representadas en su banda de conducción y valencia.

Fuente: Mata, 2020, p. 28.

1.2.5.1. Estructura

Los estudios realizados al GO, no han llegado a un consenso sobre su estructura, fórmula molecular ni la distribución de los grupos oxigenados presentes en este material. En gran medida, la morfología del GO depende del tipo de grafito, de donde se lo obtenga, así también como el proceso de oxidación al que se somete al grafito, debido a la gran diversidad y calidad del grafito que se usa para obtener GO, consecuentemente existe varios tipos de óxidos de grafeno.

El esqueleto del grafeno se ve interrumpido por diferentes funcionalidades oxidativas sobre el plano basal y los bordes de la lámina del grafeno. Debido a las proporciones relativas y a las posiciones aleatorias de los grupos oxigenados, no existe una coherencia entre diferentes lotes obtenidos de GO (Wei et al., 2009, p. 1752). Las principales causas para este comportamiento son la

complejidad del material por su naturaleza amorfa y la falta de técnicas analíticas más precisas que permitan caracterizar el GO que se ha obtenido. A pesar de estos problemas, se ha recopilado varios esfuerzos para entender y caracterizar la estructura del GO, teniendo resultados favorables para su estudio:

Los investigadores Hofmann y Holst en el año 1939, plantearon un modelo simple que mostraba varios grupos epoxis distribuidos en las hojas del GO de manera desordenada. Años después en 1946, Ruess (García et al., 2013, p. 11) presentó un modelo cuya estructura además de contener grupos epoxis incluía grupos hidroxilos y éteres, este planteamiento establece puentes de oxígeno entre los átomos de carbono. Esto implicó una estructura tridimensional del GO. Luego los investigadores Scholz y Boehm (Kudin et al., 2008, p. 39) presentaron un modelo de GO, donde cambiaron los grupos epoxi y éter por grupos carbonilos e hidroxilos. En la misma época había discrepancias por parte de los científicos Nakajima-Matsuo (Sen et al., 2014, p. 62) sobre el comportamiento de los átomos de oxígeno en los grupos epoxi, los cuales se pensaban que se unían a las capas adyacentes. Años después Lerf y Klinowski (He et al., 1998, p. 54) valiéndose de la resonancia magnética nuclear obtuvieron un modelo bastante fiable que coincidía con los anteriores mencionados al proponer 1,2-éteres en lugar de 1,3-éteres. En la actualidad es el modelo más aceptado, muestra diferentes grupos oxigenados que se distribuyen aleatoriamente en la lámina de GO. Entre los grupos oxigenados se distinguen grupos epoxis o hidroxilos, estos están ubicados en los dominios aromáticos, así también grupos carbonilos y ácidos carboxílicos, los cuales se ubican en el borde de los dominios aromáticos.

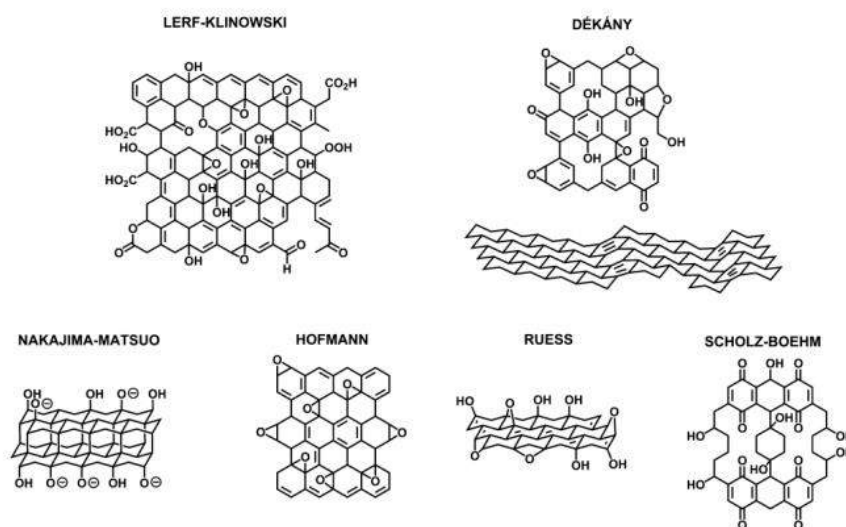


Figura 11-1: Modelos estructurales del GO

Fuente: Mata, 2020, p. 27.

1.2.5.2. *Propiedades*

Al igual que el grafeno, el GO es un nanomaterial bidimensional, por lo tanto, presenta propiedades interesantes y de gran aplicabilidad, entre las más destacables se encuentran:

- El GO presenta cualidades hidrofílicas, debido a que en su estructura existen grupos epoxi, hidroxilo y carbonilo; las moléculas de agua se acumularán entre las láminas del GO, incluso después de procesos prolongados de secado. Este efecto produce enlaces de hidrógeno entre los grupos oxigenados y las moléculas de agua. Consecuentemente, las propiedades eléctricas, estructurales y mecánicas se verán afectas, produciendo aplicaciones específicas (Li, et al., 2008, p. 101).
- El GO es fácilmente dispersado en agua, mediante sonicación o agitación mecánica. Puede también suspenderse en algunos disolventes orgánicos como son n-metil pirrolidona (NMP), dimetilformamida (DMF), tetrahidrofurano (THF) entre otros, debido a sus cualidades anfifílicas y tensoactivas.
- Puede actuar como un aislante sin embargo, su conductividad dependerá de las propiedades estructurales y química del GO. El método de sintetización es fundamental para regular las propiedades del GO, pero también se puede realizar procesos de reducción necesarios para obtener rGO el cual puede tener propiedades conductivas semejantes a un semiconductor e incluso a un semimetal como pasa con el grafeno prístino.
- Las láminas de GO son versátiles, puede depositarse en varios sustratos después del proceso de reducción, lo que facilita ciertas aplicaciones como la fabricación de células solares, sensores químicos, compuestos electrónicos, entre otros (Lerf et al., 2006, p. 1106).
- El GO es funcionalizable de manera covalente o no covalente, lo que permite su uso potencial en varios campos de la farmacéutica como en el campo de la biomedicina (Fang et al., 2016, p.2).
- El GO ha presentado un efecto fluorescente, cualidad que es atractiva para la creación de biosensores fluorescentes, de gran utilidad para el estudio del ADN y la detección de varias proteínas (Liu et al., 2010, p. 2361).

1.2.5.3. *Síntesis de GO*

En el año 1858, Brodie elaboró por primera vez GO mezclando clorato de potasio ($KClO_2$), ácido nítrico (HNO_3) en una suspensión de grafito (Vargas, 2017, p. 5). Las investigaciones presentadas por Brodie mostraban cristales de grafito modificado, los mismos que estaban compuestos por carbono, oxígeno e hidrógeno, además sugirió que el grado oxidativo del compuesto podría aumentar al agregar una mayor cantidad $KClO_2$ a la solución, este compuesto se podía dispersar fácilmente en agua siendo una cualidad importante para su procesamiento. Años después las aportaciones por parte Staudenmaier mejoró la obtención de GO al agregar ácido sulfúrico

(H_2SO_4) buscando aumentar la acidez en la mezcla, además añadió $KClO_2$ durante intervalos (He et al., 1998, p. 53). Aunque este método es bastante eficiente presenta ciertas desventajas: Requiere un tiempo prolongado de acción y la obtención de GO bajo este método produce ClO_2 gas, este subproducto es fácilmente combustible en el aire.

En el año 1950, Hummers propuso un proceso alternativo para la fabricación de GO, esta nueva propuesta se podría realizar a baja temperatura y un periodo de tiempo corto, aproximadamente dos horas. Este método utiliza permanganato de potasio ($KMnO_4$), ácido sulfúrico (H_2SO_4) y nitrato de sodio ($NaNO_3$) para el proceso de oxidación. Los iones de permanganato y sulfato sobrantes son removidos al poder contaminar el producto, para esto se realizan procesos de descomposición e inactivación, luego al finalizar la síntesis el producto es lavado con H_2O_2 en ácido clorhídrico (HCL) y se usa agua común (H_2O) (Chen et al. 2013, p. 226).

Generalmente, los métodos de Brodies, Staudenmaier y Hummers son utilizados para la producción de GO a partir de grafito. Sin embargo los métodos propuestos por Brodies y Staudenmaier emiten gas ClO_2 como subproducto, lo cual es peligroso debido a su alta toxicidad y su facilidad de reaccionar en el aire produciendo explosiones. El método de Hummers presenta varias ventajas ante este problema al no producir ClO_2 además su tiempo de reacción es relativamente corto, aún así este método es potencialmente contaminante por la segregación de iones de permanganato. Para evitar este inconveniente el producto suele ser lavado H_2O_2 tras un proceso de diálisis. Al usar el método de Hummers se obtiene un núcleo de grafito oxidado de manera incompleta con capas de GO, por lo que se ha propuesto varias modificaciones al método de Hummers (Chen et al., 2013, p. 227).

Entre las modificaciones más destacadas tenemos:

Un proceso pre expansión, fue propuesto por Kovtyukhova en el año 1999, que consiste en un pretratamiento del grafito mezclando H_2SO_4 , $K_2S_2O_4$ y P_2O_5 a una temperatura de 80 °C. La mezcla obtenida se filtró, lavó y secó antes de su etapa de oxidación por el método de Hummers. Esta variación fue ampliamente asimilada por la comunidad científica, además que investigaciones permitieron concluir que si las muestras de grafito son más pequeñas o estas han sufrido una expansión térmica previamente, se podría omitir el pretratamiento planteado por Kovtyukhova et al. (1999, p. 772).

La modificación del método Hummers propuesto por Gilje es una alternativa bastante usada por la comunidad científica para preparación GO. Este proceso busca obtener finos trozos de GO de aproximadamente 1 nm de espesor y alrededor de 1 μm en las dimensiones laterales de dichos trozos, este proceso tiene una composición química entre los átomos de carbono, óxido e hidrógeno equivalente 4:2.95:2.5 (Dubin et al., 2010, p. 3846). En la actualidad existen varias propuestas sobre modificaciones en el proceso de síntesis de GO, sabemos que estas variaciones dependen de la estructura del material base, el proceso de reducción y sobretodo los objetivos del investigador, sobre la funcionalidad que deberá tener el material sintetizado.

1.2.6. Óxido de grafeno reducido (rGO)

El rGO es considerado como grafeno químicamente derivado también recibe los nombres de grafeno funcionalizado o grafeno reducido. El rGO es el resultante de un proceso de reducción aplicada al óxido de grafeno. Para su obtención se ha propuesto varios métodos como reducción térmica y fototérmica, inducción a base de láser y reducción química, siendo este el procedimiento el más utilizado (Stankovich et al., 2007, p. 1559). Este proceso de reducción permite que, a partir de óxido de grafeno, obtener un producto exfoliado similar al grafeno en su estado puro. De manera parcial se eliminan los grupos oxigenados en su estructura, lo que provoca una conversión en la forma de la hibridación en el plano basal de sp^3 a sp^2 restaurando la amorficidad del sistema (Zhou et al., 2011, p. 11957). El interés en el estudio del rGO se fundamenta en sus propiedades mecánicas, eléctricas y térmicas las cuales son análogas a las del grafeno en su estado puro.

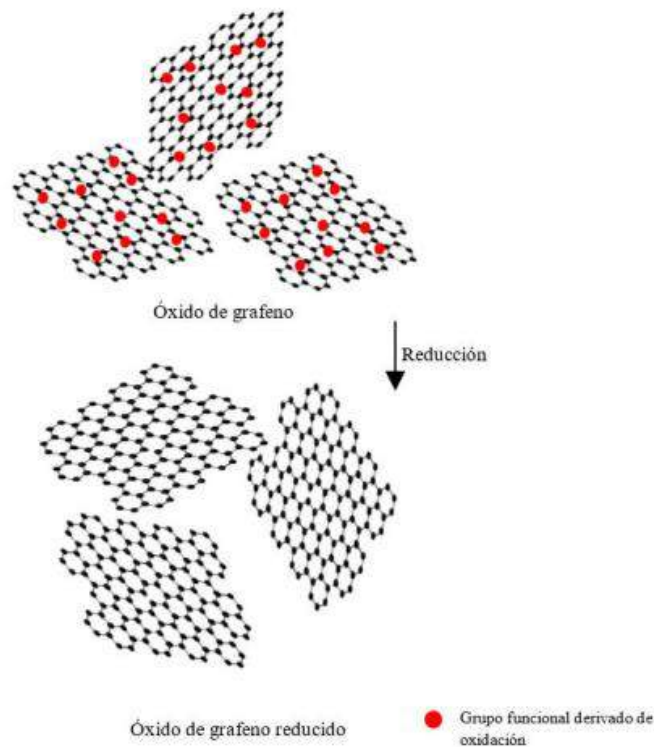


Figura 12-1: Proceso de reducción del GO

Fuente: Mata, 2020, p. 25.

Ninguno de los métodos ya mencionados es capaz de reparar en su totalidad los defectos causados por el proceso de oxidación del grafito, es esa la razón por la que se conoce a este material como óxido de grafeno reducido (rGO). De manera teórica la conductividad del grafeno puede ser totalmente reestablecida tras el proceso de reducción del óxido de grafeno. A pesar de esto, varias investigaciones dejan en evidencia que incluso después de un proceso de reducción varios grupos funcionales oxigenados permanecen en el rGO (Stankovich et al., 2007, p. 1559).

1.2.6.1. Estrategias de reducción:

- *Reducción por recocido térmico:*

Este proceso permite reducir al GO si necesidad de un agente reductor, el uso de altas temperaturas afecta al proceso de reducción sobretodo en etapas iniciales (Xu et al., 2015, p. 4). En este proceso al trabajar con altas temperaturas se suele acumular gases de CO y CO₂ entre las capas del grafeno, esto ocurre por la presencia de grupos funcionales oxigenado unidos al plano basal del GO. Es recomendable llevar un proceso de exfoliación del GO a la vez de su proceso de reducción, este proceso presenta un calentamiento instantáneo a una presión de 130 MPa en las capas intermedias, que provoca que estas se aíslen en hojas del GO. Las hojas de rGO obtenidas suelen ser buenos conductores eléctricos, su rango va de $(1-2.3) \times 10^3 \text{ Sm}^{-1}$ además, un análisis elemental en el rGO muestra una elevada relación entre carbono y oxígenos de 15 a 18 respectivamente (Wei et al., 2009, p. 1752).

El factor de la atmosfera es crucial para la reducción del GO, estos procesos suelen llevarse a cabo al vacío o un gas de protección (Zhang et al., 2011, p. 1020) que corta el oxígeno que se genera por el calentamiento a alta temperatura (Gracia-Espino et al., 2014, p. 6627). El uso de gases inertes como el H₂ es una alternativa considerable para la reducción térmica del GO, debido a que requiere temperaturas más bajas, esto se debe a su excelente capacidad de reducción (Luo et al., 2011, p. 11327). Sin embargo, existen métodos mucho más eficientes en cuanto tiempo y energía, que al no usar altas temperaturas, se puede considerar viable para propósitos industriales.

- *Reducción química:*

Otro método de síntesis de rGO involucra reactivos químicos. Este proceso se lleva a cabo a temperatura ambiente, después se somete a un proceso de recocido a baja temperatura, lo cual es una ventaja significativa en términos energéticos al compararlo con el método anterior mencionado. En este proceso de reducción es comúnmente usado la hidracina.

El uso de la hidracina como agente reductor fue propuesto por primera vez por el científico Stankovich, y al día de hoy es el método más utilizado. Este proceso inicia añadiendo el agente reductor a una dispersión de GO. Debido al aumento de hidrofobicidad inducido por este método se suele agregar hojas de GO que están parcialmente reducidas. Este proceso de fabricación de rGO presenta una alta conductividad eléctrica y tiene una relación de carbono e hidrógenos de 12 a 5 respectivamente (Fernández-Merino et al., 2010, p. 6423). Buscando promover las facultades

hidrófobas del rGO se añadirán tensoactivos como polímeros solubles o amoníaco en su estado coloidal.

- Reducción del GO por el método de hidracina

En términos generales, este proceso de reducción de GO consiste en eliminar los grupos oxigenados para recuperar la configuración sp^2 incrementando la conductividad del material, además se busca eliminar parcial o totalmente los grupo carbonilos, carboxilos y epóxidos (Vega Baudrit et al., 2007, p. 148). Para este tratamiento es comúnmente usado la hidracina (N_2H_4). Este elemento al reaccionar con grupos carboxilos y exposi, se descompone en agua y nitrógeno. El investigador Ruoff realizó un proceso de reducción usando hidracina reportando las siguientes cualidades: la relación entre carbonos e hidrógenos de 10 a 3, la conductividad del rGO obtenido de $2420 Sm^{-1}$, lo cual es un valor considerablemente alto al compararlo con el grafito que es de $2500 Sm^{-1}$.

Otro método de reducción usado es el presentado por Lerf-Klinowski, que consiste en un desplazamiento del grupo epóxido. Este método de reducción utiliza un mecanismo de ataque nucleofílico a los grupos epoxi, generando restos de alcohol de hidracina y libereando una molécula de agua para generar un grupo amino, como muestra la figura 13-1 donde se puede notar como se reconstruye el doble enlace de la estructura gráfica gracias a la eliminación térmica.

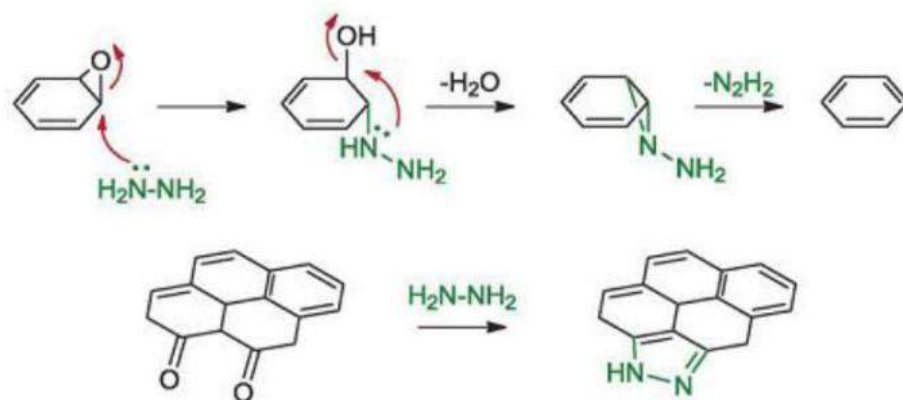


Figura 13-1: Reducción por el desplazamiento del grupo epóxido

Fuente: Ofelia, 2016, p. 59.

- *Reducción solvotermal*

Este proceso se debe realizar en un recipiente sellado, permitiendo llevar al disolvente a una temperatura más elevada que su punto de ebullición, gracias al aumento resultante por el calentamiento (Bo, et al., 2014, p. 1). Gracias a un proceso hidrotérmico, el agua supercrítica desempeñará un papel como agente reductor, siendo este una alternativa verde al uso de

disolventes orgánicos. Este método versátil permite variar las propiedades fisicoquímicas del rGO, variando la presión y la temperatura a la que se le somete al producto, permitiendo así una reacción de clivaje de los enlaces heterolíticos (iónicos) en el agua.

Bajos la metodología solvotermal Zhou et al. (2011, p. 11957) propusieron un tratamiento hidrotérmico, que utilizan agua para reducir GO. Su investigación indica que el agua supercrítica elimina parcialmente los grupos oxigenados del GO a la vez que recupera estructuras aromáticas del plano basal de carbono, al igual que el grafeno prístino. También se pudo concluir que existe una dependencia directa del pH cuando la reacción hidrotérmica trabajaba con una solución básica de pH equivalente a 11 se producía una rGO considerablemente más estable que si se usara una solución ácida.

Otra propuesta de gran interés fue la de Dubi y su equipo quienes modificaron el método de reducción solvotérmica, utilizando N-metil-2-pirrolidona (NMP) como disolvente (Luo et al., 2011, p. 11328). Esta modificación consiste en que la reducción no se realiza en un recipiente sellado, por lo que no existe una presión adicional en el proceso de reducción. Este tratamiento propone una combinación del recocido térmico moderado y las facultades de eliminación del NMP a alta temperatura para la desoxigenación de GO. La conductividad eléctrica obtenida bajo este método de reducción solvotérmica y posterior filtración al vacío fue de 3.74 Scm^{-1} , lo que implica una considerable reducción a comparación al uso de la hidracina como agente reductor. La relación entre carbonos y oxígenos del GO reducido solvotérmicamente equivale a 5 y 15 respectivamente, lo cual es mucho menor en relación a los métodos presentados previamente. Por estas razones es fácil concluir que el método a pesar de ser amigable con el ambiente no es el más eficaz para los fines pertinentes, aun así es una alternativa para lograr una reducción moderada de GO.

1.2.7. Agentes reductores nocivos

1.2.7.1. Hidracina:

Es un compuesto químico, que tienen dos átomos de nitrógeno unidos por un solo enlace covalente, incoloro y oleoso, tiene un olor similar al del amoníaco, es combustible y quema con llama apenas visible. Su fórmula química es N_2H_4 . La hidracina es usada como agente reductor para la síntesis de rGO. Este material es nocivo tanto para el ambiente como para el ser humano. De acuerdo con la Agencia de Protección Ambiental de los Estados Unidos (2008):

Los síntomas a corto plazo al exponerse a altos niveles de hidracina provocan irritación de garganta, nariz y ojos, dolor de cabeza, mareos, náuseas, edema pulmonar, convulsiones e incluso coma en los seres humanos. Esta exposición puede dañar a los riñones, al hígado y al sistema nervioso central. La hidracina es corrosiva puede provocar dermatitis al estar en contacto con la

piel. Además, varios estudios correlacionan la exposición a la hidracina con el aumento en la incidencia de tumores hepáticos, cáncer de pulmón y de cavidad nasal.

Las hidracinas pueden ser liberadas al ambiente, mediante derrames accidentales o fugas en los tanques de almacenamientos, además de desechos peligrosos mal tratados podrá aumentar los niveles de hidracina en el ambiente. En la mayoría de casos cuando este producto se libera al aire se ve degradado rápidamente por las moléculas reactivas que se encuentren en el aire, desapareciendo en minutos u horas. Cantidades pequeñas son liberadas directamente con el agua y al suelo, sin embargo, estas pueden evaporarse, disolverse en agua o adherirse al suelo, bajo las condiciones del entorno. La hidracina puede movilizarse con el flujo del agua, gracias a algunos microorganismos esta puede ser degradada a compuestos menos tóxicos (Atsdr, 2016, p. 1).

1.2.7.2. Derivados del bromo

El bromo es un elemento químico cuyo número atómico es 35, este elemento pertenece al grupo de los halógenos. (Garritz y Andoni, 1998, p. 856). El bromo y sus derivados son altamente tóxicos, tanto por vía cutánea como por vía respiratoria, puede causar problemas inmediatos y en dosis altas incluso la muerte. Los derivados de bromo pueden ser irritantes para los ojos, garganta o nariz, y en contacto con la piel puede causar quemaduras. El manejo inapropiado de este material puede causar riesgos graves para la salud.

1.2.7.3. Borohidruro de sodio

Es un agente reductor de carácter selectivo cuya fórmula química es $NaBH_4$. El Borohidruro de Sodio es comúnmente usado como agente reductor para síntesis de fármacos y algunos compuestos orgánicos. Se lo puede encontrar en polvo, es de color blanco, es soluble en alcoholes y también en agua. Este compuesto tiene como función principal reducir aldehídos y cetonas a alcoholes, diferenciándose de agentes reductores más agresivos como hidruro de litio y aluminio que reducen, ésteres, amidas e incluso ácidos carboxílicos (Banfi, et al., 2004, p. 1).

Entre los riesgos latentes de usar borohidruro sódico tenemos:

- Este elemento puede afectar al sistema respiratorio, puede irritar la nariz y la garganta, además de los pulmones causando tos y/o falta de aire. Cuando la exposición es mayor puede causar acumulación del líquido en los pulmones causando edema pulmonar, lo cual será una emergencia médica por falta de aire severa
- Puede irritar y quemar de manera severa la piel y los ojos, provocando daños graves.
- La exposición al borohidruro sódico prologando podrá causar afecciones en el sistema nervioso.

En cuanto a los efectos crónicos en la salud. Al estar expuesto al borohidruro sódico recurrentemente, es muy probable que a largo plazo pueda causar los siguientes efectos:

De acuerdo al Departamento de Salud y Servicios para Persona Mayores de New Jersey (1999, p. 1). Puede existir un riesgo latente de contraer cáncer y riesgos en los ámbitos reproductivos. Por lo que se recomienda encarecidamente seguir normas de seguridad en los laboratorios al trabajar con este material.

1.2.8. Agentes reductores ecofriendly:

Los compuestos usados más comunes, para la síntesis química de rGO son: la hidracina, el borohidruro de sodio, hidrato de hidracina y la dimetilhidracina (Stankovich et al., 2007, p. 1561). Acorde a esto, se han desarrollado varias alternativas atrayentes que utilizan agentes reductores ecológicos que además de mitigar riesgos de contaminación son sustancialmente más económicos (Manchala et al., 2019, p. 1). Entre las propuestas más destacables está el uso de compuestos polifenólicos. (Vecchio et al., 2016, p. 1).

1.2.8.1. Fenoles y polifenoles:

El fenol también conocido como ácido carbólico, ácido fénico, hidrato de fenilo, oxibeceno o hidróxido de benceno. Cuya fórmula química es C_6H_6O , su punto de fusión es de 43 °C y su punto de ebullición de 182 °C. El fenol en su estado puro y a temperatura ambiente es sólido de tonalidad blanqueza. (Agency for Toxic Substances and Disease Registry, 2003, p. 1). Mientras que los polifenoles son compuestos químicos que presentan un grupo fenol por cada molécula. Estas sustancias están presentes en varias plantas y alimentos como bayas, uvas, aceite de oliva, jengibre, nueces, eucalipto entre otras frutas y vegetales.

Los polifenoles son sustancias de naturaleza aromática, lo que implica que su estructura química posee anillos aromáticos de bencenos, con sustituyentes hidroxilos. Al momento de sustituir un hidrógeno por un grupo hidroxilo, se obtiene un fenol. Los fenoles son metabolitos secundarios de presentes en toda la planta (raíces y tubérculos, semillas, hojas y frutos) (Coulter, 1998, p. 152).

- *Características químicas*

Los polifenoles son grupos derivados de los fenólicos. Los flavonoides se caracterizan por poseer un esqueleto carbonado con dos anillos aromáticos ligado a través de una cadena alifática. Según este compuesto alifático se subdivide en flavonoides en antocianinas, flavona, flavonoles y chalconas (Martínez-Flórez et al., 2002, p. 271). Estos se distinguen unos de otros por el grado de oxidación e insaturación del segmento carbonado.

Según su estructura química se pueden subdividir en:

- Flavonoides: antocianos, flavonoles, flavononas, flaonas y taninos condensados. Los flaviones son más abundantes y los que poseen mayores propiedades antioxidantes, a la vez que presentan propiedades de regulación de crecimiento celular inducido por las enzimas de detoxificación (Martínez-Flórez et al., 2002, p. 271).
- No flavonoides: ácidos fenoles derivados del ácido benzoico, fenoles no carboxílicos y ácidos cinámico.

- *Mecanismos de acción*

Los polifenoles son antioxidantes no enzimáticas que pueden romper la cadena de acción de los radicales libres, evitando o previniendo la peroxidación. Además, purgan los radicales libres saturados en la sangre, capturándolos y así, evitando reacción en cadena (Langseth, 1995, p. 13). Actúan como potentes inhibidores de la oxidación de las LDL por mecanismos como:

- Como antioxidantes, atrapando radicales libres.
- Quelantes de iones metálicos, reduciendo su capacidad de generar radicales libres.
- Su capacidad de activar y proteger enzimas específicas, como el caso de la catequina y quecetina preservan las actividades paraoxonasas.

1.2.9. Relación costo-producción

El grafeno como ya se ha explicado tiene el potencial para impulsar varios sectores, desde el transporte hasta la medicina. Sin embargo, el costo de producción del grafeno es alto lo que ha provocado que el mercado del grafeno se ralentice. Se debe considerar tres variables fundamentales en la búsqueda de la producción industrial del grafeno:

- La calidad de las capas del grafeno obtenido, entre mayor es la calidad de las capas de grafeno mas aplicaciones podrá tener sin embargo, los métodos como el CVD usado suele requerir mecanismos poco accesibles.
- El costo de producción: varios métodos derivados de procesos químicos, como el método de Hummers modificado usado en esta investigación, suelen ser considerablemente más económicos, sin embargo, la calidad suele ser inferior. Estos métodos además son poco comprometidos con iniciativas *eco-friendly*.
- Por último, es necesario que los procesos de sintetización de GO y rGO deben evitar el uso de reactivos nocivos e impulsar propuestas verdes que sean alternativas viables los ámbitos mencionados.

Como podemos suponer el precio del grafeno ha disminuido potencialmente a través de los años. En el 2013 Nature informó que para fabricar una escama de grafeno de un micrómetro de tamaño costaba alrededor de \$1000, para aquel momento el grafeno era uno de los materiales más caros conocidos. El interés por este material ha permitido avances tecnológicos como investigativos que redujeron el precio del grafeno (Desjardins, 2017, p. 1). En el año 2015, se estimó que el precio de un gramo de grafeno era alrededor de \$100. Las tendencias indican una disminución sustancial en el precio del grafeno y sus derivados, propuestas innovadoras pronto inducirán el uso industrial del este material y permitirán el aprovechamiento del potencial mencionado previamente.

CAPÍTULO II

2. MARCO METODOLÓGICO

2.1. Hipótesis y variables

2.1.1. *Hipótesis general*

- ¿Es posible producir óxido de grafeno reducido a partir de extractos de polifenol derivados del jengibre y la corteza de eucalipto?

2.1.2. *Hipótesis específicas*

- ¿Es posible extraer polifenol del jengibre y de la corteza del eucalipto?
- ¿Se podrá obtener óxido de grafeno reducido usando como agentes reductores al extracto de polifenol proveniente del jengibre y de la corteza del eucalipto?

2.2. Identificación de variables

2.2.1. *Variables independientes*

- El peso del óxido de grafeno.
- Volumen de la concentración de GO.
- Concentración de la suspensión acuosa de GO.

2.2.2. *Variables dependientes*

- El óxido de grafeno reducido, sus propiedades y su calidad.
- Masa de la corteza del eucalipto.
- Masa del jengibre.
- Tiempo de contacto entre GO y CE
- Tiempo de contacto entre GO y MJ
- Temperatura de la suspensión formada por GO+CE y GO+MJ

2.3. Operacionalización de las variables

Tabla 1-2: Operacionalización de Variables

VARIABLE		CONCEPTO	INDICADOR	INSTRUMENTO
Variables dependientes	El óxido de grafeno reducido, sus propiedades y su color característico	El óxido de grafeno reducido es el resultante de un proceso de reducción aplicada al óxido de grafeno.	Lectura del instrumento	SEM Espectroscopio UV-visible
	Masa de la corteza del eucalipto y del jengibre	Tanto el jengibre como la corteza de eucalipto son ricos en polifenol, extracto que será usado como agente reductor.	Lectura del instrumento	Balanza digital
	El tiempo de reacción	El proceso de reducción depende del tiempo de reacción. Mientras más tiempo se exponga al GO al agente reductor, el producto se aproxima más al grafeno en su estado puro.	Lectura del instrumento	Cronómetro
	La temperatura	La temperatura juega un papel importante en el proceso de reducción, en cuanto a su grado de reducción.	Lectura del instrumento	Termómetro
Variables independientes	La masa del óxido de grafeno.	El GO se obtendrá mediante el método de Hummers modificado.	Lectura del instrumento	Balanza digital
	Volumen	El volumen de la solución acuosa será constante sirviendo de referencia	Lectura del instrumento	Pipeta
	Concentración de la suspensión acuosa	Es la relación entre GO y el agente reductor, la concentración de polifenol nos indicará la eficiencia en el proceso de reducción.	Estudio Folin-Ciocalteu	Calculadora
	Velocidad de agitación magnética	Es un proceso no intrusivo que permitirá una distribución homogénea en la solución preparada.	Lectura del instrumento	Agitador magnético

Realizado por: Andrade, Jesús, 2021.

2.4. Matriz de consistencia

Tabla 2-2: Matriz de consistencia

PROBLEMAS	OBJETIVOS	HIPÓTESIS	VARIABLES
<p>Problema General: Se requiere métodos eficientes que produzcan grafeno de alta calidad, de bajo costo y de carácter <i>ecofriendly</i> para el uso industrial.</p> <p>Problema Específico: Se requiere solventar propuestas del uso de agentes reductores naturales como alternativas al uso de agentes químicos contaminantes en la obtención de rGO.</p>	<p>Objetivo General Producir óxido de grafeno reducido a partir de extractos de polifenol derivados del jengibre y la corteza del eucalipto.</p> <p>Objetivos Específicos</p> <ul style="list-style-type: none"> - Extraer polifenol de la corteza de eucalipto y del jengibre para su posterior uso como agente reductor. - Obtener óxido de grafeno reducido mediante el uso de los agentes reductores extraídos. - Caracterizar los productos obtenidos mediante la espectroscopia FTIR, UV-visible y SEM. 	<p>Hipótesis General: ¿Es posible producir óxido de grafeno reducido a partir de extractos de polifenol derivados del jengibre y la corteza de eucalipto?</p> <p>Hipótesis específicas: ¿Es posible extraer polifenol del jengibre y de la corteza del eucalipto? ¿Se podrá obtener óxido de grafeno reducido usando como agentes reductores al extracto de polifenol proveniente del jengibre y de la corteza del eucalipto?</p>	<p>Variables dependientes:</p> <ul style="list-style-type: none"> - El óxido de grafeno reducido, sus propiedades y su calidad. - Masa de la corteza del eucalipto (CE) - Masa del jengibre. (MJ) - Tiempo de contacto entre GO y CE - Tiempo de contacto entre GO y MJ - Temperatura de la suspensión formada por GO+CE y GO+MJ <p>Indicadores: Observación morfológica del rGO obtenido mediante microscopía electrónica de barrido (SEM). Observación espectroscópica mediante UV-visible Cuantificación de temperatura y tiempo.</p> <p>Variables independientes: arreglar</p> <ul style="list-style-type: none"> - El peso del óxido de grafeno. - Volumen de la concentración de GO. - Concentración de la suspensión acuosa de GO. <p>Indicadores:</p> <ul style="list-style-type: none"> - Lectura de los valores de masa de GO registrados en la balanza digital.

			<ul style="list-style-type: none"> - Lectura de los valores registrados en la placa de agitación. - Lectura de los valores registrados en la pipeta.
--	--	--	--

Realizado por: Andrade, Jesús, 2021.

2.5. Tipo y diseño de investigación

2.5.1. Tipo de investigación

Según el método de investigación, este estudio será del tipo mixto, pues tendrá un enfoque cualitativo y cuantitativo. El carácter cuantitativo está relacionado con la obtención de un número finito de muestras provenientes de la corteza del árbol de eucalipto y de jengibre que serán sometidos a una serie de experimentos y al final se obtendrá el rendimiento del óxido de grafeno reducido tras el proceso de reducción. La recuperación del rGO estará relacionada con la caracterización espectroscópica en cuanto a su composición química, y en el caso de una caracterización microscópica se analizará su morfología.

Según su objetivo, es de tipo aplicada. Partiremos de una base teórica que se fundamentará en el estudio del estado del arte para proponer un método de síntesis *green* para obtener óxido de grafeno reducido.

Según el nivel de profundización en el objeto de estudio es de tipo exploratorio debido a que obtendremos una variedad de rGO dependiendo el método y el agente reductor usado, logrando así una estrecha relación con iniciativas *eco-friendly*.

Según la manipulación de variables, es del tipo experimental, puesto que existen dos tipos de variables dependientes e independientes dentro del estudio.

Según el periodo temporal, es una investigación longitudinal pues se usarán diferentes variables a lo largo de un periodo de tiempo, recopilando datos en dichos estudios.

2.5.2. Diseño de investigación

Esta investigación se valdrá de grupos de control que nos permitirá obtener el rendimiento de óxido de grafeno reducido. Estos grupos de control están relacionados específicamente con la variación de la concentración del agente reductor, temperatura y tiempo. El experimento constará de la reducción del GO obtenido bajo los siguientes agentes reductores: el extracto de polifenol proveniente de la corteza del árbol de Eucalipto y el extracto de polifenol proveniente del jengibre. Se realizará seis experimentos considerando como variables tres concentraciones del extracto de polifenol de la corteza de eucalipto 920, 460 y $110 \frac{\mu g}{ml}$ y una concentración de $110 \frac{\mu g}{ml}$ de extracto de polifenol de jengibre, además se considerará tres tiempos de contacto para cada experimento de 18, 20, 24 h.

Tabla 3-2: Diseño experimental de la investigación

EXPERIMENTOS	CONCENTRACIÓN	TIEMPO DE ACCIÓN (h)			RESPUESTA
	(ml)				
Corteza del Árbol de Eucalipto	25	16	20	24	% de rGO obtenido
	50	16	20	24	
	100	16	20	24	
Jengibre	25	16	20	24	
	50	16	20	24	
	100	16	20	24	

Realizado por: Andrade, Jesús, 2022.

2.6. Unidad de análisis

Las unidades de análisis presentadas en esta investigación son: El extracto de polifenol de la corteza de eucalipto, el extracto de polifenol del jengibre, el GO obtenido por el método *Hummers* modificado y las muestras de rGO resultantes del proceso reductor del GO, mediante los agentes reductores provenientes del extracto de polifenol mencionados anteriormente. A cada unidad de análisis se le determinará sus características, para ello se usa el espectrofotómetro infrarrojo para cuantificar los grupos funcionales presentes en cada unidad de análisis. Usando el microscopio electrónico de barrido, se estudia la morfología de cada producto. Y bajo análisis físico-químico se estudia las características de composición química en cuanto a humedad y ceniza bajo los protocolos propuestos por las normas TAPPI T 412 om-06 y TAPPI T 211 om-02 respectivamente.

2.7. Población del estudio

La población de estudio de la presente investigación está conformada por una muestra de la corteza del eucalipto y jengibre obtenidos desde la provincia de Chimborazo, de los cuales se obtendrá polifenol, que serán usados como agentes reductores en la obtención de rGO.

2.8. Tamaño de muestra

La población de estudio de la presente investigación está conformada por una muestra de la corteza del eucalipto de 14,68 g y un jengibre de 44 g.

2.9. Método de muestreo

Para esta investigación se usará un método de muestreo probabilístico aleatorio simple. La muestra de corteza de eucalipto se obtendrá de árboles provenientes de la estación experimental en Tunshi, parroquia Licto de la provincia de Chimborazo y la muestra de jengibre será obtenido en el mercado San Alfonso de la ciudad de Riobamba.

2.10. Técnica de recolección de datos

La síntesis de GO se realizará mediante el método de *Hummers* modificado. En cuanto a los extractos de polifenol proveniente del jengibre y de la corteza del eucalipto tendrán un procedimiento que se explica en las tablas 6-2 y 7-2. Una vez obtenido el polifenol, se lo utilizará como agente reductor para que junto al GO se pueda obtener rGO.

2.10.1. Obtención de la corteza del eucalipto

La recolección de la muestra de corteza de eucalipto se realizó en la estación experimental Tunshi perteneciente a la ESPOCH. La misma está ubicada en la parroquia Licto de la provincia de Chimborazo. Según las coordenadas proyectadas UTM Zona 17s Datum WGS 84, (764312, 9806733)

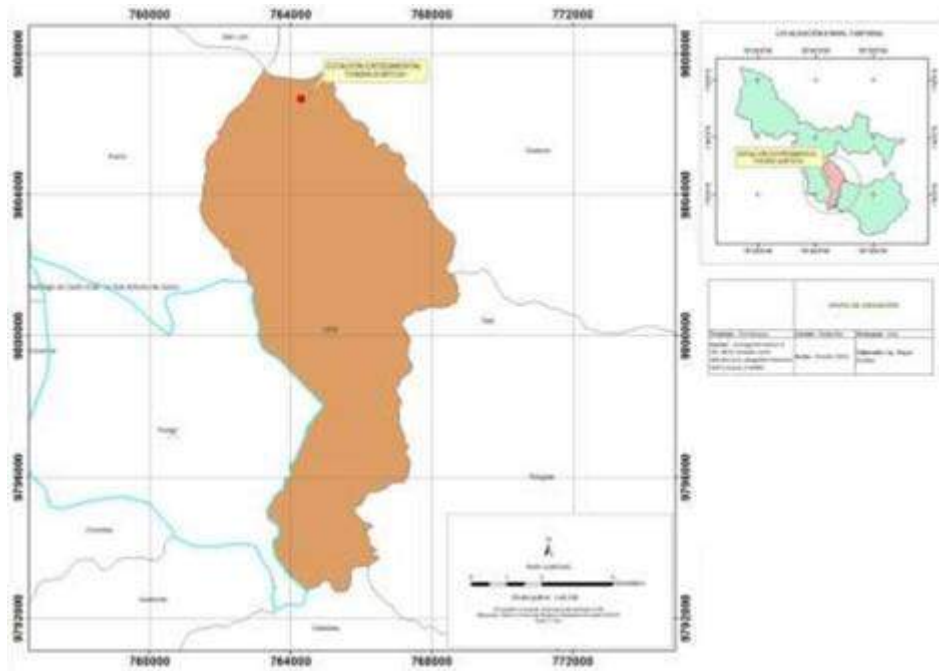


Figura 1-2: Mapa de la ubicación geográfica de la estación Tunshi-ESPOCH

Fuente: Guallpa, Miguel, p. 94.

El espécimen en estudio es *Eucalyptus globulus Labill* de aproximadamente 35 años según información proporcionada por el administrador de la hacienda Tunshi. Se emplearon 4 árboles con características morfológicas semejantes, de una altura aproximada de 20 metros y un diámetro de 35 centímetros.

2.10.2. Obtención de la muestra de jengibre

La muestra del tubérculo es de la especie *Zingiber Officinale*, al momento de su recolección el jengibre estaba listo para su consumo. Dicha muestra fue obtenida en el mercado de San Alfonso de Riobamba, mediante una selección aleatoria en cuanto a las dimensiones del tubérculo. Su masa en conjunto es equivalente a 44 gramos.



Figura 2-2: Muestra de jengibre *Zingiber Officinale*

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.

2.10.3. Pretratamiento de la muestra de corteza de eucalipto

- Usando un cuchillo afilado se desprendió pedazos de la corteza de 4 árboles morfológicamente similares. Se recolectó un equivalente a 15 gramos de masa y se cortó en pedazos de una longitud aproximada a 4 cm.
- La muestra se lavó exhaustivamente usando agua potable hasta que el agua residual no botase residuos ajenos a la corteza del eucalipto.
- Después se lavó una vez más usando agua destilada.
- La muestra se dejó secar a temperatura ambiente en bandejas de aluminio durante 10 días.
- Por último, la muestra se secó en una estufa con circulación de aire forzada de marca Memmert a 35 °C.

2.10.4. Pretratamiento de la muestra de jengibre

- Usando un cuchillo se retiró la piel del tubérculo.
- El jengibre fue cortado en trozo pequeños de aproximadamente 3 a 5 mm.
- Se lavó dos veces usando agua potable y una vez usando agua destilada.
- La muestra fue colocada en una bandeja de aluminio y secada a temperatura ambiente durante 10 días y 2 días en una estufa con circulación de aire forzada de marca Memmert a 35 °C.

2.10.5. Molienda de las muestras

Estudios realizados por Miranda et al. (2013, p. 300) informan que el fraccionamiento de la muestra influye en el aprovechamiento de componentes específicos, de manera que una fracción fina de la corteza es rica en materiales solubles cuando sus dimensiones son menores a 2 mm. Bajo el mismo enfoque Mota et al (2012, p. 6994) observaron que, al aumentar las dimensiones de las muestras en estudio, la cantidad de extraíbles comienza a decrecer. De esta manera las dimensiones de la partícula de jengibre *Zingiber Officinale* y la partícula de la corteza de *Eucalyptus globulus Labill* son factores que influyen el rendimiento de la extracción del polifenol. Es así que se escogió el uso de un triturador industrial. El producto obtenido pasó por un proceso de tamizaje utilizando un tambor de tamizaje de 125 micrómetros. Luego las muestras fueron pesadas para calcular así el rendimiento del proceso ejecutado.

2.10.6. Síntesis de compuestos polifenólicos

Según como se reporta en la literatura el rendimiento en la extracción de compuestos polifenólicos dependerán del tiempo de extracción, la temperatura de acción, la polaridad y concentración del solvente (Mota et al., 2012, p. 6999 y Vásquez et al., 2009, p. 364). Para corroborar un proceder efectivo en cuanto a la extracción de compuesto polifenólicos, es necesario un estudio de conteo de polifenoles para lo cual se emplea el método *Folin-Ciocalteu*, este es un método de carácter espectrofotométrico.

2.10.6.1. Síntesis del reactivo Folin-Ciocalteu

Este reactivo reaccionará con fenoles extraídos del jengibre y la corteza del eucalipto formando cromógenos detectables espectrofotométricamente. Bajo la concentración de agentes polifenólicos el color de la muestra varía debido a la transferencia de electrones a un pH básico reduciendo así, complejos de ácido fosfotúngstico y ácido fosfomolibdico presentes en el reactivo Folin-Ciocalteu, para formar cromógenos cuyos metales tendrán una menor valencia. (Petrozzi, 2011, p. 29).

Tabla 4-2: Síntesis del reactivo Folin-Ciocalteu

Materiales y Equipos:	Reactivos:
<ul style="list-style-type: none"> • Estufa • Balón • Tubo refrigerante • Termómetro digital 	<ul style="list-style-type: none"> • 10 g de tungstato de sodio • 2,5 g de molibdato de sodio • 5 ml de ácido fosfórico • 10 ml de ácido clorhídrico • 15 g de sulfato de litio • 1 gota de bromo • 200 ml de agua destilada
Procedimiento:	
<ul style="list-style-type: none"> • En 70 ml de agua destilada disolver 10 g de tungstato de sodio y 2,5 g de molibdato de sodio. • Añadir 5 ml de ácido fosfórico al 85% y 10 ml de ácido clorhídrico concentrado • Mantener una temperatura de 90 °C bajo reflujo por 10 horas. • Después añadir 15 g de sulfato de litio, 5 ml de agua destilada y 1 gota de bromo • Mantener bajo reflujo por 15 minutos. • Enfriar a temperatura ambiente y envasar en un frasco color ámbar. 	

Realizado por: Andrade, Jesús, 2022.

2.10.6.2. *Conteo de polifenoles por el método Folin-Ciocalteu*

El método de Folin-Ciocalteu se basa en una reacción colorimétrica que revela de manera cuantitativa los polifenoles presentes en una muestra. Al involucrar una muestra de polifenoles a un reactivo redox de Folin-Ciocalteu se forma un complejo azulado capaz de cuantificar su absorbancia mediante espectrofotometría de luz visible (Blainski, 2013, p. 6853). Para el conteo de los polifenoles totales en las muestras de jengibre y corteza de eucalipto se requiere un parámetro de referencia de una unidad básica de fenol comparable, para este estudio se consideró el ácido gálico, por su simpleza estructural. Se debe construir una curva de calibración que relacione la absorbancia producida en el espectroscopio UV con la masa de los polifenoles en estudio equivalentes en ácido gálico.

Tabla 5-2: Construcción de la recta de calibración

Materiales y Equipos:	Reactivos:
<ul style="list-style-type: none"> • 6 Matraces aforados de 25 ml • 3 Vasos de precipitación de 50 ml • Espectroscopio UV • Pipeta digital de 1 ml 	<ul style="list-style-type: none"> • 100 ml de Etanol (C₂H₅OH) al 99% • 10 mg de ácido ascórbico (C₆H₈O₆) • 200 ml de agua destilada • 4 g de Carbonato de Sodio (Na₂CO₃)
Procedimiento :	

1. Realizar una solución madre de ácido de gálico de 20 mg en 100 ml de agua destilada.
2. A continuación, se toma 4 alícuotas de 1, 1,25, 1,50 y 1,75 equivalentes a 8, 10, 12 y 14 ppm. Cada una de estas alícuotas deben prepararse en balones de aforados de 25 ml
3. Introducir 1,25 ml del reactivo Folin-Ciocalteu a cada uno de los balones y agitar por 3 minutos para homogenizar la solución.
4. Luego agregar 2,5 ml de carbonato de sodio al 20 % p/v. Para ello disolver 20 g de carbonato de sodio en 100 ml de agua destilada. Agitar de manera circular, buscando eliminar burbujas generadas
5. Después se debe llevar a la línea de aforado cada uno de las alícuotas. La muestra debe reaccionar durante dos en lugar obscuro y a temperatura ambiente.
6. Medir la absorbancia usando un espectrofotómetro UV a una longitud de onda de 725 nm. Luego medir de la misma manera 0,25 ml de etanol 50% v/v en lugar de las soluciones diluidas, esta será la muestra del blanco.
7. Recolectar los puntos de absorbancia encontrados y construir bajo una regresión lineal una ecuación que modele una dependencia de la cantidad fenoles según la absorbancia emitida en el UV-Visible.

Realizado por: Andrade, Jesús, 2022.

Para medir la absorbancia de cada muestra se sigue la siguiente ecuación:

$$A_{muestra} = A_{medida} - A_{blanco}$$

Ecuación 1-2: Absorbancia de la muestra.

Donde:

$A_{muestra}$: absorbancia de la muestra de polifenol

A_{medida} : absorbancia medida en el espectrofotómetro

A_{blanco} : absorbancia del blanco

Una vez conseguido la ecuación de calibración se podrá adaptar las muestras de polifenol a los valores estándar que se presentan en la regresión lineal. Para ello si diluye las muestras de extracto de polifenol con etanol al 50% hasta obtener resultados congruentes con la ecuación encontrada. Para encontrar la concentración de polifenoles se usa la ecuación 2-2. Dicha concentración está expresada en g GAE/g.

$$C_{fenoles} = (A_{muestra} + \frac{(-b)}{a}) * (\frac{D}{C_{extracto} * 1000})$$

Ecuación 2-2: Ecuación para medir la concentración de polifenoles.

Donde,

$C_{fenoles}$: concentración de fenoles en la muestra (Eq. $\frac{\text{mg GAE}}{\text{g extracto}}$)

$A_{muestra}$: absorbancia del extracto

$C_{extracto}$: concentración del extracto ($\frac{\text{g}}{\text{l}}$)

D: factor de dilución

$$a = 0,0608 ; b = -0,104$$

El valor de a y b se obtienen al construir la ecuación referente a la curva de calibración encontrada en la figura 1-3.

2.10.6.3. Síntesis de polifenol a partir de la corteza del *Eucalyptus Globulus Labill*

La parte hidrofílica del *Eucalyptus Globulus Labill* contiene grandes cantidades de compuestos fenólicos (Santos et al., 2011, p. 9387) por lo cual el método más eficiente para la síntesis de polifenol será una extracción sólido-líquido, el método escogido para la extracción dependerá de la eficiencia del proceso, la disponibilidad de los instrumentos de laboratorio y reactivos para el desarrollo de esta investigación.

En la literatura se proponen diferentes variables en cuanto a la concentración y el tipo de solvente, el tiempo y la temperatura de acción, sin embargo, varios autores concluyen que la mayor eficiencia en la obtención de polifenoles convergen a un rango específico, después de analizar varias propuestas se han considerado los valores reportados de mayor eficiencia. Gonzales (2017, p. 68) concluye que las condiciones se maximizan al usar una relación 51% (v/v) de metanol, a una razón corteza/ líquido de 1/60 g/ml para dos temperaturas de 53 °C y 46 °C. Parada, M. (2017, p. 64) indica en su trabajo una razón de corteza/líquido 1/60 g/ml a una relación de metanol/ agua de 46.8% (v/v) y una temperatura de 51.7 °C.

Tabla 6-2: Método para la extracción de polifenoles a partir de corteza de eucalipto

Materiales y Equipos:	Reactivos:
<ul style="list-style-type: none"> • Vaso de precipitación de 800 ml • Agitador magnético • 4 papeles Whatman • Rotavapor 	<ul style="list-style-type: none"> • 500 ml de Etanol (C₂H₅OH) al 99% • 8,34 g de polvo de corteza de eucalipto
Procedimiento :	
<ul style="list-style-type: none"> • Preparar una disolución de 500 ml etanol/ agua (v/v) para ello agregar 250 ml de etanol junto a 250 ml de agua destilada. • La muestra de polvo de corteza de eucalipto debe ser suspendida en la mezcla de etanol/ agua (v/v) a una razón sólido/líquido de 1/60 g/mL, para lo cual se debe usar 8,34 g de polvo de corteza de eucalipto. • Disponer de la mezcla en un vaso de precipitación de 800 ml de capacidad. • Introducir el vaso de precipitación en un agitador magnético durante 30 minutos a 250 rpm. • Después que le mezcla se haya homogenizado, someter a la muestra un proceso de sonicación durante 20 minutos. • El volumen debe ser estabilizado a una temperatura de 50°C durante 15 minutos, bajo agitación constante. 	

<ul style="list-style-type: none"> • Después del proceso de suspensión, la muestra debe ser filtrada al vacío obteniendo el extracto libre de restos de corteza. Para asegurar que el polifenol esté libre de grumos se realizará un segundo proceso de filtración cambiando el papel Whatman. • Mediante el uso de un rotavapor de marca Biobase destilar los extractos hidrosolubles a 35°C y 20 rpm para eliminar el etanol. Este proceso debe durar 1 hora. • Por último, congelar el remanente a -4°C durante 12 horas y almacenarlo en el refrigerador hasta su posterior uso.

Realizado por: Andrade, Jesús, 2022.

2.10.6.4. Síntesis de polifenol a partir del jengibre (*Zingiber Officinale*)

Tabla 7-2: Método para la extracción de polifenoles a partir del jengibre

Materiales y Equipos:	Reactivos:
<ul style="list-style-type: none"> • Vaso de precipitación de 800 ml • Agitador magnético • 4 papeles Whatman • Rotavapor 	<ul style="list-style-type: none"> • 500 ml de Etanol (C₂H₅OH) al 99% • 8,34 g de polvo de jengibre
Procedimiento :	
<ul style="list-style-type: none"> • Preparar una disolución de 500 ml etanol/ agua (v/v) para ello agregar 250 ml de etanol junto a 250 ml de agua destilada. • La muestra de polvo de corteza de eucalipto debe ser suspendida en la mezcla de etanol/ agua (v/v) a una razón sólido/líquido de 1/60 g/ml, para lo cual se debe usar 8,34 g de polvo de corteza de jengibre. • Disponer de la mezcla en un vaso de precipitación de 800 ml de capacidad. • Introducir el vaso de precipitación en un agitador magnético durante 30 minutos a 250 rpm. • Después que la mezcla se haya homogenizado, someter a la muestra un proceso de sonicación durante 20 minutos. • El volumen debe ser estabilizado a una temperatura de 50°C durante 15 minutos, bajo agitación constante. • Después del proceso de suspensión, la muestra debe ser filtrada al vacío obteniendo el extracto libre de restos de jengibre. Para asegurar que el polifenol esté libre de grumos se realizará un segundo proceso de filtración cambiando el papel Whatman. • Mediante el uso de un rotavapor de marca Biobase, para destilar los extractos hidrosolubles a 35°C y 20 rpm para eliminar el etanol. Este proceso debe durar 1 hora. • Por último, congelar el remanente a -4°C durante 12 horas y almacenarlo en el refrigerador hasta su posterior uso. 	

Realizado por: Andrade, Jesús, 2022.

2.10.6.5. Síntesis de óxido de grafeno (GO)

El método de síntesis de óxido de grafeno escogido es el método de *Hummers* modificado. Este método consiste en la oxidación del grafito mediante un tratamiento de permanganato de potasio en un medio ácido. Se somete al grafito a un proceso de oxidación rompiendo las fuerzas intermoleculares del tipo Van der Waals, esto es debido a la unión de grupos funcionales como hidroxilos, éteres y epóxidos a los dominios aromáticos (López, 2020, p.3).

Tabla 8-2: Método *Hummers* modificado para la síntesis de GO

Materiales y Equipos:	Reactivos:
<ul style="list-style-type: none"> • 1 Vaso de precipitación 1000 ml • Estufa • Agitador mecánico y magnético • Termómetro • pHmetro • Tubos Falcon 50 ml • Recipiente pyrex • Pipeta de 2 ml • Espatula 	<ul style="list-style-type: none"> • 3gr de grafito • 70 ml de ácido sulfúrico (H_2SO_4) al 95% • 9 gr de permanganato de potasio ($KMnO_4$) • 15 ml ácido clorhídrico (HCl) al 30% • 150 ml de peróxido de hidrogeno (H_2O_2) • Aceite y Hielo
Procedimiento :	
<ul style="list-style-type: none"> • En un vaso de 1000 ml de capacidad se agrega los 3gr de grafito seguido de 70 ml de H_2SO_4, este proceso es realizado bajo vigorosa agitación. • De manera lenta se agrega 9gr de $KMnO_4$, es importante enfatizar que la disposición del $KMnO_4$ en la reacción debe ser en proporciones pequeñas y a un ritmo constante durante 45 min. Por lo cual nos podemos valer de una paleta o cuchara que nos permita soltar piscas del reactivo. Durante este proceso la temperatura no debe superar los 20 °C, por lo cual se usa un baño de hielo. • Al transcurrir los 45 minutos el producto es transferido al baño de aceite permitiendo que este alcance una temperatura de 50 °C. Este proceso se realiza durante 30 min bajo vigorosa agitación, se debe controlar constantemente la temperatura del reactor pues este no debe exceder los 50°C. • Después se agrega 150 ml de agua destilada gota a gota durante 20 minutos, lo cual provoca una reacción exotérmica aumentando la temperatura del reactor a 90°C, durante los próximos 20 minutos la temperatura debe ser controlada para que se mantenga a esa temperatura, para lo cual nos podemos valer del baño de aceite. • Una vez culminado los 20 minutos se añade 500 ml de agua destilada al reactor, seguido de 150 ml de peróxido de hidrógeno, lo cual debe ser colocado gota a gota. En este punto el reactor cambia de café oscuro a un color mostaza, lo cual es un indicativo cualitativo de la oxidación del grafito • Esta solución es centrifugada a 3000 rpm por 10 minutos y el precipitado es lavado por una vez con una solución de 1:10 de ácido clorhídrico. • Luego se procede a una serie de lavados mediante el uso de agua destilada buscando que el producto llegue a un pH de 7, por lo general se requiere entre 5 a 7 lavados. Para este proceso nos valemos de una centrifugadora para eliminar la parte líquida del reactor, además de un pHmetro para controlar el nivel de acidez de la muestra tras los lavados. 	

- Una vez alcanzado el pH requerido, el precipitado es secado en una estufa a 50 °C por 72 horas. El precipitado debe ser colocado en un pyrex de horno de preferencia rectangular. Al ser depositado en la estufa deberá ser protegido por aluminio para que el producto no se contamine.
- Al transcurrir el tiempo requerido para el secado del precipitado, recuperaremos mediante el uso de una espátula. Por cada gramo de material recuperado se disuelve en 1 litro de agua destilada, esta solución debe ser homogénea por lo que se debe sonicar por 1 hora hasta que todo se disuelva.
- Centrifugar por 30 min a 1000 rpm obteniendo una suspensión de GO menos denso el cual es el sobrenadante mientras que el residuo no exfoliado es óxido de grafito
- Finalmente poner al horno a 50 °C el sobrenadante por 24 horas. Después se debe recuperar los cristales de óxido de grafeno ya secos, los cuales deberán ser pesados y almacenados en un lugar oscuro y seco para su posterior uso.

Realizado por: Andrade, Jesús, 2022.

2.10.6.6. Síntesis de óxido de grafeno reducido (rGO)

Al someter al GO a un proceso de reducción se elimina los grupos funcionales y se restaura los enlaces sp^2 (López, 2020, p.2). Existe varios procedimientos y técnicas para conseguir rGO, para esta experimentación se propone el uso de polifenoles como agentes reductores.

Tabla 9-2: Método propuesto para la reducción del GO

<p>Materiales y Equipos:</p> <ul style="list-style-type: none"> • 6 Vasos de precipitación 1000 ml • 18 Vasos de precipitación • Estufa • Agitador magnético • Termómetro • Sonicador • Tubo condensador 	<p>Reactivos:</p> <ul style="list-style-type: none"> • 1gr de GP • 500 ml de polifenol de jengibre • 500 ml de polifenol de corteza de eucalipto • Aceite y Hielo • 500 ml etanol 50 % v/v
<p>Procedimiento:</p> <ul style="list-style-type: none"> • Formar una concentración de 50 mg de GO en 500 ml de agua destilada, usando las nanohojas de GO obtenidos previamente bajo agitación durante 4 horas. • Después la muestra debe ser sometida a un proceso de sonicación, durante 30 minutos. En este punto se puede ver como el GO se suspende en el medio acuoso, brindando una tonalidad café al agua destilada. • Tras el proceso de sonicación, la solución es centrifugada a 3000 rpm durante 30 minutos con el fin de remover los remanentes solidos no exfoliados. • En este punto se agregará a la solución, los polifenoles extraídos de la corteza de eucalipto o del jengibre dependiendo del experimento en estudio. Se propone 3 muestras de diferente concentración 25 ml, 50 ml 100 ml, para cada extracto de polifenol (en total 6 muestras), cada una de ellas diluidas en 100 ml de GO que suspendido previamente. • Cada una de las 6 muestras deberán ser sometidas a sonicación durante 15 minutos. 	

- Agitar magnéticamente las muestras a una temperatura de 90 °C bajo reflujo, la temperatura puede ser controlada usando un baño de aceite. Este proceso se lleva a cabo durante 24 horas, y se tomará muestras a las 16, 20 y 24 horas después de comenzar la agitación. Cada muestra tomada (en total 18) será etiquetada y almacenada para su caracterización.
- Después, cada muestra debe lavarse con una solución de metanol-agua a una concentración del 50 % (v/v), para remover partículas y fenoles excedentes.
- Finalmente, las muestras son llevadas al horno a 80 °C durante 24 horas.

Realizado por: Andrade, Jesús, 2022.

2.10.7. Caracterización de la materia prima

La caracterización de la materia prima se llevó a cabo bajo procesos estándares encontrados en la literatura.

2.10.7.1. Contenido de la humedad

El contenido de humedad de las muestras de jengibre pulverizado y de corteza seca de eucalipto pulverizada se determina mediante la norma TAPPI T 412 om-06. Este método permite evaluar la cantidad de agua que contiene la masa de la muestra en estudio.

Tabla 10-2: Método para determinar el contenido de humedad de las muestras tomadas

Materiales y Equipos:	Reactivos:
<ul style="list-style-type: none"> • Crisoles • Balanza analítica • Estufa de secado • Desecador 	<ul style="list-style-type: none"> • 50 gramos de polvo de corteza de eucalipto • 50 gramos de polvo de jengibre
Procedimiento :	
<ul style="list-style-type: none"> • Primero se debe pesar 15 g de la muestra en estudio • Se debe colocar la muestra de manera uniforme en el crisol. • Introducir el crisol a la estufa a una temperatura de 105 ° ± 2 ° C durante 2 horas. • Sacar la muestra de la estufa e introducirla al desecador y tan pronto la muestra alcance una temperatura ambiente se debe pesar. Generalmente la muestra llega a una temperatura ambiente en un lapso de 30 a 45 minutos. • Repetir el proceso hasta que el peso sea constate. Para calcular la humedad se utiliza la siguiente ecuación. $\text{Humedad, \%} = \frac{(W_1 - W_2)}{W_1} \times 100$ <p>Donde:</p> <p>W_1 = peso inicial de muestra en gramos</p> <p>W_2 = peso final de muestra en gramos</p>	

Fuente: TAPPI 2006b, p 1-3.

Realizado por: Andrade, Jesús, 2022.

2.10.7.2. Contenido de ceniza

El contenido de ceniza de las muestras se determina mediante la norma TAPPI T 211 om-02 que es un método para determinar la cantidad de ceniza presente en una muestra. Este subproducto es el residuo incombustible después de la incineración.

Tabla 11-2: Método para determinar el contenido de ceniza de las muestras tomadas

Materiales y Equipos:	Reactivos:
<ul style="list-style-type: none">• Crisoles• Balanza analítica• Estufa de secado• Desecador	<ul style="list-style-type: none">• 50 gramos de polvo de corteza de eucalipto• 50 gramos de polvo de jengibre
Procedimiento :	
<ul style="list-style-type: none">• Introducir el crisol limpio a una mufla a 525 ± 25 °C durante 45 minutos luego colocar el crisol en el desecador hasta que este alcance una temperatura ambiente. Posterior a esto se debe pesar el crisol.• Se pesa 2 g de cada muestra de polvo libre de humedad• Carbonizar la muestra sobre el reverbero a una llama baja, hasta que este deje de desprender humo. Una vez el residuo se haya carbonizado, colocar la muestra en la mufla a 525 ± 25 °C.• Cuando la muestra esté quemada completamente retirar el crisol de la mufla e introducir en el desecador hasta que alcance la temperatura ambiente. Un indicador morfológico de la muestra quemada por completo es la ausencia de partículas negras.• Pesar el crisol hasta que el peso de la ceniza sea constante. Por ultimo determinar el contenido de ceniza, mediante la siguiente expresión: $\text{Ceniza, \%} = \frac{A \times 100}{B}$ <p>Donde: <i>A = peso obtenido de la ceniza en gramos</i> <i>B = peso de la muestra libre de humedad</i></p>	

Fuente: TAPPI 2002, p 1-4.

Realizado por: Andrade, Jesús, 2022.

2.10.8. Caracterizaciones del óxido de grafeno (GO) y del óxido de grafeno reducido (rGO)

2.10.8.1. Espectroscopía al infrarrojo

La espectroscopía infrarrojo es utilizada ampliamente en investigaciones debido a que brinda información directa sobre los cambios químicos presentes en una muestra tras someterse a

tratamientos químicos, esto es conseguido gracias a la interacción de la radiación infrarroja con la materia. (Mandal y Chakrabarty 2011, p. 1293).

Para esta caracterización se utilizó un espectrofotómetro infrarrojo JASCO, modelo FT/IR 4100, el cual trabaja en las regiones de $4000-550\text{ cm}^{-1}$, el cual se encuentra en la Facultad de Ciencias de la ESPOCH, en el laboratorio instrumental. Este estudio es útil para obtener información sobre la composición química de las muestras, esta información se expresa en datos relacionados a la transmitancia y frecuencia de la onda obtenida.

En esta experimentación se relacionará la transmitancia obtenida a ciertas frecuencias de onda, con la magnitud de picos que indican la presencia de grupos funcionales específicos presentes en la muestra de GO, después se obtendrá el espectro FTIR de las 18 muestras de rGO, y así poder evidenciar el proceso de reducción al eliminarse los radicales oxidativos.

Tabla 12-2: Método para determinar grupos funcionales por espectroscopía de infrarrojo

Materiales y Equipos:	Reactivos:
<ul style="list-style-type: none"> • Espectrofotómetro FTIR • Algodón • Pipeta Pasteur 	<ul style="list-style-type: none"> • Alcohol antiséptico • Muestra de GO • Muestras de rGO
Procedimiento :	
<ul style="list-style-type: none"> • Abrir y ejecutar el programa Spectra Manager después seleccionar la opción Quick-Star • Limpiar la superficie donde se coloca la muestra, este se encuentra en el interior central del equipo, valerse de un poco de alcohol antiséptico • Una vez que el área de muestra está aséptica se puede realizar el “Background”. Cerrar la tapa del equipo y presionar el botón de inicio, el cual está ubicado en la parte frontal del mecanismo. • Realizar el barrido espectral de la muestra en estudio. Para ello colocar la muestra en el cristal del área de muestra, luego quitar el seguro, mover el tornillo de ajuste hacia adelante hasta que presente fricción, cerrar la tapa y presionar el botón de inicio. • El espectro debe ser procesado con el programa Spectra Analysis, se debe calibrar las escalas y eliminar el CO_2 • De la gráfica obtenida se debe identificar los picos más relevantes. • Guardar los datos obtenidos del espectro para su posterior análisis • Liberar la muestra, moviendo hacia atrás el tornillo de ajuste, limpiar con alcohol antiséptico del área de muestra. • Cerrar el programa Spectra Manager y apagar el equipo. 	

Fuente: Manual de operación de Espectrofotómetro Infrarrojo FT-IR del laboratorio de Química instrumental, ESPOCH.

Realizado por: Andrade, Jesús, 2022.

2.10.8.2. Microscopía electrónica de barrido (SEM)

El microscopio electrónico de barrido utiliza electrones para crear imágenes de alta resolución, este equipo posee un cañón de electrones que trabaja al vacío, el haz de electrones producido por

el mismo interactúa con la muestra a analizar, esta interacción produce señales, las cuales son recibidas, procesadas y proyectadas en una pantalla de computadora (Ipohorski y Bozzano 2013, p. 46). Para esta investigación se utilizó el microscopio electrónico de barrido JEOL SEM JSM-IT100 de la ESPOCH ubicado en la facultad de Mecánica, el mismo que nos permitió observar la morfología de las muestras de polifenol de la corteza de eucalipto, del GO, del rGO A18 y del rGO A24. Las muestras deben ser secadas previamente y debe ser colocado en uno de los cuatro objetivos, la muestra debe ser polvo fino, para su mayor apreciación. Después las imágenes obtenidas del SEM se analizan con el software ImageJ, que es un software de procesamiento de imágenes de dominio público, desarrollado por *National Institutes of Health* de Estados Unidos.

Tabla 13-2: Proceso para el uso del SEM

Materiales y Equipos:	Reactivos:
<ul style="list-style-type: none"> • Espectrofotómetro FTIR • Algodón • Pipeta Pasteur 	<ul style="list-style-type: none"> • Alcohol antiséptico • Muestra de GO • Muestras de rGO
<p>Procedimiento:</p> <ul style="list-style-type: none"> • Preparar las muestras a analizar, éstas deberán estar secas. • Colocar las muestras en la porta muestra del SEM. • Generar vacío según se requiera. Su nivel puede ser alto, medio o bajo. • Regular el voltaje. • Enfocar la estructura de interés. • Optimizar los parámetros del SEM a conveniencia de la investigación. • Guardar y almacenar las imágenes obtenidas en un CD. 	

Fuente: Cayambe, 2015, p.26.

Realizado por: Andrade, Jesús, 2022.

2.10.8.3. Transmitancia óptica

En esta caracterización se utiliza el espectrofotómetro UV visible para medir la transmitancia de las muestras de GO y rGO, para lo cual cada muestra fue diluida al 0,1% en un rango de longitud de onda entre 400-8000 nm, se utiliza como blanco el espectro de un recipiente de cuarzo con agua destilada. (Espinosa 2019, p. 71). La transmitancia óptica relaciona la cantidad de energía que atraviesa un cuerpo en una fracción de tiempo, cuando la luz que atraviesa un medio golpea a partículas suficientemente grandes, se dispersa provocando que el grado de transparencia del cuerpo disminuya, consecuentemente, entre mayor sea el tamaño de la partícula, más cantidad de luz se dispersa y la muestra resulta menos transparente (Besbes, Vilar y Boufi 2011, p. 1202).

Tabla 14-2: Método para medir la transmitancia de las muestras

Materiales y Equipos:	Reactivos:
<ul style="list-style-type: none"> • Espectrofotómetro UV Visible • Celda de cuarzo de 1 cm 	<ul style="list-style-type: none"> • Agua Destilada
Procedimiento :	
<ul style="list-style-type: none"> • Preparar las muestras por analizar, suspender una pequeña parte de la muestra en un medio acuoso • Iniciar el programa Thermo Insight y configurar los parámetros de formato de datos, longitud de onda, ancho de banda espectral. • Realizar una medición de calibración usando la celda con agua destilada. • Limpiar las paredes de la celda para evitar cualquier interferencia, luego colocar la muestra en estudio en la celda. • Introducir la celda en el compartimiento de muestras. • Medir y registrar los valores obtenidos de Transmitancia. • Guardar las imágenes de los espectros obtenidos, para su posterior interpretación. • Apagar el equipo. 	

Realizado por: Andrade, Jesús, 2022.

CAPÍTULO III

3. RESULTADOS Y DISCUSIÓN

En este capítulo se reporta los datos experimentales obtenidos y su respectivo análisis estadístico. Estos resultados son comparados con propuestas y procedimientos de otras investigaciones, permitiendo indagar de manera objetiva las razones causales de los resultados obtenidos, bajo este criterio se presentan factores relevantes que deben ser considerados para futuras investigaciones, estas consideraciones permitirán eficientar el proceso de reducción del GO a partir del uso de polifenoles.

En primera instancia se presenta los resultados del pretratamiento y caracterización de las muestras de jengibre y de la corteza de eucalipto, además de factores considerados y no considerados que afectan a la concentración de polifenoles en los extractos. Después, se presenta el conteo de polifenoles de las dos muestras en estudio, junto a la curva de calibración obtenida bajo el procedimiento *Folin-Ciocalteu*. El número de polifenoles presentes en cada muestra depende de varios factores entre ellos los principales son: el proceso de extracción y la naturaleza de la muestra. Varias investigaciones presentan resultados que permiten una comparación objetiva en la eficiencia del método de reducción presentado en esta investigación.

Luego se presenta los resultados cualitativos y cuantitativos del proceso de síntesis de GO bajo una modificación del método de *Hummers* y del proceso de reducción del GO usando los extractos de polifenol provenientes del jengibre y de la corteza de eucalipto. Para ello se siguieron protocolos de caracterización de los análisis SEM, EDS, FITR y UV-visible. Se presenta también un análisis estadístico ANOVA que permite saber si existe una relación entre las variables concentración y tiempo de acción con el rendimiento del rGO obtenido.

3.1. Secado y molienda de las muestras

El proceso de secado se realizó a temperatura ambiente por 10 días, es importante que la temperatura no supere los 35 °C debido a que los compuestos polifenólicos se degradan fácilmente al exponerse a temperaturas calientes. Después del proceso de secado el peso del jengibre disminuyó un 67,20 % mientras que el peso de la corteza de eucalipto se redujo en un 14,11%. El rizoma de la planta de jengibre, al ser 79% agua tiende a perder gran cantidad de su masa al secarse, es así que para la experimentación se requirió 44g del tubérculo. Por lo cual es la primera evidencia que permite distinguir cualidades favorables al usar corteza seca como agente polifenólico.

En el proceso de molienda se perdió aproximadamente un 13,18% en el caso del jengibre y un 8,42 % de la corteza de Eucalipto. El porcentaje de pérdida fue mayor en el jengibre debido a que varios trozos de jengibre tenían una contextura chiclosa, lo cual provocaba problemas en la molienda, debido al atoramiento de algunos trozos en el tambor del molino.

Después se realizó un proceso de tamizaje que permitió separar de las muestras, las partículas mayores a 0.120 mm para maximizar la obtención de polifenoles, según presenta Miranda et al. (2013, p. 302) en sus estudios. En el tamizaje se perdió gran parte de la muestra que no se había molido bien, incluyendo fibras propias del tubérculo del jengibre, por lo cual hubo un porcentaje de pérdida del 34,45 % y 27,80% del jengibre y corteza de eucalipto respectivamente. En resumen, la tabla 1-3 presenta la cantidad en masa de muestra que se obtuvo en los diferentes procesos previos a la extracción de polifenoles.

Tabla 1-3: Masa de las muestras durante el secado, la molienda y tamizaje

	Muestra inicial (g)	Muestra tras el secado (g)	Muestra tras la molienda (g)	Muestras tras el tamizaje (g)
Jengibre	44	14,43	12,53	8,34
Corteza de Eucalipto	14,68	12.61	11,55	8,34

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.

3.2. Caracterización de la materia prima

La muestra de jengibre y de corteza de eucalipto fueron sometidos a análisis químicos de humedad y cantidad de ceniza con el fin de saber su composición. En la tabla 2-3 se recopila los resultados obtenidos.

Tabla 2-3: Composición química de la muestra de jengibre y corteza de eucalipto

MUESTRAS	ENSAYO	MÉTODO DE REFERENCIA	PORCENTAJE (%)
Jengibre	Humedad	TAPPI T 412 om-06	3,98
	Ceniza	TAPPI T 211 om-02	2,13
Corteza de Eucalipto	Humedad	TAPPI T 412 om-06	8,24
	Ceniza	TAPPI T 211 om-02	3,19

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.

Saquicaray y Del Pilar (2012, p. 94) presentan en su trabajo un porcentaje de humedad en el Jengibre equivalente a 3,68% este valor es cercano al obtenido en esta investigación de 3,98 %, en ambos

casos se usó el jengibre *Zingiber officinale*. Estos valores son óptimos al estar bajo el 10% del peso total de la planta. En cuanto a la humedad de la corteza del eucalipto *E. globulus* los investigadores Bown y Lasserre presentan una humedad de 18,8% este valor difiere bastante del obtenido en esta investigación de 8,24 %, sin embargo, Bown y Lasserre (2015, p. 2) mencionan que la cantidad de humedad remanente depende de varios factores externos, como la localización del árbol o incluso la estación del año en la que se recoge la muestra. Además de los factores externos mencionados, una razón que permitió obtener una corteza mucho más seca en esta investigación es el tiempo de secado, pues el proceso fue relativamente largo (10 días) por lo cual la corteza consiguió eliminar mayor cantidad de humedad que investigaciones donde se toma un periodo de tiempo más corto.

En cuanto a la cantidad de ceniza presente en el jengibre, Saquicaray y Del Pilar (2012, p. 95) presentan un porcentaje de 5,39% que es un valor alto al compararlo con el valor presentado en la tabla 2-3 de 2,13%. La ceniza se compone de varios elementos sobrantes tras la carburación, entre ellos pueden ser: carbonatos, sulfatos, silicatos o fosfatos, por lo cual el porcentaje de ceniza dependerá de la naturaleza de la muestra en estudio.

3.3. Polifenoles totales en las muestras

3.3.1. Curva de Calibración

Para realizar el estudio *Folin-Ciocalteu* para el conteo de polifenoles totales en las muestras de polvo de jengibre y de corteza de eucalipto, se realizó una curva de calibración que sirva como referente, esta curva de calibración se realizó usando ácido gálico como un equivalente de los polifenoles.

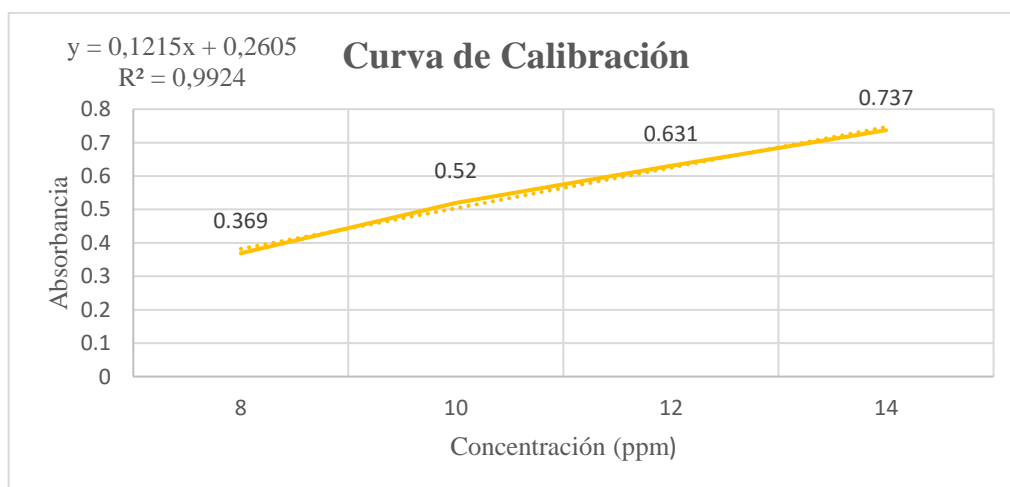


Gráfico 1-3: Curva de calibración para el estudio de concentración de polifenoles totales

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.

Como se observa en el gráfico 1-3 el valor del $R^2 = 0,992$ lo que indica una correspondencia adecuada al ajustar la curva de calibración, esto permitió tener una ecuación de referencia fiable para el cálculo de polifenoles totales en las muestras de jengibre y de la corteza de eucalipto.

3.3.2. *Conteo de polifenoles totales en la muestra de jengibre y corteza de eucalipto.*

Para el conteo de polifenoles se procedió de igual manera que para la preparación de la curva de calibración solo cambiando el ácido gálico por la muestra de polifenol en estudio, para ello se realizó diluciones hasta que la absorbancia emitida por el UV-visible esté en el rango de la curva de calibración encontrada. Tras un par de ensayos se consideró usar 0,5 ml del extracto de polifenoles provenientes del jengibre y 0,0625 ml de muestra de extracto de polifenoles provenientes de la corteza de eucalipto.

Tabla 3-3: Fenoles totales en los extractos de jengibre y corteza de eucalipto

Extracto	Absorbancia a 725 nm			Promedio	Eq. mg GAE/ml extracto	Eq. mg GAE/g extracto
Jengibre	0,496	0,487	0,478	0,487	0,11	7,25
Corteza de Eucalipto	0,59	0,58	0,57	0,58	0,92	60,67

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.

Como se observa en la tabla 3-3, para obtener un valor de absorbancia fiable se realizó la medición por triplicado, usando el promedio para calcular la concentración de polifenoles. En investigaciones similares encontramos valores semejantes en cuanto al número de polifenoles totales: Los estudios realizados por Santos et al. (2011, p. 9391), quienes al igual que esta investigación realizaron una extracción de la corteza del *E. globulus* utilizando un solvente polar a una razón sólido/líquido de 50/50 (v/v), en sus estudios presentan una concentración de 38,4 mg GAE/g de concentración de polifenoles en la muestra de corteza de eucalipto. Santos et al. (2012, p. 122), presentan después en otra investigación los valores de concentración de polifenoles para otras especies de eucalipto entre *E. maidenii*, *E. grandis*, utilizando el mismo solvente en la misma concentración obteniendo 26,97-56,92 mg GAE/g de contenido fenólico de corteza seca de eucalipto. Platinetti y Porcal Ruiz (2016, p. 57) presentan en su trabajo un valor 0,91 mg GAE/ml del contenido de polifenoles totales en un extracto hidroalcohólico de jengibre. Además, investigaciones de Valadez-Villarreal et al. (2019 p. 816) indica un valor 13,89 mg GAE/g al utilizar un solvente metanol/agua al 50/50 (v/v) y someterle a un proceso de reflujo durante dos horas.

Al comparar los resultados obtenidos con los reportados en la literatura se puede afirmar que la concentración de polifenoles en la muestra de corteza de eucalipto es bastante alta, al tener un valor de 60,7 mg GAE/g siendo aún más concentrado que los valores reportados por Santos et al. en sus dos investigaciones. En cuanto al jengibre los resultados no fueron tan favorables que en el caso de la corteza de eucalipto, pues el valor obtenido por Platinetti y Porcal Ruiz de 0,91 mg GAE/ml es muy superior al valor obtenido en esta investigación de 0,11 mg GAE/ml, de igual manera la investigación de Valadez-Villarreal et al. corrobora esta afirmación al obtener una concentración casi igual al doble que la reportada en esta investigación de 7,25 mg GAE/g.

Estos resultados dependen de varios factores, tanto propios del procedimiento realizado, como factores externos independientes a esta investigación, entre ellos:

- En el caso favorable de la alta concentración presente en la corteza de eucalipto puede deberse al uso del etanol al 99% de pureza usado como disolvente, así como las dimensiones del polvo de corteza (menor a 0,125 mm) y la incorporación de un proceso de sonicación a las muestras, pues este proceso permitió una mayor liberación de polifenoles tras la disolución.
- Otro factor favorable es el control de la temperatura del secado, debido a que las estructuras aromáticas de los polifenoles se degradan fácilmente al exponerse a altas temperaturas.
- En cuanto a un factor desfavorable fue el almacenamiento de los polifenoles. Una vez disuelto el polvo de las dos muestras en el etanol, se las había conservado en suspensión acuosa sin tener en cuenta los efectos de dilución y degradación que podría causar el agua en los polifenoles. Además, debido a factores externos a la investigación, el conteo de polifenoles totales se realizó aproximadamente un mes después de la disolución del polvo de las muestras, en este periodo de tiempo seguramente varios polifenoles se degradaron.
- Por último, un factor externo que tuvo incidencia de manera implícita en esta investigación es la naturaleza propia del tubérculo de jengibre y de la corteza de eucalipto. Al igual que la capacidad antioxidante de las plantas, el contenido de polifenoles dependen del proceso de cultivo, el tipo de fertilizantes utilizados, el tipo de tierra usada e incluso las condiciones atmosféricas en el proceso de cultivo.

3.3.3. Caracterización de los extractos de polifenol

3.3.3.1. Microscopía electrónica de barrido (SEM) del extracto de polifenol

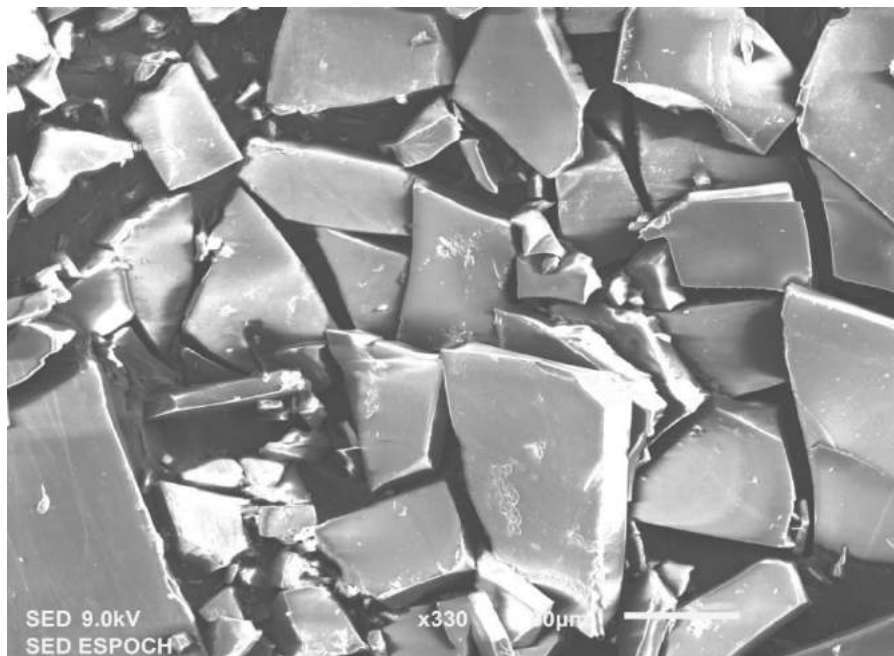


Figura 1-3: Análisis SEM del extracto de polifenol de la corteza del eucalipto

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.

En la figura 1-3 se puede observar la morfología de los cristales procedentes del polifenol extraído de la corteza de eucalipto, para ello se tomó una alícuota de 25 ml del extracto acuoso de polifenol y se lo dejó secar durante 24h en un horno a 30 °C, para evitar que los polifenoles se degraden. En la imagen proporcionada por el SEM se puede observar la formación de cristales de una morfología regular, de ángulos agudos y bien definidos. El tamaño de los cristales es bastante heterogéneo debido a la manipulación previa para recuperarlos de la caja petri, pero en promedio se observa que sus dimensiones van en el rango de 15-50 μm .

3.3.3.2. Espectroscopía ultravioleta visible (UV-visible) de los extractos de polifenol.

Como se puede observar en el gráfico 2-3 y en el gráfico 3-3 existe un pico característico en 274,139 y en 275,03 respectivamente, este pico es comúnmente asociado a la presencia de compuestos polifenólicos. Según Vázquez et al. (2008, p. 283) este pico indica la presencia de proantocianidinas (polímeros de flavanoles-3 de altas propiedades antioxidantes), en sus análisis uv-visible su pico de absorción es de 273 nm, este valor se asemeja bastante a los obtenidos, cabe recalcar que en los resultados de Vázquez et al. (2008, p. 283) se usó polifenol extraído de hojas de

eucalipto de la especie *E. globulus*. Además, se aprecia varios picos en el rango de 208-228 que se pueden interpretar como la presencia de proteínas, ligninas y polisacáridos varios.

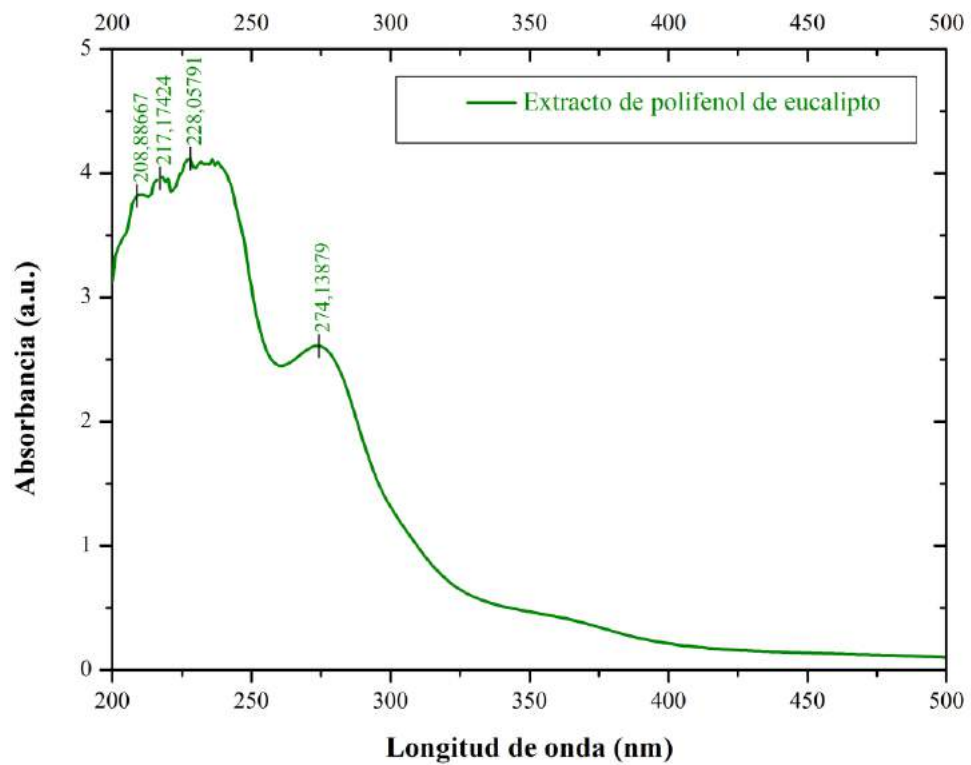


Gráfico 2-3: Análisis UV-visible del extracto de polifenol de la corteza eucalipto

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.

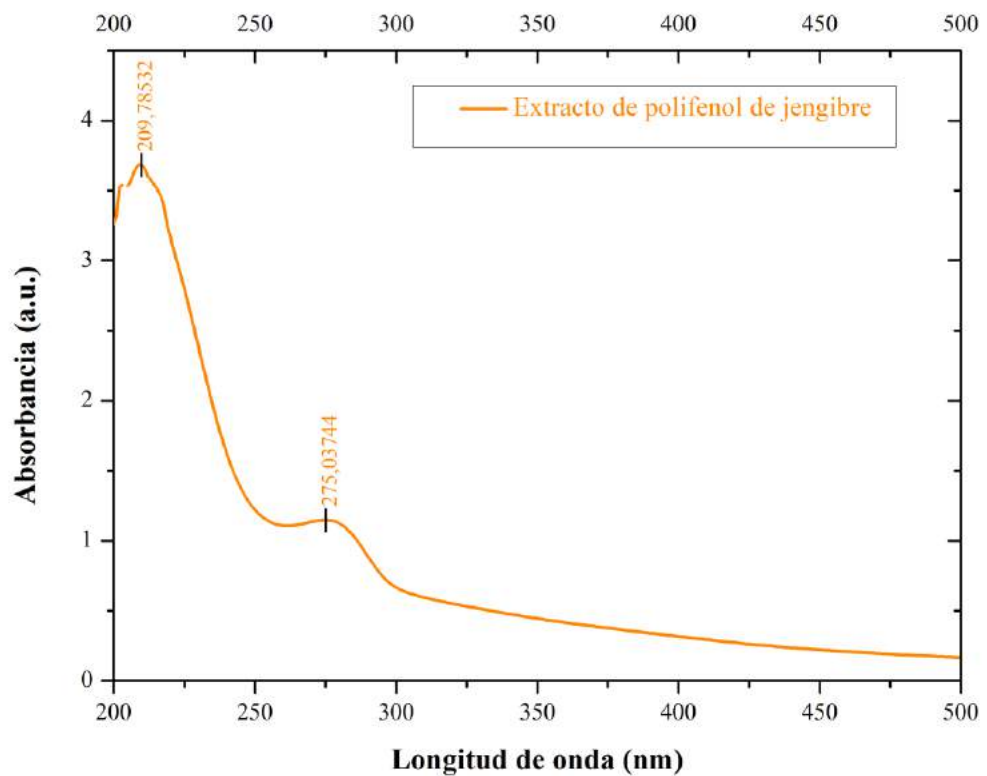


Gráfico 3-3: Análisis UV-visible del extracto de polifenol del jengibre

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.

3.3.3.3. Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) de los extractos de polifenol.

En los gráficos 5-3 y 4-3 se presentan los resultados del análisis FTIR de los extractos de polifenol del jengibre y de la corteza de eucalipto respectivamente. Podemos notar que son resultados similares en cuanto a la presencia de picos característicos en longitudes de onda similares, sin embargo estos resultados precisan diferencias sutiles:

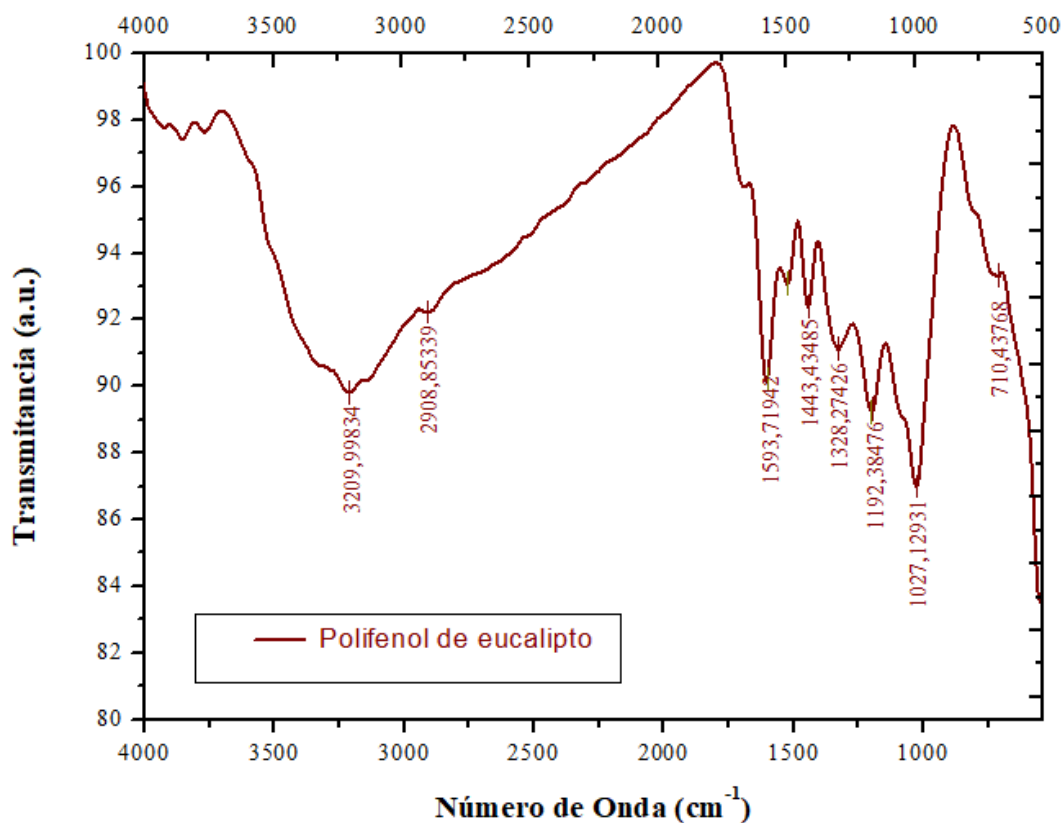


Gráfico 4-3: Análisis FTIR del extracto de polifenol de la corteza de eucalipto

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.

Tabla 4-3: Grupos funcionales presentes en el extracto de polifenol de la corteza de eucalipto

Rango	Grupo funcional	Clase de compuesto	Número de onda [cm^{-1}]	%T
3350 -2930	O-H	Grupos hidroxilos	3210,00	89,64
2942-2920	-CH, -CH ₂ , -CH ₃	Hidrocarburos alifáticos	2908,85	92,49
1720-1660	C=O	Grupos carbonilos	1593,72	95,83
1650-1330	C ₆ H ₆ O	Compuestos fenólicos	1443,43	92,94
1200-1000	-CHO	Carbohidratos	1027,13	87,09
680-620	C-O	Alcoholes	710,44	93,23

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.

En la figura 5-3 notamos un pico pequeño en $710,44 \text{ cm}^{-1}$ relacionado con alcoholes, estos pueden ser excedentes del proceso de decantación de la extracción de los polifenoles. Las bandas de absorción del rango $1200-1000 \text{ cm}^{-1}$ indican la presencia de carbohidratos y azúcares. Las bandas $2942-2920 \text{ cm}^{-1}$ atribuyen su vibración a hidrocarburos alifáticos del tipo -CH, -CH₂, -

CH₃, mientras que en el rango 1720-1660 cm^{-1} indican la presencia de grupos carbonilos de ácidos alifáticos saturados dimerizados (Vázquez et al. 2008, p. 284). Las bandas atribuidas a los derivados fenólicos presenta una intensidad de absorción entre 1650-1450 cm^{-1} y 1420-1330 cm^{-1} esto es debido a la vibración producida por el estiramiento de los anillos aromáticos (Vázquez et al. 2008, p. 284).

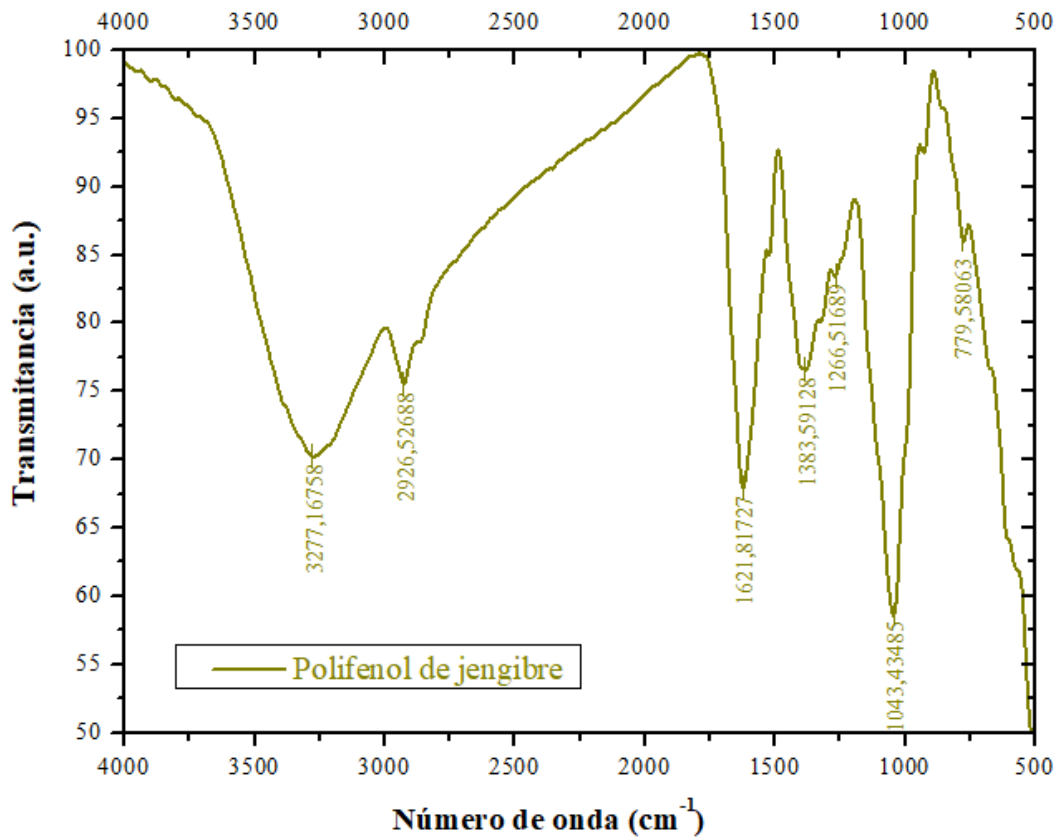


Gráfico 5-3: Análisis FTIR del extracto de polifenol del jengibre

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.

Tabla 5-3: Grupos funcionales presentes en el extracto de polifenol del jengibre

Rango	Grupo funcional	Clase de compuesto	Número de onda [cm^{-1}]	%T
3350 -2930	O-H	Grupos hidroxilos	3277,17	71,24
2942-2920	-CH, -CH ₂ , -CH ₃	Hidrocarburos alifáticos	2926,53	76,25
1720-1660	C=O	Grupos carbonilos	1621,82	67,61
1650-1330	C ₆ H ₆ O	Compuestos fenólicos	1383,59	77,54
1200-1000	-CHO	Carbohidratos	1043,43	58,47
680-620	C-O	Alcoholes	-----	-----

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.

El extracto de polifenol del jengibre presenta picos similares al extracto de corteza de eucalipto, sin embargo si observamos en detalle la magnitud de los picos presentes en el rango 1650-1330 cm^{-1} del espectro del jengibre son mucho menores en magnitud que los otros picos presentes en el mismo espectro, a diferencia del espectro del polifenol de corteza de eucalipto donde la magnitud de los picos del grupo de fenoles es relativamente mayor al compararse con sus picos adyacentes, lo cual corrobora lo expresado en la tabla 3-3 donde se muestra una mayor concentración de polifenoles en la muestra de extracto de polifenol de la corteza de eucalipto que en el extracto de polifenol del jengibre.

En cuanto a los picos característicos del jengibre se debe destacar el pico formado en 2926,53 cm^{-1} que evidentemente es más prominente que su pico homólogo del análisis FTIR del polifenol del extracto de corteza de eucalipto, este valor según Ragupathi Raja Kannan et al. (2011, p. 124) es asignado a la vibración del estiramientos de compuestos carbonílicos debido a la presencia de un alto contenido de flavonoides, bajo la misma premisa los picos formados 1621,82 cm^{-1} y 1043 cm^{-1} destacan claramente en el gráfico 5-3 por la presencia de grupos carbonilos C=O y la presencia de azúcares, los cuales son comunes en el tubérculo del jengibre.

3.3.3.4. Espectroscopía de rayos X (EDS) de los extractos de polifenol.

El análisis EDS se realizó en los cristales de polifenol de corteza de eucalipto, a continuación, en la tabla 6-3, se recopila la composición porcentual de dichos cristales:

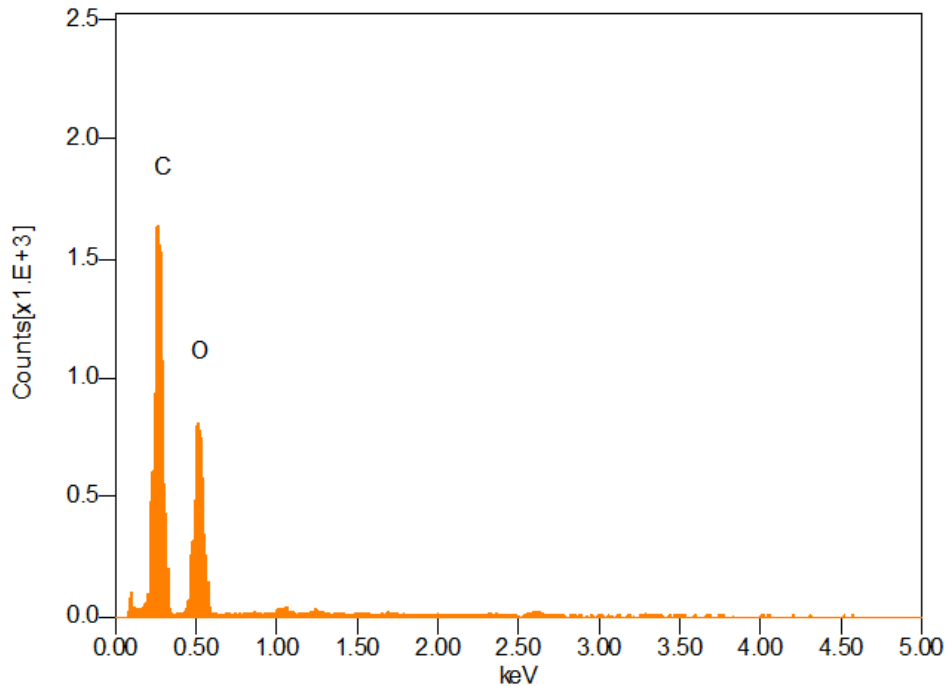


Gráfico 6-3: Análisis EDS del extracto de polifenol del eucalipto

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.

En primera instancia notamos en el gráfico 6-3 como está constituido los cristales de polifenol, de manera conveniente vemos como la configuración atómica de los polifenoles consta esencialmente de carbonos y oxígenos. Esto es una ventaja significativa al usar polifenoles como agentes reductores de GO, pues al no poseer elementos de otra naturaleza no alterará las capas de grafeno.

Tabla 6-3: Valores porcentuales del EDS en el extracto de polifenol del jengibre

Fórmula	mass%	Atom%	Sigma	Net	K ratio	Line
C	10.63	64.73	0.07	8235	0.0791073	K
O	7.71	35.27	0.07	4300	0.0393432	K
Total	18.34	100.00				

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.

En tabla 6-3 vemos un resumen de la composición de la muestra de polifenol de corteza de eucalipto en estudio, vemos como la presencia de carbonos (C) es predominante siendo de 64,73% mientras que el porcentaje de oxígenos (O) es de 34.27%

3.3.4. Características cualitativas previas del GO

La primera característica cualitativa que sugiere un proceso oxidativo en el grafito sucedió cuando el reactor pasó de un color café verdoso a un color café mostaza. Este cambio en su color es provocado por la gran cantidad de grupos funcionales hidrofílicos como pueden ser grupos hidroxilo, carboxilo y epoxy en las nanohojas de GO (Gurunathan et al. 2012, p. 5905). Aunque esta cualidad no asegura un grado de oxidación, es un indicador que la oxidación del grafito lleva un procedimiento adecuado. Esta característica se puede evidenciar en la figura 2-3 a continuación:

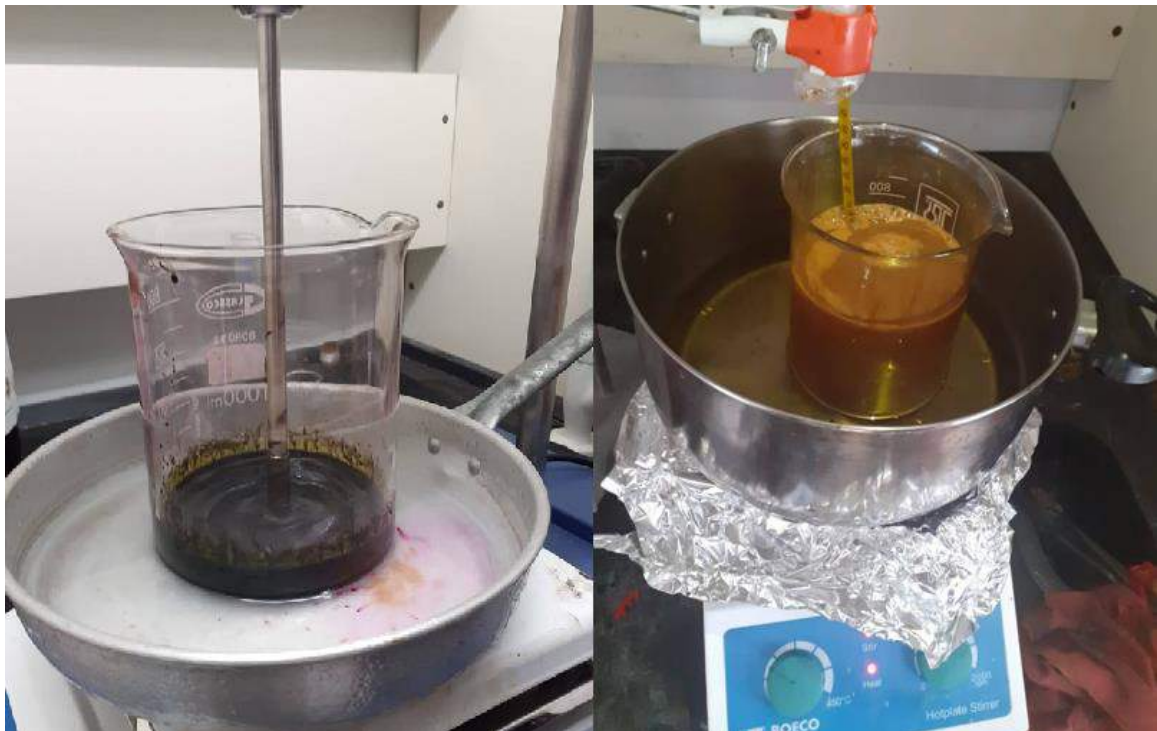


Figura 2-3: Cambio de color en el óxido de grafito

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.

En la síntesis de GO se realizó variaciones relevantes que pudieron afectar el resultado. Estos cambios afectaron de manera favorable y desfavorable por lo cual es pertinente mencionarlos para facilitar futuras investigaciones:

- En primera instancia la receta original requería el uso de un balón de tres bocas, pues este permitía añadir un termómetro para el control constante de la temperatura y aún más la forma esférica del balón permite que todo el producto se mezcle homogéneamente. Al usar un vaso

de precipitación, se requirió controlar manualmente que todo el producto se mezclase moviendo el vaso en forma circular.

- La temperatura juega un factor fundamental al momento en que se realiza la reacción exotérmica, es importante controlar las condiciones termodinámicas para alcanzar el grado de oxidación requerida, por lo cual se debe controlar la temperatura, bajo estas condiciones los iones HSO_4^- y las moléculas H_2SO_4 pueden fácilmente reaccionar con los grupos epóxido formados recientemente. Para ello se necesitó un recipiente con aceite caliente y otro recipiente con hielo para controlar eficazmente que la variación de temperatura no supere los 5 °C. Favorablemente, se usó agua destilada a 70 °C que permitió que la temperatura del reactor no decaiga fuertemente.
- En el proceso de lavado no se pudo llegar a un pH de 7, pues después de tres lavados el óxido de grafito se tornó en un aspecto coloidal, lo que impidió una separación clara entre la suspensión acuosa y el óxido de grafito. Este hecho fue causado por la potencia limitante de la centrifugadora de 3000 rpm. De manera que, bajo las condiciones de trabajo de esta investigación, a más lavados, mayor cantidad de producto se desperdiciaba.

3.3.4.1. Rendimiento del GO

Tras el proceso de lavado del óxido de grafito se obtuvo 4,26 g, después del proceso de dilución y sonicación se obtuvo 2,83 de óxido de grafeno, de los remanentes acuosos se recuperó 0,328 g de óxido de grafito como resume la tabla 7-3.

Tabla 7-3: Rendimiento del GO obtenido

Muestra	Usado (g)	Obtenido (g)	Recuperado (g)
Grafito	3	----	----
Óxido de Grafito	----	4,26	0,328
Óxido de Grafeno	----	2,83	----

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.

El rendimiento de GO obtenido está relacionado estrechamente con la ejecución de la síntesis y con el cuidado del investigador de mantener ciertas condiciones óptimas para maximizar resultados, estas condiciones son: la temperatura del reactivo en las reacciones exotérmicas, el procedimiento de recuperación, procesos de lavado e incluso la calidad de reactivos usados, bajo estas consideraciones se puede afirmar un proceder adecuado ya que al emplear 3g de grafito se pudo sintetizar 2,83 g de GO, es decir un rendimiento del 94,33%.

3.3.5. Caracterización del GO

3.3.5.1. Microscopía electrónica de barrido (SEM) del GO.

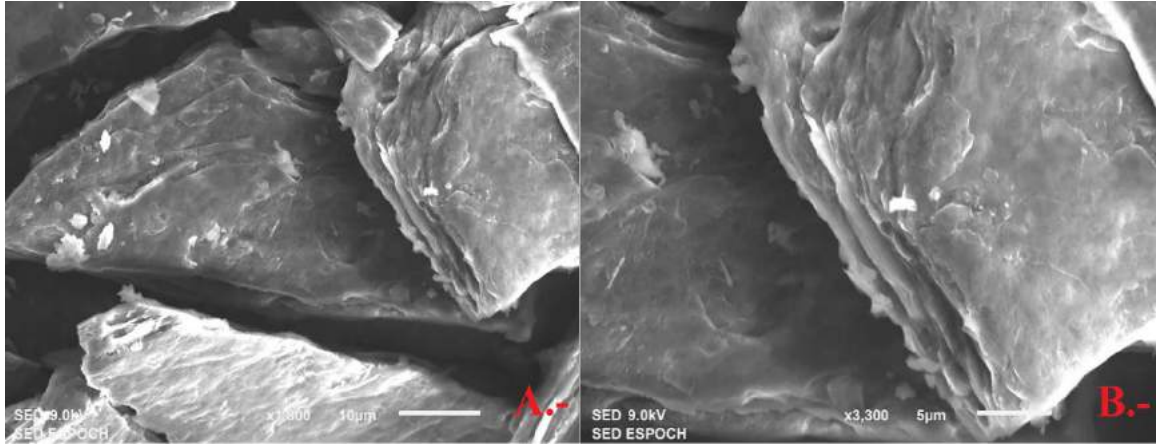


Figura 3-3: Análisis SEM del GO: A.- aumento a 10 µm y B.- aumento a 5 µm.

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022

En la figura 3-3 se presenta la morfología del GO, se observa en la imagen B.- una superficie arrugada que puede relacionarse a la exfoliación tras someter al grafito a un proceso de oxidación, de esta manera la hibridación en la estructura de las nanohojas pasa de sp^2 a sp^3 . Se observa también desniveles en la superficie debido a la presencia de capas lamelares múltiples, los bordes de la lámina principal son más gruesos lo que sugiere su combinación con funcionalidades de oxígenos. Se observa una deposición de varias capas, lo que indica una expansión del grafito original, este efecto sucede al introducirse grupos funcionales oxigenados entre las capas del grafito

Las láminas del GO normalmente contiene átomos de oxígeno del grupo epoxi entre sus capas, mientras que en los bordes suelen presentarse funcionalidades del tipo carbonilo o carboxilo por lo que la distancia interlamina depende en gran parte, del tipo de grupos funcionales presentes. (Colom et al. 2020, p. 173). Los grupos de tipo epoxi amplían la distancia interlamina, pues estos se encuentran injertos en las láminas del grafeno.

3.3.5.2. Espectroscopía ultravioleta visible (UV-visible) del GO.

El espectro obtenido de la suspensión del GO muestra un pico de máxima adsorción 232 nm este pico es atribuible a la transición $\pi-\pi^*$ de los enlaces aromáticos del tipo C-C propio del GO, se aprecia también, un hombro, una ligera inflexión en la tendencia, aproximadamente a 300 nm que se debe a radicales del tipo C=O que pasan a una transición $n-\pi^*$ como menciona Wang, Shi y Yin. (2011, p. 1128) en sus estudios.

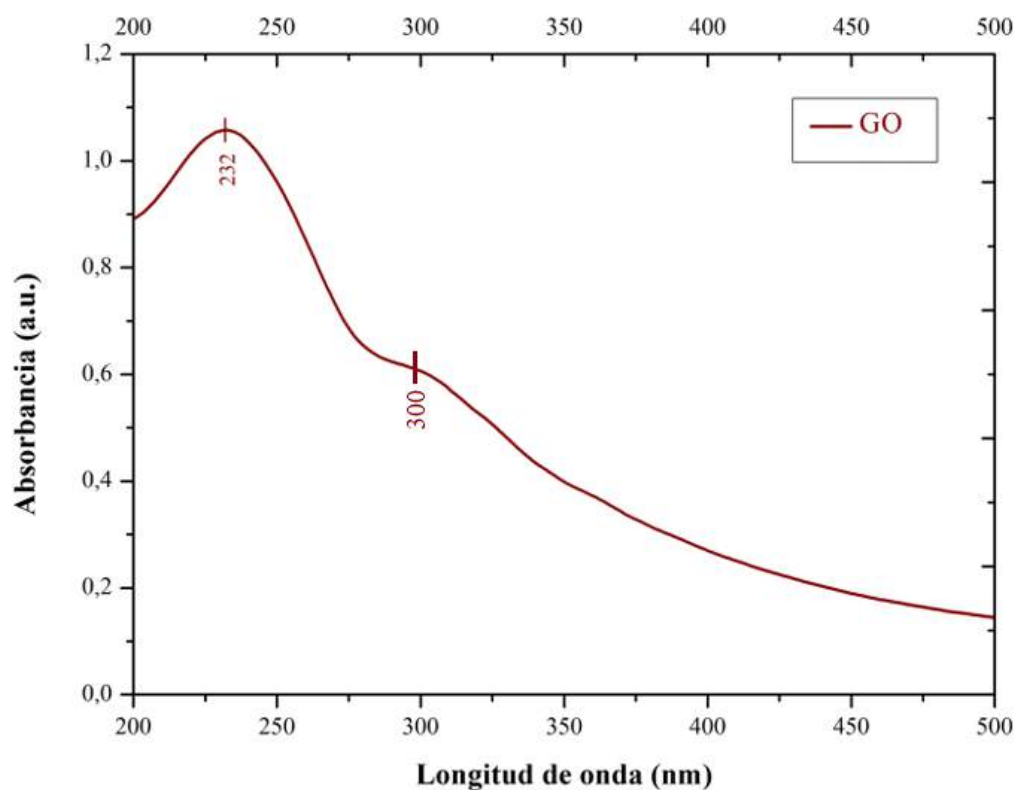


Gráfico 7-3: Análisis UV-visible del GO

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.

Los resultados obtenidos en el gráfico 7-3 son semejantes a varias investigaciones que han sintetizado GO entre algunas de ellas tenemos. La investigación de Wang, Shi y Yin. (2011, p. 1128) en la reducción verde de GO presenta en su análisis UV-visible un pico máximo en 229 nm y un hombro en 300 nm. Así mismo la investigación de Manchala et al. (2019, p. c) de la reducción verde de GO usando polifenoles extraídos del eucalipto muestra en el análisis UV-visible del GO un pico claro en 235 nm, en esta investigación la sintetización del GO se realizó bajo el método Hummers modificado, un método similar al usado en la investigación presente. Por último, la investigación de Jasim et al. (2020, p. 01284) “síntesis de óxido de grafeno por mecanoquímica asistida por sonicación” en el análisis UV-visible de su muestra de GO muestra un hombro en 296 nm y, al igual que esta investigación, presenta pico mayor en 232 nm.

3.3.5.3. Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) del GO.

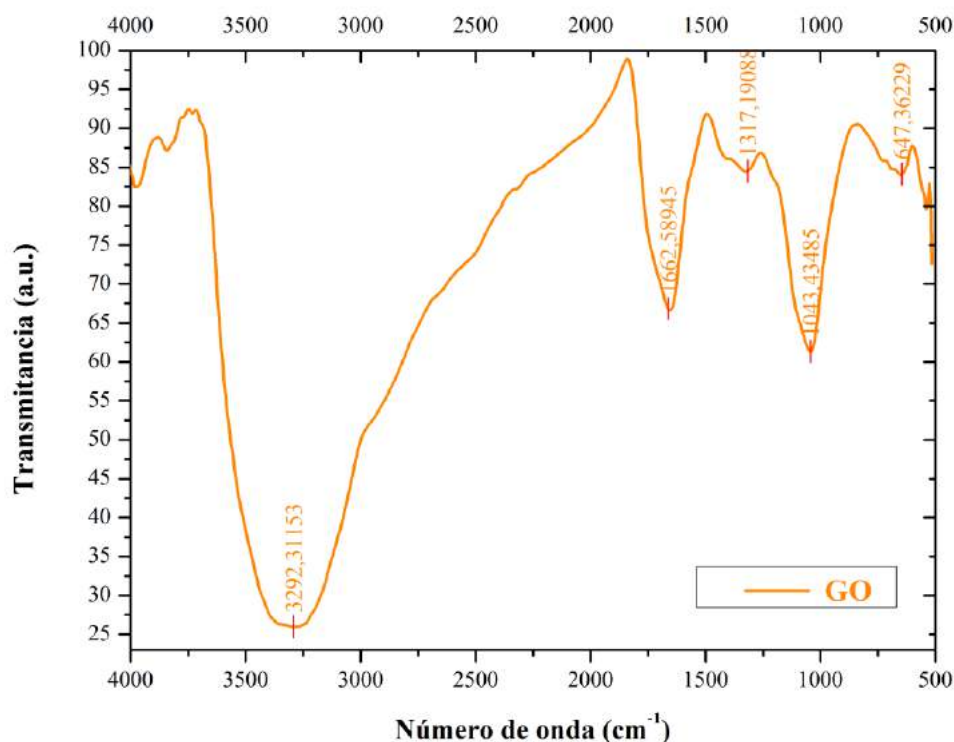


Gráfico 8-3: Análisis FTIR del GO

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.

Tabla 8-3: Grupos funcionales presentes en el GO

Rango	Grupo funcional	Clase de compuesto	Número de onda [cm^{-1}]	%T
3701 -2874	O-H	Grupos hidroxilos	3292,31	26,76
1773-1615	C=O	Grupos carbonilos	1662,59	67,81
1360-1222	C-OH	Grupos epoxi	1317,19	84,91
1083-1043	C-O-C	Éteres, azúcares	1043,43	62,34
680-620	C-O	Alcoholes	647,36	84,85

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.

En la gráfico 8-3 se observa el espectro FTIR del GO donde se presenta varios grupos funcionales: en $3292,31 \text{ cm}^{-1}$ se nota un pico intenso relacionado a la vibración y estiramiento del radical O-H de los grupos hidroxilo (Rai et al. 2021, p. 4) este resultado sugiere un proceso oxidativo fuerte. El pico de $1662,59 \text{ cm}^{-1}$ está relacionado con grupos de tipo carbonilo y carboxilo (Bera et al. 2018, p. 906). Vemos que en el rango $1360-1222 \text{ cm}^{-1}$ se presenta un pequeño pico relacionado con los grupos epoxi, el pico en $1043,43 \text{ cm}^{-1}$ está relacionado a grupos alcoxi, éteres y azúcares (Bera et al. 2018, p. 906). Por último, el pico que se señala $637,36 \text{ cm}^{-1}$ indica la presencia de alcoholes.

3.3.5.4. Espectroscopía de rayos X (EDS) del GO

A continuación, se presenta el estudio EDS de una muestra del GO obtenido:

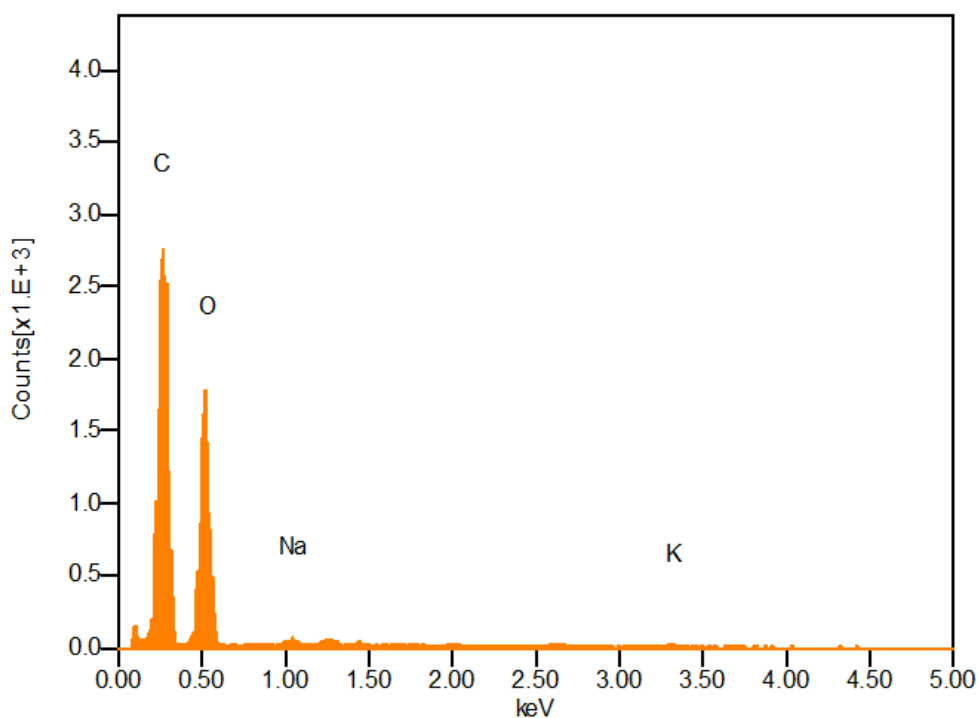


Gráfico 9-3: Análisis EDS del GO

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.

Tabla 9-3: Valores porcentuales del EDS en GO

Fórmula	mass%	Atom%	Sigma	Net	K ratio	Line
C	8.69	58.31	0.05	12692	0.0636909	K
O	7.89	40.85	0.05	8741	0.0417863	K
Na	0.10	0.34	0.01	219	0.0006164	K
K	0.24	0.50	0.02	234	0.0017790	K
Total	16.92	100.00				

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.

En el gráfico 9-3 observamos la presencia predominante de carbonos (C) y oxígenos (O), sin embargo vemos como se detectaron elementos de Sodio (Na) y potasio (K) estos dos últimos elementos pueden deber su presencia a varios factores entre ellos: La calidad del agua destilada usada para los lavados, muchas marcas de agua destilada no suelen ser 100% puras por lo que se debería usar el agua destilada ultrapuras. Lejos de ser un gran inconveniente al observar la tabla

vemos como la cantidad de Sodio y potasio no alcanza ni el 1% de composición total de la muestra por lo cual se podría decir que su aporte porcentual es despreciable y que el proceso de reducción química fue adecuado.

Ahora si nos fijamos en el valor atómico porcentual del oxígeno vemos que es bastante alto siendo de 40,85 % este valor se debe a la gran cantidad de grupos funcionales oxigenados que se adhieren al plano basal de la red de carbonos que constituyen al grafeno. Este resultado corrobora al presentado en la tabla 8-3 sobre la gran presencia de grupos hidroxilos en el espectro FTIR del GO. Por lo que se podría decir que el grafito sufrió una oxidación moderada mediante el método de *Hummers* empleado.

3.4. Ensayos preliminares para el rGO

Para proceder con la investigación se requirió resultados empíricos que demuestren un proceso de reducción en el GO al usar el extracto de polifenol del jengibre y de la corteza de eucalipto como agentes reductores. En este procedimiento se diluyó 25 mg de GO obtenido, en 25 ml de agua destilada, después se añadió 25 ml del extracto de polifenol, el producto se sometió a un proceso de sonicación durante 30 min, luego se lo mantuvo bajo agitación durante 24 h a una temperatura de 90 °C, después se tomó una alícuota de 25 ml, la cual se depositó en una caja petri y se la llevó a la estufa a 50 °C durante 24 h. Finalmente las muestras secas fue sometida a varios procesos de caracterización que permitiera afirmar un proceso de reducción. Este procedimiento se realizó en dos ensayos considerando el extracto de polifenol del jengibre y de la corteza del árbol de eucalipto, los resultados fueron nombrados como rGO JEN PILOTO y rGO EUCA PILOTO respectivamente.

Debido a que el propósito de realizar un ensayo piloto en la reducción del GO fue aseverar que en efecto los extractos de polifenol actúan como un fuerte agente reductor, se realizó una caracterización cualitativa y cuantitativa breve. Al confirmar un proceso reductor del GO se realizaron seis experimentos tomando en cuenta procesos más exhaustivos y resultados más detallados, los cuales serán profundizados en el apartado 3.6.3 caracterización del rGO.

3.4.1. Rendimiento de las pruebas piloto

Para conocer cuánto material se recuperó se calculó, la diferencia entre los dos pesos correspondientes al peso inicial de la caja petri y el peso de la caja petri con el material recuperado del rGO. Bajo estas consideraciones se obtuvo:

Tabla 10-3: Rendimiento del rGO piloto

ENSAYOS	GO usado (mg)	rGO obtenido (mg)	Rendimiento (%)
Usando Jengibre	25	21	84
Usando Corteza Eucalipto	25	22	88

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.

3.4.2. Espectroscopía ultravioleta visible (UV-visible) de los rGO piloto

El primer análisis cuantitativo realizado fue la espectroscopía ultravioleta visible, este estudio permite evidenciar un proceso conocido como corrimiento al rojo, donde el pico característico del GO, que aproximadamente marca una longitud de onda 232 nm, se desplaza cerca de 270 nm, entre mayor sea el desplazamiento, mayor es el grado de reducción (Wang, Shi y Yin 2011, p. 1128).

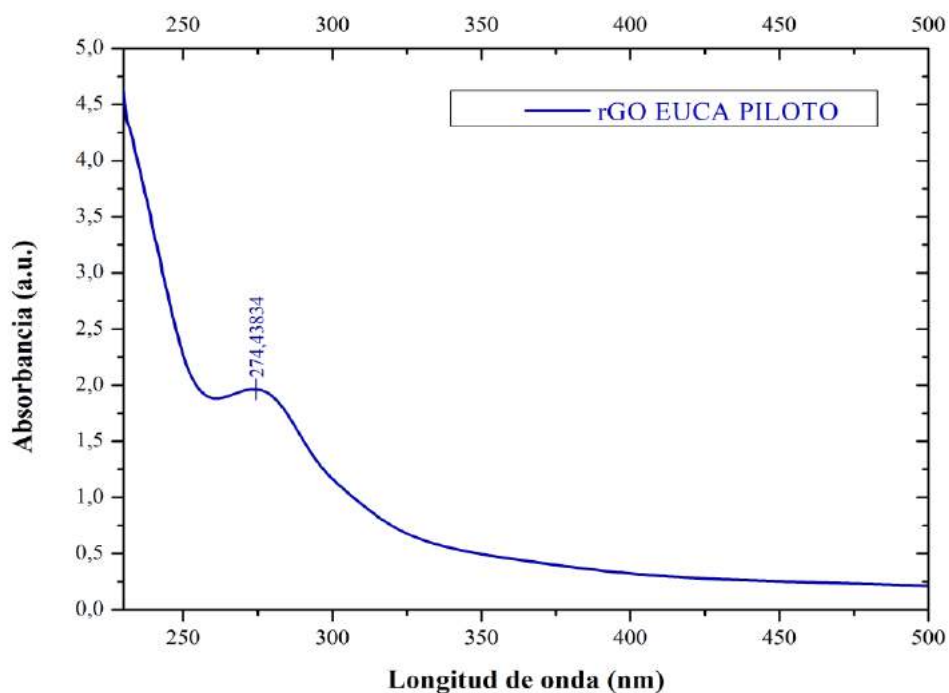


Gráfico 10-3: Análisis UV-visible del rGO piloto usando polifenol de eucalipto

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.

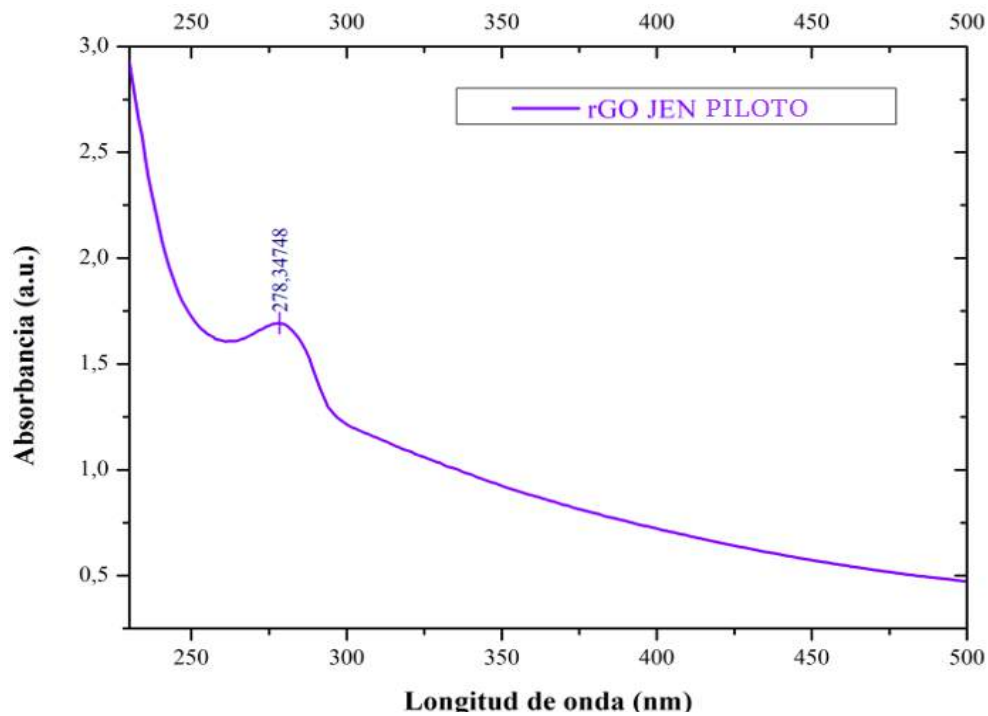


Gráfico 11-3: Análisis UV-visible del rGO piloto usando polifenol de jengibre

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.

En los gráficos 10-3 y 11-3 vemos un pico característico prominente en 274,44 y 278,35 que corresponde al rGO reducido con polifenol de corteza de eucalipto y el rGO reducido con polifenol del jengibre respectivamente. Este resultado es favorable por que indica claramente un proceso de corrimiento al rojo sin embargo, teniendo en cuenta los resultados de los gráficos 2-3 y 3-3 el extracto de polifenol presenta un pico cercano a 270 nm, lo que pudo interferir en el espectro del UV-visible. Por lo cual este resultado no es concluyente sobre un proceso de reducción en el GO.

3.4.3. Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) de los rGO piloto

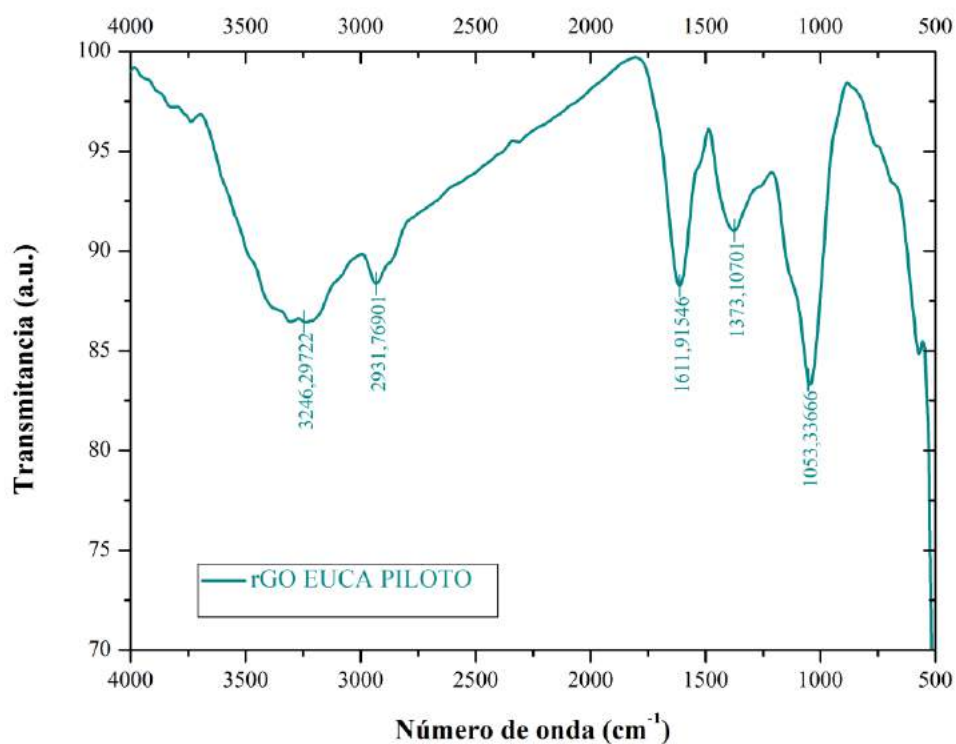


Gráfico 12-3: Análisis FTIR del rGO piloto usando polifenol de eucalipto

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.

Tabla 11-3: Grupos funcionales presentes en el ensayo piloto rGO de eucalipto

Rango	Grupo funcional	Clase de compuesto	Número de onda [cm^{-1}]	%T
3700-3000	O-H	Grupos hidroxilos	3246,30	87,23
2942-2920	-CH, -CH ₂ , -CH ₃	Hidrocarburos alifáticos	2931,77	88,10
1657-1610	C=O	Grupos carbonilos	1611,92	87,70
1385-1130	C-O	Compuestos fenólicos	1373,11	91,31
1046-1028	C-O-C	Grupo epóxico	1053,37	87,58

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.

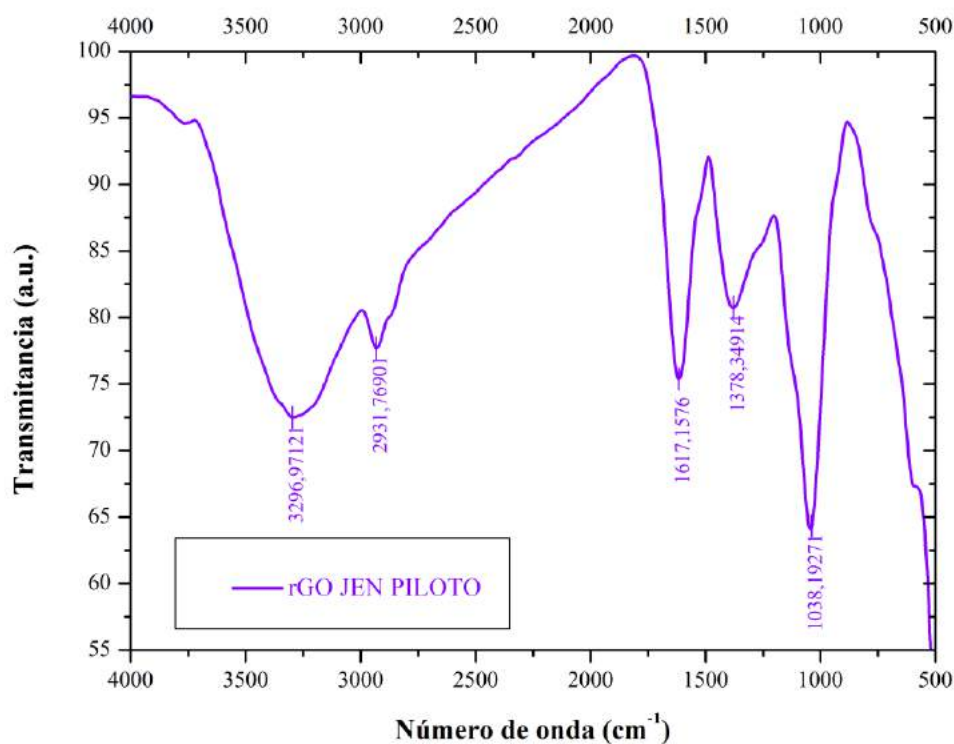


Gráfico 13-3: Análisis FTIR del rGO piloto usando polifenol de jengibre

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.

Tabla 12-3: Grupos funcionales presentes en el ensayo piloto rGO de jengibre

Rango	Grupo funcional	Clase de compuesto	Número de onda [cm^{-1}]	%T
3700-3000	O-H	Grupos hidroxilos	3296,97	72,61
2942-2920	-CH, -CH ₂ , -CH ₃	Hidrocarburos alifáticos	2931,77	77,53
1657-1610	C=O	Grupos carbonilos	1671,16	75,28
1385-1130	C-O	Compuestos fenólicos	1378,35	82,45
1046-1028	C-O-C	Grupo epóxico	1038,19	63,27

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.

En los espectros de los gráficos 12-3 y 13-3 se muestran picos semejantes dentro de los mismos rangos. Si comparamos estos dos espectros con el obtenido en el FTIR del GO en el gráfico 8-3 se puede observar una disminución considerable en la magnitud de los picos característicos en especial podemos ver un decrecimiento drástico del grupo de hidroxilo. Este comportamiento, de los espectros FTIR de las pruebas piloto es un fuerte indicio de un proceso de reducción en el GO, como lo menciona (Rai et al. 2021, p. 4) en su investigación de reducción verde del GO. En la sección 3.5.3.3 se analizará en detalle las implicaciones de los picos característicos encontrados en el espectro FTIR de los experimentos de obtención de rGO A y F.

3.5. Resultados y caracterización del rGO

Una vez que se evidenció un proceso de reducción en el GO se realizó seis experimentos considerando como variables tres concentraciones del extracto de polifenol de la corteza de eucalipto 920, 460 y $110 \frac{\mu g}{ml}$ y una concentración de $110 \frac{\mu g}{ml}$ de extracto de polifenol de jengibre, además se consideró tres tiempos de contacto para cada experimento de 18, 20, 24 h. Se propuso generar seis soluciones madre de las concentraciones mencionadas y de cada una de ellas se tomó 3 muestras en los diferentes tiempos, se tomó un volumen de 25ml por cada muestra, después cada una de las 18 muestras fueron mezcladas con 25 ml de GO en suspensión acuosa. Es preciso mencionar que en los tres experimentos del polifenol extraído del jengibre se usó la misma concentración buscando obtener resultados similares. Los experimentos se ilustran en la figura 4-3 y en la figura 5-3 a continuación:

- Uso del extracto de polifenol de la corteza del árbol de eucalipto como agente reductor.

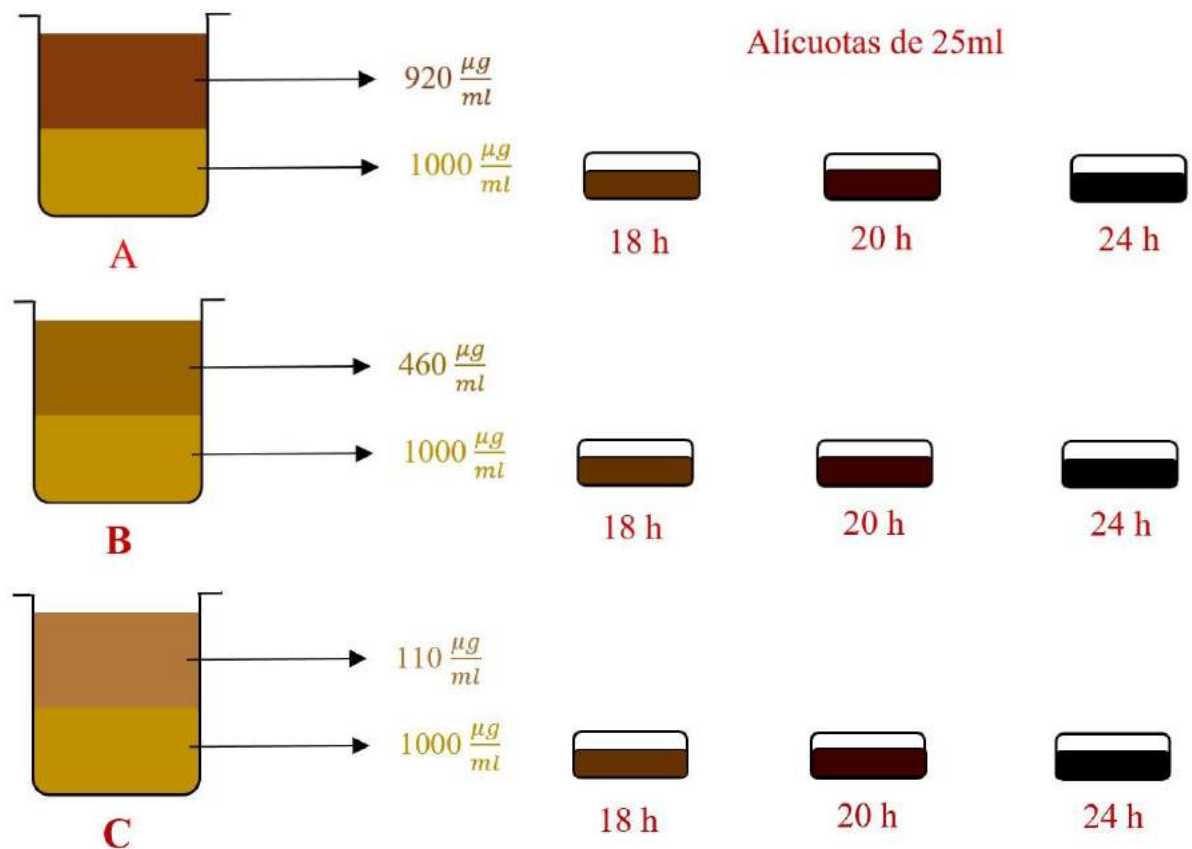


Figura 4-3: Experimentos A, B y C usando extracto de polifenol de la corteza de eucalipto

Realizado por: Andrade, Jesus. 2022.

- Uso del extracto de polifenol del jengibre como agente reductor.

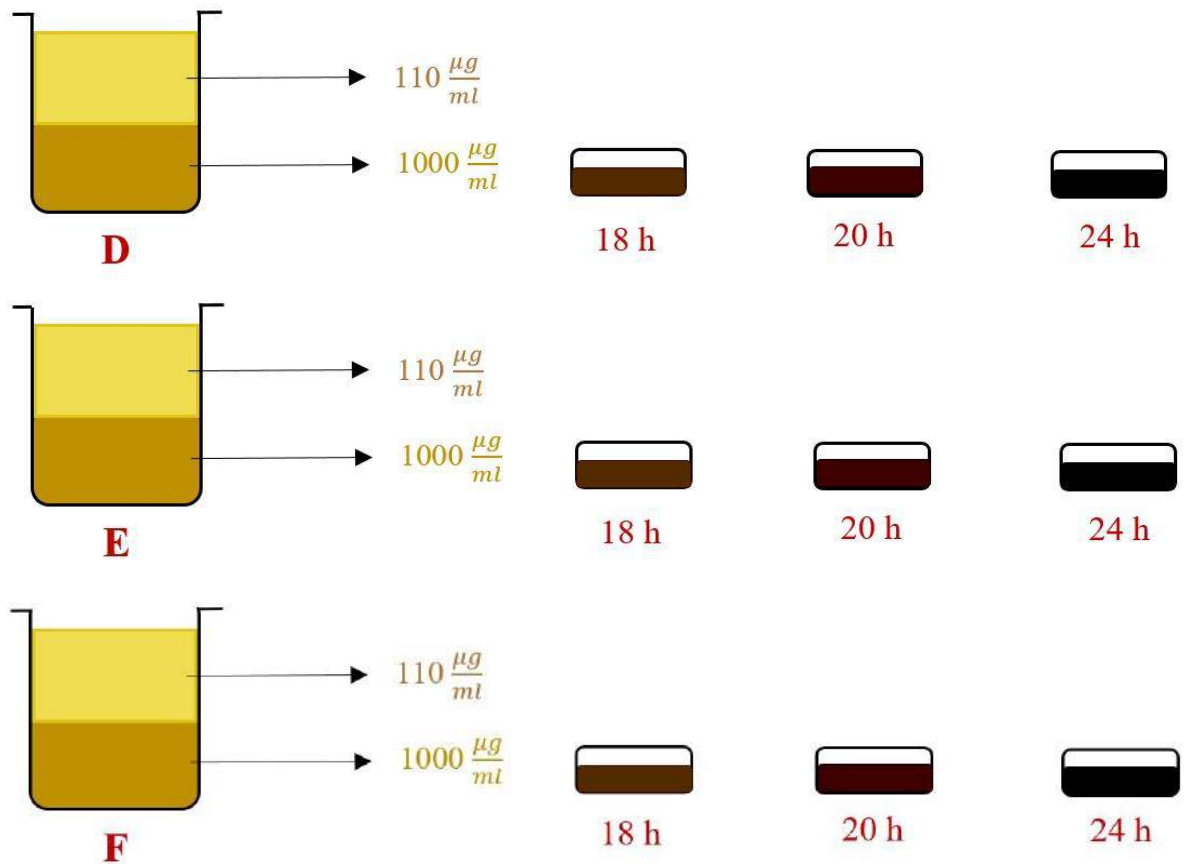


Figura 5-3: Experimentos D, E y F usando extracto de polifenol del jengibre

Realizado por: Andrade, Jesus. 2022.

Como se observa en la figura 4-3 se escogió tres concentraciones en el experimento A se usó la concentración obtenida tras la extracción de polifenol de la corteza eucalipto, en el experimento B se disolvió el extracto usando 12,5 ml de agua destilada, es decir a la mitad de concentración del experimento anterior, y por último en el experimento C se consideró usar una concentración igual a las concentraciones de los experimento D, E y F de la figura 5-3 con el fin de poder realizar un análisis comparativo entre el extracto de polifenol del jengibre y la corteza de eucalipto bajo las mismas concentraciones.

3.5.1. Rendimiento del rGO

Para conocer cuánto material se recuperó se pesó de la caja petri seca antes de poner en ella la alícuota en estudio y luego de que la muestra se secase se volvió a pesar, la diferencia entre los dos pesos corresponde al peso del rGO obtenido. Bajo estas consideraciones se obtuvo:

Tabla 13-3: Rendimiento del rGO de los seis experimentos

	VARIABLES		PESO (mg)			RESPUESTA
	Concentración ($\mu\text{g/ml}$)	Tiempo de acción (h)	Caja petri vacía	Caja petri con la muestra	rGO Obtenido	Rendimiento (%)
A1	920	18	39295	39315	20	80
A2	920	20	38471	38492	21	84
A3	920	24	43868	43891	23	92
B1	460	18	40259	40279	20	80
B2	460	20	44558	44578	20	80
B3	460	24	37013	37035	22	88
C1	110	18	41198	41217	19	76
C2	110	20	39026	39046	20	80
C3	110	24	42603	42624	21	84
D1	110	18	41491	41510	19	76
D2	110	20	39421	39441	20	80
D3	110	24	41334	41355	21	84
E1	110	18	42780	42800	20	80
E2	110	20	40728	40748	20	80
E3	110	24	41448	41469	21	84
F1	110	18	39788	39808	20	80
F2	110	20	37669	37689	20	80
F3	110	24	38076	38098	22	88
		PROMEDIO DEL rGO A, B Y C			20,67	82,68
		PROMEDIO DEL rGO D, E Y F			20,33	81,32

Realizado por: Andrade, Jesus. 2022.

Como se observa en la tabla 13-3 el rendimiento promedio de las muestras de rGO A, B y C fue 20,67 mg de los 25 mg de GO usado, por lo cual se obtuvo un rendimiento del 82,68% y el promedio de las muestras de rGO D, E y F fue 20,33 mg de los 25 mg de GO usado, por lo cual se obtuvo un rendimiento del 81,32%. Se observa también como el rendimiento del rGO depende directamente del tiempo de acción que permaneció el GO bajo agitación junto al extracto de polifenol, ya que a mayor tiempo de acción mayor fue el rendimiento en los 6 experimentos. Así mismo el rendimiento del rGO de los experimentos que usaron extracto de polifenol de corteza

de eucalipto fue mayor que el rendimiento del rGO de los experimentos que usaron extracto de jengibre.

3.5.2. *Características visuales previas del rGO*

En la figura 6-3 se presenta la imagen A.-, una muestra del GO seca y la imagen B.- dos alícuotas del rGO A (izquierda) y rGO F (derecha). A simple vista se puede observar cambios importantes tras la reducción del GO, el cambio más evidente es el color de la muestra, pues pasa de un color café amarillento a un color negro, este efecto es el resultado de la hidrofobicidad del material causado por la disminución polar en la superficie de las nanohojas de GO, este efecto es producido por la pérdida de funcionalidades de oxígeno y una reconfiguración electrónica (Martinez 2017, p. 64).

Una vez seca la muestra, vemos la formación de láminas largas de color negro y aspecto brillante, al interactuar con dichas láminas podemos observar un fenómeno de atracción magnética como menciona Martinez (2017, p. 64) al someter a un proceso de reducción al GO se mejora drásticamente su conductividad eléctrica, la concentración de portadores de carga y la reflexión de luz incidente.



Figura 6-3: Características visuales del GO (A.-) y el rGO (B.-)

Realizado por: Andrade, Jesus. 2022.

3.5.3. Análisis estadístico del rendimiento del rGO

Se realizó dos análisis de varianza (ANOVA) para determinar el efecto de la concentración del polifenol como agente reductor en el GO y el tiempo de acción donde interactúan los polifenoles con el GO, como variables relevantes en el rendimiento del rGO.

Para este estudio se comparó los valores promedios de las variables independientes que afectan uno o varios grupos de experimentos con igual o diferentes procedimientos. El ANOVA se usa ampliamente para el diseño y análisis de experimentos para evaluar los efectos que tiene en los tratamientos de diferentes variables de respuesta. (Ordaz, Melgar y Rubio 2014, p. 2).

Para este estudio se usó una hoja de cálculo de Excel donde bajo el uso de la herramienta para el análisis de datos, varianza de dos factores con un nivel de significancia (alfa) de 0,05; se estableció dos supuestos, una hipótesis nula y una hipótesis alternativa:

- Hipótesis nula (H_0): No se presentan diferencias estadísticamente significativas en los resultados.
- Hipótesis alternativa (H_1): Se presentan diferencias estadísticamente significativas en los resultados.

Después para la verificación de los supuestos se comparó el nivel de significancia (alfa) con el valor de probabilidad que se calculó bajo el procedimiento del ANOVA, teniendo como resultado:

- Si la probabilidad < alfa, se debe rechazar la hipótesis nula y aceptar la hipótesis alternativa.
- Si la probabilidad > alfa, se debe aceptar la hipótesis nula y rechazar la hipótesis alternativa.

A continuación, se exponen los resultados del ANOVA obtenidos para las variables en estudio:

- **Rendimiento del rGO**

Tabla 14-3: Varianza del rendimiento del rGO bajo el uso de extracto de polifenol de la corteza de eucalipto

ANÁLISIS DE VARIANZA						
Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de cuadrados	F	Probabilidad	Valor crítico para F
Concentración	2,666666667	2	1,333333333	10	0,01788854	5,786135043
Temperatura	8,666666667	2	4,333333333	32,5	0,00136358	5,786135043
Error	0,666666667	5	0,133333333			
Total	12	9				

Realizado por: Andrade, Jesus. 2022.

Análisis:

Para la concentración de extracto de polifenol de corteza de eucalipto se tiene que:

probabilidad < 0,05

Para tiempo de acción del extracto de polifenol de corteza de eucalipto y GO se tiene que:

probabilidad < 0,05

En ambos casos se debe rechazar la hipótesis nula (H_0) y se acepta la hipótesis alternativa (H_1) lo cual indica que, existen diferencias estadísticamente significativas en los resultados. En otras palabras, la concentración de extracto de polifenol de la corteza de eucalipto y el tiempo de acción influyeron en el rendimiento de la reducción del GO. Como se muestra en la tabla 13-3 existe un aumento progresivo del rendimiento a mayores concentraciones de extracto de polifenol, de la misma manera se presenta un aumento progresivo del rendimiento a mayor tiempo de acción, siendo así el valor más alto de concentración se evidenció en la concentración de $920 \frac{\mu g}{ml}$ a las 24 h.

Tabla 15-3: Varianza del rendimiento del rGO bajo el uso de extracto de polifenol del jengibre

ANÁLISIS DE VARIANZA						
Origen de las variaciones	Suma de cuadrados	Grados de libertad	Promedio de cuadrados	F	Probabilidad	Valor crítico para F
Concentración	0,666666667	2	0,333333333	2,5	0,1767767	5,786135043
Temperatura	4,666666667	2	2,333333333	17,5	0,00552427	5,786135043
Error	0,666666667	5	0,133333333			
Total	6	9				

Realizado por: Andrade, Jesus. 2022.

Análisis:

Para la concentración de extracto de polifenol del jengibre se tiene que:

probabilidad < 0,05

Para tiempo de acción del extracto de polifenol del jengibre se tiene que:

probabilidad < 0,05

En ambos casos se debe rechazar la hipótesis nula (H_0) y se acepta la hipótesis alternativa (H_1) que indica que, existen diferencias estadísticamente significativas en los resultados. En otras palabras, la concentración de extracto de polifenol del jengibre y el tiempo de acción influyeron en el rendimiento de la reducción del GO. Como se muestra en la tabla 13-3 los tres experimentos donde se usó la misma concentración de polifenoles de jengibre $110 \frac{\mu g}{ml}$, no presentan cambios significativos en el rendimiento del rGO sin embargo, gracias al análisis ANOVA se evidencia

de acuerdo a los datos recogidos, una dependencia del rendimiento del material con el tiempo de acción de la interacción de los polifenoles del extracto del jengibre junto al GO.

3.5.4. Caracterización del rGO

3.5.4.1. Microscopía electrónica de barrido (SEM) del rGO

A continuación en la figura 7-3 y en la figura 8-3 se representa el análisis SEM de las muestras rGO A18 y rGO A24 respectivamente, se presentan un aumento a $50\ \mu\text{m}$ y $20\ \mu\text{m}$ de cada muestra. Además, en la figura 9-3 se presenta los análisis SEM del GO versus rGO A24 con el fin de comparar las cualidades morfológicas que los distinguen.

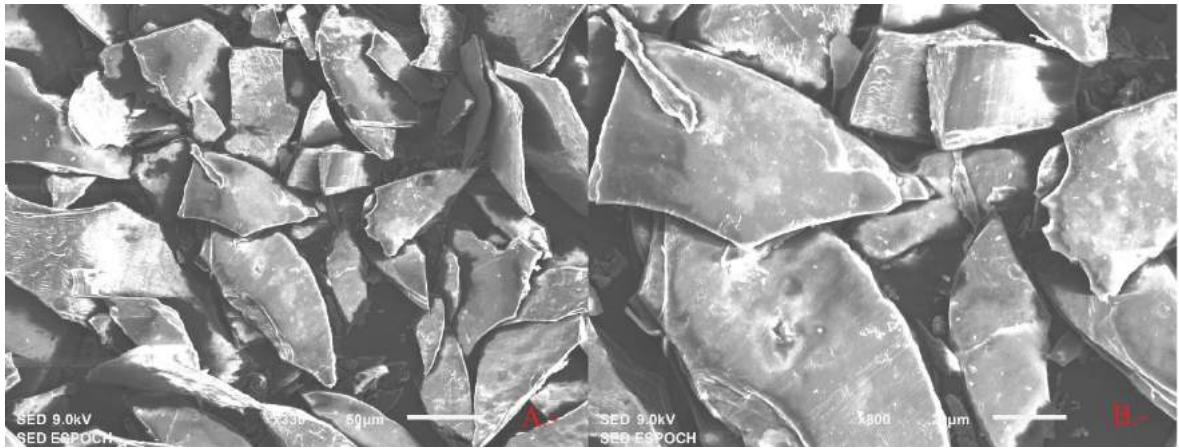


Figura 7-3: Análisis SEM del rGO A18: A.- aumento a $50\ \mu\text{m}$ y B.- aumento a $20\ \mu\text{m}$

Realizado por: Andrade, Jesus. 2022.

En la figura 7-3 se observa una disposición de las capas de grafeno, desordenadas y heterogéneas, este efecto puede deberse al proceso de sonicación y a la manipulación de las capas para su análisis. Las nanohojas tienden a ser irregulares y plegables lo cual sugiere una estructura frágil, cualidad común de las películas ultrafinas características del rGO.

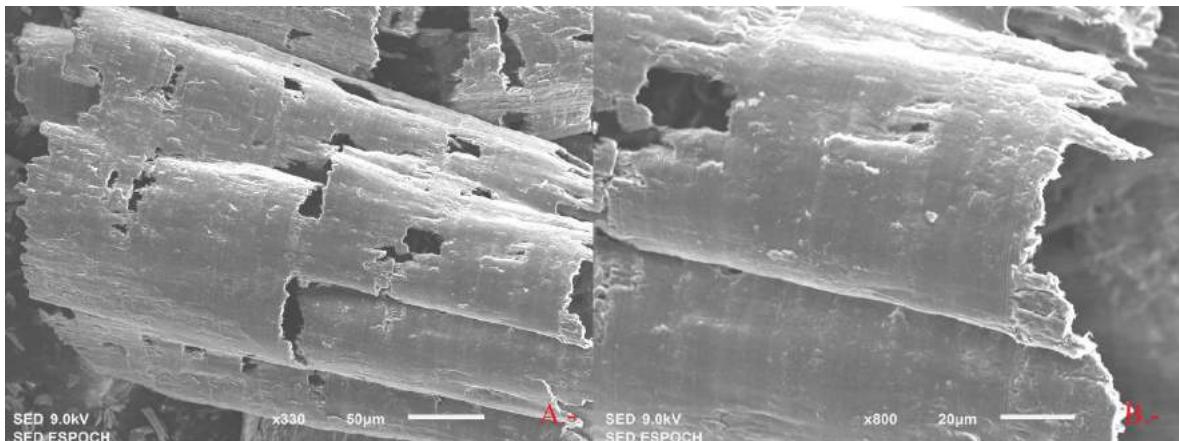


Figura 8-3: Análisis SEM del rGO A24: A.- aumento a $50\ \mu\text{m}$ y B.- aumento a $20\ \mu\text{m}$

Realizado por: Andrade, Jesus. 2022.

En el SEM del rGO A24 es evidente una morfología laminar regular, este efecto se atribuye a la interrupción producida en las láminas de carbono planar del tipo sp^2 provocado por la interacción con el carbono hibridado del tipo sp^3 como mencionan Colom et al. (2020, p. 173).

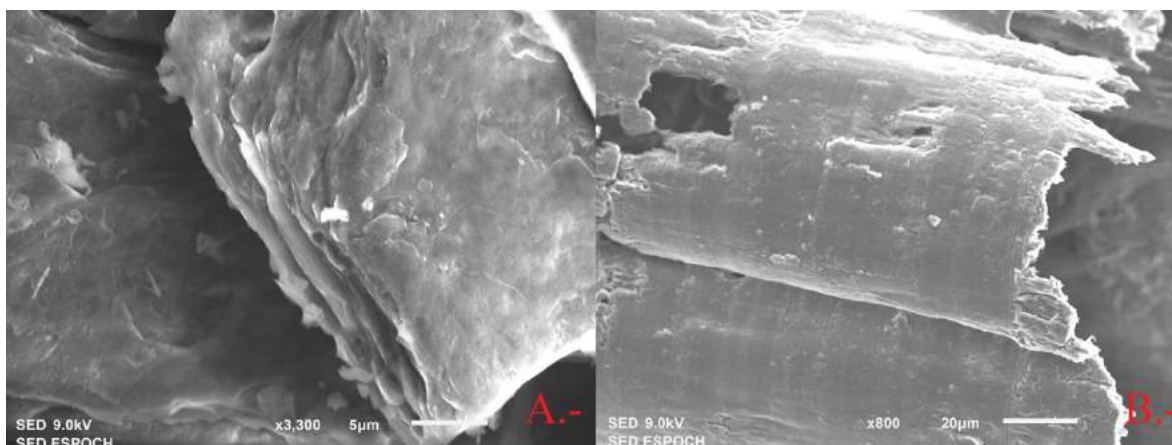


Figura 9-3: Comparación del análisis SEM del GO (A.-) y el rGO (B.-)

Realizado por: Andrade, Jesus. 2022.

En la figura 9-3 se confrontan las dos muestras obtenidas en esta investigación, el análisis SEM del GO y del rGO respectivamente. A primera vista se puede distinguir que la estructura del GO tiende a ser más heterogénea y voluminosa, lo que consecuentemente provoca una menor definición laminar. Un factor clave en el cambio morfológico al pasar de GO a rGO se debe a la exfoliación provocada por el proceso de sonicación (Colom et al. 2020, p. 173). Debido a este proceso el rGO presenta efectos estéricos de impedimento en las láminas que están vinculadas con aquellas interacciones de tipo Van der Waals. Por otro lado, las muestras GO presenta aglutinamientos debido a las interacciones de puentes de hidrógeno debido en gran parte por la presencia de grupos hidroxilos (Colom et al. 2020, p. 173).

3.5.4.2. Espectroscopía ultravioleta visible (UV-visible) rGO

A continuación en los gráficos 14-3 y 15-3 se presenta los espectros del experimento A y D respectivamente, a pesar de que el análisis UV-visible se realizó a los 6 experimentos que conforman esta investigación, los más sobresalientes son los presentados a continuación, ya que para este análisis en específico, estos dos experimentos permiten observar claramente un proceso de corrimiento hacia el rojo, el cual depende exclusivamente del tiempo de acción, es decir estos

espectros demuestran un relación directamente proporcional entre la reducción del GO y el tiempo en que permaneció el polifenol y el GO bajo agitación.

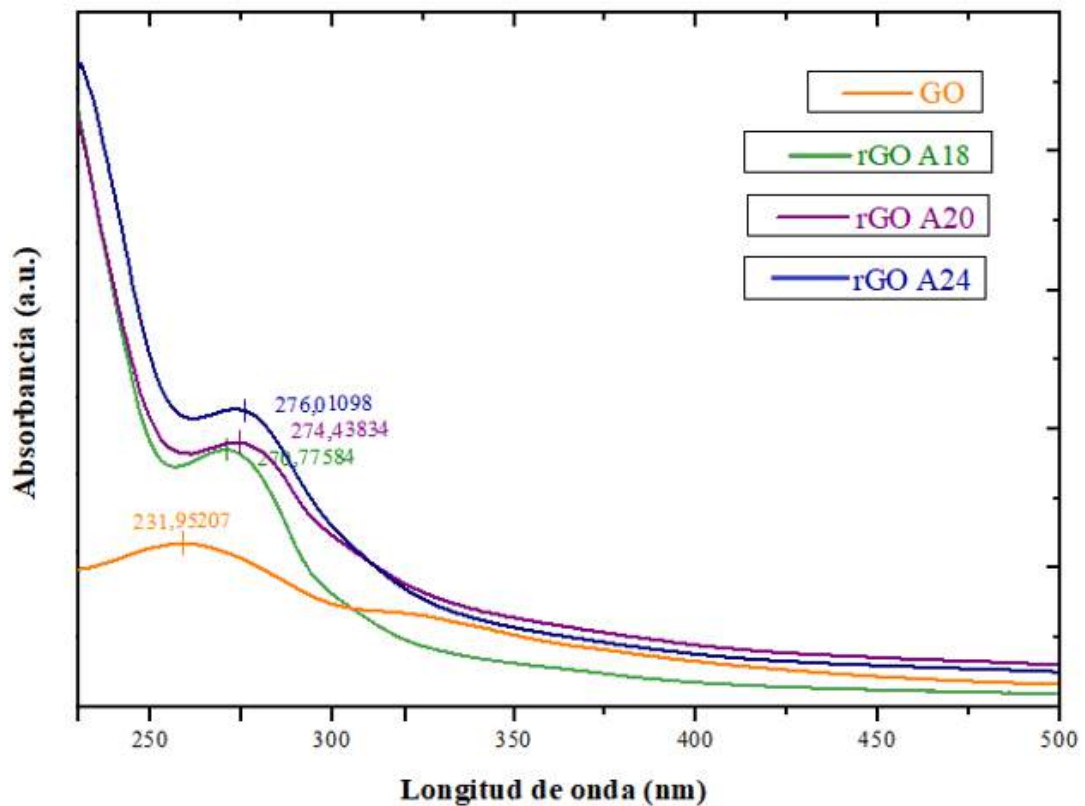


Gráfico 14-3: Análisis UV-visible del rGO A

Realizado por: Andrade, Jesus. 2022.

En el gráfico 14-3 se observa que a medida que se produce la reacción se establece de manera gradual un pico característico que se desplaza al rojo, este efecto indica que la conjugación electrónica se restablece. Se observa también una tendencia bajista en el rango 220-260 nm que termina con un punto de inflexión aproximadamente en 265 nm, esta tendencia parte de una absorbancia alta y evidentemente debe su naturaleza al polifenol. Como se observa todos espectros de rGO poseen el mismo comportamiento en el rango mencionado, a diferencia del espectro obtenido del GO. Este efecto indica una adsorción realmente fuerte entre los extractos de polifenol y el grafeno, caso similar al ocurrido en la investigación Wang, Shi y Yin. (2011, p. 1129) en la reducción verde de GO usando hojas de té.

Bajo un análisis técnico vemos como el espectro perteneciente al GO presenta un pico fuerte alrededor de 231,95 nm el cual corresponde a transiciones del tipo $\pi-\pi^*$ mientras que las muestras de rGO A18, A20 y A24 muestra un pico referente en 270,76, 274,44 y 276,01 respectivamente, los cuales corresponden también a transiciones del tipo $\pi-\pi^*$. Lo cual sugiere que la mayoría de las funcionalidades de oxígeno se han eliminado de la superficie del GO, pero se conserva la

conjugación (C=C). Además, se observa como el pico de 300 nm disminuye su intensidad en los espectros rGO A18, rGO A20 y rGO A24 (Manchala et al. 2019, p. D).

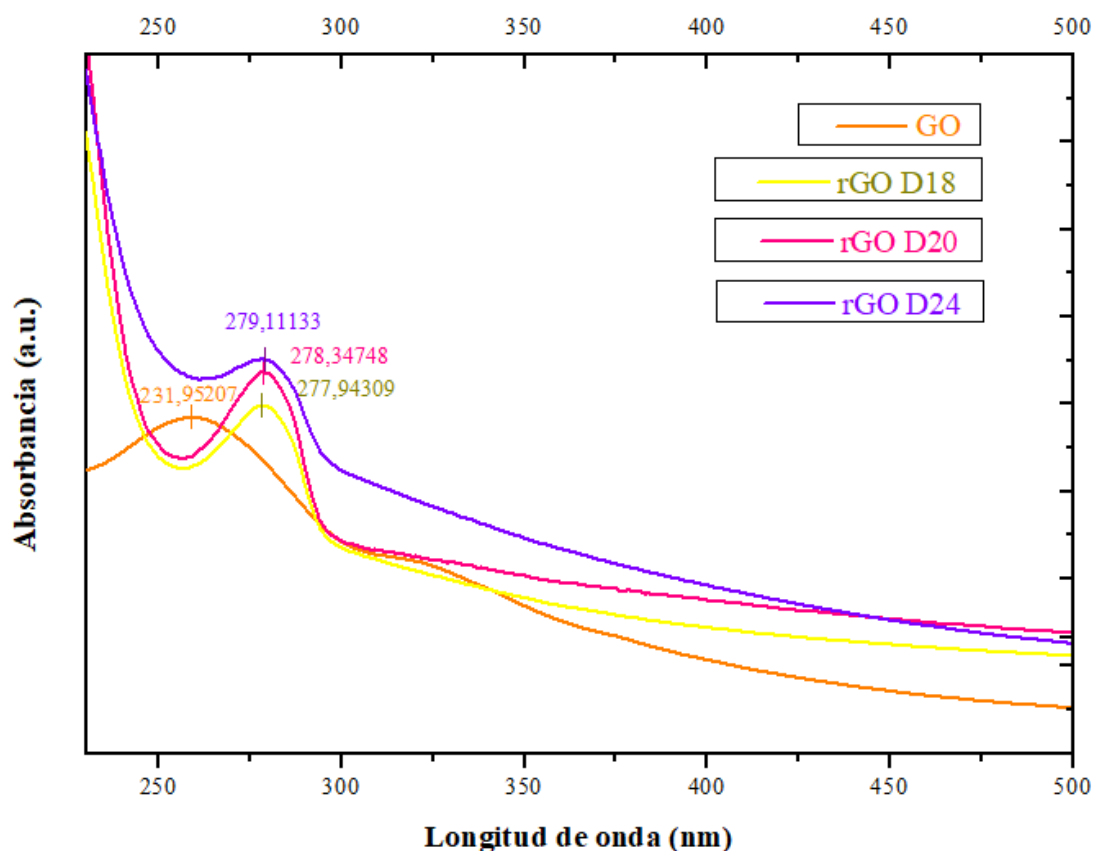


Gráfico 15-3: Análisis UV-visible del rGO D

Realizado por: Andrade, Jesus. 2022.

En el gráfico 15-3 se observa los picos característicos obtenidos tras el uso de extracto de polifenol del jengibre como agente reductor del GO, este espectro representa al experimento D y a cada una de las muestras tomadas a 18, 20 y 24 horas. Como se observa al igual que en el gráfico 14-3 del experimento A existe un efecto claro de corrimiento al rojo, sin embargo la diferencia del desplazamiento de los picos de las muestras D18, D20 y D24 es bastante pequeña, lo que sugiere que el grafeno ha alcanzado un punto de reducción adecuado antes del primer tiempo propuesto, este criterio deberá ser considerado para la optimización de recursos en la síntesis de rGO.

A pesar de ello las muestras D18, D20 y D24 presenta un corrimiento al rojo satisfactorio de 277,94 , 278,35 y 379,11. Estos intensos picos se deben principalmente a la restauración de la red sp^2 del grafeno. Como indican Wang, Shi y Yin (2011, p. 1129). en su estudio comparativo al evaluar la eficiencia de varios agentes reductores concluye: que el máximo desplazamiento al rojo es un criterio útil para estimar el rendimiento del agente reductor en estudio. Bajo esta premisa Wang, Shi y Yin. (2011, p. 1129) comparan la absorción final de rGO obtenido bajo el uso de hidracina y fenilhidracina con un pico característico en 270 nm. Los resultados presentes en esta

investigación presentan picos aún mayores en el espectro UV-visible, lo que sugiere un método más eficiente en la reducción del GO.

A partir del gráfico 15-3 se puede concluir que el tiempo de acción ha sido demasiado alto debido a que la relación entre tiempo de acción y el desplazamiento al rojo del espectro UV-vis muestra una varianza realmente pequeña en los tiempos escogido en este modelo propuesto. Por lo que se propone, con el afán de mejorar la eficiencia en la reducción del GO usando polifenol del jengibre tiempos de acción más bajos.

3.5.4.3. Espectroscopía infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) rGO

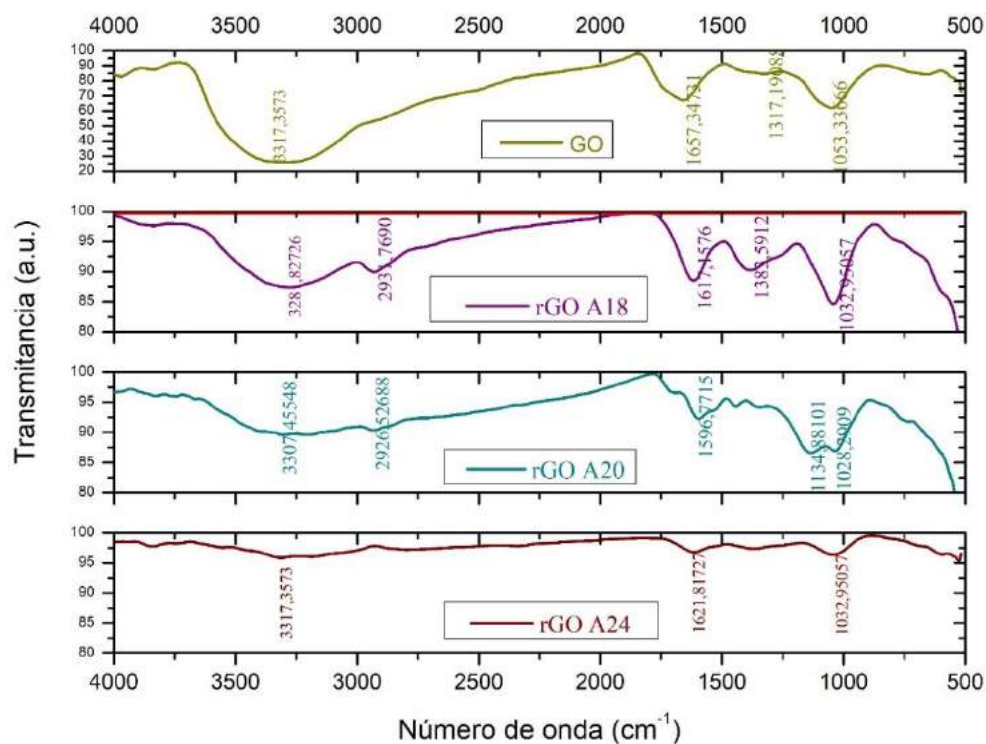


Gráfico 16-3: Análisis FTIR del rGO A

Realizado por: Andrade, Jesus. 2022.

Tabla 16-3: Grupos funcionales presentes en el rGO A

Muestras	Rango	Grupo funcional	Clase de compuesto	Número de onda [cm^{-1}]	%T
GO	3700-3000	O-H	Grupos hidroxilos	3317,36	26,76
	1657-1610	C=O	Grupos carbonilos	1657,45	67,81
	1385-1130	C-O	Grupos fenólico	1317,19	84,91
	1046-1028	C-O-C	Grupos epóxico	1043,43	62,34
A18	3700-3000	O-H	Grupos hidroxilos	3281,83	87,39
	2942-2920	-CH, -CH ₂ , -CH ₃	Hidrocarburos alifáticos	2931,77	89,94

	1657-1610	C=O	Grupos carbonilos	1617,16	87,56
	1385-1130	C-O	Compuestos fenólicos	1383,59	91,34
	1046-1028	C-O-C	Grupos epóxico	1032,95	84,89
A20	3700-3000	O-H	Grupos hidroxilos	3307,45	89,93
	2942-2920	-CH, -CH ₂ , -CH ₃	Hidrocarburos alifáticos	2926,53	91,27
	1657-1610	C=O	Grupos carbonilos	1596,77	92,47
	1385-1130	C-O	Compuestos fenólicos	1134,88	92,3
	1046-1028	C-O-C	Grupos epóxico	1028,29	92,34
A24	3700-3000	O-H	Grupos hidroxilos	3317,36	95,28
	2942-2920	-CH, -CH ₂ , -CH ₃	Hidrocarburos alifáticos	-----	-----
	1657-1610	C=O	Grupos carbonilos	1621,82	96,34
	1385-1130	C-O	Compuestos fenólicos	-----	-----
	1046-1028	C-O-C	Grupos epóxico	1032,95	95,99

Realizado por: Andrade, Jesus. 2022.

En el gráfico 16-3 se presenta los espectros FTIR del experimento A, recordemos que el experimento A consiste en la reducción del GO usando extracto de polifenol de la corteza de eucalipto, este extracto posee una concentración de $920 \frac{\mu g}{ml}$. El experimento A presenta tres muestras A18, A20 Y A24 tomadas a diferentes tiempos de acción 18, 20 y 24 horas respectivamente. Ahora, al fijarnos en el rango $3700-3000 \text{ cm}^{-1}$ de los espectros pertenecientes al rGO vemos un decrecimiento drástico en la magnitud del grupo hidroxilo, este efecto viene acompañado de un pico agudo cercano a 1600 cm^{-1} el cual correlaciona las frecuencias de estiramiento como las frecuencias de flexión de los grupos OH de la GO que fue reducido (Manchala et al. 2019, p. D).

En cuanto a los picos presentes en el rango $2942-2870 \text{ cm}^{-1}$ representan a las frecuencias del estiramiento simétrico y asimétrico de hidrocarburos alifáticos (Rai et al. 2021, p. 4). En el rango

1385-1130 cm^{-1} los picos obtenidos están relacionados con frecuencias de estiramiento de grupos fenólico C-O, estos radicales son remanentes del proceso de reducción del rGO. Por último los picos presentes en el rango 1046-1028 cm^{-1} corresponde a radicales del tipo C-O-C característicos del grupo epóxico (Wang, Shi y Yin. 2011, p. 1128).

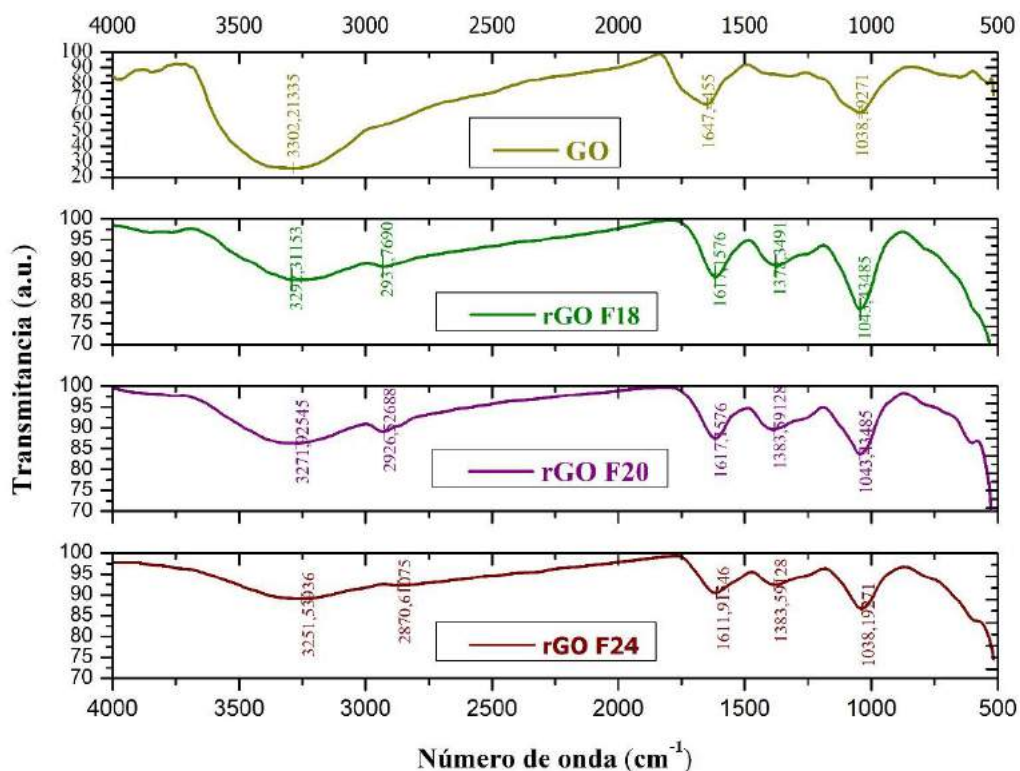


Gráfico 17-3: Análisis FTIR del rGO F

Realizado por: Andrade, Jesus. 2022.

Tabla 17-3: Grupos funcionales presentes en el rGO F

Muestras	Rango	Grupo funcional	Clase de compuesto	Número de onda [cm^{-1}]	%T
GO	3700-3000	O-H	Grupos hidroxilos	3302,21	26,76
	1657-1610	C=O	Grupos carbonilos	1647,45	67,81
	1385-1130	C-O	Grupos fenólicos	1317,19	84,91
	1046-1028	C-O-C	Grupos epóxico	1038,43	62,34
F18	3700-3000	O-H	Grupos hidroxilos	3297,31	85,91
	2942-2920	-CH, -CH ₂ , -CH ₃	Hidrocarburos alifáticos	2931,77	88,33
	1657-1610	C=O	Grupos carbonilos	1617,16	86,15
	1385-1130	C-O	Compuestos fenólicos	1372,59	88,87
	1046-1028	C-O-C	Grupos epóxico	1045,43	78,34

F20	3700-3000	O-H	Grupos hidroxilos	3271,92	86,24
	2942-2920	-CH, -CH ₂ , -CH ₃	Hidrocarburos alifáticos	2926,53	88,68
	1657-1610	C=O	Grupos carbonilos	1617,17	87,25
	1385-1130	C-O	Compuestos fenólicos	1383,59	88,99
	1046-1028	C-O-C	Grupos epóxico	1043,44	84,52
F24	3700-3000	O-H	Grupos hidroxilos	3251,54	88,47
	2942-2920	-CH, -CH ₂ , -CH ₃	Hidrocarburos alifáticos	2870,61	91,76
	1657-1610	C=O	Grupos carbonilos	1611,92	90,08
	1385-1130	C-O	Compuestos fenólicos	1383,59	92,61
	1046-1028	C-O-C	Grupos epóxicos	1038,19	87,79

Realizado por: Andrade, Jesus. 2022.

En el gráfico 17-3 se representa los espectros FTIR del experimento F, recordemos que el experimento F consiste en la reducción del GO usando extracto de polifenol del jengibre, este extracto posee una concentración de $110 \frac{\mu g}{ml}$. El experimento F presenta tres muestras F18, F20 Y F24 tomadas a diferentes tiempos de acción 18, 20 y 24 horas respectivamente. Los picos característicos en los espectros del rGO pertenecientes al experimento F se asemejan en gran parte a los picos del experimento A, sin embargo, presenta diferencias precisas que se correlaciona con la propuesta presentada como modelo experimental, que se detalla a continuación:

Aunque los espectros del experimento F siguen la misma tendencia de los espectros del experimento A, notamos una mayor proximidad en los valores de la transmitancia de los picos característicos de las muestras F18, F20 y F24 como se presenta en la tabla 17-3, este efecto podría deberse a un tiempo de acción demasiado alto para observar una diferencia significativa que permitiese ver el proceso de reducción del GO de una manera más clara. Este resultado junto al espectro obtenido en el gráfico 15-3 sugieren intervalos más largos entre las muestras y un tiempo de acción menor a las 18 horas como posibles mejoras para la reducción de GO usando extracto de polifenol de jengibre.

Tras analizar los espectros de los gráficos 16-3 y 17-3 es evidente como las intensidades de las bandas del número de onda que corresponde a las funcionalidades del oxígeno se ven disminuidas drásticamente, este efecto sugiere un proceso de reducción fuerte en el GO en ambos experimentos. Por último, es relevante comentar que al comparar los valores obtenidos en las tablas 16-3 y 17-3 se puede precisar que el experimento A es más eficaz en la reducción de los grupos funcionales característicos del GO.

3.5.4.4. Espectroscopía de rayos X (EDS) del rGO

A continuación, se presenta el estudio EDS de las muestras A18 y A24:

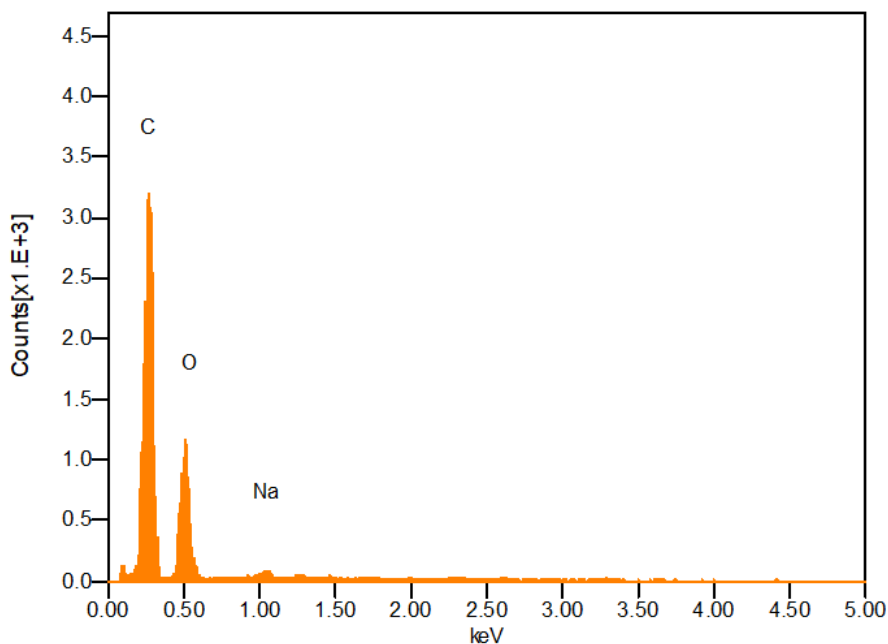


Gráfico 18-3: Análisis EDS del rGO A18

Realizado por: Andrade, Jesus. 2022.

En el gráfico 18-3 se puede observar el espectro del EDS de la muestra de rGO A18, es notable la predominancia de carbonos (C) frente a los oxígenos (O) este efecto es producido por la reducción del GO, además se puede distinguir como se ha colado elementos de sodio (Na) sin embargo dichos elementos son ínfimos en la muestra. La tabla 18-3 permite precisar los valores porcentuales de dichos átomos en la muestra rGO A18.

Tabla 18-3: Valores porcentuales del EDS en rGO A18

Fórmula	mass%	Atom%	Sigma	Net	K ratio	Line
C	14,96	73,24	0.07	16772	0.1080851	K
O	7,68	26,19	0.06	5045	0.0309711	K
Na	0.22	0.57	0.01	391	0.0014119	K
Total	22.86	100.00				

Realizado por: Andrade, Jesus. 2022.

Vemos como el 73,24% de la composición atómica de la muestra es carbono, mientras que la presencia de oxígeno es de tan solo 26,19 %. Si comparamos este resultado con el obtenido en la tabla 9-3, donde la presencia del oxígeno presente en el GO era de 40,85% vemos un proceso de

reducción moderado. Este resultado no solo sugiere un proceso de reducción bajo el uso de polifenoles como agente reductor, sino que indica también un proceso eficiente en la obtención de rGO

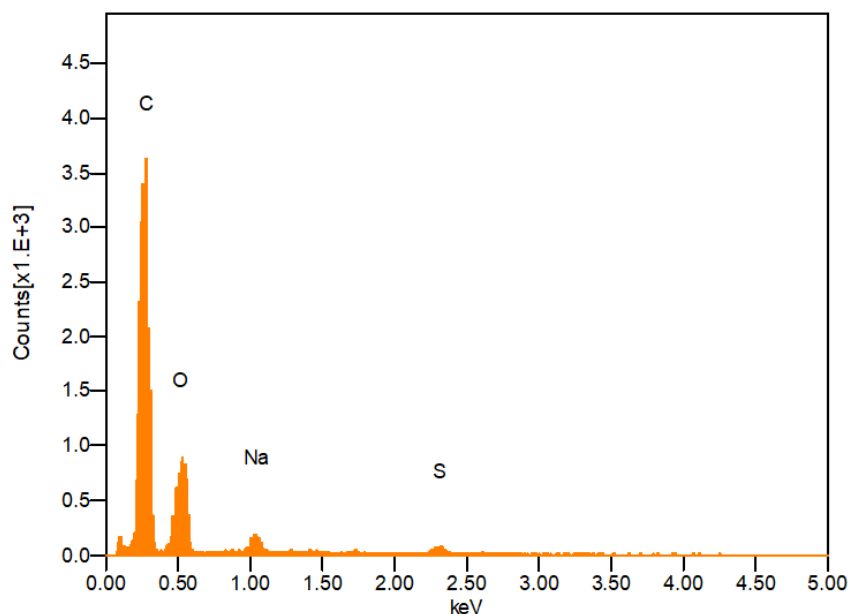


Gráfico 19-3: Análisis EDS del rGO A24

Realizado por: Andrade, Jesus. 2022.

En el gráfico 19-3 se presenta el espectro EDS de la muestra de rGO A24, al igual que el espectro de la muestra rGO A18 presentada en el gráfico 18-3 existe una clara predominancia del carbono (C) sobre el oxígeno (O), se nota también como elementos de sodio (Na) y azufre (s) se han colado en la muestra al igual que los casos anteriores la presencia de estas partículas se pueden deber por el procedimiento de los lavados o la calidad del agua destilada usada. En la tabla 19-3 se representa en detalle los valores porcentuales de los elementos mencionados.

Tabla 19-3: Valores porcentuales del EDS en rGO A24

Fórmula	mass%	Atom%	Sigma	Net	K ratio	Line
C	17.41	80.52	0.07	20817	0.1098680	K
O	5.77	17.46	0.05	5625	0.0282794	K
Na	0.53	1.31	0.01	1130	0.0033435	K
S	0.40	0.72	0.01	663	0.0029975	K
Total	24.11	100.00				

Realizado por: Andrade, Jesus. 2022.

En la tabla 19-3 se observa como el 80,52% de la estructura de la muestra de rGO A24 está constituida por carbonos por lo que al igual que la muestra rGO A18 se ha producido de manera satisfactoria un proceso de reducción en el GO estudiado. Ahora si comparamos los valores de la tabla 18-3 y 19-3 vemos como la presencia de oxígenos es menor en el rGO A24, por lo que podemos aseverar que el tiempo de acción es directamente proporcional al grado de reducción del GO, este resultado corrobora los resultados obtenidos en los gráficos 14-3 y 16-3 donde se presenta la misma relación.

En la tabla 19-3 se observa como el 80,52% de la estructura de la muestra de rGO A24 está constituida por carbonos por lo que al igual que la muestra rGO A18 se ha producido de manera satisfactoria un proceso de reducción en el GO estudiado. Ahora si comparamos los valores de la tabla 18-3 y 19-3 vemos como la presencia de oxígenos es menor en el rGO A24, por lo que podemos aseverar que el tiempo de acción es directamente proporcional al grado de reducción del GO, este resultado corrobora los resultados obtenidos en los gráficos 14-3 y 16-3 donde se presenta la misma relación.

CONCLUSIONES

- Se extrajo polifenol a partir del jengibre (*Zingiber officinale*) y de la corteza de eucalipto (*Eucalyptus globulus*), para ello se realizó una extracción sólido-líquido utilizando el etanol al 99% como disolvente polar, se utilizó también muestras en polvo secas y tamizadas. Para la extracción se consideró una razón sólido/líquido de 1/60 g/mL, preparando 550 ml de extracto de polifenol de las dos muestras en estudio. Para la contabilización de polifenoles se procedió mediante el método Folin-Ciocalteu, para ello fue necesario la síntesis del reactivo Folin-Ciocalteu, el cual proporciona un complejo azulado capaz de cuantificar la absorbancia de polifenoles mediante espectrofotometría de luz visible.

Para tener una ecuación referente que pudiese indicar la concentración de polifenoles, se construyó una curva de calibración. Para el conteo de los polifenoles totales en las muestras de jengibre y corteza de eucalipto se requirió un parámetro de referencia de una unidad básica de fenol comparable, para este estudio se consideró el ácido gálico, por su simpleza estructural. La curva de calibración presentó un $R^2 = 0,992$ lo cual indica una correlación apropiada en las absorbancias obtenidas.

De esta manera se calculó la concentración de polifenoles totales teniendo, 0,11 Eq. mg GAE/ml extracto o 7,25 Eq. mg GAE/g en el extracto de la muestra de jengibre, mientras que en la muestra de corteza de eucalipto se obtuvo 0,92 Eq. mg GAE/ml o su equivalente 60,67 mg GAE/g. Estos resultados difieren entre ellos, el aprovechamiento de la muestra de corteza de eucalipto sin duda es mucho más eficiente que el caso del jengibre, puesto que se requirió menos cantidad de muestra inicial y se consiguió una concentración de polifenoles casi nueve veces mayor, aún así los resultados son satisfactorios al compararlos con las investigaciones similares.

- Se sintetizó GO a partir del método químico *Hummers* modificado. A partir de 3 gr de grafito se obtuvo 2,83 gr de GO lo que corresponde a un rendimiento del 94,33 %. Para llegar a la conclusión de haber obtenido GO se realizó una serie de caracterizaciones. Se realizó un análisis UV-visible cuyo pico predominante marcó 232 nm este pico es atribuible a la transición $\pi-\pi^*$ de los enlaces aromáticos del tipo C-C propio del GO, se apreció también, un hombro, una ligera inflexión en la tendencia, aproximadamente a 300 nm. Se realizó también un análisis FTIR donde su espectro mostró un pico grande en el rango 3701-2874, relacionado a la presencia de radicales O-H del grupo hidroxilo, la magnitud de dichos picos tienen una relación proporcional al grado de oxidación de la muestra. Otro análisis cuantitativo que se realizó fue el EDS el cual permitió conocer el valor porcentual de cada elemento presente en la muestra, de esta manera se obtuvo 58,31% de carbono y 40,85% de oxígenos. Al poseer un porcentaje tan significativo de oxígenos es evidente un proceso de oxidación puesto que el

grafito usado se aproximaba a una pureza del 99%, por lo que el porcentaje de oxígenos presentes al GO se deben a los radicales oxigenados que fueron agregados.

- Para la reducción del GO se realizó seis experimentos considerando como variables tres concentraciones del extracto de polifenol de la corteza de eucalipto 920, 460 y $110 \frac{\mu g}{ml}$ y una concentración de $110 \frac{\mu g}{ml}$ de extracto de polifenol de jengibre, además se consideró tres tiempos de contacto para cada experimento de 18, 20, 24 h. Se propuso generar seis soluciones madre de las concentraciones mencionadas y de cada una de ellas se tomó 3 muestras en los diferentes tiempos, se tomó un volumen de 25ml por cada muestra, después cada una de las 18 muestras fueron mezcladas con 25 ml de GO en suspensión acuosa. Estas muestras se dispusieron en cajas petri previamente pesadas y luego se las introdujo al horno, una vez secas las 18 muestras fueron pesadas para calcular el rendimiento del rGO. Se obtuvo en promedio fue 20,5 mg de los 25 mg de GO usado, por lo cual se obtuvo un rendimiento del 82%.

El comportamiento de los datos sugería una dependencia del rendimiento del rGO a la concentración del agente reductor y el tiempo de acción donde el GO interactúa con los polifenoles. Para corroborar esta premisa se realizó un análisis estadístico ANOVA que afirmó esta dependencia tanto de la concentración como del tiempo de acción. Por esta razón se puede afirmar una relación directamente proporcional entre estas dos variables y el rendimiento de rGO.

- Se realizó un análisis UV-visible que permitió observar un efecto conocido como corrimiento al rojo dado que el pico predominante del espectro de las 18 muestras de rGO analizadas se encontraban entre 270 y 279 nm lo que sugiere una reducción fuerte en el GO y reconfiguración electrónica de las nanohojas de grafeno. Los análisis FTIR permitieron evidenciar una drástica disminución en la magnitud de los picos característicos de grupos funcionales oxigenados en especial los O-H del grupo hidroxilo. Los comportamientos de estos análisis sugieren una dependencia de la magnitud de los picos con el tiempo de acción puesto que a mayor tiempo de acción los picos fueron más pequeños incluso algunos desaparecieron. De igual manera se realizó un análisis EDS de las muestras rGO A18, rGO A24 y se los comparó entre ellos y con el espectro obtenido del GO. Al comparar los resultados porcentuales se observó como la presencia de oxígenos disminuye al reducirse puesto que pasa de 40,85% en el caso del GO a 26,19% y 17,46% para el caso del rGO A18 y rGO A24 respectivamente. Esta serie de análisis permiten aseverar que los polifenoles han actuado como un agente reductor ecológico eficiente.

RECOMENDACIONES

- Es altamente recomendable un estudio cinético de la reducción del GO usando polifenoles y considerando como variables: el tiempo de acción, la temperatura a la que se le somete a la solución y la concentración de extracto de polifenol. De esta manera se podría predecir la magnitud ideal de las variables mencionadas con el fin de eficientar el proceso de reducción verde.
- Se recomienda estudios más detallados sobre la naturaleza de la muestra que se vaya a usar en la extracción de polifenoles, debido a que es determinante para la concentración de los polifenoles el proceso de cultivo y el uso de químicos en las muestras.
- En cuanto a la caracterización de los polifenoles y el GO a través del análisis SEM se recomienda metalizar las muestras no conductoras para una mejor resolución de las fotografías obtenidas.
- Se debe prolongar el tiempo de agitación y sonicación para la extracción de polifenoles debido a que a mayor tiempo de acción mayor cantidad de polifenoles se pudo extraer, de igual manera se sugiere que el almacenamiento de los polifenoles se debe hacer en cristales debido a los efectos degradantes del agua en los polifenoles.
- Una vez conseguido replicar resultados de esta investigación como la de otras reducciones ecológicas del GO, se recomienda buscar aplicaciones del rGO obtenido, por ejemplo, como menciona Rai et al. (2021, p. 40) el rGO obtenido bajo una reducción ecológica puede ser estudiado para su futura aplicación como supercondensadores.
- Por último, se recomienda realizar estudios del rGO en la carbocatálisis sin metales en la síntesis ecológica de varias moléculas de alta importancia farmacéutica. Como mencionan Rai, V. et al. (2020, p.164), el uso de polifenoles como biorreductor del GO presenta una capacidad de síntesis y estabilización de diversas nanopartículas como Ag, Au, Fe y Pd.

BIBLIOGRAFÍA

ALLEN, Matthew J.; TUNG, Vincent C.; KANER, Richard B. Honeycomb carbon: a review of graphene. *Chemical reviews*, 2010, vol. 110, no 1, p. 132-145.

ATSDR. Resúmenes de Salud Pública: Hidracinas (Hydrazines) | PHS | ATSDR. Agency for Toxic Substances and Disease Registry [en línea]. [sin fecha] [consultado el 27 de enero de 2022]. Disponible en: https://www.atsdr.cdc.gov/es/phs/es_phs100.html

BALANDIN, Alexander A. Thermal properties of graphene and nanostructured carbon materials. *Nature materials*, 2011, vol. 10, no 8, p. 569-581.

BALANDIN, Alexander A., et al. Superior thermal conductivity of single-layer graphene. *Nano letters*, 2008, vol. 8, no 3, p. 902-907.

BARUA, Shaswat; GENG, Xiangshuai; CHEN, Biqiong. Graphene-based nanomaterials for healthcare applications. En *Photonanotechnology for Therapeutics and Imaging*. Elsevier, 2020. p. 45-81.

BAUTISTA, Thauso Gad Pachamango; REVOREDO, Lily Fanny Zapata. Propiedades del grafeno y sus aplicaciones en el campo energético. *Revista Campus*, 2018, vol. 23, no 26.

BEKYAROVA, Elena, et al. Chemical modification of epitaxial graphene: spontaneous grafting of aryl groups. *Journal of the American Chemical Society*, 2009, vol. 131, no 4, p. 1336-1337.

BERA, Madhab, et al. Facile one-pot synthesis of graphene oxide by sonication assisted mechanochemical approach and its surface chemistry. *Journal of nanoscience and nanotechnology*, 2018, vol. 18, no 2, p. 902-912.

BESBES, I.; et al. "Nanofibrillated cellulose from Alfa, Eucalyptus and Pine fibres: Preparation, characteristics and reinforcing potential". *Carbohydrate Polymers* [en línea], 2011, 86(3), pp. 1198-1206. [Consulta: 02 febrero 2021]. ISSN 01448617. Disponible en: <http://dx.doi.org/10.1016/j.carbpol.2011.06.015>.

BHATTACHARYA, Gourav, et al. Aloe vera assisted facile green synthesis of reduced graphene oxide for electrochemical and dye removal applications. *RSC advances*, 2017, vol. 7, no 43, p. 26680-26688.

BLAINSKI, Andressa; LOPES, Gisely Cristiny; DE MELLO, João Carlos Palazzo. Application and analysis of the folin ciocalteu method for the determination of the total phenolic content from *Limonium brasiliense* L. *Molecules*, 2013, vol. 18, no 6, p. 6852-6865.

BONACCORSO, Francesco, et al. Production and processing of graphene and 2d crystals. *Materials today*, 2012, vol. 15, no 12, p. 564-589.

BOWN, Horacio E.; LASSERRE, Jean-Pierre. An air-drying model for piled logs of *Eucalyptus globulus* and *Eucalyptus nitens* in Chile. *New Zealand Journal of Forestry Science*, 2015, vol. 45, no 1, p. 1-9.

BUNCH, J. Scott, et al. Coulomb oscillations and Hall effect in quasi-2D graphite quantum dots. *Nano letters*, 2005, vol. 5, no 2, p. 287-290.

BUNCH, J. Scott, et al. Electromechanical resonators from graphene sheets. *Science*, 2007, vol. 315, no 5811, p. 490-493. LU, Ganhua, et al. Semiconducting graphene: converting graphene from semimetal to semiconductor. *Nanoscale*, 2013, vol. 5, no 4, p. 1353-1368.

CG-NAVARRO, R. T.; WEITZ, A. M.; BITTNER, M. Scolari. A. Mews, M. Burghard, K. Kern. *Nano Lett*, 2007, vol. 7, p. 3499-3517

CHEN, Ji, et al. An improved Hummers method for eco-friendly synthesis of graphene oxide. *Carbon*, 2013, vol. 64, p. 225-229.

CHEN, Shanshan, et al. Raman measurements of thermal transport in suspended monolayer graphene of variable sizes in vacuum and gaseous environments. *ACS nano*, 2011, vol. 5, no 1, p. 321-328.

CHEN, Shanshan, et al. Thermal conductivity of isotopically modified graphene. *Nature materials*, 2012, vol. 11, no 3, p. 203-207.

CHU, Hwei-Jay; LEE, Chi-Young; TAI, Nyan-Hwa. Green preparation using black soybeans extract for graphene-based porous electrodes and their applications in supercapacitors. *Journal of Power Sources*, 2016, vol. 322, p. 31-39.

CHUA, Chun Kiang; PUMERA, Martin. Chemical reduction of graphene oxide: a synthetic chemistry viewpoint. *Chemical Society Reviews*, 2014, vol. 43, no 1, p. 291-312.

COLOM, X., et al. Análisis estructural de Óxidos de Grafeno (GO) y Óxidos de Grafeno reducidos (rGO). *Afinidad*, 2020, vol. 77, no 591.

COULTATE, T. P.; CARANDANG, Rachelle; ZIEGLER, Greg. Food: The Chemistry of Its Components. *Journal of Chemical Education*, 1998, vol. 75, no 2, p. 152-152.

DEPARTAMENTO DE SALUD Y. SERVICIOS PARA PERSONAS MAYORES DE NEW JERSEY. The Official Web Site for The State of New Jersey [en línea]. [sin fecha] [consultado el 2 de febrero de 2022]. Disponible en: <https://www.nj.gov/health/eoh/rtkweb/documents/fs/2063sp.pdf>

DREYER, Daniel R., et al. The chemistry of graphene oxide. *Chemical society reviews*, 2010, vol. 39, no 1, p. 228-240.

DREYER, Daniel R.; RUOFF, Rodney S.; BIELAWSKI, Christopher W. From conception to realization: an historical account of graphene and some perspectives for its future. *Angewandte Chemie International Edition*, 2010, vol. 49, no 49, p. 9336-9344

DREWNIAK, Sabina, et al. Studies of reduced graphene oxide and graphite oxide in the aspect of their possible application in gas sensors. *Sensors*, 2016, vol. 16, no 1, p. 103.

DUBIN, Sergey, et al. A one-step, solvothermal reduction method for producing reduced graphene oxide dispersions in organic solvents. *ACS nano*, 2010, vol. 4, no 7, p. 3845-3852.

ESPINOSA, E. Lignonanofibras de celulosa (LNFC) a partir de residuos agro-industriales no madereros. Obtención, caracterización y aplicaciones. (Trabajo de titulación). (Doctorado). Universidad de Córdoba, Facultad de Ciencias, Departamento de química inorgánica e ingeniería química. Córdoba- Argentina. 2019, p. 2-191.

FANG, Qile, et al. Freestanding bacterial cellulose-graphene oxide composite membranes with high mechanical strength for selective ion permeation. *Scientific reports*, 2016, vol. 6, no 1, p. 1-11.

FERNÁNDEZ-MERINO, María Jesús, et al. Vitamin C is an ideal substitute for hydrazine in the reduction of graphene oxide suspensions. *The Journal of Physical Chemistry C*, 2010, vol. 114, no 14, p. 6426-6432.

GARCIA-ESPINO, Eduardo, et al. Understanding the interface of six-shell cuboctahedral and icosahedral palladium clusters on reduced graphene oxide: experimental and theoretical study. *Journal of the American Chemical Society*, 2014, vol. 136, no 18, p. 6626-6633.

GARRITS, ANDONI. Química. Pearson Educación (1998) p. 856. ISBN 978-9-68444-318-1 Banfi, L.

GEIM, A. K. Graphene prehistory. *Physica Scripta*, 2012, vol. 2012, no T146, p. 014003.

GEIM, A. K. “Graphene: status and prospects.” *Science (New York, N.Y.)* vol. 324, 5934 (2009): 1530-4. doi:10.1126/science.1158877

GERSTNER, Ed. Nobel prize 2010: Andre geim & konstantin novoselov. *Nature Physics*, 2010, vol. 6, no 11, p. 836-836.

GHOSH, S., et al. Heat conduction in graphene: experimental study and theoretical interpretation. *New Journal of Physics*, 2009, vol. 11, no 9, p. 095012.

GOMEZ-NAVARRO, C.; BURGHARD, M.; KERN, K. Ultralow loading Pt nanocatalysts prepared by atomic layer deposition on carbon aerogels. *Nano Lett*, 2008, vol. 8, p. 2045-2049.

GONG, Lei, et al. Interfacial stress transfer in a graphene monolayer nanocomposite. *Advanced Materials*, 2010, vol. 22, no 24, p. 2694-2697.

GONZÁLEZ SILVA, Nicolás Fernando, et al. Estudio cinético de la extracción de compuestos fenólicos en corteza de *Eucalyptus nitens* y *Eucalyptus globulus* y su evaluación antifúngica. 2017.

GrapheneSquare (2020). “¿Cómo generar Grafeno?”. Extraído de:
<http://www.graphenesq.com/whatis/how.asp#:~:text=Bottom%20Up%20Method%20Graphene%20can,substrate%20catalysts%20and%20growing%20parameters.>

GURUNATHAN, Sangiliyandi, et al. Oxidative stress-mediated antibacterial activity of graphene oxide and reduced graphene oxide in *Pseudomonas aeruginosa*. *International journal of nanomedicine*, 2012, vol. 7, p. 5901.

HAGHIGHI, Behzad; TABRIZI, Mahmoud Amouzadeh. Green-synthesis of reduced graphene oxide nanosheets using rose water and a survey on their characteristics and applications. *RSC advances*, 2013, vol. 3, no 32, p. 13365-13371.

HE, Heyong, et al. A new structural model for graphite oxide. *Chemical physics letters*, 1998, vol. 287, no 1-2, p. 53-56.

HIRTH, John Price; LOTHE, Jens; MURA, T. Theory of dislocations. *Journal of Applied Mechanics*, 1983, vol. 50, no 2, p. 476.

IPOHORSKI, M.; & BOZZANO, P.B. "Microscopía electrónica de barrido en la caracterización de materiales". *Ciencia e Investigación*, vol. 63, n° 3 (2013), (Argentina) pp. 43-53.

JASIM, Ayad Naseef, et al. **Synthesis, Characterization and Optimization of Electrophoretic Deposition (EPD) Parameters of YSZ Layer on Ti-6Al-4V Alloy substrate.** En IOP Conference Series: Materials Science and Engineering. IOP Publishing, 2020. p. 012082.

JIN, Xiaoying, et al. Green reduction of graphene oxide using eucalyptus leaf extract and its application to remove dye. *Chemosphere*, 2018, vol. 208, p. 417-424.

KHAN, Mujeeb, et al. Green approach for the effective reduction of graphene oxide using *Salvadora persica* L. root (Miswak) extract. *Nanoscale research letters*, 2015, vol. 10, no 1, p. 1-9.

KHORDAD, R.; RASTEGAR SEDEHI, H. R. Magnetic susceptibility of graphene in non-commutative phase-space: Extensive and non-extensive entropy. *The European Physical Journal Plus*, 2019, vol. 134, no 4, p. 1-9.

KIM, Keun Soo, et al. Large-scale pattern growth of graphene films for stretchable transparent electrodes. *nature*, 2009, vol. 457, no 7230, p. 706-710.

KONG, Byoung Don, et al. First-principles analysis of lattice thermal conductivity in monolayer and bilayer graphene. *Physical Review B*, 2009, vol. 80, no 3, p. 033406.

KOVTYUKHOVA, Nina I., et al. Layer-by-layer assembly of ultrathin composite films from micron-sized graphite oxide sheets and polycations. *Chemistry of materials*, 1999, vol. 11, no 3, p. 771-778.

KUDIN, Konstantin N., et al. Raman spectra of graphite oxide and functionalized graphene sheets. *Nano letters*, 2008, vol. 8, no 1, p. 36-41.

LANGSETH, Lillian, et al. *Oxidants, antioxidants, and disease prevention*. Brussels's, Belgium: ILSI Europe, 1995.

LAZAR, P. et al. Adsorption of Small Organic Molecules on Graphene. *J. Am. Chem. Soc.*, 2013, vol. 135, p. 6372-6377.

LEE, Changgu; XIAODING, W.; JEFFREY, W. K.; James, H. *Meas. Elastic Prop. Intrinsic Strength Monolayer Graphene*. *Sci*, 2008, vol. 321, p. 385-388.

LEE, Hee-Jo; YOON, Jong-Gwan. Graphene nanomaterials-based radio-frequency/microwave biosensors for biomaterials detection. *Materials*, 2019, vol. 12, no 6, p. 952.

LERF, A., et al. Hydration behavior and dynamics of water molecules in graphite oxide. *Journal of Physics and Chemistry of Solids*, 2006, vol. 67, no 5-6, p. 1106-1110.

LI, Xin, et al. Graphene in photocatalysis: a review. *Small*, 2016, vol. 12, no 48, p. 6640-6696.

LIU, Fei; CHOI, Jong Young; SEO, Tae Seok. Graphene oxide arrays for detecting specific DNA hybridization by fluorescence resonance energy transfer. *Biosensors and Bioelectronics*, 2010, vol. 25, no 10, p. 2361-2365.

LOPEZ, Ismael Soto, et al. Síntesis y caracterización del grafeno, a partir del método de Hummers y reducción térmica con ácido ascórbico. 2011. XII. Encuentro participación de la mujer en la ciencia

LUO, Dachao, et al. Evaluation criteria for reduced graphene oxide. *The Journal of Physical Chemistry C*, 2011, vol. 115, no 23, p. 11327-11335.

MAJALCA, Blanca Cristina Hernández. Síntesis y Caracterización de Nanocompuestos de Óxido de Grafeno/Dióxido de Titanio para la Evolución Fotocatalítica de Hidrógeno a partir de la Molécula del Agua. 2018. Tesis Doctoral. CENTRO DE INVESTIGACIÓN EN MATERIALES AVANZADOS.

MALIK, Sharali, et al. High purity graphenes prepared by a chemical intercalation method. *Nanoscale*, 2010, vol. 2, no 10, p. 2139-2143.

MANCHALA, Saikumar, et al. Novel and highly efficient strategy for the green synthesis of soluble graphene by aqueous polyphenol extracts of eucalyptus bark and its applications in high-performance supercapacitors. *ACS Sustainable Chemistry & Engineering*, 2019, vol. 7, no 13, p. 11612-11620.

MANDAL, A.; & CHAKRABARTY, D. "Isolation of nanocellulose from waste sugarcane bagasse (SCB) and its characterization". *Carbohydrate Polymers* [en línea], 2011, (India) 86(3), pp. 1291-1299. ISSN 01448617. Disponible en: <http://dx.doi.org/10.1016/j.carbpol.2011.06.030>.

MANJARRÉS, Diego, GÓMEZ, Shirley y HERRERA, William. Graphene and electric transport properties in graphene-superconductor interfaces. [en línea] Universidad Nacional de Colombia, Bogotá, 2011 [Fecha consulta: 1 de abril 2022].

MARTINEZ, EDUARDO TOVAR. Síntesis y caracterización de óxido de grafeno reducido y dopado con N mediante un proceso solvotérmico. 2017.

MARTÍNEZ-FLÓREZ, S., et al. Los flavonoides: propiedades y acciones antioxidantes. *Nutrición hospitalaria*, 2002, vol. 17, no 6, p. 271-278.

MIRANDA, Isabel, et al. Fractioning and chemical characterization of barks of *Betula pendula* and *Eucalyptus globulus*. *Industrial Crops and Products*, 2013, vol. 41, p. 299-305.

MOHANTY, Nihar, et al. High-throughput, ultrafast synthesis of solution-dispersed graphene via a facile hydride chemistry. *Small*, 2010, vol. 6, no 2, p. 226-231.

MOTA, Inés, et al. Extraction of polyphenolic compounds from Eucalyptus globulus bark: process optimization and screening for biological activity. *Industrial & Engineering Chemistry Research*, 2012, vol. 51, no 20, p. 6991-7000.

NAIR, Rahul Raveendran, et al. Fine structure constant defines visual transparency of graphene. *Science*, 2008, vol. 320, no 5881, p. 1308-1308.

Narisano, E.; Riva, R "Sodium Borohydride" in Encyclopedia of Reagents for Organic Synthesis (2004). (Ed: L. Paquette), J. Wiley & Sons, New York.

NGUYEN, Ai Linh, et al. The golden eras of graphene science and technology: Bibliographic evidences from journal and patent publications. *Journal of Informetrics*, 2020, vol. 14, no 4, p. 101067.

NIKA, Denis L.; BALANDIN, Alexander A. Two-dimensional phonon transport in graphene. *Journal of Physics: Condensed Matter*, 2012, vol. 24, no 23, p. 233203

NOVOSELOV, Kostya S., et al. Electric field effect in atomically thin carbon films. *science*, 2004, vol. 306, no 5696, p. 666-669.

ORDAZ, J.; et al. Métodos estadísticos y Económicos en la empresa y para finanzas. [en línea]. Sevilla-España: Universidad Pablo de Olavide, 2014. Disponible en: https://www.upo.es/export/portal/com/bin/portal/upo/profesores/jaordsan/profesor/1311101268463_mxtodos_estadxsticos_y_economxtricos_en_la_empresa_y_para_finanzas.pdf.

OVID'KO, I. A. Mechanical properties of graphene. *Rev. Adv. Mater. Sci*, 2013, vol. 34, no 1, p. 1-11.

PARADA ARRPUP, M. S. Estudio del equilibrio de extracción hidrofílico de la corteza de Eucalyptus nitens y eucalyptus globulus. (2017).

PARK, Sungjin, et al. Hydrazine-reduction of graphite-and graphene oxide. *Carbon*, 2011, vol. 49, no 9, p. 3019-3023.

PARK, Sungjin; RUOFF, Rodney S. Chemical methods for the production of graphenes. *Nature nanotechnology*, 2009, vol. 4, no 4, p. 217-224.

PETROZZI, Sergio, et al. Flow Injection Analysis for the Direct Quantification of the Total Polyphenol Content in Coffee Brews Original Paper. *Journal of Flow Injection Analysis*, 2011, vol. 28, no 1, p. 23.

PLATINETTI, Leticia Aldana; PORCAL RUIZ, María Natalia; SÁNCHEZ, Remedios Mercedes. *Galletas a base de harina de trigo enriquecidas con extracto de jengibre rico en polifenoles*. 2016. Tesis de Licenciatura.

POKROPIVNY, Vladimir, et al. *Introduction to nanomaterials and nanotechnology*. Ukraine: Tartu University Press, 2007. p.16

PONIATOWSKA, Aleksandra; TRZASKOWSKI, Maciej; CIACH, Tomasz. Production and properties of top-down and bottom-up graphene oxide. *Colloids and Surfaces A: Physicochemical and Engineering Aspects*, 2019, vol. 561, p. 315-324.

RAGUPATHI RAJA KANNAN, Rengasamy; ARUMUGAM, Rajasekaran; ANANTHARAMAN, Perumal. Fourier transform infrared spectroscopy analysis of seagrass polyphenols. *Current Bioactive Compounds*, 2011, vol. 7, no 2, p. 118-125.

RAI, Sadhna, et al. Biocompatible synthesis of rGO from ginger extract as a green reducing agent and its supercapacitor application. *Bulletin of Materials Science*, 2021, vol. 44, no 1, p. 1-11.

RAI, Vijai K., et al. Bio-reduction of Graphene Oxide: Catalytic Applications of (Reduced) GO in Organic Synthesis. *Current Organic Synthesis*, 2020, vol. 17, noe 3, p. 164-191.

RODRÍGUEZ GONZÁLEZ, Claramaría; KHARISSOVA, Oxana Vasilievna. Propiedades y aplicaciones del grafeno. *Ingenierías*, 2008, vol. 11, no 38, p. 17-23.

ROSAS, Ofelia; SILVA, Ernesto; CABALLERO, F. Electrodo transparentes conductores basados en óxido de grafeno reducido para depósito electroquímico de óxidos semiconductores de interés fotovoltaico (Tesis maestría). *Centro de Investigación en Materiales Avanzados, México*, 2016.

SANTOS, Sónia AO, et al. Characterization of phenolic components in polar extracts of Eucalyptus globulus Labill. bark by high-performance liquid chromatography–mass spectrometry. *Journal of agricultural and food chemistry*, 2011, vol. 59, no 17, p. 9386-9393.

SANTOS, Sónia AO, et al. Phenolic composition and antioxidant activity of *Eucalyptus grandis*, *E. urograndis* (*E. grandis* × *E. urophylla*) and *E. maidenii* bark extracts. *Industrial Crops and Products*, 2012, vol. 39, p. 120-127.

SAQUICARAY, Aguay; DEL PILAR, Magdalena. *Evaluación de la Actividad Antiinflamatoria de la Mezcla de Extractos Fluidos de Jengibre (Zingiber officinale), Tomillo (Thymus vulgaris L.), Romero.* 2012. Tesis de Licenciatura.

SARKAR, S. K., et al. Magnetic properties of graphite oxide and reduced graphene oxide. *Physica E: Low-dimensional Systems and Nanostructures*, 2014, vol. 64, p. 78-82.

SEN, Low H.; NAINAR, Mohamed Ansari M.; BEGUM, Shahida. Model, synthesis and applications of graphene oxide: a review. *Nanomaterials and Energy*, 2014, vol. 3, no 2, p. 61-65.

SEMENOFF, Gordon W. Condensed-matter simulation of a three-dimensional anomaly. *Physical Review Letters*, 1984, vol. 53, no 26, p. 2449.

SHEN, Yi, et al. Synthesis of Pt, PtRh, and PtRhNi alloys supported by pristine graphene nanosheets for ethanol electrooxidation. *ChemCatChem*, 2014, vol. 6, no 11, p. 3254-3261.

S. HUMMERS J, OFFMAN RE. *Preparation of Graphitic Oxide.* *J Am Chem Soc*, 1958, vol. 80, p. 1339

STRANKOWSKI, Michał, et al. Polyurethane nanocomposites containing reduced graphene oxide, FTIR, Raman, and XRD studies. *Journal of Spectroscopy*, 2016, vol. 2016.

STANKOVICH, Sasha, et al. Graphene-based composite materials. *nature*, 2006, vol. 442, no 7100, p. 282-286.

STANKOVICH, Sasha, et al. Synthesis of graphene-based nanosheets via chemical reduction of exfoliated graphite oxide. *carbon*, 2007, vol. 45, no 7, p. 1558-1565.

SU, C. Y., et al. *ACS Nano*, 2011, 5, 2332–2339. *This article is licensed under a Creative Commons Attribution-NonCommercial*, vol. 3.

SUK, Ji Won, et al. Mechanical properties of monolayer graphene oxide. *ACS nano*, 2010, vol. 4, no 11, p. 6557-6564.

TAPPI, T 211 om-02. Ash in wood, pulp, paper and paperboard: combustion at 525°C. reducción térmica con ácido ascórbico. 2011. XII. Encuentro participación de la mujer en la ciencia

TAPPI, T 412 om-06. Moisture in pulp, paper and paperboard.

TARCAN, Raluca, et al. Reduced graphene oxide today. *Journal of Materials Chemistry C*, 2020, vol. 8, no 4, p. 1198-1224.

TIWARI, Santosh K., et al. Evolution of graphene oxide and graphene: from imagination to industrialization. *ChemNanoMat*, 2018, vol. 4, no 7, p. 598-620.

TOVAR MARTÍNEZ, Eduardo. Síntesis y caracterización de óxido de grafeno reducido y dopado con N mediante un proceso solvotérmico. 2017. Tesis de Maestría.

TUBON USCA, Gabriela, et al. Zeolite-assisted shear exfoliation of graphite into few-layer graphene. *Crystals*, 2019, vol. 9, no 8, p. 377.

U.S. Environmental Protection Agency | US EPA [en línea]. [sin fecha] [consultado el 20 de enero de 2022]. Disponible en: <https://www.epa.gov/sites/default/files/2016-09/documents/hydrazine.pdf>

VALADEZ-VILLAREAL, A; et al. Comparación de dos técnicas de extracción de jengibre (*Zingiber officinale* Roscoe) y cuantificación de fenólicos totales y capacidad antioxidante. 2010, vol 4, p. 813-817

VARGAS ASTUDILLO, Daniela Rocío. Síntesis de óxido de grafeno reducido y aminado químicamente y su influencia en las propiedades eléctricas y mecánicas de nanocompuestos a base de caucho natural. 2017.

VÁZQUEZ, G., et al. Antioxidant activity and phenolic content of chestnut (*Castanea sativa*) shell and eucalyptus (*Eucalyptus globulus*) bark extracts. *Industrial crops and products*, 2008, vol. 28, no 3, p. 279-285.

VÁZQUEZ, G., et al. Evaluation of potential applications for chestnut (*Castanea sativa*) shell and eucalyptus (*Eucalyptus globulus*) bark extracts. *Industrial crops and products*, 2009, vol. 29, no 2-3, p. 364-370.

VECCHIO, Maria Gabriella; LOGANES, Claudia; MINTO, Clara. Beneficial and healthy properties of Eucalyptus plants: A great potential use. *The Open Agriculture Journal*, 2016, vol. 10, no 1

VEGA BAUDRIT, José, et al. Síntesis y caracterización de nanosílices funcionalizadas injertadas con 3-aminopropil trietoxisilano para ser utilizadas en adhesivos de poliuretano. 2007.

VILLARO ÁBALOS, Elvira. Preparación y estudio de las propiedades de nanocomposites de matriz polimérica y materiales grafénicos. 2017.

WANG, Mingchao; YAN, Cheng; MA, Lin. Graphene nanocomposites. *Composites and their Properties*, 2012, vol. 17.

WANG, Yan; SHI, ZiXing; YIN, Jie. Facile synthesis of soluble graphene via a green reduction of graphene oxide in tea solution and its biocomposites. *ACS applied materials & interfaces*, 2011, vol. 3, no 4, p. 1127-1133.

WEI, Dacheng, et al. Synthesis of N-doped graphene by chemical vapor deposition and its electrical properties. *Nano letters*, 2009, vol. 9, no 5, p. 1752-1758.

XIE, Guancai, et al. Graphene-based materials for hydrogen generation from light-driven water splitting. *Advanced materials*, 2013, vol. 25, no 28, p. 3820-3839.

XU, Changyan, et al. Fabrication and characteristics of reduced graphene oxide produced with different green reductants. *PloS one*, 2015, vol. 10, no 12, p. e0144842.

XU, Yan-Li, et al. The ultraviolet absorption of graphene in the Tamm state. *Optik*, 2020, vol. 219, p. 165015.

YAN, Liang, et al. Chemistry and physics of a single atomic layer: strategies and challenges for functionalization of graphene and graphene-based materials. *Chemical Society Reviews*, 2012, vol. 41, no 1, p. 97-114.

YAZDI, Gholam Reza; IAKIMOV, Tihomir; YAKIMOVA, Rositsa. Epitaxial graphene on SiC: a review of growth and characterization. *Crystals*, 2016, vol. 6, no 5, p. 53.

ZHANG, Min; YE, Bang-Ce. A reversible fluorescent DNA logic gate based on graphene oxide and its application for iodide sensing. *Chemical Communications*, 2012, vol. 48, no 30, p. 3647-3649.

ZHOU, Xuejiao, et al. Reducing graphene oxide via hydroxylamine: a simple and efficient route to graphene. *The Journal of Physical Chemistry C*, 2011, vol. 115, no 24, p. 11957-11961.

ZHU, Ting; LI, Ju. Ultra-strength materials. *Progress in Materials Science*, 2010, vol. 55, no 7, p. 710-757.

ZHU, Yanwu, et al. Graphene-Based Ultracapacitors. En *ECS Meeting Abstracts*. IOP Publishing, 2010. p. 427.

ANEXOS

ANEXO A: SECADO, MOLIENDA Y TAMIZAJE DE LAS MUESTRAS



Figura 1A. Muestras de jengibre y corteza de eucalipto

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.



Figura 2A. Muestras molidas

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.



Figura 3A. Tamizaje de la muestra de corteza de eucalipto

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.

ANEXO B: EXTRACCIÓN DE POLIFENOLES DE LAS MUESTRAS



Figura 1B. Agitación del polvo de corteza y etanol al 99%

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.



Figura 2B. Agitación del polvo de jengibre y etanol al 99%

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.



Figura 3B. Extracción al vacío de la muestra de jengibre

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.



Figura 4B. Extracción al vacío de la muestra de la corteza.

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.



Figura 5B. Filtrado de la muestra de la corteza

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.



Figura 6B. Rotavapor de la muestra de extracto de jengibre

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.



Figura 7B: Sonicación de los extractos

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.



Figura 7B: Extracto de polifenol de corteza de eucalipto (derecha).

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.

ANEXO C: SÍNTESIS DEL GO MEDIANTE EL MÉTODO *HUMMERS* MODIFICADO



Figura 1C: Materiales usados en la síntesis de GO

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.



Figura 2C: Adición del permanganato de potasio

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.



Figura 3C: Adición de peróxido de hidrógeno

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.



Figura 4C: Óxido de grafito

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.



Figura 5C: Óxido de grafito seco

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.

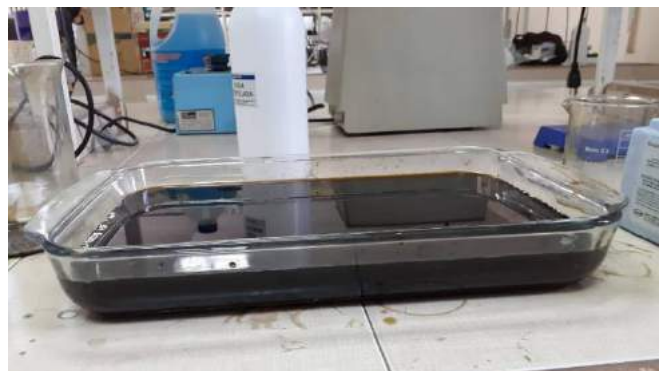


Figura 6C: Óxido de grafeno (GO)

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.



Figura 7C: Óxido de grafeno (GO) seco

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.



Figura 8C: Óxido de grafeno (GO) tras pesarlo

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.

ANEXO D: CONTEO DE POLIFENOLES MEDIANTE EL MÉTODO *FOLIN-CIOCALTEU*



Figura 1D: Preparación del reactivo Folin-Ciocalteu

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.



Figura 2D: Soluciones para aforar usadas en la curva de calibración.

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.



Figura 3D: Soluciones aforadas a 25 ml

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.



Figura 4D: Eliminación de las partículas sólidas en las soluciones

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.

ANEXO E: REDUCCIÓN DEL GO



Figura 1E: Adición de polifenoles de corteza al GO

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.



Figura 2E: Soluciones madre de los experimentos A, B y C

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.



Figura 3E: Soluciones madre bajo agitación

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.



Figura 4E: Muestras rGO tras procesos de lavado

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.



Figura 5E: rGO B18 con etanol al 99%

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.



Figura 6E: Cálculo del rendimiento del rGO

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.



Figura 7E: rGO A, B y C

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.



Figura 8E: rGO A, B, C, D, E, F y muestras PILOTO

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.

ANEXO F: CANTIDAD DE CENIZA Y HUMEDAD



Figura 1F: Medición de la masa de corteza.

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.



Figura 2F: Incineración de las muestras

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.



Figura 3F: Rendimiento de la ceniza

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.

ANEXO G: ANÁLISIS UV-VISIBLE



Figura 1G: Análisis UV-visible de las muestras rGO

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.

ANEXO H: ANÁLISIS FTIR



Figura 1H: Análisis FTIR de las muestras rGO

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.

ANEXO I: ANÁLISIS SEM.



Figura 1I: Microscopio electrónico de barrido usado

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.



Figura 2I: Muestras estudiadas: 1GO, 2rGO

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.

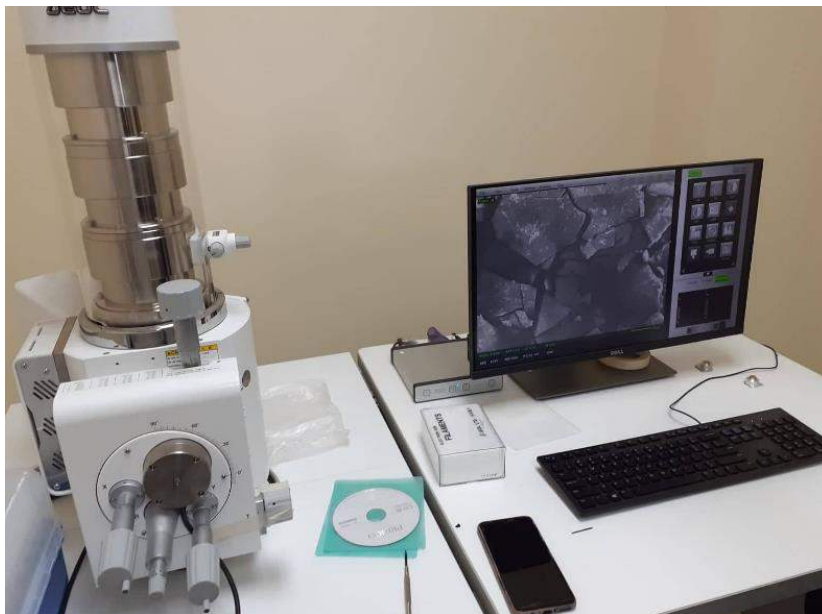


Figura 3I: Análisis SEM.

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.



Figura 4I: Análisis SEM del GO

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.

ANEXO J: ESPECTROS FTIR REALIZADOS

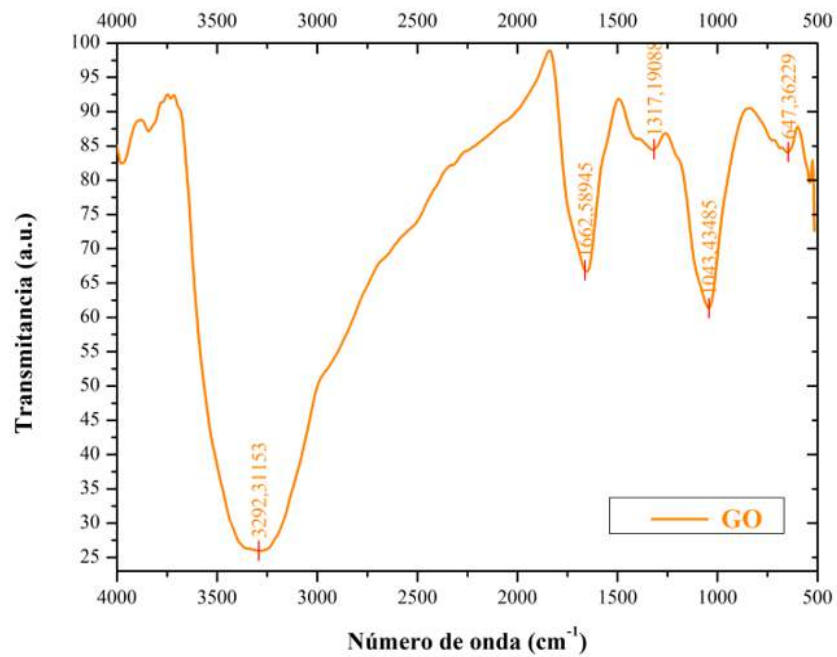


Figura 1J: Análisis FTIR del GO

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.

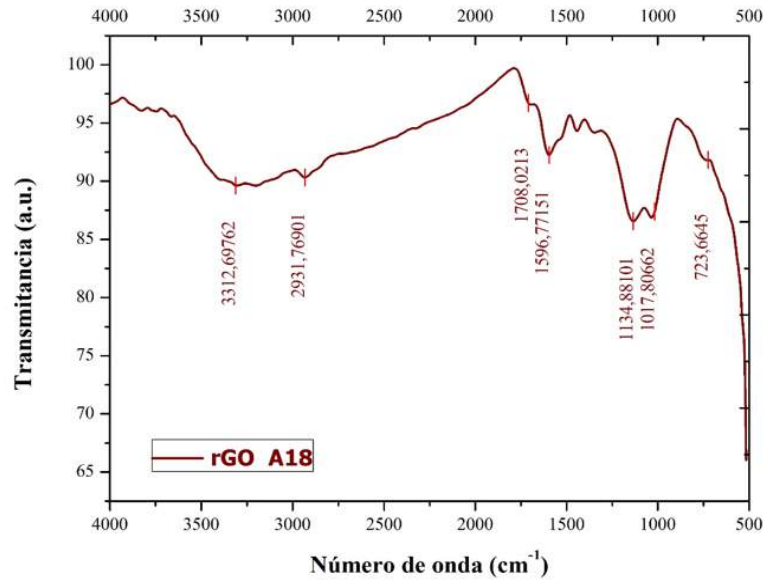


Figura 2J: Análisis FTIR del rGO A18

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.

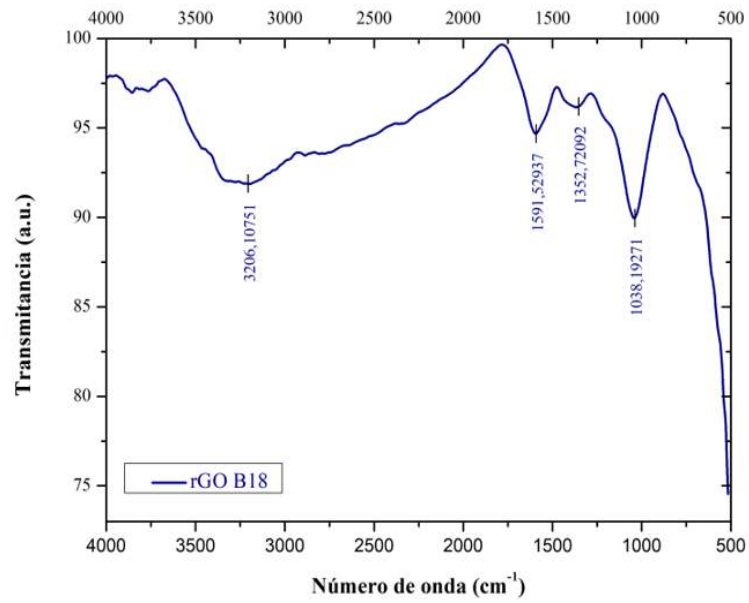


Figura 3J: Análisis FTIR del rGO B18

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.

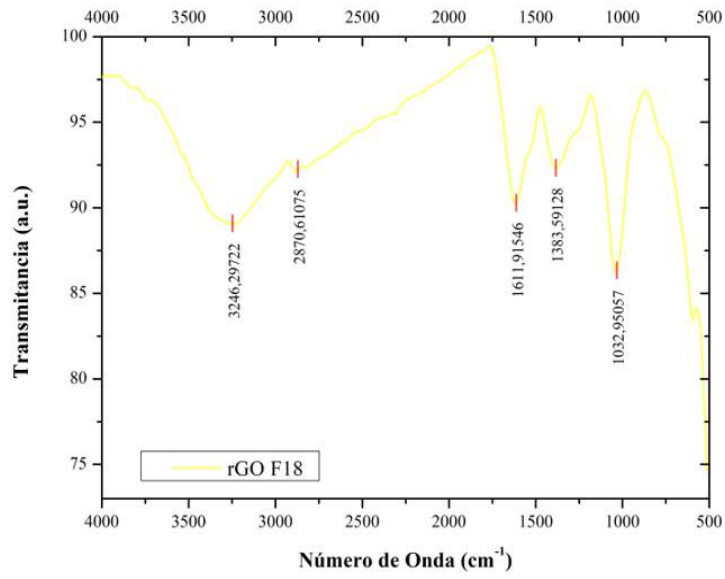


Figura 4J: Análisis FTIR del rGO F18

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.

ANEXO K: ESPECTROS UV-VISIBLE REALIZADOS

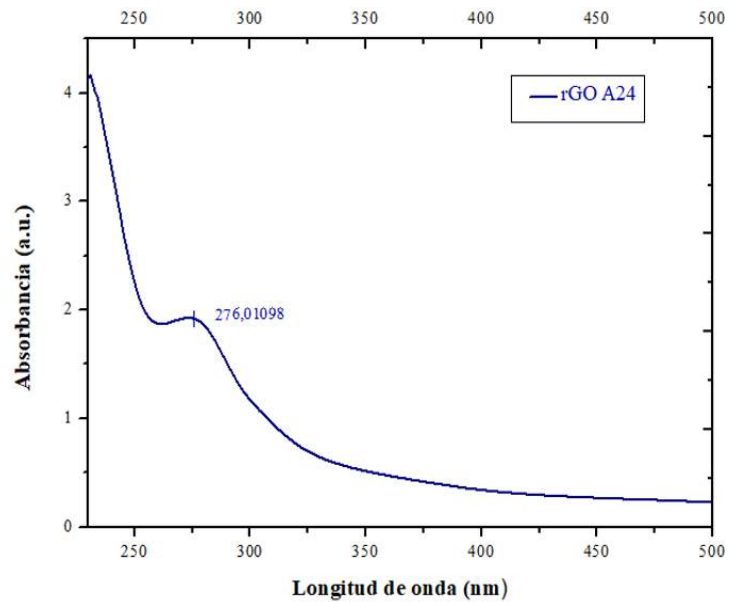


Figura 1K: Análisis UV-visible del rGO A24

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.

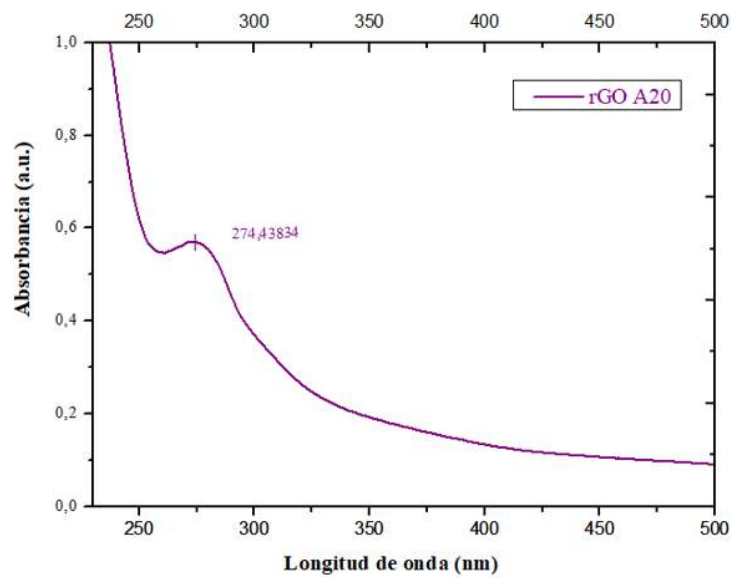


Figura 2K: Análisis UV-visible del rGO A20

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.

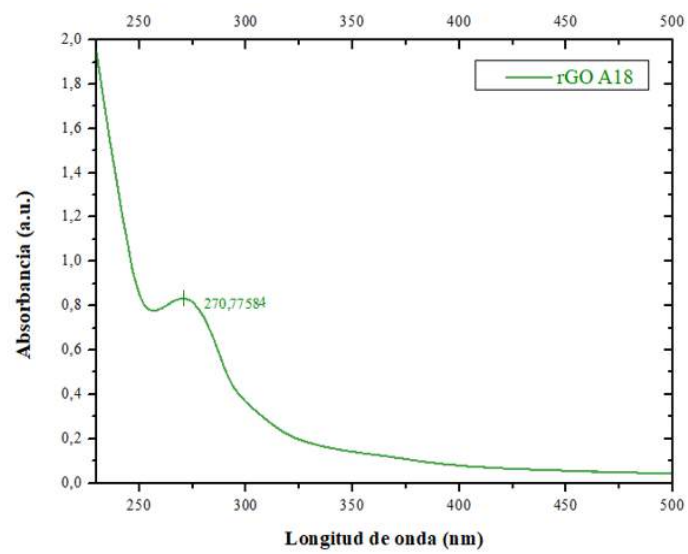


Figura 3K: Análisis UV-visible del rGO A18

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.

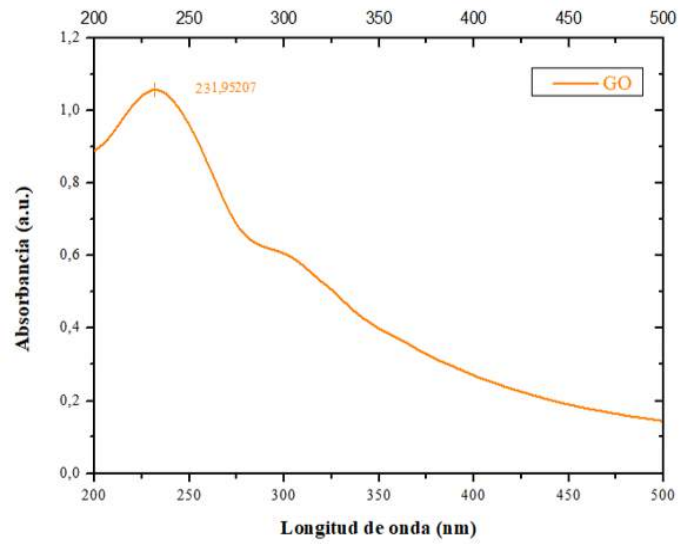


Figura 4K: Análisis UV-visible del GO

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.

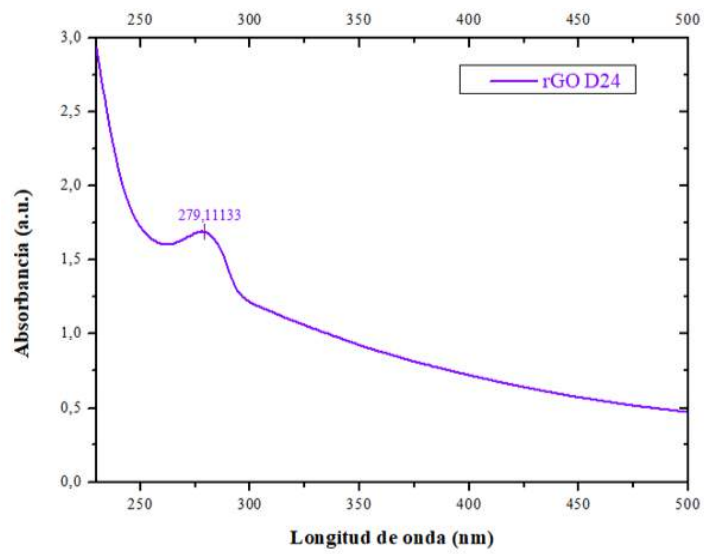


Figura 5K: Análisis UV-visible del rGO D24

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.

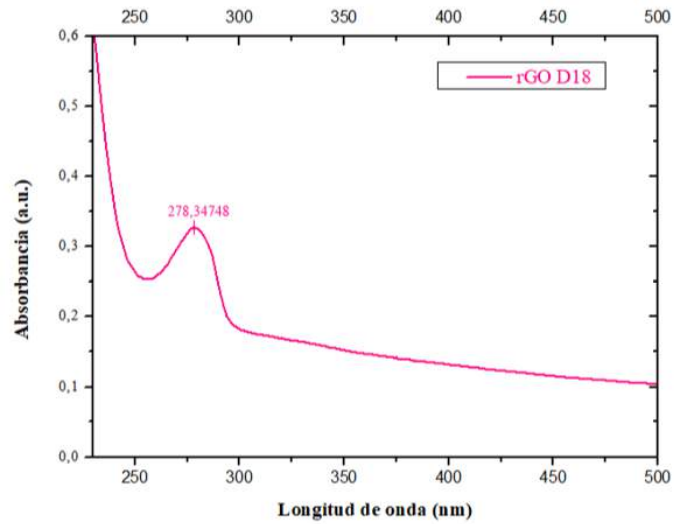


Figura 6K: Análisis UV-visible del rGO D18

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.

ANEXO L: IMÁGENES SEM OBTENIDAS

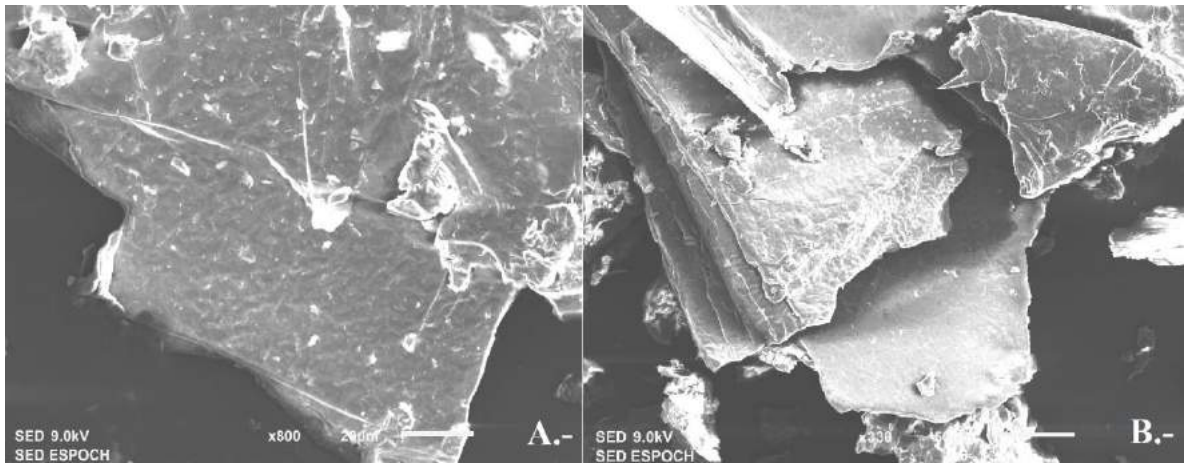


Figura 1L: Imagen SEM del GO: A.- a 20 μm y B.- a 50 μm

Realizado por: Andrade, Jesus, 2022.

ANEXO M: CÁLCULO DE LA HUMEDAD DE LAS MUESTRAS

Para el cálculo de la humedad se usó la siguiente expresión:

$$\text{Humedad, \%} = \frac{(W_1 - W_2)}{W_1} \times 100$$

Donde:

W_1 = peso inicial de muestra en gramos

W_2 = peso final de muestra en gramos

- **Cálculo de la humedad de la muestra de corteza de eucalipto**

$$\text{Humedad, \%} = \frac{(8,34 - 8,033)}{8,34} \times 100$$

$$\text{Humedad, \%} = 3,68$$

- **Cálculo de la humedad de la muestra de corteza de eucalipto**

$$\text{Humedad, \%} = \frac{(8,34 - 7,653)}{8,34} \times 100$$

$$\text{Humedad, \%} = 8,24$$

ANEXO N: CÁLCULO DE LA CANTIDAD DE CENIZA DE LAS MUESTRAS

Para el cálculo de la humedad se usó la siguiente expresión:

$$\text{Ceniza, \%} = \frac{A \times 100}{B}$$

Donde:

A = peso obtenido de la ceniza en gramos

B = peso de la muestra libre de humedad

- **Cálculo de la cantidad de ceniza de la corteza de eucalipto**

$$\text{Ceniza, \%} = \frac{0,171 \times 100}{8,033}$$

$$\text{Ceniza, \%} = 2,13$$

- **Cálculo de la cantidad de ceniza del jengibre**

$$Ceniza, \% = \frac{0,244 \times 100}{7,653}$$

$$Ceniza, \% = 3,19$$

ANEXO O: CÁLCULO DE POLIFENOLES TOTALES

Para el cálculo de fenoles totales se usó la ecuación 2-2, de manera de que:

$$C_{fenoles} = \left(A_{muestra} \frac{-b}{a} \right) * \left(\frac{D}{C_{extracto} * 1000} \right)$$

Donde,

$C_{fenoles}$: concentración de fenoles en la muestra (Eq. $\frac{mg \text{ GAE}}{g \text{ extracto}}$)

$A_{muestra}$: absorbancia del extracto

$C_{extracto}$: concentración del extracto ($\frac{g}{l}$)

D: factor de dilución

$$a = 0,0608 ; b = -0,104$$

- **Polifenoles totales del extracto de jengibre**

$$C_{fenoles} = \left(0,487 - \frac{(-0,104)}{0,0608} \right) \frac{mg \text{ GAE}}{ml} * \left(\frac{\frac{25 \text{ ml}}{0,5 \text{ ml}}}{\frac{8,34 \text{ g}}{550 \text{ ml}} * 1000} \right)$$

$$C_{fenoles} = 7,25 \text{ Eq.} \frac{Mg \text{ GAE}}{g \text{ extracto}} = 0,110 \text{ Eq.} \frac{mg \text{ GAE}}{ml \text{ extracto}}$$

- **Polifenoles totales del extracto de corteza de eucalipto**

$$C_{fenoles} = \left(0,58 - \frac{(-0,104)}{0,0608} \right) \frac{mg \text{ GAE}}{ml} * \left(\frac{\frac{25 \text{ ml}}{0,0625 \text{ ml}}}{\frac{8,34 \text{ g}}{550 \text{ ml}} * 1000} \right)$$

$$C_{fenoles} = 60,67 \text{ Eq.} \frac{Mg \text{ GAE}}{g \text{ extracto}} = 0,920 \text{ Eq.} \frac{mg \text{ GAE}}{ml \text{ extracto}}$$